

Entstehung und Stabilität von Delta-Ferrit beim Schweißen von 9% Chromstählen

Diplomarbeit

erstellt von

Peter Häckel

durchgeführt am

Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik



unter der Leitung von

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Christof Sommitsch

betreut durch

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Peter Mayr
Professur Schweißtechnik, Technische Universität Chemnitz

Graz, im März 2013



Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Graz, am

.....
(Unterschrift)

Statutory Declaration

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources/resources, and that I have explicitly marked all material which has been quoted either literally or by content from the used sources.

.....
(date)

.....
(signature)

Danksagung

Obschon ich bereits geraume Zeit auf die Leere des Bildschirms starre, während meine Finger auf der Tastatur ruhend, lediglich von kurzen Geistesblitzen gebeutelt, jene unausgegorenen Fragmente löschen, welche diese kurz zuvor noch zögerlich aneinandergereiht haben, vermag mir keine Formulierung von den Fingern zu gleiten, welche meiner Dankbarkeit in angemessenem Umfang Ausdruck verleihe, ohne dabei eine eintönige Aneinanderreihung von „Mein Dank gilt ...“ und „Mein besonderer Dank gilt ...“ zu Papier zu bringen.

Ein derartiges Abexerzieren von Dankesphrasen würde lediglich all jene, die in den Genuss der Lektüre dieser Arbeit kommen, beim Erblicken dieser Seite intuitiv zum Weiterblättern veranlassen, ohne sich jedoch jenen zu widmen, denen ich meine Dankbarkeit auszusprechen gedenke. Die Liste derer, denen ich mich zu Dank oder etwa sogar zu besonderem Dank verpflichtet fühle, ist im Laufe meines Studiums zu beträchtlicher Länge herangewachsen, weshalb sich eine technisch schlicht gehaltene tabellarische Anordnung empfehlen würde. Zur Linken jene, denen mein besonderer Dank gilt, und zur Rechten jene, denen na ja mein Dank halt eben gilt. Die Verstimmung, welche mit einer derartigen Schubladisierung von Personen entsprechend ihres jeweiligen kumulierten Danksagensguthabens einherginge, was einer mutwilligen Diskriminierung gleich käme, lässt mich jedoch von dieser Abstand nehmen, wo doch selbst jene, welche mit meinem besonderen Dank gesegnet würden, vor Neid erblassten, wenn mit ganz oder gar ganz ganz besonderem Dank und für herausragende Leistungen in Sachen Geduld und Unterstützung meine Eltern, meine Familie und meine Liebste Erwähnung fänden. Aber es ist schon wahr, ohne die zuvor Genannten wäre es nicht so weit gekommen, dass ich am heutigen Tage an der Technischen Universität Graz sitzend diese letzten Worte, die nun zur Vollendung der vorliegenden Arbeit führen, zu Papier bringe und dem finalen Abschluss meiner Ausbildung sehnsüchtig entgegensinniere.

Eine derartige Einteilung würde ebenso wenig jenem Personenkreis gerecht werden, welcher am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik sein Tagewerk verrichtet, da diese in ihrer Zahl periodisch fluktuierende Ansammlung hilfsbereiter und engagierter Personen unter der Leitung von Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Christof Sommitsch während meiner mehrjährigen Tätigkeit am Institut als Studienassistent, Mitarbeiter für allerlei EDV-Belange und Diplomand stets für ein freundschaftliches Arbeitsklima gesorgt und mich bei der Vollendung dieser Arbeit wesentlich unterstützt hat. Obgleich ich damit riskierte, um der Gerechtigkeit Genüge zu tun, sämtliche dieser mir wichtigen Personen namentlich erwähnen zu müssen, bedürfte es im Sinne einer standesgemäßen Danksagung ohne Zweifel der besonderen Würdigung des Betreuers und Begutachters meiner Arbeit, Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Peter Mayr, für dessen Unterstützung bei der Erstellung der vorliegenden Arbeit. Eine derartige Erwähnung würde den Stein unaufhaltsam ins Rollen bringen und eine ganze Flut an Namen nach sich ziehen, welche ebenso einer Nennung bedürften. Nicht auszudenken, wie viele Seiten damit gefüllt werden würden, aber wenn ich so darüber sinniere, läge mir, wenn ich denn schon dabei wäre, ebenso daran, Herrn Em.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Horst H. Cerjak, dem die Leitung des Institutes bis zum Jahr 2009 oblag, hochachtungsvoll für des-

sen persönlichen Einsatz zu danken. Dabei drängt sich mir der Gedanke auf, dass ich, wenn ich letztendlich doch noch eine adäquate Danksagensmethode gefunden habe, nicht vergessen dürfte mich, wie im vorliegenden Fall angemessen, ganz besonders beim Laborpersonal für die tatkräftige Unterstützung zu bedanken.

Mittlerweile richtet sich mein Blick auf einen weniger leeren Bildschirm und je länger ich mich damit auseinandersetze, desto länger wird die zu Beginn erwähnte Liste. Da nun zu allem Übel auch noch der zur Verfügung stehende Platz zur Neige geht, wäre es an der Zeit, zur eigentlichen, allumfassenden und dennoch auf den Punkt gebrachten Danksagung voranzuschreiten, von der sich, wie ich hoffe, alle beteiligten Personen gleichermaßen und in vollem Umfang angesprochen fühlen.

Danke!

Peter Häckel
Graz, im März 2013

Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Entstehung und Stabilität von Delta-Ferrit beim Schweißen von 9% Chromstählen. Die Forderung nach einer Anhebung der Wirkungsgrade thermischer Kraftwerke führt zu einer fortwährenden Erhöhung der Betriebsparameter Druck und Temperatur. Dies bedarf einer stetigen Weiterentwicklung, um Werkstoffe mit angemessener Kriechbeständigkeit bei den geforderten Temperaturen zu erzeugen, wobei den Werkstoffkosten für eine wirtschaftliche Wettbewerbsfähigkeit große Bedeutung zukommt.

Die Gruppe der 9% Chromstähle hinkt im Bereich höherer Temperaturen den austenitischen Stählen bisher hinterher, soll jedoch durch deren Weiterentwicklung langfristig zu einer kostengünstigeren Alternative werden. Martensitische 9% Chromstähle neigen aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung bei rascher Abkühlung aus hohen Temperaturen, wie diese beispielsweise beim Schweißen erreicht werden, zu einem Restanteil an Delta-Ferrit, welcher bis Raumtemperatur im Gefüge verbleibt. Delta-Ferrit wird mit einer Verschlechterung der Zähigkeit, Festigkeit, Dauerfestigkeit, Kriechbeständigkeit und Oxidationsbeständigkeit des Werkstoffes in Verbindung gebracht.

Im Zuge der Untersuchungen wird das Verhalten der Werkstoffe 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 (NPM4) und X10CrWMoVNb9-2 (P92) in Bezug auf deren Neigung zur Bildung von Delta-Ferrit verglichen, wobei es sich beim NPM4 um einen neuen Werkstoff in dessen Entwicklungsphase handelt, wohingegen P92 bereits breite Anwendung im Bau thermischer Kraftwerke findet. Die Durchführung zahlreicher Versuche erfolgte mit Einzelproben beider Werkstoffe an einem Abschreckdilatometer. Zur Bestimmung des Werkstoffverhaltens und der Veränderungen, welche sich infolge des Durchlaufens eines Schweißtemperaturzyklus und unterschiedlicher Wärmebehandlungen ergeben, wurden an den Proben metallographische Untersuchungen mittels Lichtmikroskop, Rasterelektronenmikroskop und energiedispersivem Röntgenspektrometer (EDX) sowie Mikro- bzw. Makrohärtemessungen durchgeführt. Begleitend durchgeführte Simulationen mittels MatCalc zeigen das Umwandlungsverhalten beider Werkstoffe, welches diese bei idealisierten Gleichgewichtsbedingungen zeigen. Weiters wird mittels Simulationen der Einfluss unterschiedlicher Legierungselemente auf das Delta-Ferrit-Phasengebiet gezeigt. Beide Werkstoffe zeigen eine inhomogene Verteilung der enthaltenen Legierungselemente, welche insbesondere durch deren Ausscheidungscharakteristik begünstigt wird. Bei der Auflösung von Ausscheidungen, wie diese etwa an Korngrenzen konzentriert vorliegen, kommt es zu lokal hohen Konzentrationen gelöster, insbesondere ferritbildender bzw. -stabilisierender Legierungselemente im Gefüge, welche aufgrund ihrer niedrigen Diffusionsgeschwindigkeit nicht zum Ausgleich kommen. Dies begünstigt die Bildung von Delta-Ferrit bereits bei niedrigeren als den, entsprechend des Gleichgewichtszustandes, zu erwartenden Temperaturen. Weiters bleiben nach Auflösung des Delta-Ferrits größere Mengen an Ausscheidungen zurück, welche diesen Effekt bei wiederkehrendem Erhitzen des Werkstoffs weiter verstärken. Ebenso wird dadurch die Temperatur, bis zu welcher Delta-Ferrit stabil bestehen bleibt, lokal abgesenkt, weshalb Wärmebehandlungen, die darauf abzielen Delta-Ferrit aufzulösen, teilweise erfolglos bleiben.

Abstract

The present work deals with the formation and stability of delta ferrite during welding of 9% chromium steels. The claim for an increase in the efficiency of thermal power plants leads to a continuous increase in the operating parameters pressure and temperature. This requires a continuous development to generate materials with adequate creep resistance at the specific temperatures, with respect to the material costs for their economic competitiveness.

The group of 9% chromium steels lags behind austenitic steels at higher temperatures, but in future, it should become a cheaper alternative to these. Due to their chemical composition, martensitic 9% chromium steels tend to retain a residual amount of delta-ferrite upon rapid cooling from high temperatures near the melting point to room temperature. This reflects the temperature conditions during welding. Delta-ferrite is associated with a deterioration of toughness, strength, fatigue resistance, creep resistance and oxidation resistance of the material.

During the investigations the behavior of the steels 9Cr3W3CoVNbBN melt 4 (NPM4) and X10CrWMoVNb9-2 (P92) is compared with respect to their tendency to form delta-ferrite. NPM4 is a new material in its development phase, while P92 is already widely used for construction of thermal power plants. Therefore, numerous experiments were performed with individual samples of both materials in a quenching dilatometer. In order to determine the material behavior and the changes within its structure, resulting from welding and heat treatments, several metallographic investigations using optical microscopy, scanning electron microscopy and energy-dispersive X-ray spectrometry (EDX), micro- and macro-hardness measurements were carried out. Parallel simulations using the thermokinetic software MatCalc show the transformation behavior of the two materials under idealized conditions in equilibrium. Furthermore, by means of simulations, the effect of various alloying elements on the delta-ferrite phase field is shown. Both materials show an inhomogeneous distribution of alloying elements, which is especially favored by their precipitation characteristics. Due to the dissolution of precipitates, which are especially concentrated at grain boundaries, locally high concentrations of dissolved alloying elements can be observed in the structure. The concentration of these particular ferrite forming and stabilizing elements stays inhomogeneous due to their low diffusion rate. This favors the formation and stability of delta-ferrite at lower temperatures than these which are expected according to the equilibrium state. Furthermore, after the dissolution of delta-ferrite large amounts of precipitates remain in the structure of the material. This further amplifies the formation of delta-ferrite during recurrent heating. Due to the concentration inhomogeneity, the temperature to which delta-ferrite remains stable is reduced locally. Therefore, heat treatments aimed to dissolve delta-ferrite are partly unsuccessful.

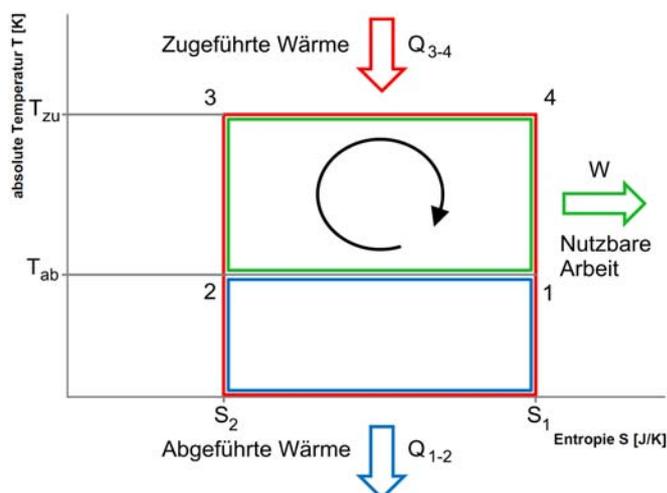
Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Einleitung | 1 |
| 2 | Aufgabenstellung | 3 |
| 3 | Literaturübersicht | 4 |
| 3.1 | Phasendiagramm und Diffusion | 4 |
| 3.2 | Temperaturführung beim Schweißen | 9 |
| 3.3 | Delta-Ferrit | 12 |
| 3.4 | 9% Chromstähle | 16 |
| 4 | Untersuchte Werkstoffe | 19 |
| 4.1 | 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 (NPM4) | 19 |
| 4.2 | X10CrWMoVNb9-2 (P92) | 21 |
| 5 | Experimentelle Untersuchungen | 23 |
| 5.1 | Erzeugung der Proben | 23 |
| 5.2 | Abschreckdilatometer | 24 |
| 5.2.1 | Bestimmung von Umwandlungspunkten | 25 |
| 5.3 | Untersuchte Proben und Temperaturzyklen | 26 |
| 5.3.1 | Vergleichstests Probengeometrie und Abkühlgeschwindigkeit | 26 |
| 5.3.2 | Ausgangsmaterial | 28 |
| 5.3.3 | Erster Versuchszyklus | 28 |
| 5.3.4 | Zweiter Versuchszyklus | 29 |
| 5.3.5 | Dritter Versuchszyklus | 30 |
| 5.3.6 | Vierter Versuchszyklus | 31 |
| 5.3.7 | Fünfter Versuchszyklus | 32 |
| 5.4 | Charakterisierung von Gefüge und Härte | 33 |
| 5.4.1 | Einbetten | 33 |
| 5.4.2 | Schleifen und Polieren | 34 |
| 5.4.3 | Ätzen | 35 |
| 5.4.4 | Lichtmikroskopie | 37 |
| 5.4.5 | Mikrohärtemessung | 37 |
| 5.4.6 | Makrohärtemessung | 39 |
| 5.4.7 | Rasterelektronenmikroskopie und EDX | 39 |
| 6 | Simulationen mittels MatCalc | 42 |
| 6.1 | Equilibriumsberechnungen | 42 |
| 6.2 | Erstellung von Phasendiagrammen | 43 |

| | | |
|-----------|--|------------|
| 7 | Ergebnisse und Diskussion | 44 |
| 7.1 | Experimente 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 (NPM4) | 44 |
| 7.1.1 | Ausgangszustand | 44 |
| 7.1.2 | Ergebnisse der Vergleichstests | 58 |
| 7.1.3 | Ergebnisse des ersten Versuchszyklus | 62 |
| 7.1.4 | Ergebnisse des zweiten Versuchszyklus | 68 |
| 7.1.5 | Ergebnisse des dritten Versuchszyklus | 79 |
| 7.1.6 | Ergebnisse des vierten Versuchszyklus | 83 |
| 7.1.7 | Ergebnisse des fünften Versuchszyklus | 90 |
| 7.2 | Experimente X10CrWMoVNb9-2 (P92) | 99 |
| 7.2.1 | Ausgangszustand | 99 |
| 7.2.2 | Ergebnisse des ersten Versuchszyklus | 105 |
| 7.2.3 | Ergebnisse des zweiten Versuchszyklus | 109 |
| 7.2.4 | Ergebnisse des dritten Versuchszyklus | 123 |
| 7.2.5 | Ergebnisse des vierten Versuchszyklus | 127 |
| 7.2.6 | Ergebnisse des fünften Versuchszyklus | 132 |
| 7.3 | Gegenüberstellung der Versuchsergebnisse | 138 |
| 7.4 | Simulationen und Vergleich mit den Versuchsergebnissen | 142 |
| 7.4.1 | 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 (NPM4) | 142 |
| 7.4.2 | X10CrWMoVNb9-2 (P92) | 157 |
| 8 | Zusammenfassung | 165 |
| 9 | Schlussfolgerungen | 167 |
| 10 | Literaturverzeichnis | 169 |

1 Einleitung

Die rationelle Energiegewinnung stellt weltweit einen zentralen Interessensschwerpunkt dar, wobei einerseits der Rückgang der Ressourcen an fossilen Energieträgern und andererseits die laufend strenger reglementierten Auflagen zum Schutz der Umwelt und der Reduktion treibhausfördernder Emissionen bei gleichzeitig steigenden Anforderungen an die Wirtschaftlichkeit einen immer größer werdenden Forschungsaufwand bei der Optimierung der Anlagen erfordern [1]. In diesem Zusammenhang kann die rationelle Energiegewinnung auch als effiziente Energieumwandlung bezeichnet werden, weshalb intensiv daran gearbeitet und geforscht wird, die Wirkungsgrade, welche den nutzbaren Energieanteil beispielsweise bei der Umwandlung chemisch gebundener Energie in Form fossiler Brennstoffe wie Kohle, Erdöl oder Erdgas zu elektrischer Energie darstellen, fortwährend zu verbessern. Die großtechnische Umwandlung von Energie erfolgt überwiegend in thermischen Kraftwerken, in welchen die brennbaren Energieträger verfeuert werden, um mit der freigesetzten Wärme einen Dampfkreislauf aufzuheizen, welcher wiederum eine Dampfturbine und den damit verbundenen Generator zur Erzeugung elektrischer Energie antreibt. Andere Kraftwerkstypen arbeiten mit stationären Gasturbinen, wobei der Wärmeinhalt des Abgasstroms wiederum zur Erzeugung von Dampf verwendet wird, um somit elektrischen Strom aus der Bewegungsenergie sowohl der Gas- als auch der Dampfturbine zu erzeugen. Zur Erhöhung des Anlagenwirkungsgrades kann der Hebel an mehreren Stellen angesetzt werden, um elektrische, mechanische, Verbrennungs- und Wärmeverluste zu verringern. Eine wesentliche Stellgröße zur Beeinflussung des Gesamtwirkungsgrades ist die Prozessführung des Dampfkreisprozesses, welche durch die Dampfparameter Druck und Temperatur gegeben ist [2, 3]. Auf die elementarste Form reduziert, stellt der Carnot-Kreisprozess, wie er in Abbildung 1 mit der Herleitung des entsprechenden Wirkungsgrades gezeigt wird, den Kreisprozess mit dem höchsten Wirkungsgrad dar [4].



$$Q_{3-4} = T_{zu} \cdot (S_1 - S_2)$$

$$Q_{1-2} = T_{ab} \cdot (S_1 - S_2)$$

$$W = Q_{3-4} - Q_{1-2}$$

$$\eta_{th} = \frac{W}{Q_{3-4}} = \frac{(T_{zu} - T_{ab}) \cdot (S_1 - S_2)}{T_{zu} \cdot (S_1 - S_2)}$$

$$= \frac{T_{zu} - T_{ab}}{T_{zu}} = 1 - \frac{T_{ab}}{T_{zu}}$$

Abbildung 1 Der Carnot-Kreisprozess als Kreisprozess mit dem höchsten Wirkungsgrad [4]

Aus der oben dargestellten Berechnung von η_{th} kann abgeleitet werden, dass sich eine Steigerung des thermischen Wirkungsgrades nur dann ergibt, wenn die Temperatur, mit welcher die Prozesswärme zugeführt wird, angehoben wird, während die abgeführte Prozesswärme

bei möglichst tiefer Temperatur entnommen wird [4]. Es wird seit jeher daran gearbeitet, die realen Dampfkreisprozesse durch optimierte Prozessführung an diesen idealen Kreisprozess anzunähern [2, 4]. Beispielsweise kann durch Herabsetzen des Kondensatordruckes nach der Dampfentspannung in der Dampfturbine die Kondensationstemperatur bis auf Umgebungstemperatur verringert werden, was die minimale Temperatur, bei der die abgeführte Wärme entnommen wird, darstellt [3]. Um eine weitere Steigerung des thermischen Wirkungsgrades zu erreichen, ergibt sich folglich der Trend, die Temperaturen der zugeführten Prozesswärme laufend zu erhöhen. Der limitierende Faktor bei der Anhebung der Frischdampfparameter Druck und Temperatur ist jedoch der Werkstoff, welcher für die jeweilige Anwendung eingesetzt wird, wobei bei den vorherrschenden Einsatztemperaturen neben der statischen Tragfähigkeit des Werkstoffes auch dessen Langzeitbeständigkeit in wesentlichem Ausmaß die Eignung für den Einsatz bestimmt. Aus diesem Grund müssen die Werkstoffe, um vertretbare Wanddicken etwa bei Frischdampfleitungen zu erhalten, eine möglichst hohe Kriechbeständigkeit aufweisen, um am Ende der projektierten Betriebszeiten von heute 200.000 h bzw. 25-30 Jahren noch immer den Anforderungen zu entsprechen [2, 3, 5]. Für den Aufbau der mit Frischdampf bzw. Heißdampf beaufschlagten Komponenten thermischer Kraftwerke wurden und werden unterschiedliche Legierungskonzepte entwickelt und weiterentwickelt, welche sich unter anderem in Hinblick auf deren Einsatztemperaturen, mechanisch-technologischen Eigenschaften und Werkstoffkosten unterscheiden [2]. Eine Legierungsgruppe, welche aufgrund ihres großen technologischen und wirtschaftlichen Potentials bevorzugt eingesetzt wird, stellen dabei die ferritischen (martensitischen) 9-12% Chromstähle dar. Durch kontinuierliche Weiterentwicklung sollen diese für stetig steigende Einsatztemperaturen als Alternative für andere Werkstoffgruppen Verwendung finden, da sich diese Stähle aufgrund ihrer Eigenschaften für den Einsatz an hoch belasteten dünn- und dickwandigen Bauteilen eignen [5, 6, 7]. Ein wesentlicher Einflussfaktor auf die Entwicklung neuer Legierungen dieser Werkstoffgruppe für den Einsatz in thermischen Kraftwerken ist, neben der geforderten Warmfestigkeit und Kriechbeständigkeit, deren Schweißbarkeit, welche aufgrund des schwerwiegenden Eingriffs in das Werkstoffgefüge durch den Schweißprozess, je nach Legierung, unterschiedliche Probleme bereitet und zu unerwünschten Gefügeständen und -erscheinungen führen kann [5, 6].

In der vorliegenden Arbeit werden im Speziellen das Verhalten und die metallurgischen (metallographischen) Veränderungen infolge der thermischen Beeinflussung durch einen Schweißprozess an 9% Chromstählen untersucht. Zur Generierung eines angepassten Temperaturverlaufes werden die Versuche an einem Abschreckdilatometer durchgeführt und die Proben anschließend umfassend ausgewertet. Als Werkstoffe kommen zwei unterschiedliche Legierungen vergleichend zum Einsatz, wobei einer der beiden Stähle bereits im Kraftwerksbau als P92 bekannt ist und Verwendung findet und der zweite als Testschmelze im Zuge des Forschungsprojektes COST 536 entstanden ist und nun durch fortlaufende Forschungsarbeiten, wie etwa die vorliegende, tiefergehenden Untersuchungen unterzogen wird.

2 Aufgabenstellung

Martensitische 9% Chromstähle neigen aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung bei rascher Abkühlung aus hohen Temperaturen nahe der Schmelztemperatur, wie sie beispielsweise beim Verbindungsschweißen erreicht werden, zu einem gewissen Restanteil an Delta-Ferrit, welcher bis zum Erreichen von Raumtemperatur im Gefüge verbleibt. Dieser Anteil an Delta-Ferrit wird bisweilen mit einer Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes im Bezug auf Zähigkeit, Festigkeit, Dauerfestigkeit, Kriechbeständigkeit und Oxidationsbeständigkeit in Verbindung gebracht. Aus diesem Grund ist beim Schweißen dieser Werkstoffe die Einhaltung einer bestimmten Wärmeführung (Vorwärmtemperatur abhängig von der Bauteildicke, Zwischenlagentemperatur bei Mehrlagenschweißungen) bzw. die Durchführung einer angemessenen Wärmenachbehandlung erforderlich, um nach dem Schweißen möglichst hohe mechanische Gütewerte zu erzielen, welche annähernd jenen des Grundwerkstoffes entsprechen [5, 6].

Obwohl diese Stähle in ihrem chemischen Aufbau darauf abgestimmt werden, nach Möglichkeit bei Raum- bzw. Einsatztemperatur keinen Delta-Ferrit zu enthalten, weisen in der Praxis zahlreiche Schmelzen einen quantifizierbaren Anteil an Delta-Ferrit auf. Speziell nach einem einlagigen Schweißvorgang (z.B. mit dem Unterpulver-Schweißverfahren) ist der Anteil an Delta-Ferrit relativ groß, was möglicherweise auf lokale Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung zurückgeführt werden kann. Derartige Unterschiede und lokale Anreicherungen könnten z.B. durch die Auflösung von Ausscheidungen oder durch Seigerungsvorgänge, welche durch die infolge der erhöhten Abkühlgeschwindigkeit eingeschränkt ablaufenden Diffusionsvorgänge im Werkstoff entstehen [5, 6].

Ziel dieser Arbeit ist es, den Einfluss der Auflösung von Ausscheidungen auf die lokale chemische Zusammensetzung zu untersuchen und aufzuzeigen. Der Einfluss des sehr raschen Temperaturzyklus, wie er beim Schweißen vorliegt, soll dabei im Zuge unterschiedlicher Versuchszyklen an Werkstoffproben beachtet werden und der Einfluss auf die Anreicherung einzelner chemischer Elemente ermittelt werden. Weiters soll die Entstehung und Auflösung des Delta-Ferrits in Abhängigkeit von der Abkühlgeschwindigkeit bzw. der Temperaturführung beim Schweißen gezeigt werden sowie Ansätze für angemessene Wärmenachbehandlungen ermittelt werden, welche darauf abzielen, den Delta-Ferrit bestmöglich aufzulösen. Das Ergebnis dieser Arbeit soll ein vergrößertes Wissen über die Bildung und Stabilität von Delta-Ferrit in 9% Chromstählen darstellen und Ansätze für dessen Vermeidung bzw. Unterdrückung im Gebrauchszustand liefern.

3 Literaturübersicht

3.1 Phasendiagramm und Diffusion

Materie kann bekanntlich in drei verschiedenen Aggregatzuständen vorliegen, nämlich gasförmig, flüssig oder fest. Die Existenz dieser Aggregatzustände wird gewöhnlich bestimmten, für das jeweilige Material spezifischen Temperaturbereichen zugeordnet, wobei die Schmelztemperatur den Fest-Flüssig-Bereich und die Siedetemperatur den Flüssig-Gasförmigen Bereich trennt. Bei diesen Temperaturen sind zwei Aggregatzustände miteinander im Gleichgewicht, können also gleichzeitig existieren. Die Existenzbereiche der Phasen im Gleichgewicht lassen sich qualitativ mit der Gibbsschen Phasenregel beschreiben,

$$f = n - P + 2$$

wobei n die Zahl der Komponenten, P die Zahl der Phasen und f die Zahl der Freiheitsgrade darstellt. Unter Komponenten versteht man dabei die verschiedenen betrachteten Bausteine des Systems, also Atomsorten im Fall von Elementen und ihrer Gemische. Für ein reines Element ist $n = 1$. Unter Phasen versteht man physikalisch einheitliche Substanzen, wobei die chemische Zusammensetzung nicht notwendigerweise einheitlich sein muss, beispielsweise bei einer Lösung [8].

Bei einem Element sind die verschiedenen Aggregatzustände die möglichen Phasen, in welchen dieses auftritt. Kommt es zur Bildung oder Auflösung von chemischen Verbindungen in Mehrstoffsystemen, so treten weitere Phasen hinzu, welche abhängig von den chemischen Eigenschaften der Einzelkomponenten auftreten. Die Freiheitsgrade geben die Anzahl der Systemgrößen an, die unter den gegebenen Bedingungen noch frei wählbar sind. Im Einstoffsystem ($n = 1$) bedeutet die Gibbsche Phasenregel, dass man bei Existenz nur einer Phase ($P = 1$) zwei Parameter verändern kann, nämlich Druck und Temperatur. Da Schmelz- und Siedepunkt von Metallen nur wenig vom Druck abhängen und der Druck in der Regel der Atmosphärendruck ist, der nicht verändert wird, wird die Gibbsche Phasenregel für metallische Werkstoffe zumeist in der Form

$$f = n - P + 1 \quad (p = \text{const})$$

verwendet. Bei binären Legierungen (Zweistoffsystemen) ist $n = 2$. Als zusätzlicher Freiheitsgrad tritt nun neben der Temperatur und dem als konstant betrachteten Druck auch die Zusammensetzung, d.h. die Konzentration der Stoffe auf. Die Existenz der Gleichgewichtsphasen in Zweistoffsystemen wird in T-c-Diagrammen (Zustandsschaubildern, Phasendiagrammen) dargestellt. Bei konstanter Konzentration c ist nun die Temperatur nicht festgelegt, d.h. es gibt einen endlichen Schmelzbereich und keine feste Schmelztemperatur. Entsprechend müssen in diesem Bereich bei fester Temperatur die flüssige und feste Phase nicht die gleiche Konzentration haben. Diejenige Linie, die die Zusammensetzung der flüssigen Phase bei veränderlicher Temperatur im T-c-Diagramm verbindet, wird als Liquiduslinie bezeichnet. Oberhalb dieser Linie liegen beide Stoffe im flüssigen Zustand vor. Die entsprechende

Linie für die feste Phase heißt Soliduslinie, unter welcher sich das Zweistoffsystem im festen Zustand befindet. Der Verlauf und Aufbau des Zustandsschaubildes hängt von den Phasen ab, die sich innerhalb der Aggregatzustände bilden können [8].

Bei den Zweistoffsystemen können zahlreiche verschiedene Fälle unterschieden werden, von denen die wichtigsten in Abbildung 2 gezeigt werden. Neben den in der Abbildung gezeigten Formen gibt es noch weitere Erscheinungsformen, welche Systeme mit vollständiger Unlöslichkeit im flüssigen und festen Zustand, Systeme mit vollständiger Löslichkeit im flüssigen und vollständiger Unlöslichkeit im festen Zustand, intermediäre/intermetallische Phasen und Umwandlungen im festen Zustand sind. Aus all diesen Grundtypen setzen sich, je nach Legierungselementen und -zusammensetzung, Zustandsschaubilder mit mehr oder weniger komplexen Erscheinungsformen zusammen [8]. Auf weiterführende und tiefergehende Erläuterungen zu den Grundtypen der Zustandsschaubilder wird an dieser Stelle verzichtet. Diese können [8, 9] entnommen werden.

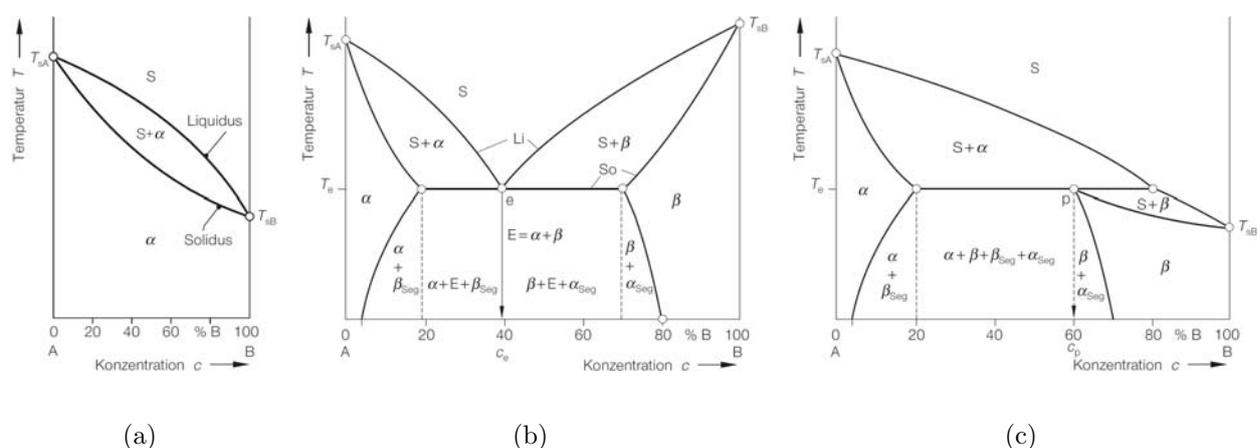


Abbildung 2 Zustandsschaubilder mit: (a) vollständiger Löslichkeit im flüssigen und festen Zustand; (b) vollständiger Löslichkeit im flüssigen und begrenzter Löslichkeit im festen Zustand - eutektisches System; (c) vollständiger Löslichkeit im flüssigen und begrenzter Löslichkeit im festen Zustand - peritektisches System [9]

Die Zustandsschaubilder metallischer Werkstoffe lassen sich prinzipiell thermodynamisch herleiten und deuten. Bei fester Temperatur und konstantem Druck wird das thermodynamische Gleichgewicht durch ein Minimum der freien Enthalpie G , welche auch als Gibbs Energie bezeichnet wird, bestimmt, die, wie folgt, ermittelt werden kann [8, 10].

$$G = H - T \cdot S \quad G = G_{min} \quad (T, p = \text{const})$$

H ... Enthalpie, S ... Entropie, T ... Temperatur, p ... Druck

Zentrale Bedeutung kommt hierbei der Entropie S zu, da bei steigender Temperatur T gemäß der oben angeführten Gleichung der Term $(-T \cdot S)$ immer bestimmender wird, denn je größer $T \cdot S$, desto kleiner G , welches minimal sein soll. Die zunehmende Bedeutung der Entropie mit steigender Temperatur ist der tiefere Grund für den Schmelzvorgang, welcher in thermodynamischer Betrachtungsweise für reine Metalle prinzipiell am Temperaturgang der Gibbs Energie verdeutlicht werden kann (siehe Abbildung 3). Der Verlauf der Gibbs Energie mit der

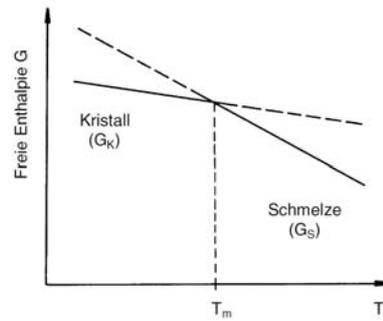


Abbildung 3 Schematischer Verlauf der Gibbs Energie als Funktion der Temperatur für die feste und flüssige Phase [8]

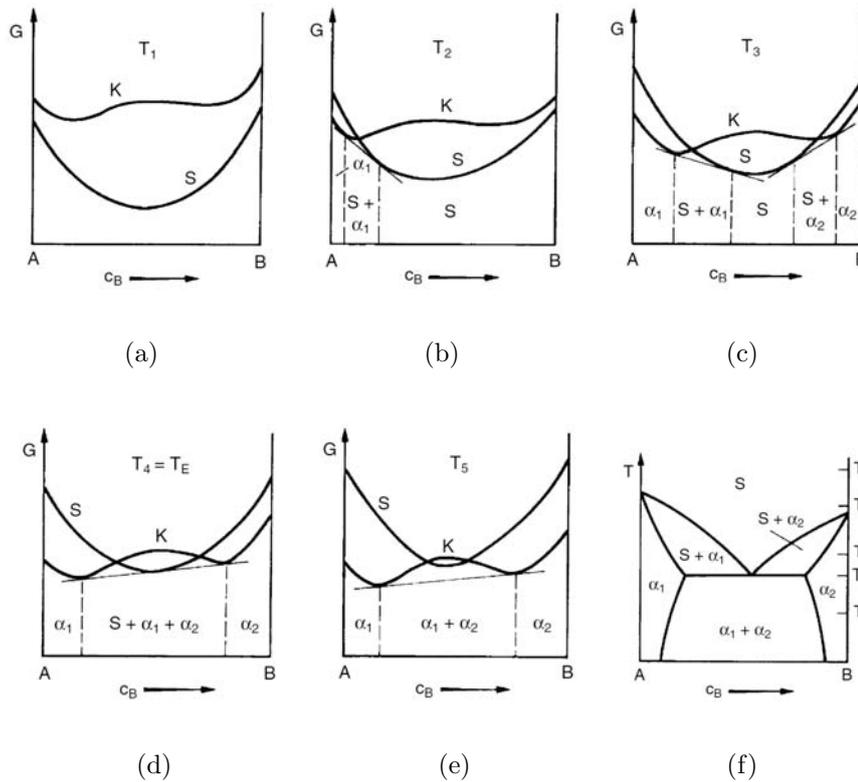


Abbildung 4 Zusammenhang von Gibbs Energie und Zustandsschaubild (Phasendiagramm) in einem eutektischen System [8]

Temperatur ist für Schmelze G_S und Kristall G_K unterschiedlich, sodass die beiden Kurven sich schneiden. Die Phase mit der jeweils kleinsten Gibbs Energie tritt auf, also die kristalline Phase bei tiefen Temperaturen, der flüssige Zustand bei hohen Temperaturen. Am Schmelzpunkt T_m ist $G_S = G_K$, beide Phasen koexistieren also im Gleichgewicht [8, 10].

Die Art und Gestalt der Zustandsschaubilder kann nun aus dem qualitativen Verlauf der $G(c)$ -Kurven (Gibbs Energie G als Funktion der Konzentration c) für die auftretenden Phasen bei verschiedenen Temperaturen hergeleitet werden. Abbildung 4 zeigt beispielhaft die Herleitung eines Zustandsschaubildes eines eutektischen Zweistoffsystems mit vollständiger Löslichkeit im flüssigen und begrenzter Löslichkeit im festen Zustand. Liegt eine Mischungslücke im festen Zustand vor, wie dies bei begrenzter Löslichkeit der Fall ist, so hat die $G(c)$ -Kurve des Festkörpers zwei Minima. Bei sehr hohen Temperaturen (Abbildung 4(a))

ist $G_S < G_K$ für alle Konzentrationen, und das System liegt im gesamten Konzentrationsbereich in der flüssigen Phase vor. Mit abnehmender Temperatur tritt in einem (oder mehreren) Bereich(en) der Fall ein, dass $G_K < G_S$ wird (Abbildung 4(b) und (c)), diese Temperatur befindet sich im Erstarrungsintervall einer der Komponenten bei der betrachteten Konzentration der anderen Komponente. Es treten getrennte Konzentrationsbereiche auf, in denen jeweils die Schmelze oder der Kristall die geringere Gibbs Energie haben. Zwischen diesen Bereichen wird die kleinste Gibbs Energie durch ein Gemenge aus Schmelze und Kristall erreicht. Die Gibbs Energie des Gemenges ist durch die gemeinsame Tangente an die Kurven von Schmelze und Kristall bestimmt [8, 10]. Die Temperatur des Eutektikums ist erreicht, wenn die Tangente an die beiden Minima der $G(c)$ -Kurve des Festkörpers gleichzeitig auch eine Tangente an das Minimum der Kurve der Schmelze bildet (Abbildung 4(d)). Bei weiterer Abnahme der Temperatur spannt die Tangente an die beiden Minima (Abbildung 4(e)) die Breite der Mischungslücke bei der entsprechenden Temperatur auf. Abbildung 4(f) zeigt das sich aus den aufgezählten Schritten ergebende Zustandsschaubild [8].

Mit zunehmender Zahl an Legierungselementen und möglichen Phasen wird die Ermittlung von Zustandsschaubildern komplexer, weshalb hierfür vorwiegend Computersoftware zum Einsatz kommt. Im Zuge dieser Arbeit werden unter anderem Zustandsschaubilder der untersuchten 9% Chromstähle mit Hilfe des Softwarepaketes MatCalc ermittelt, welches die Verläufe der Phasenbereiche ebenfalls über die Gibbs Energie herleitet [10]. Abbildung 5 zeigt beispielhaft einen Ausschnitt aus einem Zustandsschaubild des 9% Chromstahles X10CrMoVNb9-1 (P91) als Funktion des Kohlenstoffgehaltes [6].

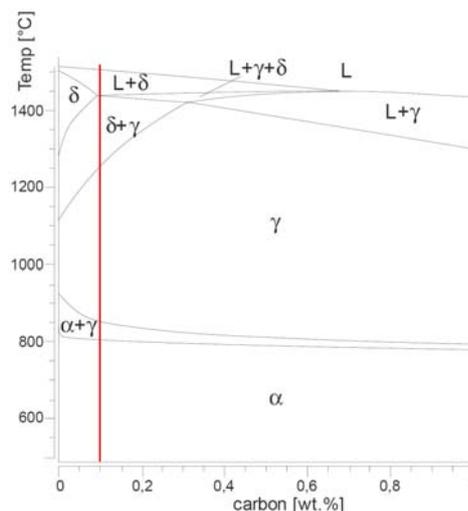


Abbildung 5 Zustandsschaubild des 9% Chromstahles X10CrMoVNb9-1 (P91) als Funktion des Kohlenstoffgehaltes [6]

Mit Ausnahme der martensitischen Phasenumwandlung erfordern alle übrigen Zustandsänderungen einen Platzwechsel der beteiligten Atomarten. Diese Vorgänge können jedoch nur ablaufen, wenn dadurch die freie Energie (Gibbs Energie) des Systems geringer wird. Diese befindet sich im Minimum, wenn der Gleichgewichtszustand erreicht ist. Metastabile Gleichgewichtszustände, wie z.B. die ungleichmäßige Verteilung der chemischen Zusammensetzung in Legierungen, stellen zumeist ein relatives Energieminimum dar, weshalb eine Zustands-

änderung hin zum Gleichgewichtszustand es erfordert, dass dem Körper eine Energie Q zugeführt werden muss. Erst dann kann die Zustandsänderung ablaufen und der Gleichgewichtszustand aktiviert werden, weshalb Q auch als Aktivierungsenergie bezeichnet wird. Sie kann im Falle der Diffusion durch Temperaturerhöhung aufgebracht werden. In der Werkstofftechnik spielen derartige thermisch aktivierbare Vorgänge eine wichtige Rolle, z.B. bei Erholung und Rekristallisation kaltverformter Metalle, bei Kriechvorgängen in Metallen bei höheren Temperaturen und Konzentrationsausgleich in Mischkristallen durch Diffusion [8, 9].

Als Diffusion wird im Falle technischer Legierungen die temperaturabhängige Wanderung von Atomen im Kristallsystem bezeichnet. Diffusion ist ein Vorgang, der nicht auf eine Krafteinwirkung zurückzuführen ist, sondern sich aus der regellosen Bewegung der diffundierenden Teilchen ergibt, also einen statistischen Vorgang darstellt, der entscheidend für den Massentransport in festen Werkstoffen ist. Vorhandene Konzentrationsunterschiede führen dabei zu einer gleichgerichteten Bewegung der Teilchen, sodass es zu einem Ausgleich der Konzentrationsunterschiede kommt. Quantitativ wird der Vorgang durch das 1. Ficksche Gesetz beschrieben [8, 9].

$$dm_A = -D \cdot \frac{dc_A}{dx} S dt$$

dm_A ist die Stoffmenge A, die in der Zeit dt durch eine Fläche S senkrecht zur Diffusionsrichtung, bei einem Konzentrationsgefälle dc_A/dx , transportiert wird. D ist der Diffusionskoeffizient, welcher ein Maß für das Wanderungsbestreben (die Diffusionsfähigkeit) der Atomart A, also für diesen Werkstoff charakteristisch, ist [8, 9].

Mit abnehmender Aktivierungsenergie (Energie, die zur Aktivierung der Zustandsänderung aufgebracht werden muss) wird die Diffusion erleichtert. Daher können Atome aus dem festgefügtten Gitterverband (Q groß) sehr schwer, aus den stark gestörten Korngrenzenbereichen leichter und aus freien Oberflächen sehr leicht abwandern. Demnach läuft die Volumendiffusion sehr viel langsamer als die Oberflächendiffusion ab. Trotzdem ist die transportierte Stoffmenge im Allgemeinen sehr viel größer, weil bei der Oberflächendiffusion die Größe des Diffusionsquerschnitts sehr gering ist, während das Gesamtvolumen der Körner sehr viel größer ist als das der Korngrenzen [9].

In Abbildung 6 sind die drei grundsätzlichen Mechanismen des Platzwechsels in Festkörpern dargestellt. Der direkte Platzwechsel (Abbildung 6(a)) ist aus energetischen Gründen ungünstig und daher eher unwahrscheinlich. Reale Metalle haben eine hohe Dichte an Fehlstellen, weshalb der direkte Platzwechsel nicht erforderlich ist. Der Platzwechsel über Leerstellen (Abbildung 6(b)) erfordert im Vergleich dazu eine wesentlich geringere Aktivierungsenergie. Mit zunehmender Temperatur werden die Schwingungsweite der Atome und auch die Leerstellenkonzentration größer, wodurch die Diffusion erheblich erleichtert wird. Der Zwischengittermechanismus (Abbildung 6(c)) ist für solche Einlagerungsatome, die einen geringeren Atomdurchmesser als die Atome des Kristallgitters aufweisen, von Bedeutung [8, 9].

Eine tiefere Einsicht in das Diffusionsgeschehen vermittelt das 2. Ficksche Gesetz, das eine Beziehung zwischen der zeitlichen und örtlichen Konzentrationsänderung darstellt, d.h. dy-

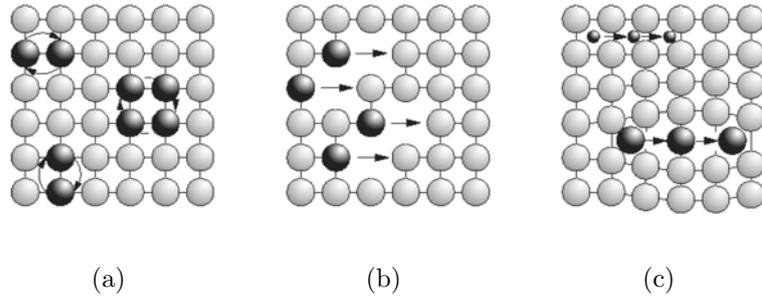


Abbildung 6 Platzwechselmechanismen im Gitter: (a) direkter Platzwechsel; (b) Leerstellenmechanismus; (c) Zwischengittermechanismus [9]

namische und nichtstationäre Vorgänge beschreibt [8, 9].

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}$$

Je nach den vorliegenden Randbedingungen ergeben sich verschiedene Lösungen dieser Differentialgleichung [8, 9]. Auf die möglichen Lösungen dieser Differentialgleichung soll hier nicht näher eingegangen werden. Weiterführende Informationen liegen in [8, 9] vor.

3.2 Temperaturführung beim Schweißen

Schweißen ist das Vereinigen von Werkstoffen in der Schweißzone unter Anwendung von Wärme und/oder Kraft ohne oder mit Schweißzusatz [5]. Für die Verarbeitung und Verbindung der in dieser Arbeit untersuchten Werkstoffe kommen ausschließlich Lichtbogenschmelzschweißverfahren zum Einsatz. Bei der Anwendung dieser Verfahren kommt es jedoch aufgrund der Wärmeeinbringung durch den Lichtbogen (eingebrachte Wärmemenge Q in [kJ/cm]) zu einer thermisch verursachten Veränderung des umgebenden Grundwerkstoffgefüges [5, 6, 11]. Der Bereich um eine Schweißnaht, der infolge des Einwirkens der Schweißwärme eine Veränderung der Gefügestruktur und damit der mechanischen Gütewerte erfährt, wird als Wärmeeinflusszone (WEZ) bezeichnet (Abbildung 8(a)). Eine Schweißverbindung besteht demnach aus der Fügezone, der Wärmeeinflusszone, der Anlasszone und dem unbeeinflussten Grundwerkstoff (Abbildung 9). Die Temperaturverteilung, wie sie beispielsweise beim Lichtbogenhandschweißen auftritt, ist in Abbildung 7 dargestellt [11].

Abhängig von der Bewegungsgeschwindigkeit des Schweißbrenners bzw. der Schweißelektrode, der eingebrachten Wärmemenge Q und der Art und Größe der Wärmeableitung kann die in Abbildung 7(a) dargestellte Temperaturverteilung mehr oder weniger stark in Bewegungsrichtung verzerrt ausfallen und in ihrer Größe variieren. In Abbildung 7(b) ist der zeitliche Verlauf der Temperatur in unterschiedlichen Abständen von der Schweißnaht dargestellt. Die Kurve mit dem höchsten Ausschlag liegt dabei an der Schmelzlinie zwischen der Schweißnaht und dem Grundwerkstoff. Die Höhe des Temperaturmaximums dieser Kurve entspricht der Schmelztemperatur des Grundwerkstoffes, der Grundwerkstoff wird daher an dieser Stelle infolge der Wärme des Lichtbogens partiell aufgeschmolzen. Es ist erkennbar, dass die Temperatur in Schweißrichtung rasch bis zum Maximum ansteigt (Abbildung 7(b)),

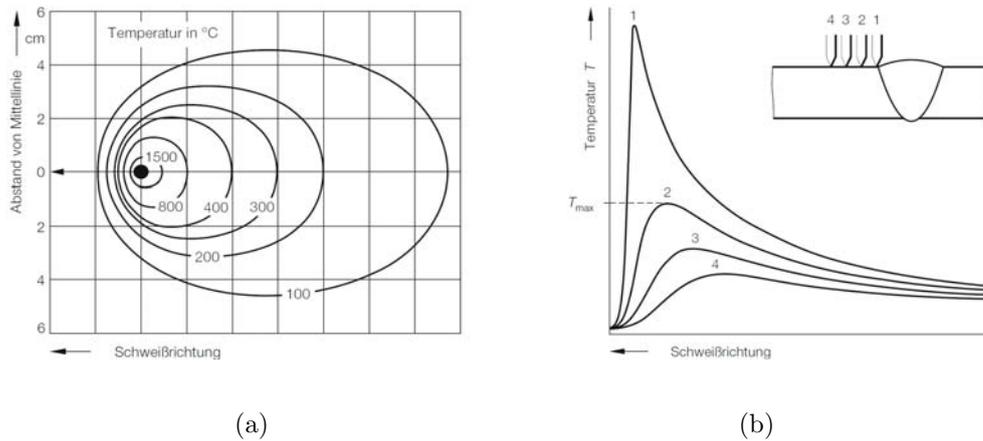


Abbildung 7 (a) Verlauf der Isothermen beim Lichtbogenhandschweißen (Wärmeeinbringen $Q=42 \text{ kJ/cm}$) nach Rykalin [11]; (b) Temperatur-Zeit-Verlauf an vier unterschiedlich weit von der Schmelzlinie entfernten Punkten, gemessen mit Thermoelementen [11]

weshalb die Isothermen in Schweißrichtung näher aneinander liegen (Abbildung 7(a)), und nach Passieren der Wärmequelle langsamer abfällt, was die Isothermen weiter voneinander entfernt liegen lässt. Die Abkühlgeschwindigkeit nimmt mit geringer werdender Differenz zur Umgebungstemperatur ab. Die Wärmeableitung hat dabei einen großen Einfluss auf die Abkühlgeschwindigkeit, weshalb unter anderem zwischen 2-dimensionaler und 3-dimensionaler Wärmeableitung unterschieden wird. 3-dimensionale Wärmeableitung tritt bei dickeren Bauteilen und Verbindungen zwischen mehreren Blechen (z.B. T-Stoß) auf, während 2-dimensionale Wärmeableitung bei geringeren Bauteildicken wirkt [11].

In der Schweißtechnik wird zur Festlegung der Abkühlgeschwindigkeit die Abkühlzeit $t_{8/5}$ angegeben. Dieser Wert gibt die Zeit an, welche beim Abkühlen einer Schweißverbindung zwischen 800 und 500°C verstreicht (Abbildung 8(b)). Die $t_{8/5}$ -Zeit (bzw. die Abkühlgeschwindigkeit) einer Schweißverbindung sollte so gewählt werden, dass das Gefüge nicht aufgrund zu rascher Abkühlung eine unzulässig hohe Härte erhält (Bereich I in Abbildung 8(c)), aber auch nicht die Kerbschlagarbeit infolge übermäßigen Kornwachstums durch eine zu langsame Abkühlgeschwindigkeit stark abnimmt und damit die Übergangstemperatur $T_{\bar{u}}$ der Kerbschlagarbeit ansteigt (Bereich III in Abbildung 8(c)) [11].

In Abbildung 9 ist ein Querschnitt durch eine Schweißverbindung einer umwandlungsfähigen Fe-C-Legierung mit $0,2\%$ Kohlenstoff mit den Veränderungen, welche im Grundwerkstoff aufgrund der Wärmeeinbringung stattfinden, dargestellt. Im Bereich, der an die Schweißnaht anschließt, wird der Grundwerkstoff durch die Wärme des Lichtbogens partiell aufgeschmolzen (Bereich 1). Im Zustandsschaubild der Legierung ist erkennbar, dass die Temperatur im Mischgebiet Delta-Ferrit/Schmelze liegt. Der Bereich 2 bildet die Grobkornzone im Grundwerkstoff, welche aufgrund der negativen Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes bei dynamischer Belastung den kritischen Bereich der Schweißverbindung darstellt. In diesem Bereich findet entsprechend dem Zustandsschaubild eine Grobkornglühung statt, die bei hohen Temperaturen sehr schnell vonstatten geht und deren Wirkung mit abnehmender Temperatur, also größer werdendem Abstand zur Schweißnaht, geringer ausfällt.

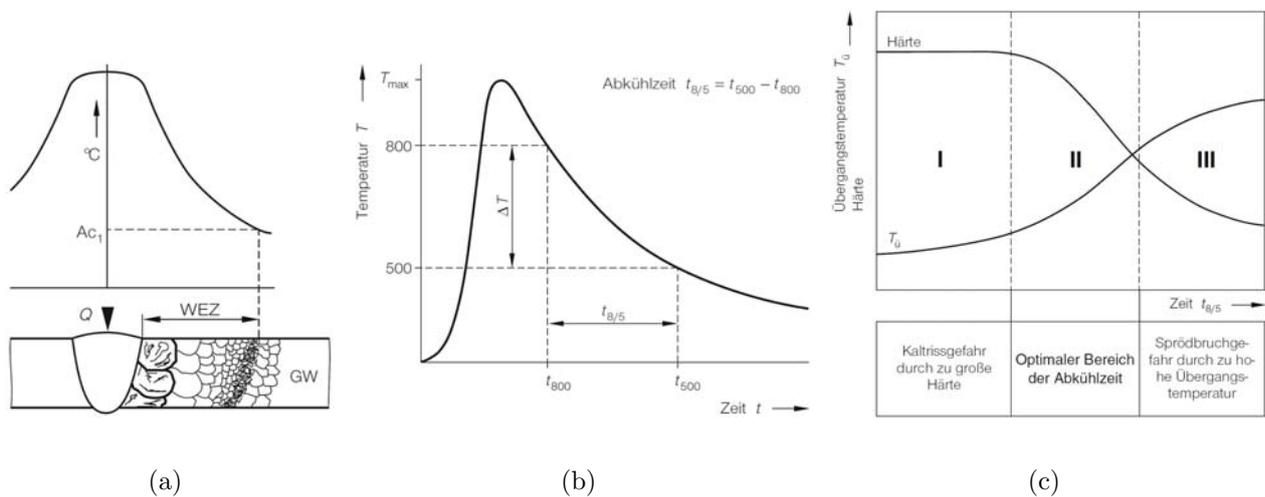


Abbildung 8 (a) Einfluss der Wärmeeinbringung Q auf die Wärmeeinflusszone (WEZ) von Lichtbogenschweißverbindungen [11]; (b) Abkühlgeschwindigkeit festgelegt durch die Abkühlzeit $t_{8/5}$ zwischen 800 und 500°C [11]; (c) Abhängigkeit der Übergangstemperatur der Kerbschlagzähigkeit und der Härte in der wärmebeeinflussten Zone von der Abkühlzeit $t_{8/5}$ [11]

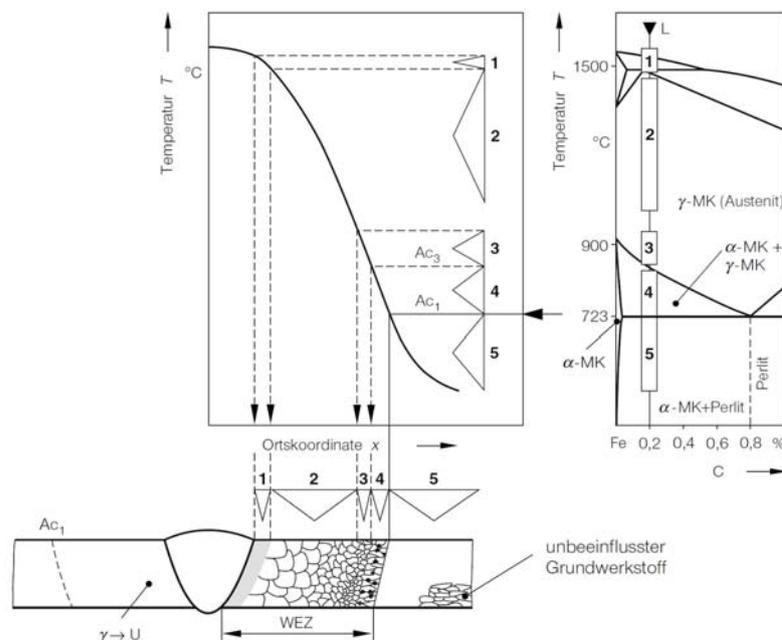


Abbildung 9 Vorgänge in der Wärmeeinflusszone einer Schweißverbindung dargestellt im Eisen-Kohlenstoff-Diagramm für eine Fe-C-Legierung L mit $0,2\%$ Kohlenstoff [11]

Im Bereich 3 liegt die Temperatur knapp über Ac_3 , es kommt zu einer Normalglühung des Grundwerkstoffes, welche mit anschließender Abkühlung die Bildung eines feinkörnigen Gefüges zur Folge hat. Die Temperatur des vierten Bereiches liegt im Mischgebiet Ferrit/Austenit, weshalb es zu einer teilweisen Austenitisierung kommt, die zu einer teilweisen Umkristallisation des Gefüges führt. Die bisher genannten Bereiche bilden gemeinsam die Wärmeeinflusszone. Außerhalb der WEZ befindet sich noch ein fünfter Bereich, in welchem es zu Rekristallisation (bei kaltverformten Bauteilen), zu Alterung (besonders bei stickstoffhaltigen Legierungen) und zu Bildung und Wachstum von Ausscheidungen (Anlasswirkung) kommt, was die mechanischen Eigenschaften des Grundwerkstoffes beeinflusst [11].

Die Ausbildung der Wärmeeinflusszone und die mechanischen Gütewerte der Schweißverbindung können auf mehrere Arten beeinflusst werden. Eine größere durch den Lichtbogen eingebrachte Wärmemenge Q führt, im Gegensatz zu Schweißverfahren mit geringerer Wärmeeinbringung, in einer Schweißverbindung zu einer starken Zunahme der Breite der Wärmeeinflusszone und einer wesentlichen Zunahme der Korngröße in der Grobkornzone (Abbildung 10(a)). Wie zuvor erwähnt, wirkt sich ein grobkörniges Gefüge negativ auf die Zähigkeitseigenschaften (Kerbschlagzähigkeit, Übergangstemperatur) aus. Schweißverfahren mit geringerer Wärmeeinbringung haben jedoch den Nachteil, dass es aufgrund der rascheren Abkühlung zu einer größeren Zunahme der Härte bei gleichzeitig höheren Eigenspannungen kommt, was Kaltrisse in der Schweißverbindung begünstigt. Durch die Wahl einer geeigneten Vorwärmtemperatur (und Zwischenlagentemperatur bei mehrlagigen Schweißverbindungen) kann die Abkühlgeschwindigkeit an das Verhalten der zu verschweißenden Werkstoffe angepasst werden (Abbildung 10(b)), um entsprechend Abbildung 8(c) in den optimalen Bereich zu gelangen und ungünstiges Werkstoffverhalten zu vermeiden [11].

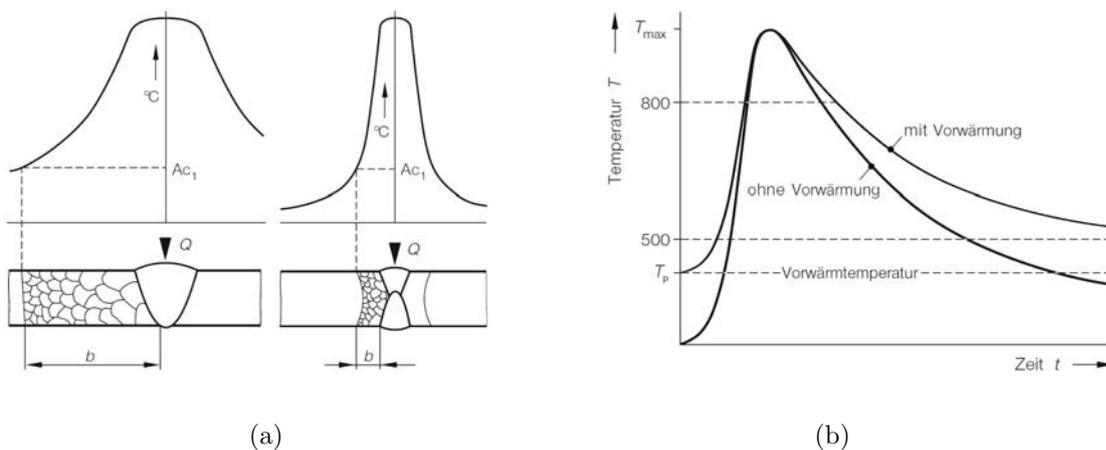


Abbildung 10 (a) Einfluss der Wärmeeinbringung Q auf die Größe der Wärmeeinflusszone [11]; (b) Einfluss der Vorwärmtemperatur auf die Abkühlgeschwindigkeit [11]

3.3 Delta-Ferrit

Reines Eisen durchläuft bei der Abkühlung aus dem schmelzflüssigen Zustand mehrere Umwandlungen. Dieses Auftreten unterschiedlicher Modifikationen eines Werkstoffes in Abhängigkeit von der Temperatur wird als Allotropie bzw. deren Ablauf als allotrope Umwandlungen bezeichnet. In Abbildung 11 sind die Umwandlungen graphisch dargestellt und dem eisenseitigen Rand des Eisen-Kohlenstoff-Schaubildes gegenübergestellt [9].

Nach Unterschreiten der Schmelztemperatur ϑ_s bei 1536°C kristallisiert Eisen als kubisch-raumzentriertes (krz) Delta-Eisen (Delta-Ferrit), welches unterhalb 1392°C in das kubisch-flächenzentrierte (kfz) Gamma-Eisen (Austenit) umwandelt. Ein dritter Haltepunkt tritt bei 906°C auf (wobei der Haltepunkt bei der Abkühlung bei 906°C liegt und beim Aufheizen bei 911°C auftritt). Das kfz Gamma-Eisen geht dabei erneut in eine krz Gittermodifikation über, welche als Alpha-Eisen (Alpha-Ferrit) bezeichnet wird und bis zum absoluten Nullpunkt bestehen bleibt. Der bei 769°C auftretende vierte Haltepunkt wird als Curie-Punkt

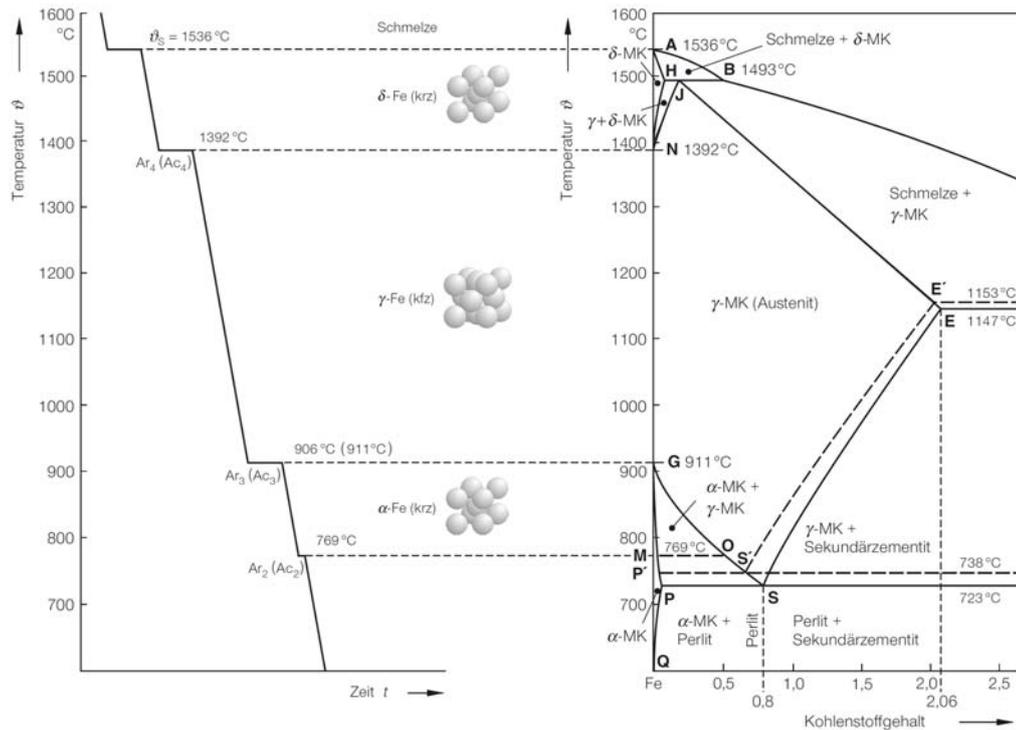


Abbildung 11 Abkühlkurve von reinem Eisen und Ausschnitt des Eisen-Kohlenstoff-Schaubildes für stabile und metastabile Ausbildung des Kohlenstoffes [9]

bezeichnet. Sein Auftreten ist nicht mit einer Gitterumwandlung verbunden, sondern zeigt an, dass Eisen seine ferromagnetischen Eigenschaften erhält. Bei den vorgenannten Umwandlungen ergeben sich jeweils Haltepunkte, bei denen die Temperatur aufgrund des exothermen Umwandlungsvorganges so lange konstant bleibt, bis dieser vollständig abgeschlossen ist. Abweichungen von den genannten, im Gleichgewichtszustand auftretenden Haltepunkten, werden umso größer, je weiter man sich vom Gleichgewichtszustand entfernt, also je größer die Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeiten werden und je größer der Gehalt an Legierungselementen wird [9].

Der Einfluss erhöhter Abkühlgeschwindigkeit wirkt sich folgendermaßen aus: Es kommt zu Unterkühlungserscheinungen, d.h., dass die Umwandlung technischer Legierungen bei tieferen Temperaturen als den Gleichgewichtstemperaturen stattfindet. Die Eigenschaften der entstehenden Gefüge hängen entscheidend von der Höhe der Umwandlungstemperatur und damit von der Diffusion der Legierungselemente, wie z.B. Kohlenstoff, ab. Die Beweglichkeit der Atome, also deren Diffusionsgeschwindigkeit, wird mit abnehmender Temperatur geringer, zudem wird die Diffusionszeit mit steigender Abkühlgeschwindigkeit kürzer. Zusätzlich beeinflussen Legierungselemente beispielsweise die Diffusion des Kohlenstoffes und die für die Ferritbildung notwendige Selbstdiffusion des Eisens. Sie beeinflussen also ebenfalls die Umwandlungstemperatur und Umwandlungszeit und damit die Eigenschaften des Umwandlungsgefüges. Bei Fe-C-Legierungen kommt es beispielsweise bei stark erhöhter Abkühlgeschwindigkeit zu diffusionsloser Umwandlung und damit zur Bildung von Martensit [9]. Die Bildung von Martensit ist eine Folge mehrerer Einflüsse. Austenit hat ein wesentlich größeres Lösungsvermögen für Kohlenstoff als Ferrit. Bei reinen Eisen-Kohlenstoff-Legierungen liegt das Lösungsvermögen des Austenits bei maximal 2,06% Kohlenstoff (bei 1147°C), während

jenen des Ferrits (Alpha-Eisen) lediglich 0,02% Kohlenstoff (bei 723°C) beträgt. Aus diesem Grund diffundiert Kohlenstoff bei langsam ablaufender Abkühlung aus den sich umwandelnden Elementarzellen heraus, um den Gleichgewichtszustand wiederherzustellen. Die Größe der Diffusionswege hängt von der Zeit, also der Abkühlgeschwindigkeit, ab. Der Kohlenstoff wird dabei in Form von Zementit (Fe_3C) gebunden und bildet aufgrund des Entstehungsmechanismus gemeinsam mit Ferrit den lamellaren Perlit. Wird die Umwandlung mit erhöhter Abkühlgeschwindigkeit durchlaufen, verkürzt sich die Diffusionszeit, womit die Diffusionswege kleiner werden. Das entstehende Gefüge wird feinlamellarer und geht bei weiterer Erhöhung der Abkühlgeschwindigkeit vom perlitischen zum Zwischenstufengefüge über. Erfolgt die Abkühlung derart schnell, dass keine thermisch aktivierten Platzwechselforgänge der beteiligten Atomarten stattfinden können, bleibt der Kohlenstoff beim Umklappen der Gitterstruktur in den Elementarzellen zwangsgelöst, was eine tetragonale Verzerrung der Elementarzellen und damit verbunden starke Verspannungen im Kristallgitter hervorruft. Dieses Gefüge wird als Martensit bezeichnet und weist eine hohe Härte und Verschleißfestigkeit, jedoch geringe Duktilität auf. Bei Erreichen der unteren kritischen Abkühlgeschwindigkeit liegt der erste Martensit (1% Martensit) im Gefüge vor. Wird die obere kritische Abkühlgeschwindigkeit überschritten, wandelt der Austenit zu 100% in Martensit um [9]. Die oben genannten Temperaturen beziehen sich auf eine reine Eisen-Kohlenstoff-Legierung, weshalb sie je nach Art und Menge weiterer Legierungselemente variieren können.

Der Einfluss von Legierungselementen auf die Ausbildung des Gefüges kann auf zwei Arten gezeigt werden. Zum einen über die Beeinflussung der Phasengrenzen im Phasendiagramm und zum anderen über die Verschiebung der Umwandlungslinien im ZTU-Diagramm (Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramm). Bei den Legierungselementen kann zwischen Ferritbildnern und Austenitbildnern unterschieden werden. Austenitbildende Legierungselemente, zu denen die Elemente Ni, C, Co, Mn und N gehören, führen je nach Gehalt zu einer Stabilisierung, Erweiterung bzw. Öffnung des Austenitgebietes, wobei die Ferritgebiete (Alpha- und Delta-Ferrit) zurückgedrängt werden (siehe Abbildung 12(a) und (b)). Die Ferritbildner, zu denen die Elemente Cr, Al, Ti, Ta, Si, Mo, V und W gehören, sind je nach ihrem Gehalt in der Lage das Austenitgebiet einzuengen bzw. abzuschließen. Das Ferritgebiet wird demnach größer und kann bei hohen Gehalten an ferritbildenden Elementen das abgeschlossene Austenitgebiet umgeben. Dabei werden die Gebiete von Alpha-Ferrit und Delta-Ferrit gleichermaßen vergrößert, weshalb unter bestimmten Legierungskonstellationen reiner Delta-Ferrit aus der primär ferritischen Erstarrung vorliegen kann (siehe Abbildung 12(c) und (d)) [9].

Der Einfluss von Legierungselementen auf die Ausbildung des Gefüges bei erhöhten Abkühlgeschwindigkeiten lässt sich durch ihren Einfluss auf die Lage der Gefügebereiche (Umwandlungslinien) im ZTU-Schaubild von Eisen-Kohlenstoff-Legierungen darstellen (siehe Abbildung 13). Die in Abbildung 13 aufgelisteten Legierungselemente führen zu einer Verschiebung der Umwandlungslinien hin zu tieferen Temperaturen (im Falle der Martensitbildung) und zu längeren Zeiten (bei der perlitischen und bainitischen Umwandlung). Die Diffusionsgeschwindigkeiten nehmen also mit zunehmendem Gehalt der entsprechenden Legierungselemente unterschiedlich stark ab, weshalb die untere bzw. obere kritische Abkühlgeschwindigkeit

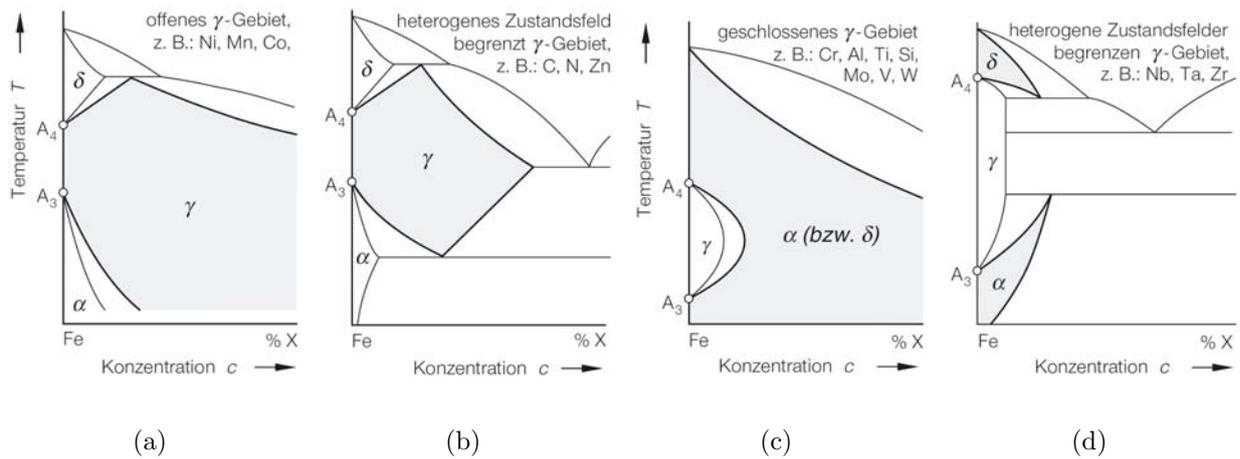


Abbildung 12 Einfluss der Legierungselemente auf die Art der Verschiebung der Umwandlungspunkte A_3 und A_4 ; (a), (b) austenitstabilisierende Elemente; (c), (d) ferritstabilisierende Elemente [9]

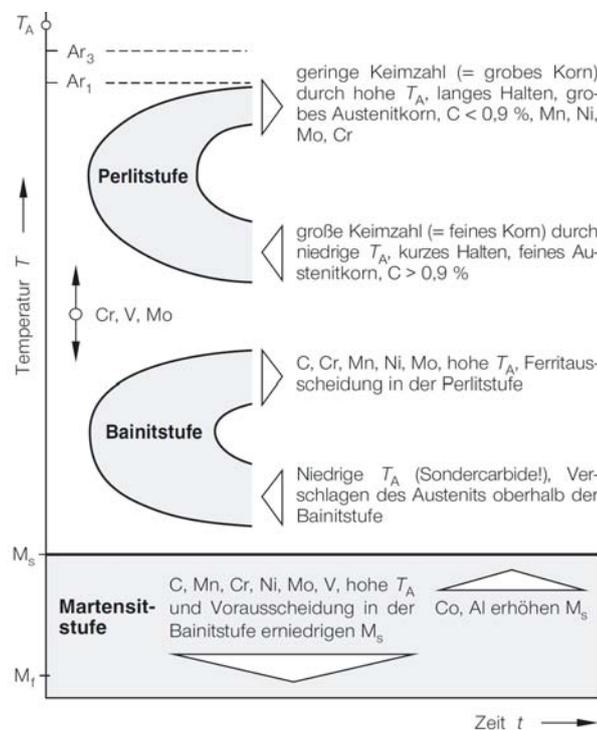


Abbildung 13 Wirkung metallurgischer und legierungstechnischer Einflüsse auf die Lage der wichtigsten Umwandlungslinien im ZTU-Schaubild (nach KRONEIS) [9]

zur Bildung von Martensit wesentlich geringer sein kann, also selbst bei langsamer Abkühlung immer noch 100% Martensit erreicht werden kann [9].

Die vorgenannten Mechanismen tragen demnach dazu bei, dass je nach Legierungszusammensetzung und thermischer Behandlung bzw. Vorgeschichte des Werkstoffes unterschiedliche Gefügestrukturen auftreten können [9]. Bei den martensitischen 9% Chromstählen, wie sie in dieser Arbeit behandelt werden, führt deren Legierungszusammensetzung dazu, dass trotz langsamer Abkühlung des Werkstoffes immer noch 100% Martensit mit Karbiden in Form von Ausscheidungen an den Korngrenzen und Lattengrenzen des Martensits auftritt [6]. Die Zusammensetzung dieser Stahlsorte führt jedoch ebenso dazu, dass bei rascher Abkühlung

aus Bereichen nahe der Schmelztemperatur Reste an Delta-Ferrit im Gefüge erhalten bleiben, welche bei der auftretenden Temperaturabnahme nicht zur Umwandlung in Austenit gelangen und bei Erreichen von Raumtemperatur als metastabile Phase vorliegen [5, 6]. Abbildung 5 zeigt beispielhaft einen Ausschnitt aus einem Zustandsschaubild des 9% Chromstahles X10CrMoVNb9-1 (P91) als Funktion des Kohlenstoffgehaltes [6].

Durch metallurgische Forschung wird versucht, diese Restanteile an Delta-Ferrit zu unterdrücken, da diese die Zähigkeit, Kriechfestigkeit und Warmformfähigkeit ungünstig beeinflussen [5].

3.4 9% Chromstähle

Die für den Kraftwerksbau verwendeten Werkstoffe werden kontinuierlich weiterentwickelt. Aufgrund der betriebsbedingten Einflüsse von Temperatur und Belastung können jedoch nicht alle Werkstoffe gleichermaßen eingesetzt werden, da der Werkstoff die projektierte Lebensdauer von 200.000 h - dies entspricht etwa 28 Jahren bei einer jährlichen Betriebszeit von 7.000 h - betriebssicher, ohne Riss oder Bruch überstehen muss. Für den Aufbau thermisch belasteter Bauteile aus warmfesten und hochwarmfesten Werkstoffen stehen, wie eingangs erwähnt, mehrere Werkstoffgruppen zur Verfügung, welche sich in Bezug auf Legierungszusammensetzung, Gefügebau, Werkstoffeigenschaften, Temperaturbereich, in dem diese eingesetzt

Tabelle 1 Warm- und Hochwarmfeste Werkstoffgruppen und ihre Einsatztemperaturen [3]

| Temperaturbereich | Werkstoffgruppe |
|-------------------|---|
| < 550°C | warmfeste CrMo- und CrMoV-Stähle |
| 550 ... 600°C | ferritisch/martensitische 9-12% Chromstähle |
| 600 ... 650°C | austenitische Stähle |
| 650 ... 800°C | Nickel-Basislegierungen |

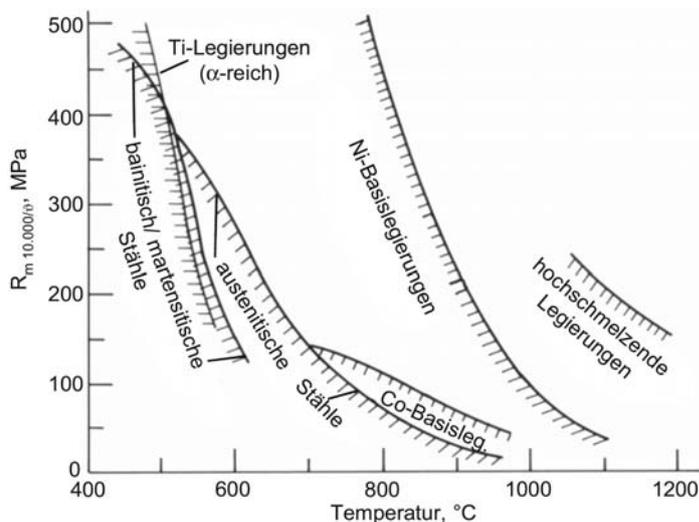


Abbildung 14 10⁴ h-Zeitstandfestigkeit verschiedener Hochtemperatur-Werkstoffgruppen in Abhängigkeit von der Temperatur [12]

werden können, und Kosten zum Teil signifikant unterscheiden [3]. In Tabelle 1 sind diese mit dem jeweils entsprechenden Temperaturbereich aufgelistet.

Anhand Tabelle 1 und Abbildung 14 ist ersichtlich, dass Nickel-Basislegierungen die Werkstoffgruppe mit der höchsten Warmfestigkeit und Kriechbeständigkeit darstellen, wobei jedoch ihr hoher Preis eine wirtschaftliche Nutzung stark einschränkt und diese daher der oberen Grenze der Einsatztemperaturen vorbehalten sind, in welchen andere Werkstoffgruppen unzureichende mechanische Gütewerte aufweisen. Eine wirtschaftliche Nutzbarkeit von Nickel-Basislegierungen ist erst bei zukünftigen Kraftwerksprojekten mit gesteigerten Frischdampfparametern gegeben [3, 12].

Die Gruppe der warmfesten CrMo- und CrMoV-Stähle deckt den Bereich bis etwa 550°C Einsatztemperatur ab. Diese Werkstoffe werden aufgrund des niedrigsten Preises aller in Tabelle 1 aufgelisteten Werkstoffgruppen, welcher sich aus dem geringeren Gehalt an Legierungselementen ergibt, der guten mechanischen Eigenschaften bei den vorgesehenen moderaten Einsatztemperaturen und der guten Schweißbarkeit soweit wie möglich für thermisch niedriger belastete Bauteile eingesetzt [2].

Austenitische Stähle werden je nach Legierungszusammensetzung für einen Temperaturbereich von etwa 600 bis 650°C eingesetzt. Der hohe Anteil an Legierungselementen, welche den austenitischen Stählen ihre Eigenschaften verleihen, führt jedoch zu erhöhten Werkstoffkosten, weshalb diese Werkstoffgruppe, ebenso wie die Nickel-Basislegierungen, aus wirtschaftlicher Sicht weniger attraktiv erscheint und nur für hochbelastete Bereiche vorgesehen wird, in denen ihr Einsatz unumgänglich ist [3]. Diese wirtschaftlichen Erwägungen sind einer der Beweggründe für intensive Forschungsarbeiten, welche darauf abzielen, den Einsatzbereich hochwarmfester austenitischer Werkstoffe durch alternative Werkstoffe abzudecken [5, 6].

Ein wesentlich bedeutenderer Grund für die forcierte Weiterentwicklung alternativer Werkstoffe ist die Tatsache, dass austenitische Werkstoffe eine geringere Wärmeleitfähigkeit als ferritische (martensitische) Stähle aufweisen und ihr Wärmeausdehnungskoeffizient um etwa 50% größer ist als jener von ferritischen (martensitischen) Stählen, was besonders bei wechselnden thermischen Bedingungen belastungsgerechte Verbindungsschweißungen zwischen austenitischen und ferritischen (martensitischen) Stählen erschwert [2, 5, 13].

Die Gruppe der 9-12% Chromstähle folgt in ihren Einsatztemperaturen den austenitischen Stählen. Aus wirtschaftlicher Sicht ist das Interesse an diesen Stählen aufgrund der geringeren Legierungskosten bei gleichzeitig guten Warmfestigkeiten und Zeitstandfestigkeiten sehr groß. Wurden diese bisher für den Bereich von etwa 550 bis 600°C vorgesehen (siehe Tabelle 1 und Abbildung 14), sind Forschungstätigkeiten, wie sie z.B. in Europa im Zuge der COST-Projekte durchgeführt werden, bestrebt, durch geeignete Legierungs- und Gefügeabstimmung den Temperaturbereich der 9-12% Chromstähle nach oben hin zu erweitern, um damit Teilbereiche, welche bisher ausschließlich den austenitischen Stählen vorbehalten waren, abzudecken (siehe Abbildung 15) [5, 6, 14].

Ferritische (martensitische) 9-12% Chromstähle zählen aufgrund ihrer günstigen Kombination mechanischer und physikalischer Eigenschaften zu den wichtigsten Werkstoffen im Bereich der Kraftwerkstechnik. Es werden bei der Weiterentwicklung dieser Stähle zwei unter-

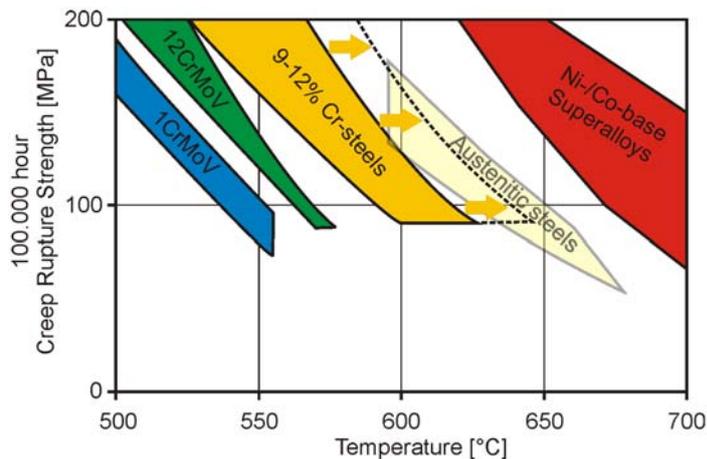


Abbildung 15 Anwendungsbereiche moderner Werkstoffe für den Einsatz in thermischen Kraftwerken und geplante Erweiterung des Einsatzgebietes von 9-12% Chromstählen [14]

schiedliche Linien verfolgt, die der 9% Chromstähle und die der 12% Chromstähle. Beide Stahlsorten unterscheiden sich unter anderem in Bezug auf ihre Gefügeausbildung, Korrosionsbeständigkeit und Schweißneigung [5]. Da im Zuge dieser Arbeit ausschließlich 9% Chromstähle untersucht werden, wird an dieser Stelle auf einen Vergleich der beiden Entwicklungslinien verzichtet und auf die zur Anwendung kommende Gruppe eingegangen.

Die Entwicklung der 9% Chromstähle nahm in den 70er Jahren auf Basis des 9% Cr - 1% Mo Stahls T9 ihren Anfang. In den USA, Japan und in Europa wurden daraufhin durch Anpassung der Legierungszusammensetzung weitere Stähle, wie z.B. P91, NF616, P92 und E911 entwickelt, welche für den Einsatz in thermischen Kraftwerken geeignet sind und verbesserte Zeitstandfestigkeitswerte bei höheren Betriebstemperaturen aufweisen [5, 6, 14]. Die Kriechbeständigkeit konnte dabei um etwa 50% gegenüber den früheren Generationen dieser Werkstoffgruppe erhöht werden [15]. Ein Ziel der Weiterentwicklungen war bzw. ist es, die austenit- und ferritbildenden Legierungselemente aufeinander abzustimmen, um das Auftreten von Delta-Ferrit zu unterdrücken, welcher abhängig von den Abkühlbedingungen bei der Erstarrung bzw. der Abkühlung von hohen Temperaturen entsteht [5].

Schweißen stellt im Kraftwerksbau das wichtigste Fügeverfahren dar. In der Praxis werden an Stählen für den Kraftwerksbau Fertigungs-, Verbindungs- und Reparaturschweißungen durchgeführt [5]. 9% Chromstähle gelten bei Verwendung angemessener Schweißparameter im Allgemeinen als gut schweißbar und können in der Regel mit allen gängigen Lichtbogen-schmelzschweißverfahren verarbeitet werden [6, 14]. Bei der Anwendung dieser Verfahren kommt es jedoch aufgrund der Wärmeeinbringung zu thermisch bedingten Veränderungen im umgebenden Werkstoffgefüge [5, 6, 16]. Mit diesen Veränderungen geht unter anderem bei ungünstigen Abkühlbedingungen die Bildung zum Teil großer Mengen an Delta-Ferrit in der Wärmeeinflusszone (WEZ) bzw. im Schweißgut einher, welcher die mechanischen und physikalischen Gütewerte des Werkstoffes negativ beeinflusst [5, 6].

Die Entstehung und Stabilität dieses Restanteiles an Delta-Ferrit in 9% Chromstählen ist der zentrale Untersuchungsschwerpunkt dieser Arbeit.

4 Untersuchte Werkstoffe

In den nachfolgenden Untersuchungen wird das Verhalten zweier Werkstoffe in Bezug auf die temperaturabhängige Entstehung, Stabilität und Auflösung von Delta-Ferrit analysiert. Bei beiden Werkstoffen, mit den Bezeichnungen 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 und X10CrWMoVNb9-2 handelt es sich um martensitische 9% Chromstähle, welche für den Einsatz in thermischen Kraftwerken vorgesehen sind. Aufgrund ihrer Legierungszusammensetzung behalten diese einen Teil des bei hohen Temperaturen gebildeten Delta-Ferrits unter speziellen thermischen Bedingungen, wie sie etwa beim Schweißen auftreten, bis zum Erreichen von Raumtemperatur im Gefüge, wobei dieser die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflusst und daher vermieden bzw. durch angemessene Wärmenachbehandlungen beseitigt werden muss. Dieser Umstand wird im Zuge der vorliegenden Arbeit detailliert untersucht.

4.1 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 (NPM4)

Dieses Legierungskonzept entstammt einer Entwicklung des Japanischen NIMS (National Institute for Materials Science), wobei bei der in dieser Arbeit untersuchten Testschmelze die Gehalte an Bor und Stickstoff verändert wurden. Es handelt sich hierbei um die vierte Testschmelze, welche sich in ihrer chemischen Zusammensetzung von den drei bisherigen geringfügig unterscheidet. Die chemische Zusammensetzung des 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 ist in Tabelle 2 aufgelistet.

Tabelle 2 Chemische Zusammensetzung des Stahls 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 in Gewichts-%

| | | | | | | |
|-------|-------|--------|-------|-------|-------|------|
| C | Si | Mn | P | S | Al | Cr |
| 0,090 | 0,299 | 0,509 | 0,001 | 0,003 | 0,004 | 9,26 |
| V | Nb | B | Co | W | N | |
| 0,199 | 0,050 | 0,0114 | 2,88 | 2,92 | 0,01 | |

Der Einfachheit halber wird dieser Werkstoff in allen nachfolgenden Kapiteln als NPM4 bezeichnet.

Im Unterschied zum X10CrWMoVNb9-2 wird dieser Werkstoff noch nicht in technischen Anwendungen eingesetzt, sondern befindet sich in der Testphase, in der durch zahlreiche wissenschaftliche Arbeiten die Eignung für die Verwendung in thermischen Kraftwerken untersucht werden soll.

Das Probenmaterial des NPM4 liegt in Form einer 20 mm dicken, gewalzten Platte, wie sie in Abbildung 16 dargestellt ist, vor. Daraus wurden die für die Untersuchungen notwendigen Teile entnommen, wobei sämtliche Proben, entsprechend ihrer späteren Betrachtung, quer zur Walzrichtung entnommen wurden.



Abbildung 16 Platte des NPM4 für die Probenerzeugung

Abbildung 17 zeigt den Temperaturverlauf bei der Herstellung bzw. die Arbeitsschritte, welche zu dem vorliegenden Wärmebehandlungszustand des Probenmaterials geführt haben. Zu Beginn wurde die schmelzflüssige Legierung in Blockform abgegossen und frei an Luft abgekühlt. Ein Teil dieses Blocks wurde entnommen, erhitzt, zu einer 20 mm dicken Platte ausgewalzt und erneut an Umgebungsluft frei abgekühlt. Die in Abbildung 17 dargestellte Walztemperatur entspricht nicht der tatsächlichen Temperatur auf welche der Teil des Blocks vor dem Walzvorgang erhitzt wurde, sondern hat nur symbolischen Charakter, da der exakte Wert nicht bekannt ist. Nach Abschluss der Ur- und Umformprozesse hat die eigentliche Wärmebehandlung, welche aus einer einstündigen Austenitisierung (Normalisierung) bei 1150°C mit anschließendem Abkühlen an Luft und einem darauffolgenden vierstündigen Anlassen bei 770°C bestanden hat, stattgefunden.

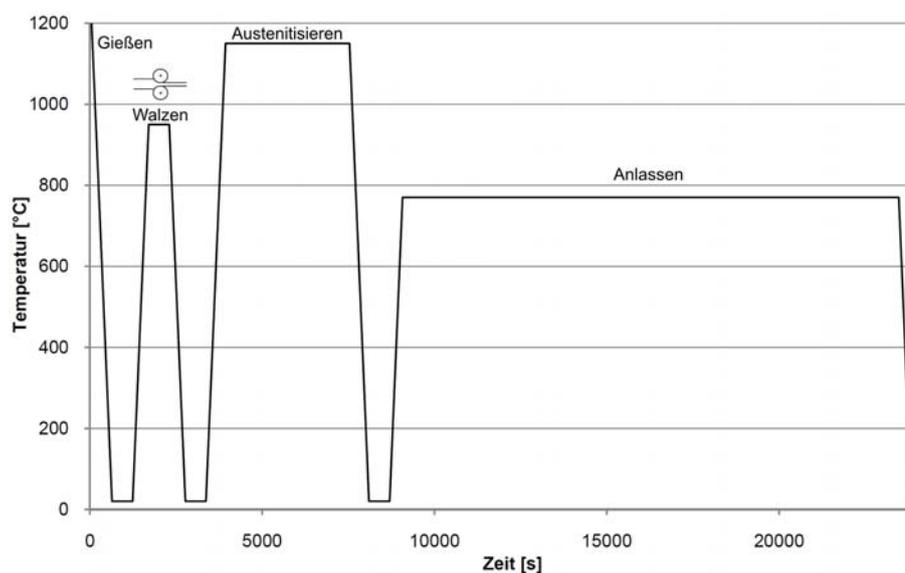


Abbildung 17 Temperaturverlauf während der Herstellung des NPM4

In Tabelle 3 sind die wesentlichen mechanischen Eigenschaften des NPM4 aufgelistet.

Tabelle 3 Mechanische Eigenschaften des NPM4

| | |
|--|-----------------------|
| Dehngrenze $R_{p0,2}$ bei Raumtemperatur | 610 N/mm ² |
| Zugfestigkeit R_m bei Raumtemperatur | 733 N/mm ² |
| Zugfestigkeit R_m bei 600°C | 454 N/mm ² |
| Zugfestigkeit R_m bei 650°C | 368 N/mm ² |

4.2 X10CrWMoVNb9-2 (P92)

Dieser Werkstoff hat die DIN Materialnummer 1.4901 und wird in der amerikanischen Norm als ASTM A335 P92 bezeichnet. Der Einfachheit halber wird der Werkstoff in allen nachfolgenden Kapiteln als P92 bezeichnet.

Beim P92 handelt es sich um einen Werkstoff, der bereits im Kraftwerksbau eingesetzt wird. Die chemische Zusammensetzung des vorliegenden Probenmaterials kann Tabelle 4 entnommen werden.

Tabelle 4 Chemische Zusammensetzung des vorliegenden Stahls P92 in Gewichts-%

| | | | | | | |
|------|------|-------|-------|-------|------|------|
| C | Si | Mn | P | S | Al | Cr |
| 0,11 | 0,38 | 0,48 | 0,014 | 0,005 | 0,01 | 9,15 |
| V | Nb | B | W | N | Ni | Mo |
| 0,20 | 0,06 | 0,004 | 1,80 | 0,491 | 0,15 | 0,45 |

Das Probenmaterial stammt aus einem Stück nahtloser Dampfrohrleitung, welches chemisch analysiert und auf seine mechanischen Eigenschaften hin getestet wurde. Abbildung 18 zeigt ein Segment der Dampfrohrleitung, aus welchem die Proben für die nachfolgenden Untersuchungen entnommen wurden, wobei hierbei die Proben in Längsrichtung des Rohres entnommen wurden.

Der Werkstoff wurde bei seiner Herstellung einer Wärmebehandlung unterzogen, welche aus einer Austenitisierung bei einer Temperatur zwischen 1050 und 1100°C und einem anschließenden Anlassen zwischen 740 und 800°C bestand. Die Dauer der einzelnen Wärmebehandlungsschritte und bei welchen Temperaturen diese genau durchgeführt wurden, geht aus den vorliegenden Unterlagen nicht hervor. Ebenso ist nicht bekannt, welche Umformprozesse vor der Wärmebehandlung stattgefunden haben bzw. mit welchem Verfahren das nahtlose Rohr erzeugt wurde.

In Tabelle 5 sind die Ergebnisse der oben erwähnten Untersuchung der mechanischen Werkstoffeigenschaften des P92 aufgelistet, welche aus den entsprechenden Prüfzertifikaten hervorgehen.



Abbildung 18 Segment der Dampfrohrlleitung des P92 für die Probenerzeugung

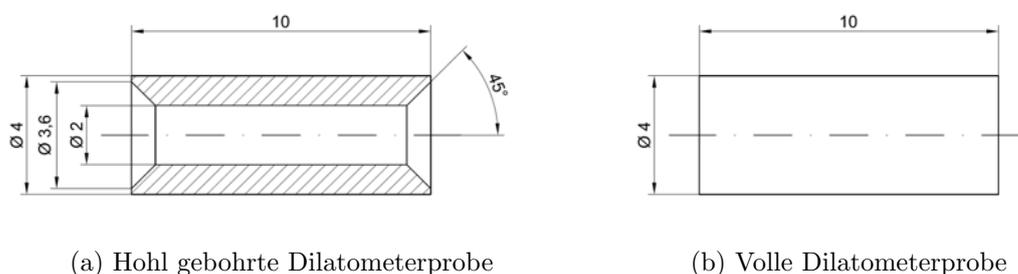
Tabelle 5 Mechanische Eigenschaften des P92

| | |
|--|-------------------------|
| Dehngrenze $R_{p0,2}$ bei Raumtemperatur | 486,7 N/mm ² |
| Zugfestigkeit R_m bei Raumtemperatur | 673,6 N/mm ² |
| Dehngrenze $R_{p0,2}$ bei 550°C | 337,8 N/mm ² |
| Zugfestigkeit R_m bei 550°C | 412,3 N/mm ² |
| Dehngrenze $R_{p0,2}$ bei 600°C | 291,6 N/mm ² |
| Zugfestigkeit R_m bei 600°C | 350,2 N/mm ² |

5 Experimentelle Untersuchungen

5.1 Erzeugung der Proben

Für die weiteren Untersuchungen bzw. für die Durchführung thermischer Versuche und das Durchlaufen unterschiedlicher vorgegebener Temperaturzyklen mit dem Abschreckdilatometer werden zylindrische Proben mit einer Länge von 10 mm und einem Durchmesser von 4 mm benötigt. Um insbesondere bei hoch erhitzten Proben eine rasche Abkühlung auf Umgebungstemperatur gewährleisten zu können, wird ein Teil der Proben in Längsrichtung mittig mit einer Bohrung versehen, um diese zur zusätzlichen Kühlung mit Gas durchströmen zu können.

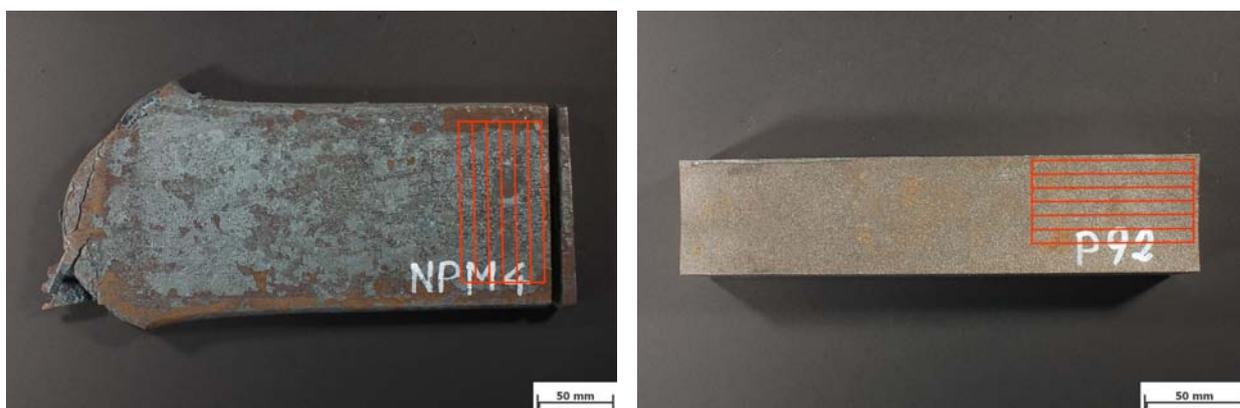


(a) Hohl gebohrte Dilatometerprobe

(b) Volle Dilatometerprobe

Abbildung 19 Maßzeichnungen der verwendeten Probenformen

Abbildung 19 zeigt zwei Maßzeichnungen, welche die beiden Probenformen darstellen. Die Entscheidung, zwei unterschiedliche Probengeometrien zu verwenden und nicht alle Versuche mit hohl gebohrten Proben durchzuführen, ergibt sich durch den wesentlich höheren Preis der hohl gebohrten Proben, welche in ihrer Herstellung aufwendiger sind.



(a) Probenentnahme aus NPM4 Platte

(b) Probenentnahme aus P92 Rohrsegment

Abbildung 20 Ausrichtung der entnommenen Probenstäbe

Zunächst wurden aus dem Probenmaterial, entsprechend den roten Linien, welche in den Abbildungen 20(a) und (b) dargestellt sind, Streifen entnommen, welche zu Rundstäben mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Länge von 80 bis 100 mm weiter verarbeitet wurden. Aus diesen Rundstäben wurden in weiterer Folge die Proben entsprechend Abbildung 19 angefertigt.



Abbildung 21 Fertige Proben für die Untersuchungen mit dem Abschreckdilatometer

Abbildung 21 zeigt fertige Proben, wie sie für die Untersuchungen mit dem Abschreckdilatometer benötigt werden.

5.2 Abschreckdilatometer

Bei einem Abschreckdilatometer handelt es sich um ein Untersuchungsgerät, mit welchem es möglich ist, metallische Proben mit den auf der vorhergehenden Seite genannten Abmessungen beliebige Temperaturzyklen durchlaufen zu lassen und dabei in Echtzeit Messdaten wie Längenänderung, Temperatur und unterschiedliche Regelgrößen des Geräts aufzuzeichnen. Namensgebend sind hierbei die Dilatometerkurven, welche aus den erhaltenen Daten von Temperatur und Längenänderung erstellt werden können.

Die Untersuchungen für diese Arbeit werden an einem Abschreckdilatometer Bähr DIL805 durchgeführt.

Vor der Durchführung der Versuche werden auf den Probenoberflächen Thermoelemente in Drahtform, welche aus der Thermoelementpaarung Rhodium und Platin bestehen, mittig in einem Abstand von etwa 1 mm voneinander durch Punktschweißungen unter einer Schutzgasatmosphäre mit Helium als Schutzgas, angebracht. Diese werden beim Einspannen der Proben zwischen zwei Stäben aus SiO_2 mit der Steuerung des Dilatometers verbunden und dienen der Regulierung der Heizleistung, um den Temperaturverlauf entsprechend der programmierten Vorgabe führen zu können. In der Probenkammer herrscht während der Versuchsdurchführung ein Vakuum von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar als Schutzatmosphäre. Während der Abkühlvorgänge wird dieses durch das einströmende Kühlmedium Helium ersetzt, welches durch seinen inerten Charakter eine Schutzgasatmosphäre erzeugt, wodurch Reaktionen des Werkstoffs mit der Umgebung unterbunden werden. Verunreinigungen bzw. Luft in der Probenkammer würden zu Oxidation, Entkohlung oder anderen negativen Beeinflussungen des Werkstoffes führen.

Die Heizleistung wird berührungslos durch eine Induktionsspule eingebracht, in deren Mitte die Proben vor Versuchsbeginn geschoben werden. Die Kühlung erfolgt durch Abstrahlung der Wärme und durch Kühlung mit Helium, welches mittels eines von der Steuerung geregelten Ventils dosiert wird und durch feine Bohrungen an der Innenseite der Induktionsspule auf die Probenoberfläche strömt. Hohl gebohrte Proben können zusätzlich durch einen Gasstrom

durch das Probeninnere gekühlt werden. Hierfür sind die Stäbe, welche die Proben halten, ebenfalls hohl ausgeführt. Für das Abschrecken von Proben mit maximaler Geschwindigkeit wird das Regelventil für das Kühlgas schon bei der Programmierung der Temperaturzyklen auf maximale Öffnung bei Erreichen des Abschreckzeitpunktes eingestellt.

Vor der nachfolgenden Probenpräparation sind die Thermoelemente, welche für weitere Dilatometerversuche verwendet werden können, zu entfernen.

5.2.1 Bestimmung von Umwandlungspunkten

Die Dilatometerkurve entsteht durch das Eintragen und Verbinden aller Längenänderungswerte über den dazugehörigen Temperaturen in ein Diagramm. Die Weiterverarbeitung der Daten aus den Dilatometerversuchen erfolgt mit dem Tabellenkalkulationsprogramm Microsoft Excel 2007. Abbildung 22 zeigt beispielhaft eine derartige Dilatometerkurve.

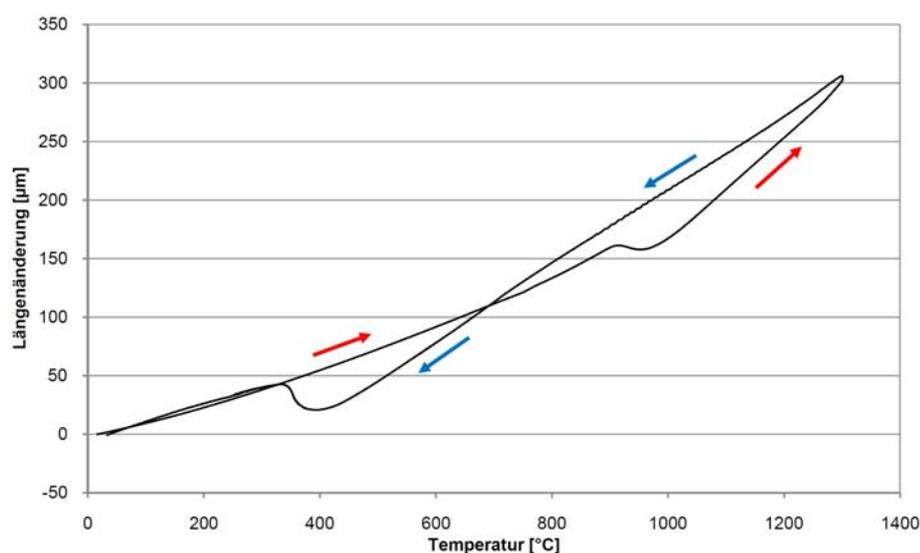


Abbildung 22 Beispiel für eine Dilatometerkurve (rote Pfeile zeigen den Bereich, in dem erhitzt wurde, blaue Pfeile den Bereich abnehmender Temperatur)

Beim Erhitzen der Probe kommt es zu einer Zunahme der Länge, was durch die Wärmedehnung des Werkstoffs begründet ist. Im Bereich von etwa 900°C ist erkennbar, dass es trotz weiterer Erhöhung der Temperatur zu einer kurzzeitigen Abnahme der Länge kommt. Durch die statistisch verteilte Ausrichtung des Kristallgitters der Körner im Gefüge kann davon ausgegangen werden, dass der Werkstoff ein isotropes Verhalten hat, also in alle Richtungen die gleichen Eigenschaften aufweist, was bedeutet, dass diese Längenänderung in alle Richtungen gleichermaßen stattfindet. Dies führt dazu, dass die aufgezeichnete Längenänderung einer Änderung des Volumens entspricht und der Sprung beim Erhitzen eine Volumenkontraktion darstellt, welche durch die Änderung der Kristallstruktur hin zu einer dichter gepackten Anordnung hervorgerufen wird. Es handelt sich hierbei um einen Umwandlungspunkt, wobei das erste Ablenken der Kurve den Beginn der Umwandlung und der Übergang in die weitere Wärmedehnung deren Ende darstellt. Im Falle der beiden zu untersuchenden Werkstoffe handelt es sich um die Umwandlung von angelassenem, kubisch-raumzentriertem Martensit hin zu kubisch-flächenzentriertem Austenit, welcher eine dichter gepackte Kristallstruktur aufweist.

Im Bereich der Abkühlung kommt es ebenfalls zu einem Sprung, welcher einer Zunahme des Volumens entspricht, also eine Änderung der Kristallstruktur hin zum ursprünglichen Aufbau darstellt. Auch hier ist das erste Abweichen von der abnehmenden Wärmedehnung der Beginn und das Fortsetzen derselben nach dem Sprung das Ende der Umwandlung. Es ist erkennbar, dass zwischen Hin- und Rückumwandlung eine Temperaturdifferenz von etwa 600°C besteht, welche von der für den Beginn der Umwandlung benötigten Aktivierungsenergie bzw. der Trägheit der Umwandlung herrührt. Diese Differenz wird mit höheren Aufheiz- bzw. Abkühlgeschwindigkeiten geringfügig größer.

Die genauen Temperaturen der Umwandlungspunkte beim Aufheizen und Abkühlen können mithilfe der Tangentenmethode bestimmt werden. Hierbei zeigen an die Dilatometerkurve gelegte Tangenten den Beginn und das Ende der Umwandlung. Abbildung 23 zeigt beispielhaft, wie die Bestimmung der Umwandlungspunkte mit der Tangentenmethode funktioniert.

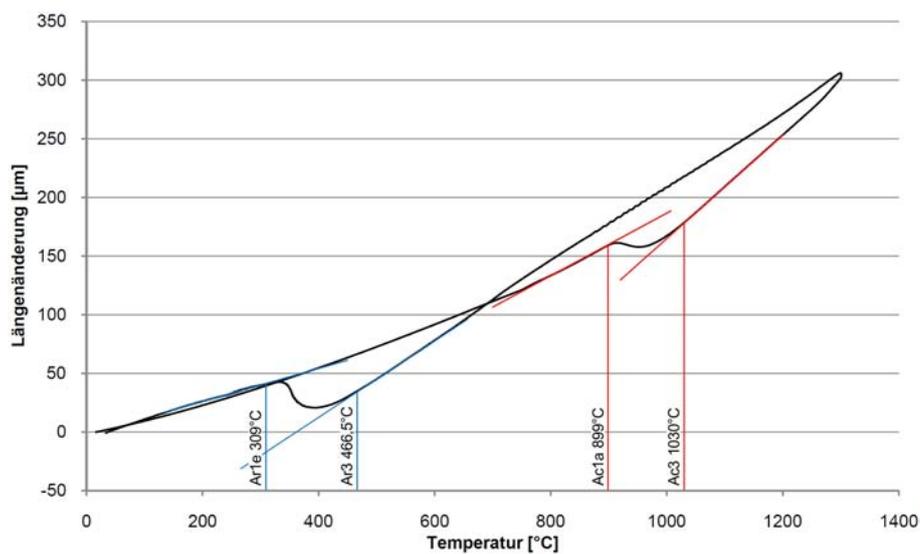


Abbildung 23 Tangentenmethode zur Bestimmung der Umwandlungspunkte

5.3 Untersuchte Proben und Temperaturzyklen

Nachfolgend werden alle untersuchten Proben bzw. Temperaturverläufe für die Erzeugung der Proben definiert und erläutert.

5.3.1 Vergleichstests Probengeometrie und Abkühlgeschwindigkeit

Anhand von Vergleichstests soll untersucht werden, ob die unterschiedlichen Probengeometrien, welche bei den nachfolgenden Versuchen zum Einsatz kommen, einen Einfluss auf die Resultate haben. Dies kann mehrere Gründe haben.

Die Proben werden berührungslos mittels einer Induktionsspule aufgeheizt. Das Induktionsfeld dringt hierbei nur wenige Zehntelmillimeter in die Probenoberfläche ein und heizt diesen Bereich auf. Das Probeninnere wird dabei fast ausschließlich durch Wärmeleitung von außen erwärmt, jedoch sitzt das Thermoelement, welches für die Bestimmung der Proben-temperatur und damit für die Regulierung der Heizleistung zuständig ist, außen auf der Proben-

oberfläche. Durch die gute Wärmeleitfähigkeit des Werkstoffes und die kleinen Abmessungen ist zu erwarten, dass der Temperaturgradient zwischen Probenoberfläche und Probeninnerem vernachlässigbar klein sein wird und damit keine Gefügeunterschiede erkennbar sein werden. Bei der hohl gebohrten Probenform wurde das Probeninnere entfernt, weshalb sich diese Frage nicht stellt.

Ein weiterer Grund kann sich durch die unterschiedliche Abkühlgeschwindigkeit ergeben. Vollproben können ausschließlich nur durch einen Gasstrom von außen gekühlt werden und besitzen zudem durch die größere Masse eine größere abzuführende Wärmemenge. Hohl gebohrte Proben können zusätzlich zum Gasstrom von außen auch noch im Inneren mit Gas durchströmt werden, was die zur Wärmeabfuhr zur Verfügung stehende Oberfläche erheblich vergrößert. Weiters ist die gespeicherte Wärmemenge durch das fehlende Probeninnere geringer. Dies führt dazu, dass die beiden Probentypen bei jeweils maximal möglicher Kühlung unterschiedlich rasch abkühlen werden.

Die Vergleichstests dienen dazu, die sich daraus ergebenden Unterschiede zu untersuchen und deren Vernachlässigbarkeit zu belegen.

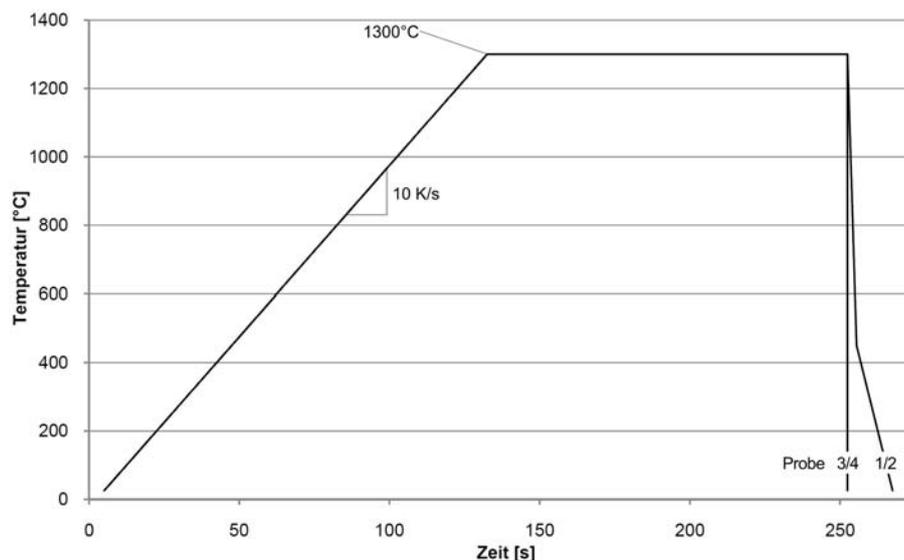


Abbildung 24 Temperaturverläufe für die Vergleichstests

Die für die Vergleichstests verwendeten Temperaturverläufe sind in Abbildung 24 dargestellt. Alle Versuche beginnen jeweils gleich mit einem Aufheizen auf 1300°C mit einer Aufheizrate von 10 K/s und einem Halten der Temperatur für eine Dauer von 2 Minuten. Danach folgt mit jeweils einer hohl gebohrten Probe und einer Vollprobe eine geregelte geradlinige Abkühlung zuerst von 1300°C innerhalb von 3 Sekunden auf 450°C und dann weiter innerhalb von 12 Sekunden auf Raumtemperatur (Verlauf Probe 1/2 in Abbildung 24). Dieser Verlauf muss moderat genug gewählt werden, damit die maximalen Abkühlgeschwindigkeiten der beiden Probengeometrien nicht unterschritten werden. Der Vergleich der entstandenen Proben soll zeigen, dass die unterschiedlichen Probengeometrien keinen Einfluss auf das entstehende Gefüge haben. Für jeweils eine weitere hohl gebohrte Probe und eine Vollprobe folgt nach Ablauf der 2 Minuten bei 1300°C eine Abkühlung mit maximal möglicher Abkühlgeschwindigkeit

(Verlauf Probe 3/4 in Abbildung 24). Der Vergleich der hierbei entstehenden Proben soll zeigen, ob der Unterschied, der sich aufgrund der ungleichen Abkühlgeschwindigkeiten ergibt, vernachlässigbar klein ist. Die Vergleichstests werden nur mit einem der Werkstoffe durchgeführt und die Ergebnisse für den zweiten als äquivalent angenommen.

5.3.2 Ausgangsmaterial

Das Ausgangsmaterial liegt bei beiden Werkstoffen in einem wärmebehandelten Zustand vor, wie er bereits in den Kapiteln 4.1 und 4.2 erläutert wurde. Um die Untersuchungsergebnisse des Ausgangszustandes mit denen der Proben, welche für die Dilatometerversuche verwendet werden, vergleichbar zu halten, wird für die Untersuchung des Ausgangsgefüges jeweils eine der Dilatometerproben herangezogen und kein weiteres Probenmaterial aus der Platte des NPM4 bzw. dem Rohrsegment des P92 entnommen. Die Untersuchung dient der Verifizierung des Ausgangszustandes, welcher die Basis aller nachfolgenden Untersuchungen darstellt. Es soll dabei unter anderem die Gefügestruktur, die Ausscheidungsverteilung und die Größe der vorhandenen Ausscheidungen gezeigt werden.

5.3.3 Erster Versuchszyklus

Der Temperaturverlauf des ersten Versuchszyklus ist so gewählt, dass er dem Temperaturverlauf eines Schweißprozesses nachempfunden ist, wenngleich der Temperaturverlauf eines realen Schweißprozesses mathematisch nicht definierbar ist, sondern aus einem raschen Aufheizen bis zum Aufschmelzen des Werkstoffes besteht, das in ein langsames Abkühlen bis auf Raumtemperatur übergeht, wobei die Abkühlgeschwindigkeit mit sinkender Temperatur abnimmt (siehe Kapitel 3.2).

Der für diesen Versuch verwendete Temperaturverlauf besteht aus einem Aufheizen mit einer konstanten Aufheizrate von 10 K/s von Raumtemperatur bis auf 1300°C, einem Halten der Temperatur für eine Dauer von 2 Sekunden und einem anschließenden Abkühlen mit

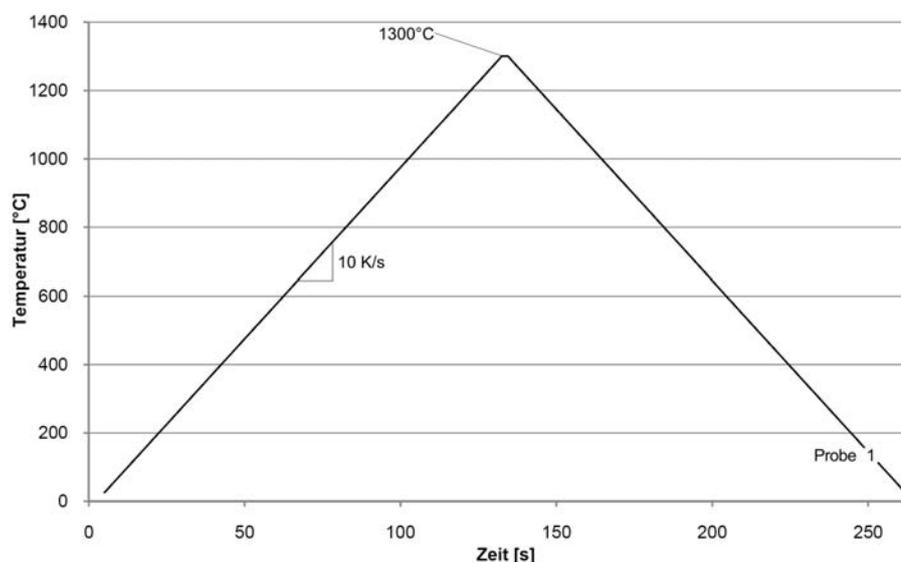


Abbildung 25 Temperaturverlauf für den ersten Versuch des ersten Versuchszyklus (10 K/s)

einer konstanten Abkühlrate von 10 K/s bis zum Erreichen von Raumtemperatur. Zwei weitere Versuche ergeben sich durch die Reduzierung der Aufheiz- und Abkühlrate von 10 auf 1 K/s, wobei bei einem der Versuche bereits bei Erreichen von 1300°C unterbrochen und abgeschreckt wird. Eine grafische Darstellung der Temperaturverläufe über der Zeit ist in Abbildung 25 und Abbildung 26 ersichtlich. Für diese Versuche werden gleichermaßen jeweils Proben der Werkstoffe NPM4 und P92 verwendet.

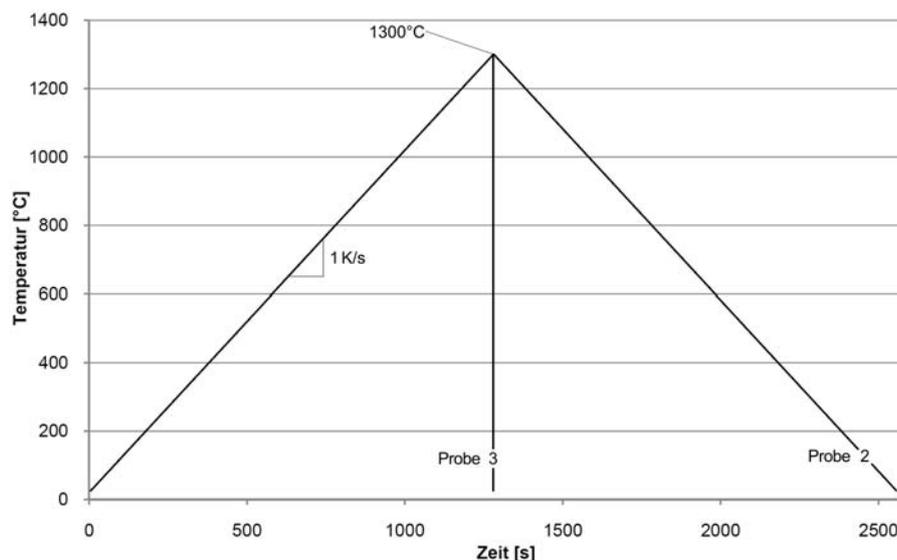


Abbildung 26 Temperaturverläufe der weiteren Versuche des ersten Versuchszyklus (1 K/s)

Auch wenn ein derartiger Verlauf keinem realen Temperaturverlauf eines Schweißprozesses entspricht, wird für diesen und alle weiteren Versuche ein geradliniger Verlauf herangezogen, weil dieser auf einfache Weise mathematisch definiert und nachvollzogen werden kann, was bei einem realen Temperaturverlauf nicht der Fall ist, und weil damit die aus den Versuchen erhaltenen Daten für Folgeuntersuchungen besser verwertbar und vergleichbar sind.

5.3.4 Zweiter Versuchszyklus

Für den zweiten Versuchszyklus wird der gleiche Temperaturverlauf wie für den vorhergehenden ersten Zyklus verwendet, d.h. aufheizen mit 10 K/s auf 1300°C, 2 Sekunden halten bei 1300°C, abkühlen mit 10 K/s, jedoch wird bei diesem Versuchszyklus nun beim Erreichen bestimmter, vorher festgelegter Temperaturen unterbrochen und die jeweilige Probe schnellstmöglich bis auf Raumtemperatur abgekühlt. Bei der Programmierung des Abschreckdilatometers wird hierfür die Gaskühlung auf 100% Durchfluss gesetzt, um die Probe mit maximaler Geschwindigkeit abzuschrecken. Diese Versuche werden für beide Werkstoffe gleichermaßen durchgeführt, wobei für jede Endtemperatur mit anschließendem Abschrecken jeweils eine neue Probe verwendet wird. In Abbildung 27 sind die Soll-Temperaturverläufe der jeweiligen Einzelversuche in einem Diagramm zusammengefasst dargestellt. Es ist zu erwarten, dass die Proben im späteren realen Versuch nicht derart rasch abkühlen werden, wie hier als senkrechte Linien ohne Auslenkung in Richtung der Zeitachse dargestellt, da die Wärme speziell bei sinkender Temperatur nicht derart schnell abgeführt werden kann.

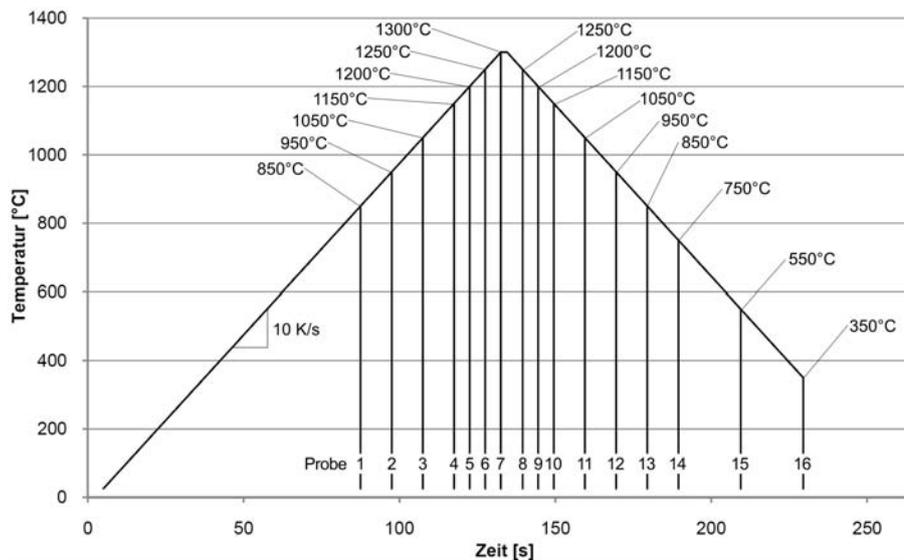


Abbildung 27 Temperaturverläufe für den zweiten Versuchszyklus

Die Untersuchung der Einzelproben dient dazu, den Verlauf der Veränderungen im Gefüge über dem Verlauf des Temperaturzyklus beobachten und darstellen zu können. Da mit steigender Temperatur die Diffusionsgeschwindigkeit steigt, laufen Veränderungen, wie Ausscheidungsbildung und -auflösung, Kornwachstum und Rekristallisation im Gefüge schneller ab. Daher werden einerseits die Differenzen zwischen den Endtemperaturen bei höheren Temperaturen kleiner gewählt und andererseits für Versuche, deren Endtemperatur über 1000°C liegt, hohl gebohrte Proben verwendet, um eine raschere Abkühlung zu erreichen. Ein weiterer Grund ist, dass in diesem Temperaturbereich ein Maximum der oben genannten Veränderungen zu erwarten ist, welche schon bei geringer Temperaturänderung bzw. nach dem Verstreichen kürzerer Zeitintervalle zu markanten Unterschieden im Ergebnis führen. Durch die zusätzliche Kühlung der Proben von innen soll ausgeschlossen werden, dass bei einer etwaigen langsameren Abkühlung noch Veränderungsprozesse ablaufen können, sondern der aktuelle Zustand soll festgehalten werden. Wie in Abbildung 27 dargestellt, liegen die Temperaturen, bei denen abgebrochen und abgeschreckt wird, vor Erreichen der maximalen Temperatur bei 850, 950, 1050, 1150, 1200, 1250 und 1300°C als Maximum und danach bei 1250, 1200, 1150, 1050, 950, 850, 750, 550 und 350°C.

5.3.5 Dritter Versuchszyklus

Die Temperaturverläufe für diesen Versuchszyklus sind wieder an den des ersten angelehnt, jedoch mit dem Unterschied, dass auf das Aufheizen mit 10 K/s auf 1300°C kein Abkühlen mit konstanter Abkühlgeschwindigkeit, sondern ein Halten der Temperatur bei 1300°C folgt, welches nach definierten Zeitspannen durch ein Abschrecken auf Raumtemperatur beendet wird. Ziel dieses Versuchszyklus ist es, zum einen durch gezieltes Abkühlen nach bestimmten Zeitintervallen das Wachstum des Delta-Ferrit bei 1300°C über die Zeit darzustellen und zum anderen durch längeres Halten der Temperatur einen maximalen Anteil an Delta-Ferrit in Form von großen Körnern zu erzeugen, um diese, deren Korngrenzen, die sie umgebende Matrix und Veränderungen in der chemischen Zusammensetzung im Umfeld der erzeugten

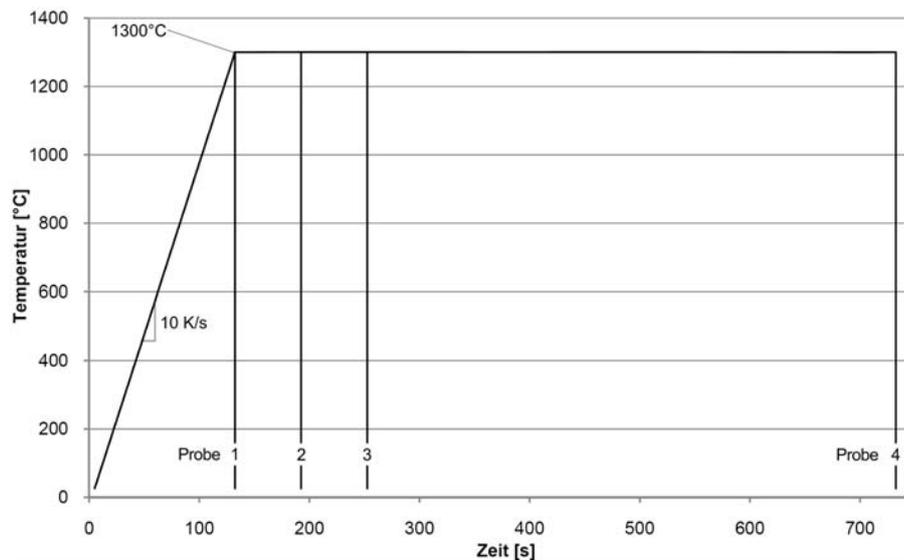


Abbildung 28 Temperaturverläufe für den dritten Versuchszyklus

Delta-Ferrit-Körner besser untersuchen zu können. Die Temperaturverläufe dieser Versuche sind in Abbildung 28 zusammengefasst dargestellt. Diese Versuche werden mit Proben beider Werkstoffe durchgeführt, wobei für jeden Abkühlzeitpunkt eine neue Probe verwendet wird.

Die Haltedauer beginnt mit Erreichen der maximalen Temperatur von 1300°C , wobei dann sogleich die erste Probe abgeschreckt wird. Von diesem Zeitpunkt an beginnend werden die weiteren Proben jeweils nach 1, 2 und 10 Minuten Haltedauer abgeschreckt. Die ersten Zeitabstände liegen enger aneinander, weil zu Beginn die stärkste Veränderung bzw. der stärkste Zuwachs an Delta-Ferrit erwartet wird, welcher dann im Verlauf der Zeit abebbt. Der längste Versuch mit 10 Minuten Haltedauer dient dazu, einen maximalen Anteil an Delta-Ferrit zu erzeugen, um diesen aufgrund seines fortgeschrittenen Kornwachstums besser untersuchen zu können. Für diese Versuche werden erneut Hohlproben verwendet, um diese durch Kühlung von außen und innen in möglichst kurzer Zeit auf Raumtemperatur zu bringen und das entstandene Gefüge möglichst veränderungsfrei festzuhalten.

5.3.6 Vierter Versuchszyklus

Für den vierten Versuchszyklus wird der ursprüngliche Temperaturverlauf so abgewandelt, dass die konstante Abkühlung von 1300°C mit 10 K/s bei Erreichen von 1000°C endet und in ein Halten dieser Temperatur übergeht. Dies soll einem Schweißprozess mit direkt nachfolgendem Halten der Temperatur im austenitischen Phasengebiet nachempfunden sein. Durch das Halten der Temperatur im austenitischen Phasengebiet soll der im ersten Teil des Versuchszyklus gebildete und im Gefüge verbliebene Restanteil an Delta-Ferrit in Austenit umgewandelt werden, welcher beim nachfolgenden Abschrecken in Martensit umwandelt. Die Phasendiagramme der beiden zu untersuchenden Werkstoffe, in denen das austenitische Phasengebiet erkennbar ist, werden in Kapitel 7.4 ermittelt und erläutert. Die Haltezeit wird nach vorher festgelegten Zeitspannen durch ein Abschrecken der Proben beendet. Abbildung 29 zeigt die Temperaturverläufe für diesen Zyklus. Es werden jeweils Proben beider Werkstoffe entsprechend der Anzahl an Abschreckzeitpunkten verwendet.

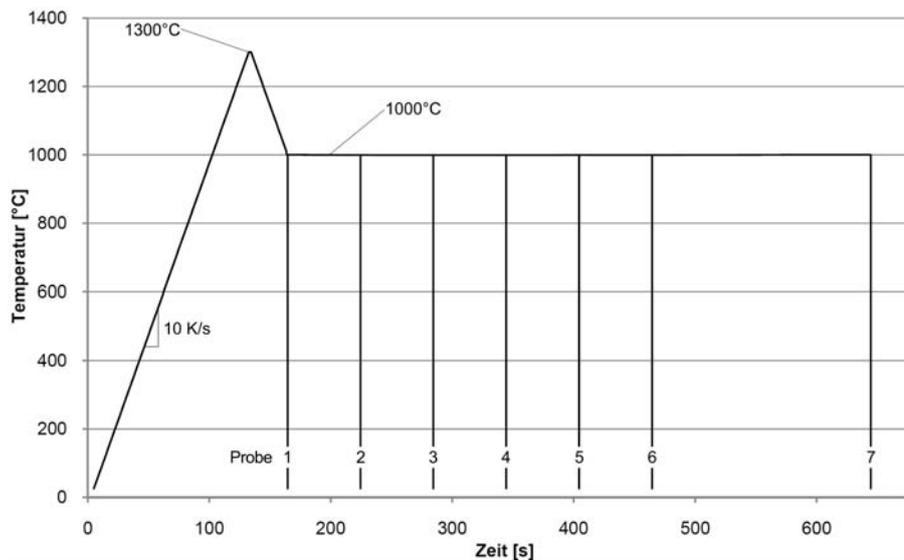


Abbildung 29 Temperaturverläufe für den vierten Versuchszyklus

Diese Versuche sollen Informationen liefern, mithilfe derer es möglich ist, zu untersuchen und darzustellen, wie rasch sich Restanteile an Delta-Ferrit durch Halten einer Temperatur von 1000°C nach einem Schweißprozess auflösen. Hierfür wird die erste Probe bereits beim Erreichen von 1000°C abgeschreckt. Weitere Versuche werden nach einer Haltedauer von 1, 2, 3, 4 und 5 Minuten durch Abschrecken beendet. Nach erfolgreicher Durchführung dieser Versuche erfolgt eine lichtmikroskopische Untersuchung der Proben, um die Entwicklung des Gefüges bestimmen und dokumentieren zu können und den weiteren Verlauf des Versuchszyklus festlegen zu können. Sollte es nach 5 Minuten Haltedauer, was der letzten vorgesehenen Probe entspricht, noch zu keiner vollständigen Auflösung des Delta-Ferrits gekommen sein, wird ein weiterer Versuch mit einer Haltedauer von 8 Minuten durchgeführt.

5.3.7 Fünfter Versuchszyklus

Im Unterschied zum vorhergehenden vierten Versuchszyklus wird in diesem Zyklus das Nachwärmen getrennt durchlaufen, ähnlich einer separaten Wärmenachbehandlung nach dem Schweißen (PWHT ... Post Weld Heat Treatment), d.h. der erste Teil entspricht dem ersten Versuchszyklus mit 10 K/s Aufheiz- und Abkühlrate. Nach Erreichen von Raumtemperatur wird bei dieser für 10 Sekunden verharnt und anschließend erneut mit 10 K/s auf 1000°C aufgeheizt und diese Temperatur gehalten. Die erste Probe wird bereits bei Erreichen dieser Temperatur abgeschreckt, um den Anfangszustand festhalten zu können. Die weiteren Proben folgen nach Haltedauern von 1, 2, 3, 4 und 5 Minuten. Im Anschluss daran findet eine lichtmikroskopische Untersuchung der Proben statt, um, wie schon beim vierten Versuchszyklus, den weiteren Verlauf des Versuchszyklus bestimmen zu können. Sollten nach 5 Minuten Haltezeit noch immer Restanteile an Delta-Ferrit in den Proben nachweisbar sein, wird ein weiterer Versuch mit einer Haltedauer von 8 Minuten durchgeführt. Abbildung 30 zeigt die Temperaturverläufe für diesen Versuchszyklus.

Ziel dieses Versuchszyklus ist es, Anhaltswerte für die Dauer einer nach dem Schweißprozess nachgeschalteten Wärmebehandlung zur Auflösung des Delta-Ferrits zu liefern.

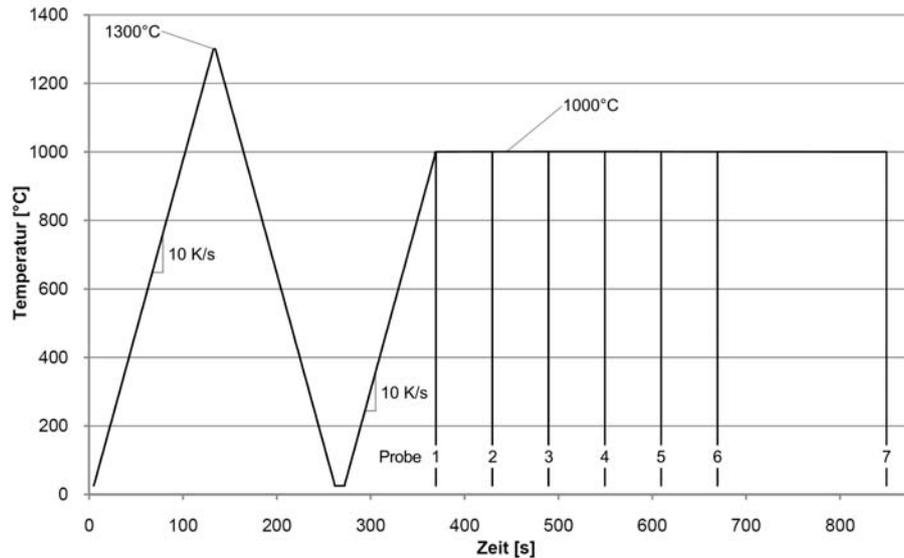


Abbildung 30 Temperaturverläufe für den fünften Versuchszyklus

5.4 Charakterisierung von Gefüge und Härte

Nach Beendigung der Versuche werden die Proben aus der Einspannung des Abschreckdilatometers entnommen, die Thermoelemente werden abgeschnitten und die Proben für die nachfolgende Präparation vorbereitet.

5.4.1 Einbetten

Um die in ihren Abmessungen kleinen Proben für die weiteren Bearbeitungsschritte und die nachfolgenden Untersuchungen verwenden zu können, ist es erforderlich, diese in ein angemessenes Material mit standardisierten Dimensionen, in diesem Fall kalt, einzubetten. Hierfür wird ein Zweikomponenten Kunstharz verwendet, welches aus dünnflüssigem Harz und Härter in Pulverform besteht. Die Proben werden zu allererst mit Ethanol gereinigt, um die Benetzung durch das Kunstharz zu verbessern. Danach werden sie aufrecht in runde Gussformen mit einem Innendurchmesser von 30 mm und einer inneren Höhe von 24 mm gestellt, welche anschließend mit dem Kalteinbettmittel ausgegossen werden. Da zum Teil hohl gebohrte Proben verwendet werden und diese auch an der Innenseite vollständig mit Kunstharz gefüllt sein müssen, ist ein Einbettmittel mit guten Fließeigenschaften bzw. eine dünnflüssige Mischung von Harz und Härter von Vorteil. Im vorliegenden Fall kommt das Kalteinbettmittel für Metallographie VariDur 3000 der Firma Buehler zum Einsatz, welches nach der Aushärtung härter als gängige Kalteinbettmittel ist und damit eine hohe Randschärfe verspricht, welche insbesondere bei derart kleinen Probenquerschnitten wichtig ist. Nach etwa 20 Minuten Aushärtezeit sind die Proben für weitere Bearbeitungsschritte bereit.

Tabelle 6 Bearbeitungsschritte beim Schleifen und Polieren der Proben

| | Wiederholungen | Körnung Schleifgut | Anpressdruck | Dauer |
|-----------|----------------|----------------------------|--------------|------------|
| Schleifen | 1 | Wabenscheibe | 120 N | bis 4,5 mm |
| | 1 | 800 | 120 N | 1:00 min. |
| | 1 | 1200 | 140 N | 1:00 min. |
| | 1 | 1200 | 100 N | 1:20 min. |
| | 3 | 2400 | 160 N | 1:00 min. |
| | 2 | 4000 | 180 N | 2:00 min. |
| | 1 | 4000 | 120 N | 2:00 min. |
| Polieren | 1 | 3 μm (Emulsion) | 200 N | 3:30 min. |
| | 1 | 3 μm (Emulsion) | 120 N | 1:20 min. |
| | 1 | 1 μm (Emulsion) | 180 N | 4:00 min. |
| | 1 | 1 μm (Emulsion) | 100 N | 1:20 min. |

5.4.2 Schleifen und Polieren

Die im Abschreckdilatometer verwendeten Proben haben eine Länge von 10 mm, wobei jedoch nur jener Bereich der Probe den aufgezeichneten Temperaturverlauf tatsächlich erfahren hat, in welchem sich die zuvor angebrachten Thermoelemente befunden haben, also ein etwa 1 mm breiter Bereich in der Mitte der Probe. Nach außen hin fällt die durchlaufene Temperatur aufgrund von Wärmeableitung in die Keramikstäbe des Dilatometers geringfügig ab. Um in die Mitte der Proben vorzustoßen, müssen vorerst etwa 4,5 mm ab der Stirnfläche abgearbeitet werden. Hierfür wird mit Hilfe einer Parallel-Reißnadel eine umlaufende Markierung im Abstand von 4,5 mm angebracht. Es werden im ersten Schritt nur 4,5 mm abgearbeitet, um noch ausreichend abzutragendes Material für die nachfolgenden, feineren Schleifgänge zu bewahren, ohne die Mitte der Probe zu überschreiten. Die Proben werden in einem Probenhalter, welcher 6 Proben aufnehmen kann, befestigt und in diesem für die gesamte Dauer aller Bearbeitungsschritte belassen. Dies sorgt für ein gutes, gleichmäßiges Ergebnis und verhindert durch die feste Einspannung der Proben, dass diese im Zuge des Schleifens eine ausbauchende Oberfläche erhalten.

Für das Schleifen und Polieren der Proben wird das Schleifgerät Struers TegraForce-5 verwendet. In einem ersten Arbeitsschritt wird mit einer groben Wabenscheibe so lange geschliffen, bis die Markierungen an den Proben erreicht sind. Nach zahlreichen Versuchen hat sich die in Tabelle 6 aufgelistete Folge von Schleifschritten, welche hier mit Anzahl der Wiederholungen, Körnung des Schleifmittels, Anpressdruck und Schleifdauer angeführt ist, als optimal herauskristallisiert. Diese gilt für alle Proben beider Werkstoffe.

Wie in Tabelle 6 erkennbar ist, kommt es aufgrund der Härte und Zusammensetzung des Kalteinbettmittels zu einem raschen Verschleiß der Schleifmittel, weshalb diese schon nach kurzen Schleifzeiten ausgetauscht werden müssen, was zu einem hohen Verbrauch führt.

Abgesehen von der soliden Wabenscheibe für das grobe Schleifen bis zu einem Abtrag von

4,5 mm werden für alle darauffolgenden Schleifschritte runde Schleifpapiere entsprechender Körnung verwendet, welche nach einmaliger Benützung entsorgt werden. Zwischen jedem Schleifschritt werden die Proben samt Probenhalter mit Wasser gespült, um zu verhindern, dass Verunreinigungen oder loses Schleifgut in den nachfolgenden, feineren Schleifgang mitgeschleppt werden und das Endergebnis negativ beeinflussen.

Für das Polieren der Proben kommen spezielle Polierscheiben zum Einsatz, welche vor dem Polieren mit der entsprechenden Polieremulsion benetzt und während des Polierens geringfügig mit Emulsion betropft werden. Vor, zwischen und nach den Poliergängen werden die Proben mit Wasser und Ethanol gereinigt und unter Heißluft getrocknet. Sämtliche Reinigungen erfolgen ohne Berührung der geschliffenen bzw. polierten Oberflächen.

5.4.3 Ätzen

Nach Abschluss aller zuvor genannten Arbeitsschritte verfügen die Proben über glatte, spiegelnde Oberflächen. Bei Betrachtung dieser mit dem Lichtmikroskop kann jedoch keine Gefügestruktur erkannt werden, da das Licht vollständig reflektiert wird und somit lediglich eine weiße Fläche zu erkennen ist. Erst durch das Herauslösen bzw. durch den chemischen Angriff einzelner Elemente bzw. Phasen bekommen diese eine Oberflächenstruktur, welche das auftreffende Licht ablenkt und nur noch einen Teil davon senkrecht reflektiert. Unterschiedlich stark angegriffene Oberflächen reflektieren das Licht unterschiedlich stark, weshalb diese für den Betrachter unterschiedlich hell erscheinen. Die Wahl des Ätzmittels ergibt sich aus dem Material der Probe und dem Untersuchungsziel. So können Korngrenzen, verschiedene Phasen, Ausscheidungen, Konzentrationsunterschiede, etc. sichtbar gemacht werden. Für die Auswertungen in dieser Arbeit wird ein Farbätzmittel verwendet, welches unter dem Lichtmikroskop nicht nur monochromatische Bilder liefert, sondern eine Darstellung des Gefüges in unterschiedlichen Farben zulässt.

Das verwendete Farbätzmittel wurde ursprünglich von Lichtenegger und Bloch publiziert, wird jedoch für die nachfolgenden Versuche in einer leicht modifizierten Form als LBII mod. [6] verwendet. Die genaue Zusammensetzung des Farbätzmittels kann Tabelle 7 entnommen werden.

Tabelle 7 Zusammensetzung des Farbätzmittels LBII mod. [6]

| | |
|--------|----------------------|
| 100 ml | destilliertes Wasser |
| 0,75 g | Ammoniumbifluorid |
| 0,90 g | Kaliumdisulfat |

Für die Herstellung des Farbätzmittels wird vorerst das destillierte Wasser auf einer Heizplatte auf 50°C erwärmt und im Anschluss daran werden die beiden Chemikalien darin aufgelöst. Die Haltbarkeit des Ätzmittels beträgt lediglich etwa 5 Minuten, danach lässt die Ätzwirkung nach. Aus diesem Grund kann es nicht gelagert werden und beim Ätzen muss schnell gearbeitet werden. Im Zuge der ersten Ätzungen hat sich gezeigt, dass die Polieremulsion auf den Proben einen Film hinterlässt, welcher die Ätzwirkung negativ beeinflusst.

Hinzu kommt, dass sich im Kalteinbettmittel beim Verrühren von Harz und Härter zahlreiche Luftblasen gebildet haben, welche bis zum Erstarren nicht entweichen konnten, weshalb dieses etwas porös ist und sich in den Poren ebenfalls Reste des Poliermittels sammeln.

Das Reinigen der Proben mit einem Ultraschallreinigungsgerät, welches mit Ethanol befüllt wird, hat sich als ein sehr effektives Mittel gegen Rückstände jeglicher Art gezeigt, wobei Reinigungszeiten zwischen 10 und 15 Minuten optimale Ergebnisse liefern. Während die Ätzzeiten ohne Ultraschallreinigung im Durchschnitt etwa 17 Sekunden betragen und die Ergebnisse daraus ungleichmäßig und wenig brauchbar waren, betragen sie nach dem Ultraschallreinigen 5 Sekunden für die Proben des Werkstoffes NPM4 und 6 Sekunden für jene des P92. Abbildung 31 zeigt zwei eingebettete Proben, links vor dem Ultraschallreinigen und rechts danach. Es ist zum einen erkennbar, dass der dunkle Schleier ringsum die Probe, welcher durch das Einsickern des Poliermittels in den Spalt zwischen Probe und Einbettmittel entstanden ist, durch das Reinigen verschwunden ist, und zum anderen, dass das Einbettmittel selbst heller erscheint, was darauf schließen lässt, dass das Einbettmittel lösliche Bestandteile enthält, welche durch das Reinigen entfernt werden. Als Ergebnis sind über den gesamten Probenquerschnitt gleichmäßige Ätzungen erkennbar.

Die unterschiedlichen Ätzzeiten von NPM4 und P92 können auf deren unterschiedliche chemische Zusammensetzung und Gefügestruktur zurückgeführt werden. Die Proben des NPM4 neigen bei zu langem Ätzen dazu, die Farbe zu wechseln, so werden die martensitischen Bereiche blau und der Delta-Ferrit orange. Abbildung 32(a) zeigt ein Beispiel für eine überätzte Probe des NPM4. Beim P92 führt zu langes Ätzen dazu, dass der Martensit zu dunkel wird und die martensitische Struktur nicht mehr erkennbar ist, wobei der Delta-Ferrit ebenfalls ins Orange geht. Abbildung 32(b) zeigt den Einfluss der zuvor erwähnten Poliermittelrückstände, welche die Ätzwirkung hemmen. Offensichtlich haftet das Poliermittel am Martensit besonders stark an, wodurch dieser nach langer Ätzdauer normal angegriffen ist, der Delta-Ferrit jedoch stark überätzt ist und blau erscheint. Beim Delta-Ferrit kann ohnehin beobachtet werden, dass dieser bei ein und derselben Probe bzw. Ätzung in unterschiedlichen Farbschattierungen erscheint (siehe Abbildung 32(c)). Die Farben gehen von weiß bis hin zu einem Brauntönen. Da die Farbe jedoch nicht innerhalb eines Delta-Ferrit Kornes variiert, sondern benachbarte Körner als Ganzes unterschiedliche Farben aufweisen, kann davon aus-

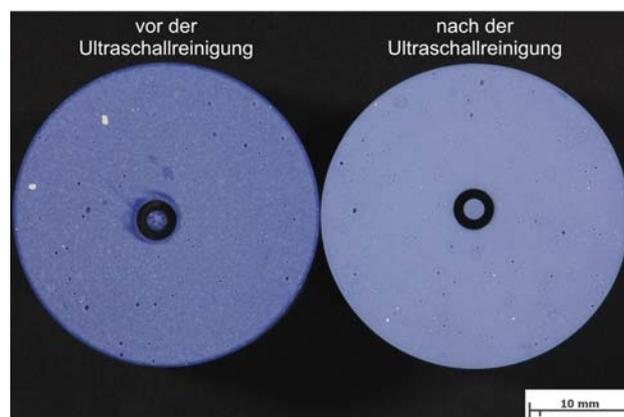
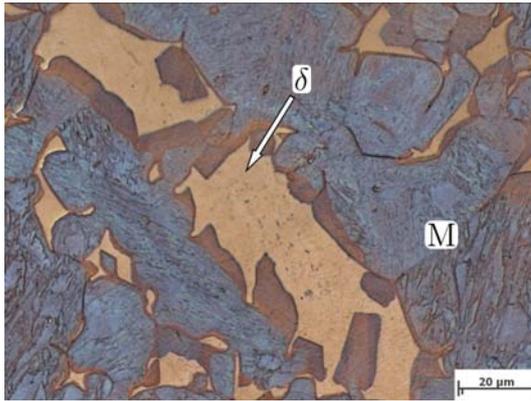
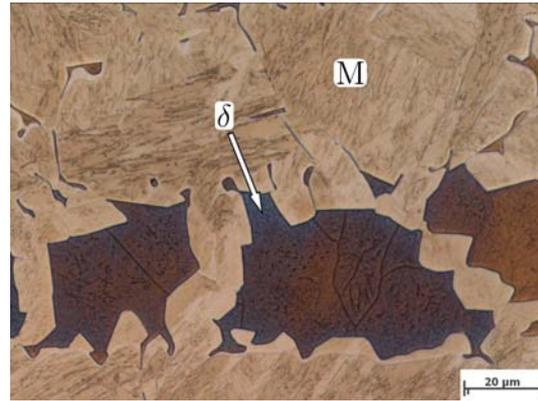


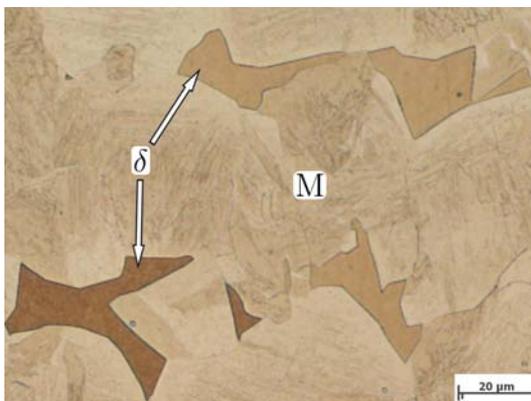
Abbildung 31 Unterschied vor und nach dem Ultraschallreinigen



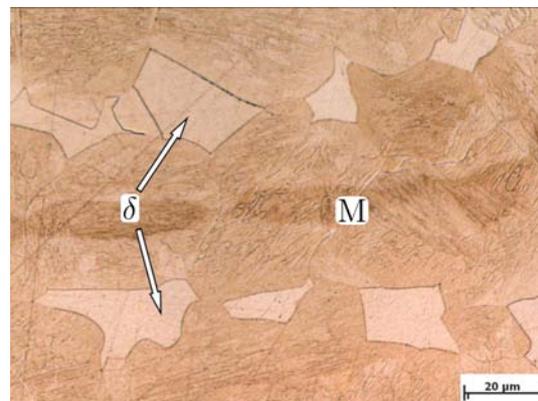
(a) überätzte Probe



(b) Einfluss von Poliermittelrückständen



(c) Färbung des Delta-Ferrits



(d) gewünschtes Ergebnis

Abbildung 32 (a) Überätzte Probe; (b) Einfluss von Poliermittelrückständen und falscher Ätzdauer; (c) unterschiedliche Färbung des Delta-Ferrits; (d) gewünschtes Ergebnis einer Ätzung (M...Martensit, δ ...Delta-Ferrit)

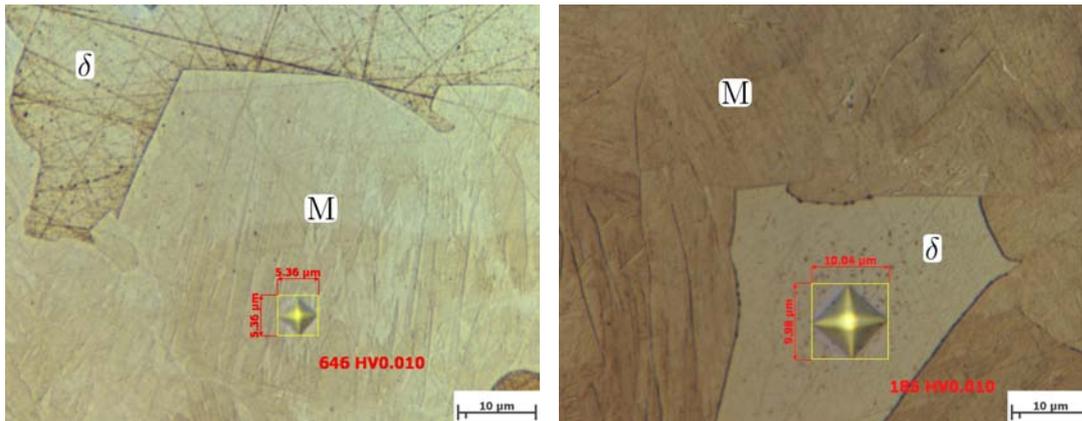
gegangen werden, dass dieses Phänomen mit der Orientierung der Delta-Ferrit Kristalle zur Oberfläche hin zusammenhängt. Abbildung 32(d) zeigt eine brauchbare Ätzung, wie sie für die nachfolgenden Untersuchungen erwünscht ist.

5.4.4 Lichtmikroskopie

Für die lichtmikroskopische Untersuchung der Proben wird ein Auflichtmikroskop vom Typ Zeiss Observer.Z1m mit einer maximal 1000-fachen Vergrößerung verwendet. Für die computergesteuerte Aufnahme der Bilder kommt die Software AxioVision Release 4.8.2 zum Einsatz.

5.4.5 Mikrohärtemessung

Zur eindeutigen Unterscheidung der in den Schliffen ersichtlichen Phasen wird die Mikrohärtigkeit einzelner Kristallkörner mit dem Verfahren nach Vickers gemessen, bei dem eine



(a) Härteeindruck hartes Korn

(b) Härteeindruck weiches Korn

Abbildung 33 (a) Härteeindruck in ein hartes Korn; (b) Härteeindruck in ein weiches Korn (M... Martensit, δ ... Delta-Ferrit)

Diamantpyramide mit quadratischem Querschnitt und einem Öffnungswinkel von 136° in die Oberfläche eingedrückt wird. Die Untersuchung mit dieser Methode setzt jedoch voraus, dass die zu analysierenden Körner eine ausreichende Größe aufweisen, um Einflüsse des umgebenden Gefüges ausschließen zu können. Bei kleineren Körnern sind die Messergebnisse nicht repräsentativ. Da der Aufbau des Gefüges unterhalb des gemessenen Kristallkorns bzw. die Tiefe des Korns nicht sichtbar ist, werden pro Probe mehrere Härteeindrücke gemacht, um bessere Anhaltswerte zu erhalten. Die Messparameter können Tabelle 8 entnommen werden.

Tabelle 8 Parameter für die Mikrohärtmessung

| | |
|------------------|-----------------------------------|
| Prüfkraft | 10 p ([pond] entspricht 0,0981 N) |
| Prüfkraftzeit | 15 s |
| Prüfkraftzunahme | 3 p/s |

Die Messwerte haben demnach die Einheit [HV 0,010]. Zu Beginn und am Ende jedes Messdurchganges werden Messungen an einer Referenzplatte mit einer Härte von 269 HV 0,010 durchgeführt. Die Ergebnisse liegen bei den durchgeführten Messungen immer innerhalb eines Bereiches von ± 3 HV 0,010, ausgehend vom Zielwert.

Für die Messung der Mikrohärt wird ein Mikroskop vom Typ Reichert-Jung MeF3 mit einer maximal 1250-fachen Vergrößerung, welches mit einer Härtemesseinrichtung Anton Paar Microhardness Tester MHT-4 erweitert wurde, verwendet. Die Aufnahme und Auswertung der Eindrücke erfolgt ebenfalls mit der Software AxioVision Release 4.8.2 auf einem an das Mikroskop angeschlossenen Computer. Mithilfe dieser Software können die beiden Diagonalen des Härteeindrucks vermessen werden, die entsprechenden Härtewerte werden automatisch berechnet und in den Aufnahmen ausgegeben. Abbildung 33 zeigt beispielhaft jeweils einen Härteeindruck in ein hartes und ein weiches Kristallkorn.

5.4.6 Makrohärtemessung

Im Gegensatz zur Mikrohärtemessung, bei der die Härte einzelner Kristallkörner gemessen wird, wird bei der Makrohärtemessung die Härte über einen größeren Querschnitt, bestehend aus mehreren Körnern, gemessen. Daraus ergibt sich, dass bei einem Gefüge, das bei der Mikrohärtemessung weiche und harte Kristallkörner gezeigt hat, in etwa ein Mittelwert aus beiden Messwerten zu erwarten ist, wobei die Messergebnisse aufgrund der unterschiedlichen Prüfkraften nicht direkt vergleichbar sind. Um brauchbare Anhaltswerte zu erhalten, werden pro Probe mehrere Härtemessungen durchgeführt. Gemessen wird die Makrohärte mit der Prüfmaschine Emco-Test M4C 025 G3M ebenfalls mit dem Verfahren nach Vickers. Die verwendeten Parameter sind in Tabelle 9 aufgelistet.

Tabelle 9 Parameter für die Makrohärtemessung

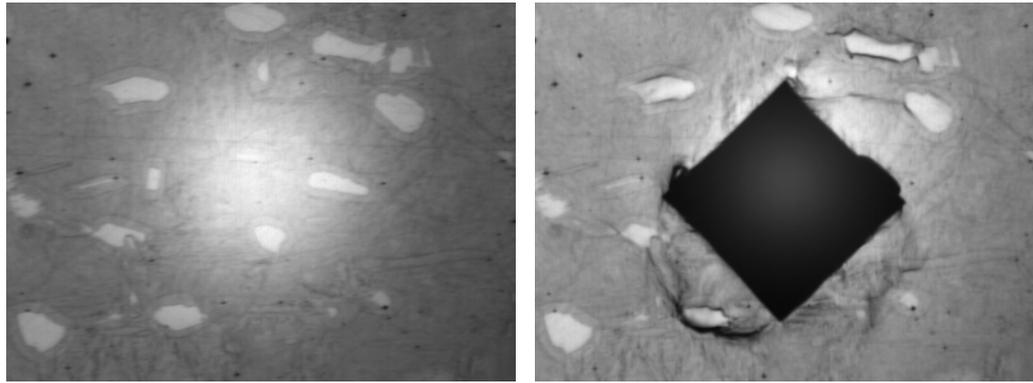
| | |
|---------------|---------------------------|
| Prüfkraft | 98,1 N (entspricht 10 kg) |
| Prüfkraftzeit | 15 s |

Die aus den Messungen erhaltenen Werte haben demnach die Einheit [HV 10]. Die Diagonalen der Eindrücke werden über ein Display angegeben und vermessen und die sich daraus ergebenden Härtewerte automatisch berechnet und ausgegeben. Am Beginn und am Ende jedes Messdurchganges werden Messungen an einer Referenzplatte mit einer Härte von 522 HV 10 durchgeführt, deren Ergebnisse immer innerhalb eines Bereiches von ± 2 HV 10, ausgehend vom Zielwert, liegen.

Die Prüfmaschine verfügt über eine Kamera, welche es ermöglicht, die Härtemessungen graphisch zu dokumentieren. In manchen Fällen können dadurch auch Schwachstellen im Gefüge, die während der Messung auftreten, gezeigt werden. Abbildung 34 zeigt ein derartiges Beispiel, wobei die linke Abbildung 34(a) die Oberfläche vor und die rechte Abbildung 34(b) nach dem Härteeindruck darstellt. Abgesehen vom Eindruck in der Mitte sind im rechten Bild verglichen mit dem linken Bereiche mit starker Verformung dunkel zu erkennen. In diesem Beispiel sind die Verformungen an den Korngrenzen abseits des Härteeindrucks besonders stark. Es handelt sich dabei um Korngrenzen zwischen Martensit (grau) und Delta-Ferrit (weiß), wobei der korngrenzennahe Bereich des Delta-Ferrits am stärksten verformt ist (siehe Abbildung 34(b)).

5.4.7 Rasterelektronenmikroskopie und EDX

Einzelne Proben, welche aufgrund ihrer Gefügestruktur von besonderem Interesse sind, werden mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) genauer untersucht. Hierbei ist jedoch die Beschaffenheit bzw. Topographie der Probenoberfläche, die durch die Sekundärelektronen darstellbar ist, unbedeutend, da sämtliche Proben über eine glatte Oberfläche verfügen. Aussagekräftige Aufnahmen werden von der Untersuchung der Proben mithilfe der rückgestreuten Elektronen erwartet. In den später folgenden Aufnahmen ist dieses Darstellungsverfahren mit der Abkürzung BSD (backscattered detector) am unteren Bildrand angedeutet. Dunklere Bereiche in diesen Aufnahmen signalisieren, dass es sich um leichtere Elemente (mit niedrigen



(a) Vor dem Härteeindruck

(b) Nach dem Härteeindruck

Abbildung 34 Probenoberfläche (a) vor einem Härteeindruck; (b) nach einem Härteeindruck

Ordnungszahlen im Periodensystem der Elemente) handelt, in welche die Primärelektronen tiefer eindringen, eine größere Anregungsbirne erzeugen und aus welchen eine geringere Zahl an Elektronen emittiert bzw. rückgestreut wird. Hellere Bereiche zeigen schwere Elemente, in welche die Elektronen weniger tief eindringen, eine kleinere Anregungsbirne erzeugen und aus denen mehr Elektronen rückgestreut werden. Damit lassen sich Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung des Gefüges auf einfache Weise darstellen, wenngleich dies keine Aussage über die Elemente, aus denen das Gefüge besteht, liefert. Zur Verwendung kommt ein REM vom Typ LEO 1450VP (Zeiss), welches mit einer EDX-Einrichtung (Energiedispersives Röntgenspektrometer) vom Typ Bruker Quantax 400 ausgestattet ist.

Zusätzlich werden ausgewählte Proben mit der im Rasterelektronenmikroskop eingebauten EDX-Einrichtung untersucht. Der primäre, monoenergetische Elektronenstrahl schlägt Elektronen aus den Schalen der im Gefüge befindlichen Atome, weshalb Elektronen aus den äußeren Schalen nachrücken müssen, um die entstandenen Leerstellen zu füllen. Da die inneren Schalen ein niedrigeres Energieniveau besitzen, geben die nachrückenden Elektronen die überschüssige Energie in Form einer für das Element bzw. den Schalenübergang spezifischen Röntgenstrahlung ab. Diese Strahlung wird vom EDX-Detektor aufgefangen, gemessen und durch eine entsprechende Software graphisch dargestellt. Mit Hilfe von Vergleichswerten können die einzelnen Ausschläge den jeweiligen Elementen bzw. den jeweiligen Schalenübergängen dieser Elemente zugeordnet werden. Die Höhe der Ausschläge spiegelt den Anteil des entsprechenden Elements im Gefüge wider.

Aufgrund der Größe der Anregungsbirne, die in das Probeninnere ragt, ist die EDX-Analyse bei sehr kleinen Partikeln weniger aussagekräftig, weshalb diese auf Teilchen größer $1 \mu\text{m}$ beschränkt ist. Damit ist es möglich, einzelne Punkte (Spots) mit Spotskans, vordefinierte Linien (Lines) mit Linescans und ganze Bereiche (Maps) mit EDX-Mapping zu analysieren. Spotskans zeigen das gesamte vom Detektor aufgefangene Spektrum als Ergebnis. Bei der Verwendung von Linescans werden die zu untersuchenden Elemente bzw. jene, die aus dem Spektrum herausragen, ausgewählt und entlang der abgefahrenen Linie in deren Intensität dargestellt. Beim Mapping werden den einzelnen Elementen Farben zugeordnet und

diese nacheinander auf dem untersuchten Bereich dargestellt. Die Intensität der Farben gibt Auskunft über die Menge des zu untersuchenden Elementes im gewählten Bereich. Im Zuge dieser Arbeit kommen alle drei Untersuchungsvarianten zum Einsatz, um Ausscheidungen und Konzentrationsunterschiede darstellen zu können.

Für die Verwendung des Rasterelektronenmikroskops ist es erforderlich, dass die untersuchten Proben mit dem REM elektrisch leitend verbunden sind. Das Einbettmittel stellt jedoch einen Isolator dar, der die Proben umgibt. Aus diesem Grund wird ein selbstklebendes Kupferband am Rand der Proben angebracht und mit den Spannbacken in der Probenkammer des REM verbunden. Sollte es dennoch nicht möglich sein, brauchbare Aufnahmen der Proben zu erzeugen, besteht noch die Möglichkeit, diese mit Kohlenstoff zu bedampfen. Eine EDX-Untersuchung auf den Kohlenstoffgehalt des Gefüges wird dadurch jedoch unmöglich bzw. führt zu verfälschten Ergebnissen.

6 Simulationen mittels MatCalc

Im Zuge dieser Arbeit wird das Verhalten der beiden Werkstoffe, ausgehend von deren chemischer Zusammensetzung, mithilfe der thermo-kinetischen Software MatCalc berechnet bzw. simuliert. Mit Hilfe des Programms MatCalc - der Name leitet sich von "Materials Calculator" ab - ist es möglich, thermo-kinetische Prozesse unterschiedlicher Materialien (insbesondere Metalle) und die Entwicklung ihrer Mikrostruktur zu simulieren. Es können somit sowohl das thermodynamische Gleichgewicht als auch die Ausscheidungskinetik von Mehrstoffsystemen berechnet werden. Im Falle dieser Arbeit ist lediglich die Berechnung thermodynamischer Gleichgewichte von Interesse. Basis der Software ist die Berechnung der Gibbs Energie des Gesamtsystems, deren Grundlagen bereits in Kapitel 3.1 erläutert wurden. Ausgangspunkt ist die in Formel (1) angeführte molare Gibbs Energie der einzelnen Phasen, wobei die Abhängigkeiten c_i die chemische Zusammensetzung bzw. Konzentration und T die Temperatur der Phasen darstellen. Im Falle nichtmagnetischer Metalle ist die molare Gibbs Energie einer Phase vollständig durch deren chemische Zusammensetzung bzw. Konzentration und die Temperatur gegeben [10].

$$g_m(c_i, T) \quad (1)$$

Daraus wird die Gibbs Energie des Gesamtsystems unter der Nebenbedingung der Masseerhaltung entsprechend Formel (2) berechnet [10].

$$G = \sum_j g_{m,j} \cdot f_j \quad (2)$$

Dabei ist $g_{m,j}$ die molare Gibbs Energie der Phase j und f_j ihr Phasenanteil. Das Minimum der Gibbs Energie repräsentiert den Gleichgewichtszustand, der nach unendlich langer Zeit eingenommen wird. Grenzflächeneffekte werden bei diesen Berechnungen nicht berücksichtigt. Ausgangspunkt aller Berechnungen sind Datenbanken, die eine Sammlung von experimentellen Ergebnissen darstellen, welche auch Erweiterungen für den oben angeführten Term enthalten, die den Magnetismus einzelner Phasen berücksichtigen [10].

Somit ist MatCalc eine Software, welche mithilfe der zur Verfügung stehenden Datenbanken für ein in der Zusammensetzung vorgegebenes Mehrstoffsystem das Minimum der Gibbs Energie und somit dessen stabile Phasenanteile in Abhängigkeit von der Temperatur berechnet und graphisch ausgibt. Verwendet wird hierbei die Version MatCalc 5.51.1007 in Kombination mit den Datenbanken mc_fe_v2.000_prebeta_004.ddb (diffusion data base) und mc_fe_v2.000_prebeta_012.tdb (thermal data base).

6.1 Gleichgewichtsberechnungen

Werden nun in MatCalc diese Berechnungen für alle Werte eines Temperaturbereiches, beispielsweise von Raumtemperatur beginnend bis in den schmelzflüssigen Zustand, durchgeführt, so können die bei den jeweiligen Temperaturen stabilen Phasen und die Veränderungen der Anteile der auftretenden Phasen untersucht werden. Die graphische Darstellung

der Phasenanteile über der Temperatur wird als Phasengleichgewichtsdiagramm bzw. Equilibrium bezeichnet [8, 10]. Dieses wird im Zuge dieser Arbeit für beide Werkstoffe berechnet, dargestellt und diskutiert.

6.2 Erstellung von Phasendiagrammen

Die Erstellung von Phasendiagrammen beruht auf den gleichen mathematischen Grundlagen wie schon die Equilibriumsberechnungen, jedoch wird bei die Erstellung von Phasendiagrammen für Mehrstoffsysteme neben der Temperatur auch eines der enthaltenen Elemente als variabel angenommen. Es ergeben sich somit für jede Konzentration des gewählten Elements (gegenüber dem Basiselement) und jede Temperatur bestimmte Anteile der auftretenden Phasen. Werden die Entstehungs- und Auflösungsbereiche der einzelnen Phasen miteinander verbunden, ergibt sich das entsprechende Phasendiagramm, wobei auf der vertikalen Achse die Temperatur und auf der horizontalen Achse die Konzentration des gewählten Elements gegenüber dem Basiselement aufgetragen sind [8, 10]. Bei den in dieser Arbeit zu untersuchenden Legierungen stellt Eisen (Fe) das Basiselement dar.

7 Ergebnisse und Diskussion

In den nachfolgenden Kapiteln werden die Ergebnisse aus allen Untersuchungen präsentiert und diskutiert. Da der Platz nicht ausreichen würde, um alle Aufnahmen, Untersuchungsergebnisse und Diagramme auflisten zu können, sind diese in einem separaten Anhang ausführlicher und in höherer Auflösung zusammengefasst. Nur der wesentlichste Teil der Ergebnisse, der für die Beschreibung und Diskussion der Untersuchungen erforderlich ist, ist nachfolgend angeführt.

Im folgenden Kapitel werden die Untersuchungsergebnisse des NPM4 erläutert, wobei nacheinander sämtliche Versuchszyklen, entsprechend der Reihenfolge in Kapitel 5.3, abgearbeitet werden. Darauf folgen die Untersuchungsergebnisse des P92, welche im Anschluss daran denen des NPM4 gegenübergestellt und mit diesen verglichen werden. Hierbei werden Unterschiede zwischen den beiden Legierungen aufgezeigt und diskutiert.

Ein weiteres Unterkapitel widmet sich den Ergebnissen aus den Simulationen mit MaltCalc, welche abschließend mit den experimentellen Ergebnissen verglichen werden. Damit soll das Verhalten der Legierungen, wie es sich in den Experimenten zeigt, untermauert werden.

7.1 Experimente 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 (NPM4)

7.1.1 Ausgangszustand

Wie bereits in Kapitel 4.1 beschrieben, hat die Legierung NPM4 bis zum Erreichen des für die Untersuchungen relevanten Ausgangszustandes eine Reihe von Wärmebehandlungsschritten und Ur- bzw. Umformprozessen durchlaufen. Das daraus entstandene Ausgangsgefüge ist in Abbildung 35 dargestellt.

Das martensitische Gefüge besteht aus großen Kristallkörnern, deren Korngrenzen die ehemaligen Austenitkorngrenzen darstellen. Die Martensitlatten gehen dabei nicht über die ehe-

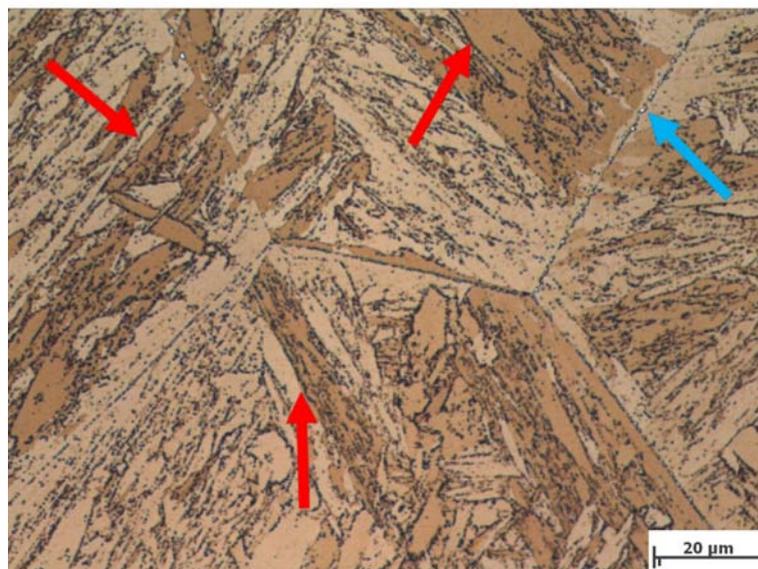
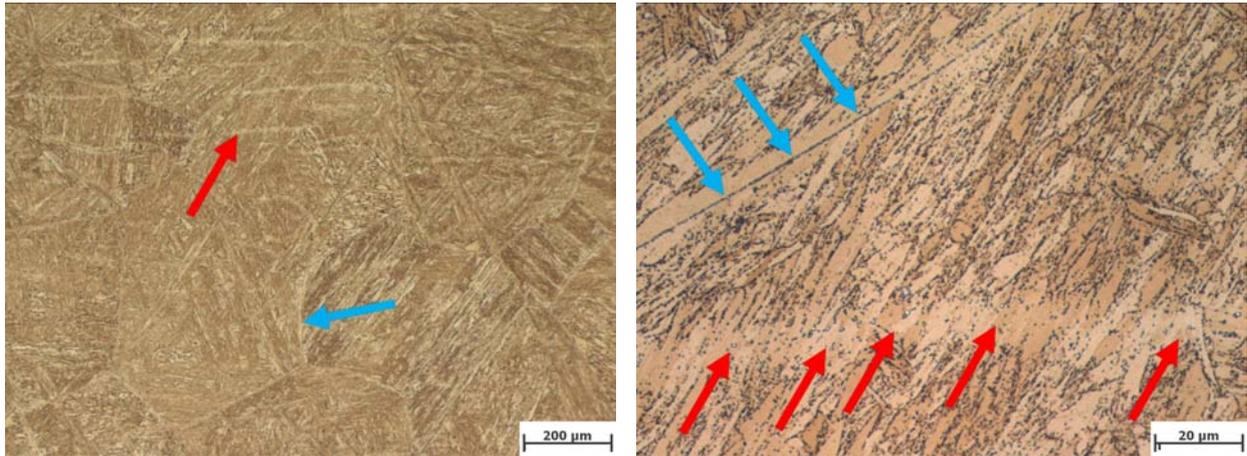


Abbildung 35 Detailaufnahme des Ausgangszustandes des NPM4



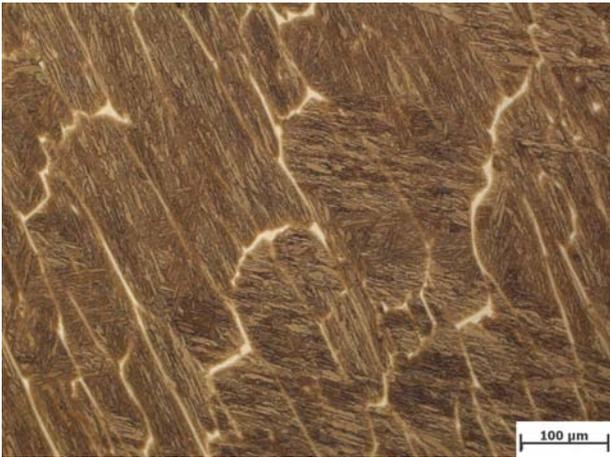
(a) Übersichtsbild

(b) Detailansicht

Abbildung 36 Lichtmikroskopische Aufnahmen: (a) Übersichtsbild, Ausgangsgefüge des NPM4; (b) Detailansicht, helle Linie mit Ausscheidungen

maligen Austenitkorngrenzen hinaus. Bei den feinen, schwarzen Punkten, welche die Lattengrenzen des Martensits säumen und hervorheben (rote Pfeile in Abbildung 35), handelt es sich um Ausscheidungen. In der Nähe der ehemaligen Austenitkorngrenzen ist ein ausscheidungsfreier Bereich erkennbar, wobei sich an den ehemaligen Austenitkorngrenzen selbst größere Ausscheidungen aneinanderreihen, welche in Abbildung 35 (blauer Pfeil) leicht erkennbar sind. In [6] wurden diese Ausscheidungen in der Legierung NPM1, welche als Vorgänger des NPM4 in ihrer Zusammensetzung und Ausgangsstruktur sehr ähnlich ist, bereits genauer untersucht. Demnach handelt es sich hierbei um Chromkarbide, Niobkarbide und Vanadiumnitride [6]. Eine genauere Untersuchung mittels REM und EDX soll zeigen, ob die Ergebnisse des NPM4 mit jenen des NPM1 vergleichbar sind.

Eine Besonderheit des Probenmaterials ist in Abbildung 36(a) in einem Übersichtsbild mit geringerer Vergrößerung dargestellt. Abgesehen von den Korngrenzen des ehemaligen Austenits (blauer Pfeil) sind einzelne helle, horizontale Linien erkennbar, welche unabhängig von den Korngrenzen, jedoch nicht über den gesamten Probenquerschnitt gleichmäßig verteilt, parallel zueinander verlaufen (roter Pfeil). Abbildung 36(b) zeigt eine Aufnahme mit maximaler Vergrößerung, in der erkennbar ist, dass es sich um Ausscheidungen (rote Pfeile) handelt, welche von einem ausscheidungsfreien Bereich (keine Ausscheidungen an den Lattengrenzen des Martensits) umgeben sind, weshalb diese als helle Linien erscheinen. Bei der verwendeten Ätzmethode ist die Farbe und Größe der Ausscheidungen mit jenen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen vergleichbar, ebenso wie der in beiden Fällen auftretende ausscheidungsfreie Bereich. Dass diese Linien nicht gleichmäßig über den gesamten Probenquerschnitt verteilt sind, legt nahe, dass die Zusammensetzung des Gefüges geringfügige lokale Unterschiede aufweist. Dies soll mittels REM und EDX genauer analysiert werden. Der Ursprung der Linien und der Grund, weshalb diese bei der Untersuchung des Ausgangsmaterials und bei den nachfolgenden Versuchen und Untersuchungen immer parallel zueinander verlaufen, sollen nun gezeigt werden.



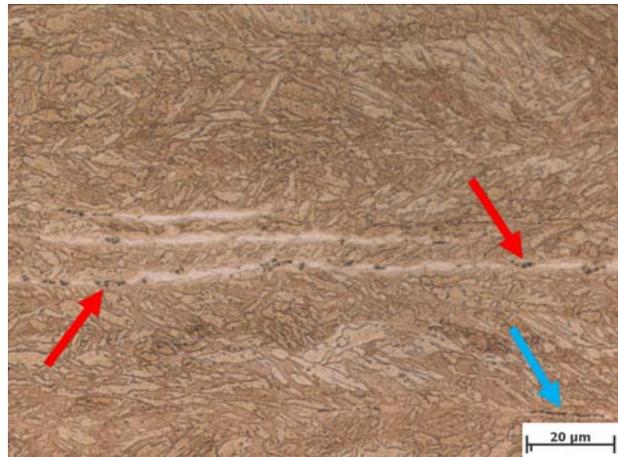
(a) Gusszustand



(b) Gusszustand Detail



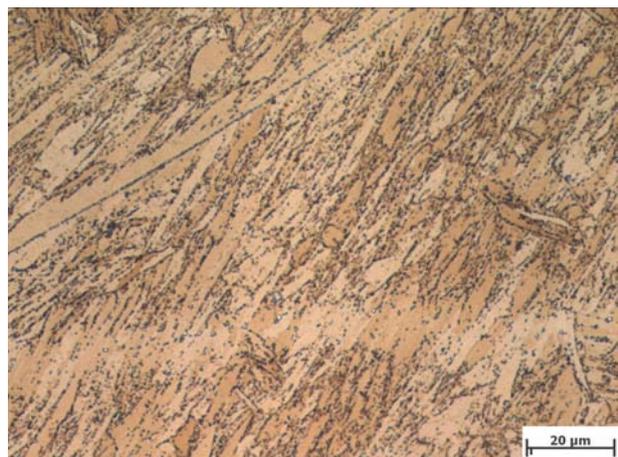
(c) gewalzter Zustand



(d) gewalzter Zustand Detail



(e) Ausgangszustand



(f) Ausgangszustand Detail

Abbildung 37 Gefüge: (a), (b) Gusszustand; (c), (d) gewalzter Zustand; (e), (f) Ausgangszustand

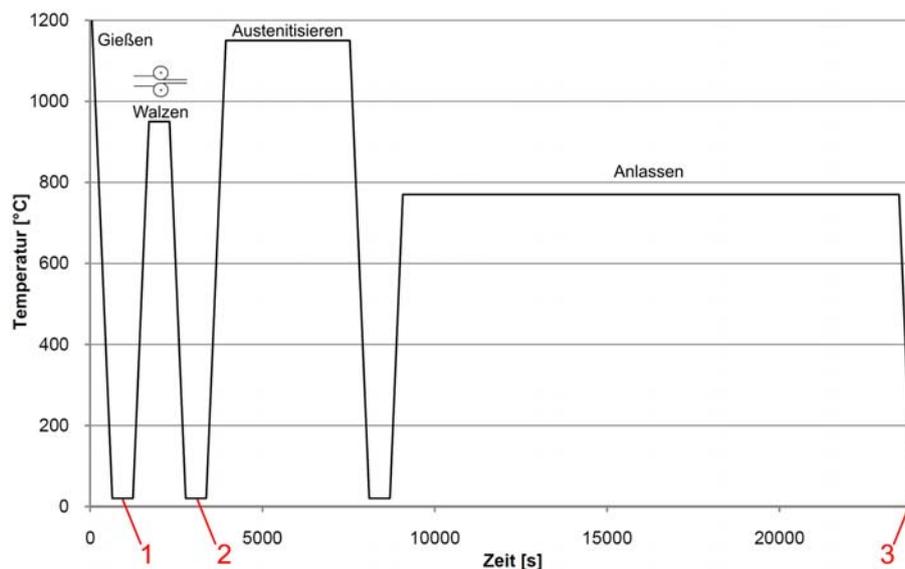


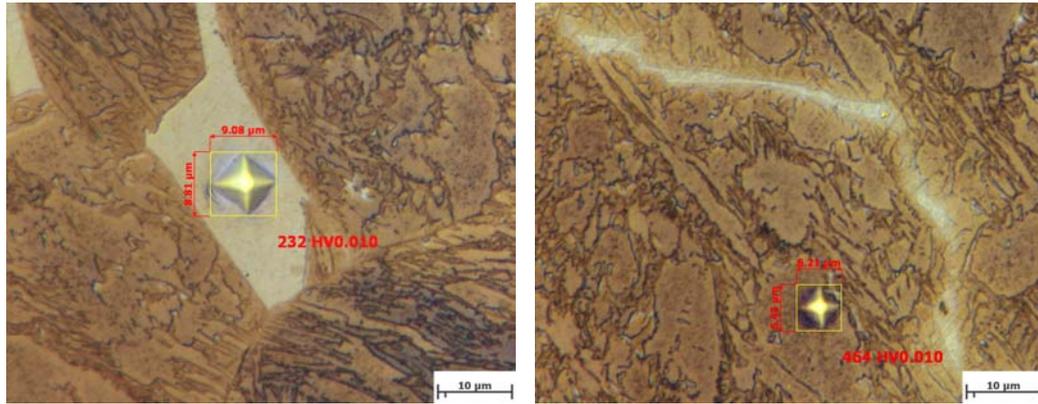
Abbildung 38 Vorgeschichte des NPM4 bis zum Erreichen des Ausgangszustandes

Zur genaueren Erörterung dieses Phänomens werden die noch vorhandenen Reste der Zwischenprodukte zwischen den Wärmebehandlungs- bzw. Ur- und Umformungsschritten präpariert und untersucht. Abbildung 38 zeigt erneut die Vorgeschichte des NPM4 bis zum Erreichen des Ausgangszustandes, worin die Wärmebehandlungszustände der Zwischenprodukte mit den Zahlen 1 bis 3 markiert sind.

Punkt 1 ist der Gusszustand, welcher in Abbildung 37(a) als Übersichtsaufnahme und in 37(b) als Detailansicht dargestellt ist. Die Gussstruktur ist darin gut erkennbar, ebenso die Lattenstruktur des Martensits. Die weißen Breiche bzw. Körner, die eine Art Netz bilden, welches die martensitischen Körner umgibt, bestehen, wie durch die Mikrohärtemessung in Abbildung 39 im Vergleich zum Martensit nachgeprüft, aus Delta-Ferrit. Nach dem Abguss erfolgte die Abkühlung des Gussblocks mit einem Querschnitt von 145 x 125 mm an Luft. Trotz der geringen Abkühlgeschwindigkeit ist über den gesamten Querschnitt ein großer Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge nachweisbar, was auf ein relativ träges Umwandlungsverhalten der Legierung hinweist.

Punkt 2 in Abbildung 38 zeigt den gewalzten Zustand, welcher in Abbildung 37(c) als Übersichtsaufnahme und in 37(d) als Detailansicht dargestellt ist. Für den Walzvorgang wurde ein Teil des Gussblocks entnommen, erhitzt, gewalzt und frei an der Luft abgekühlt. Es ist ersichtlich, dass dabei die gesamte Struktur, bestehend aus martensitischen Körnern und Delta-Ferrit, ausgewalzt wurde und nun linienförmig und parallel zueinander vorliegt. Die Tatsache, dass sich der Anteil an Delta-Ferrit verringert hat, legt nahe, dass die Temperatur beim Walzen unter jener des Delta-Ferrit-Gebietes liegen musste. Über die genaue Lage des Delta-Ferrit-Gebietes sollen Simulationen, welche in Kapitel 7.4 behandelt werden, Auskunft geben. In Abbildung 37(d) sind Ausscheidungen im Bereich des linienförmigen Delta-Ferrits erkennbar (rote Pfeile) und auch linienförmig angeordnete Ausscheidungen mit einzelnen Resten an Delta-Ferrit, welche nach der Auflösung des Delta-Ferrits zurückgeblieben sind.

Der dritte Punkt in Abbildung 38 stellt nun den Wärmebehandlungszustand des für alle nachfolgenden Untersuchungen relevanten Ausgangszustandes des Werkstoffes dar. Auf das



(a) Mikrohärtete Delta-Ferritkorn

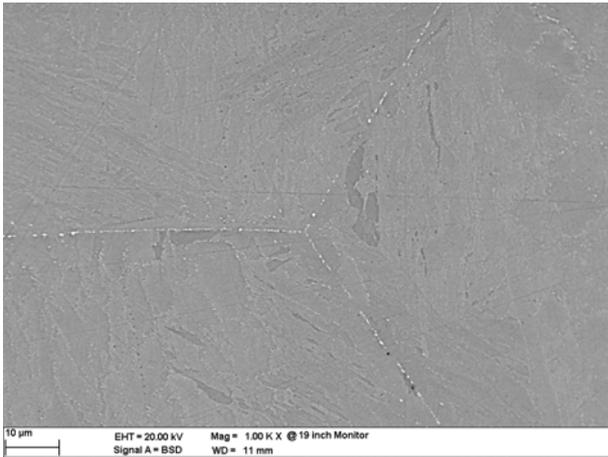
(b) Mikrohärtete Martensit

Abbildung 39 Mikrohärtete: (a) eines Delta-Ferrit-Korns; (b) des martensitischen Gefüges

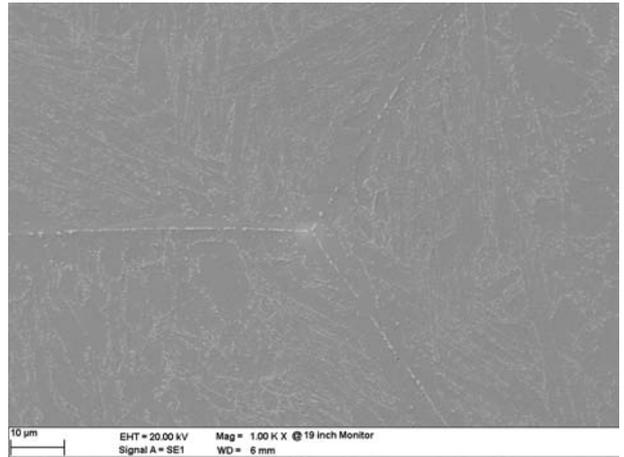
Walzen folgte eine einstündige Austenitisierung bei 1150°C und ein vierstündiges Anlassen bei 770°C. Wie in den Abbildungen 37(e) und (f) ersichtlich, hat dies zur Bildung eines homogenen Gefüges mit großen Kristallkörnern und den zuvor genannten hellen Linien geführt. Ein Vergleich der Abbildungen 37(c) mit (e) und der Abbildungen 37(d) mit (f) legt nahe, dass zwischen dem linienförmig ausgewalzten Delta-Ferrit im gewalzten Zustand und den hellen Linien, bestehend aus großen Ausscheidungen und einem ausscheidungs-freien Bereich, im Ausgangszustand ein Zusammenhang besteht. Eine mögliche Erklärung hierfür ist, dass nach der Auflösung des Delta-Ferrits während der finalen Wärmebehandlungen die großen Ausscheidungen, welche für die Bildung des ausscheidungs-freien Bereichs verantwortlich sind, als Restprodukt des vormals vorhandenen Delta-Ferrits bzw. der Ausscheidungen an dessen Korngrenzen zurückgeblieben sind.

Eine weitergehende Untersuchung der Ausscheidungen mittels EDX soll Aufschluss über die Zusammensetzung dieser Ausscheidungen und jener an den Korngrenzen geben und zeigen, ob diese vergleichbar sind.

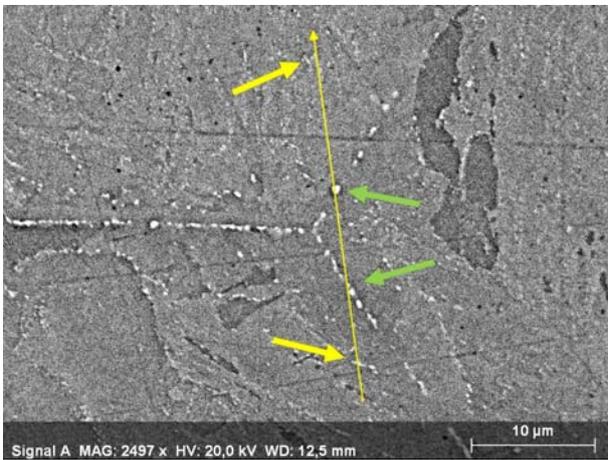
In Abbildung 40(a) und (b) sind zwei REM-Aufnahmen dargestellt, welche die gleiche Stelle auf der Probe zeigen. Es handelt sich um einen Trippelpunkt, an dem drei Kristallkörner aneinandergrenzen bzw. in den drei Korngrenzen einmünden. In Abbildung 40(a) werden zur Bildgebung die rückgestreuten Elektronen verwendet (BS-Detektor), weshalb schwere Elemente, in diesem Fall Ausscheidungen, hell dargestellt werden. Größere Ausscheidungen befinden sich hierbei an den Korngrenzen, kleinere an den Lattengrenzen des Martensits. Abbildung 40(b) zeigt eine Aufnahme mithilfe der Sekundärelektronen (SE-Detektor), welche für die Erstellung von topographischen Bildern verwendet werden. Da die Aufnahme eine geätzte Probe zeigt, sind Bereiche, welche durch die Ätzung stärker angegriffen werden, dunkler dargestellt. Diese Aufnahmen decken sich mit den lichtmikroskopischen Aufnahmen. In allen Aufnahmen sind sowohl die großen als auch die kleinen Ausscheidungen gut zu erkennen. Ebenso fällt der ausscheidungs-freie Bereich in der Nähe der Korngrenzen auf.



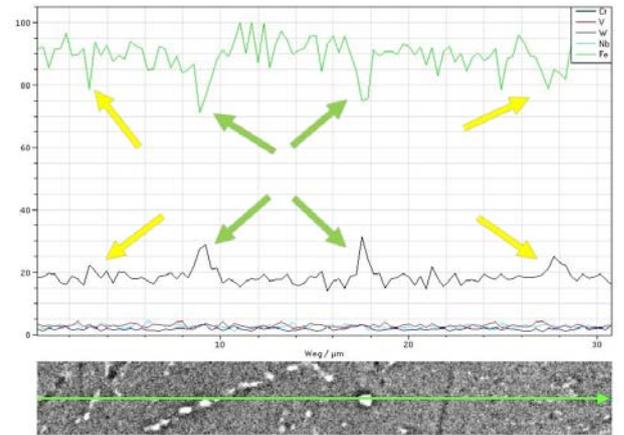
(a) rückgestreute Elektronen



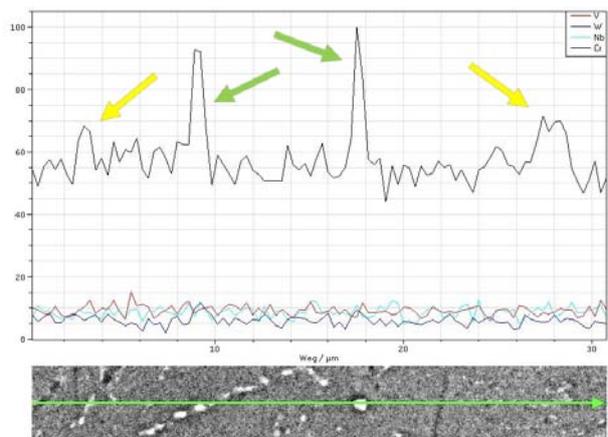
(b) Sekundärelektronen



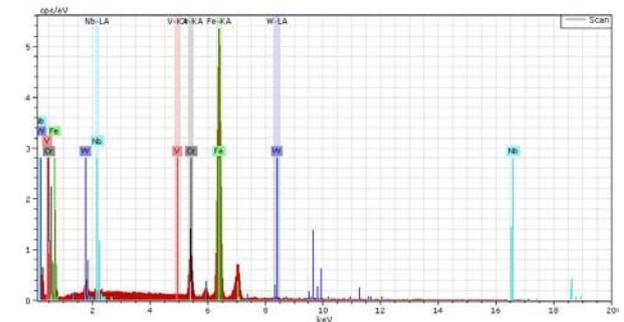
(c) EDX-Linescan, Verlauf



(d) EDX-Linescan (Fe, Cr, W, Nb, V)

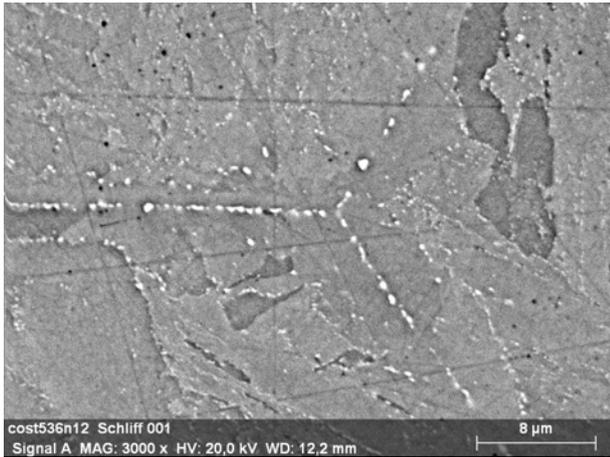


(e) EDX-Linescan (Cr, W, Nb, V)

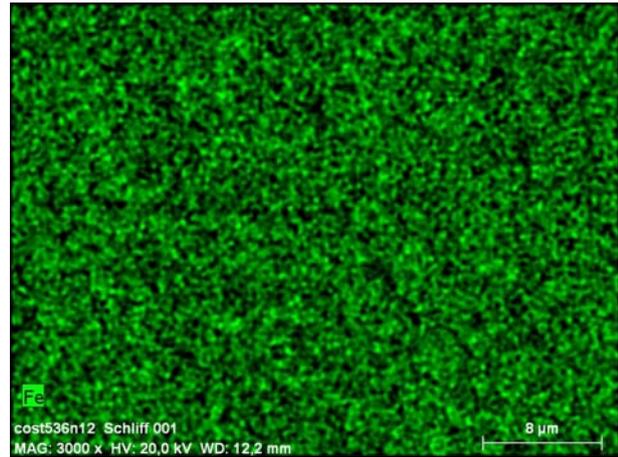


(f) EDX-Spektrum (Fe, Cr, W, Nb, V)

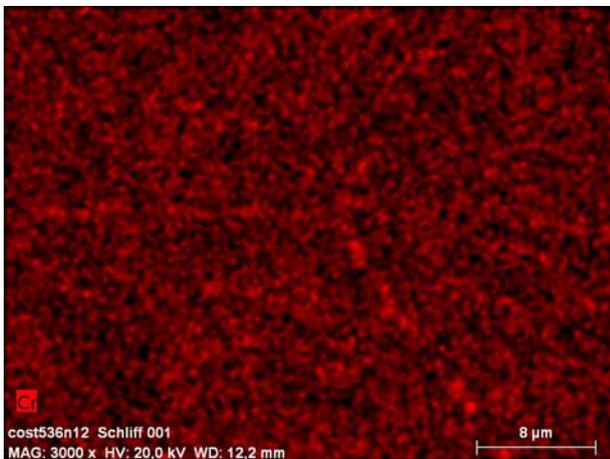
Abbildung 40 REM- und EDX-Analyse der Ausscheidungen an den Korngrenzen



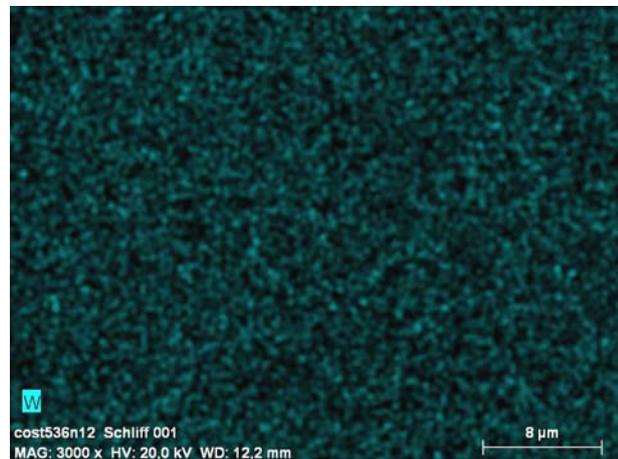
(a) EDX-Mapping, Ausschnitt



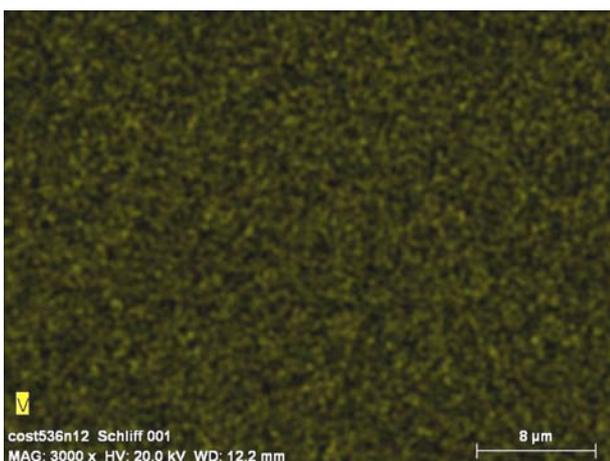
(b) EDX-Mapping Eisen (Fe)



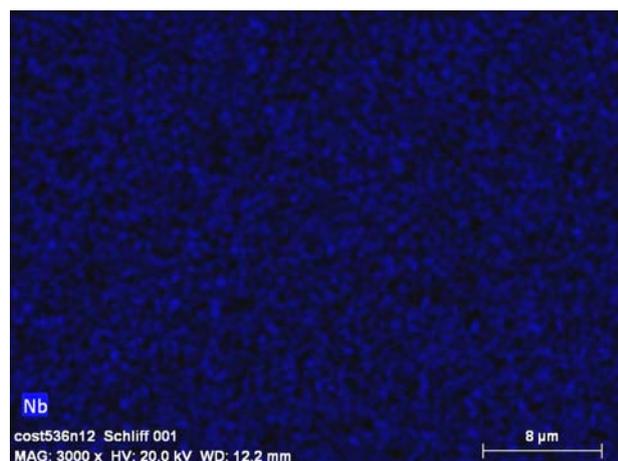
(c) EDX-Mapping Chrom (Cr)



(d) EDX-Mapping Wolfram (W)



(e) EDX-Mapping Vanadium (V)



(f) EDX-Mapping Niob (Nb)

Abbildung 41 REM- und EDX-Analyse der Ausscheidungen an den Korngrenzen

Abbildung 40(d) und (e) zeigen die Ergebnisse eines Linescans, dessen Verlauf in Abbildung 40(c) dargestellt ist. Der Linescan verläuft durch einzelne große Ausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen (grüne Pfeile in 40(c)). Die EDX-Analyse zeigt, dass der Gehalt an Eisen (Fe) im Bereich der Ausscheidungen ab- und der Gehalt an Chrom (Cr) zunimmt (grüne Pfeile in 40(d) und (e)). Die Verläufe von Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) zeigen keine merklichen Veränderungen (Abbildung 40(e)). Es sind auch Veränderungen der Verläufe von Eisen (Fe) und Chrom (Cr) beim Durchlaufen der Ausscheidungen an den Lattingrenzen des Martensit erkennbar (gelbe Pfeile in 40(c), (d) und (e)).

In Abbildung 41 sind die Einzelaufnahmen eines EDX-Mappings aufgelistet, wobei jedem Element eine Farbe zugeordnet ist und die Intensität der jeweiligen Farbe auf den Gehalt des entsprechenden Elements hinweist. Dazu wird der in Abbildung 41(a) dargestellte Bereich für die Untersuchung herangezogen. In Abbildung 41(b) ist erkennbar, dass der Gehalt an Eisen (Fe) entlang der Korngrenzen geringer ist als im umgebenden Material. Der Gehalt an Chrom (Cr) ist, wie bereits mit den Linescans gezeigt, entlang der Korngrenzen höher (Abbildung 41(c)). Die übrigen Elemente Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) zeigen wie zuvor keine signifikanten Abweichungen. Eine überlagerte Darstellung der Mapping-Bilder von Eisen (Fe) und Chrom (Cr) zeigt Abbildung 42. Der Verlauf der ehemaligen Austenitkorngrenzen ist darin anhand der chromhaltigen Ausscheidungen gut erkennbar.

Damit kann zusammengefasst werden, dass mit den verwendeten Untersuchungsmethoden und -geräten lediglich erkennbar ist, dass die Ausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen hauptsächlich aus Chrom (Cr) bestehen und Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) mehr oder weniger gleichmäßig über das gesamte Gefüge verteilt vorliegen. Um dies und das Vorhandensein von wolfram-, vanadium- und niobhaltigen Ausscheidungen genauer analysieren zu können, wäre es angebracht, die Untersuchungen in fortführenden Arbeiten mit sensibleren Geräten zu wiederholen oder andere Untersuchungsmethoden, wie etwa TEM-Untersuchungen (Transmissionselektronenmikroskopie), zu verwenden.

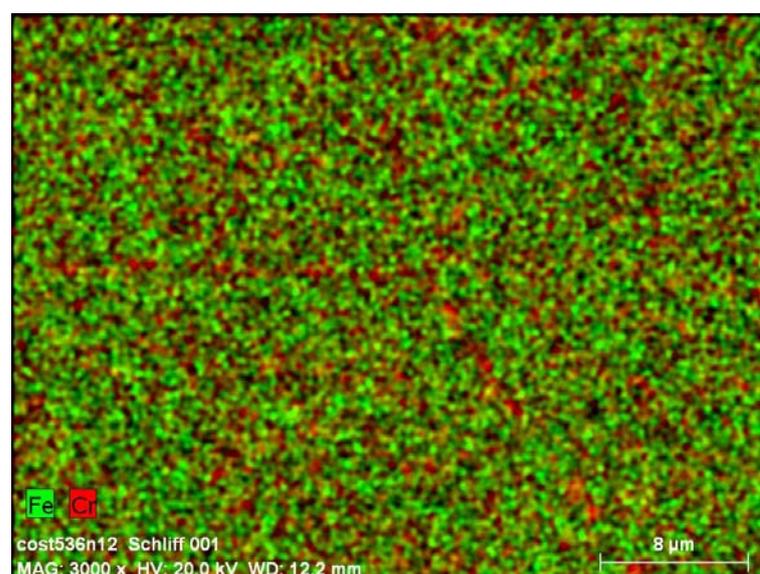
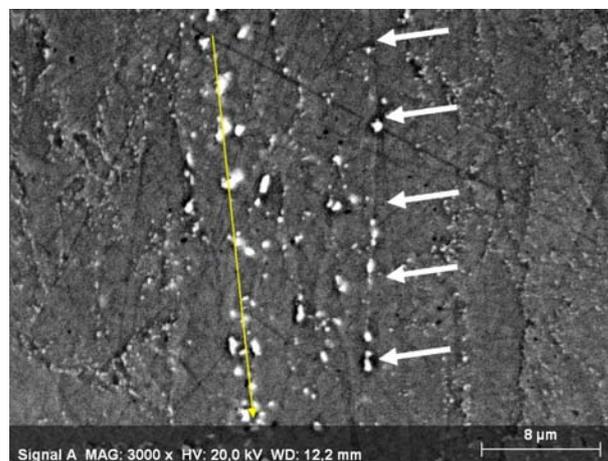


Abbildung 42 Überlagerung der EDX-Mappings von Eisen (Fe) und Chrom (Cr)

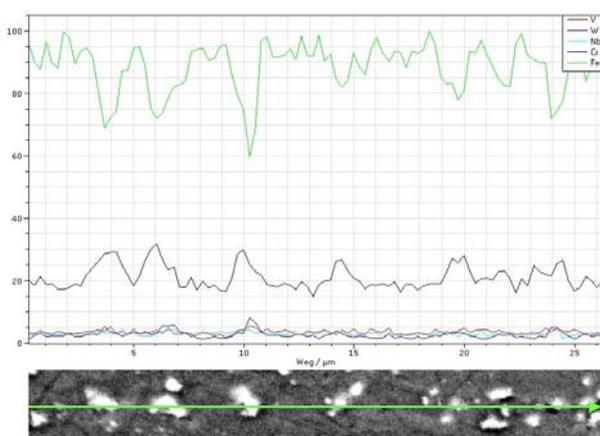
Nachfolgende REM- und EDX-Untersuchungen widmen sich den Ausscheidungen, welche im Ausgangszustand in Form von parallelen Linien als Restprodukte des nach dem Walzen aufgelösten Delta-Ferrits sichtbar sind.

In Abbildung 43 sind die Ergebnisse eines EDX-Linescans aufgelistet, der eine Ansammlung von linienförmig angeordneten Ausscheidungen analysiert, welche mit jenen in Abbildung 37(f) vergleichbar sind. Die weißen Pfeile in Abbildung 43(a) markieren eine ehemalige Austenitkorngrenze, die in der Nähe der Ausscheidungsline verläuft, was einen direkten Vergleich der Ausscheidungsarten ermöglicht.

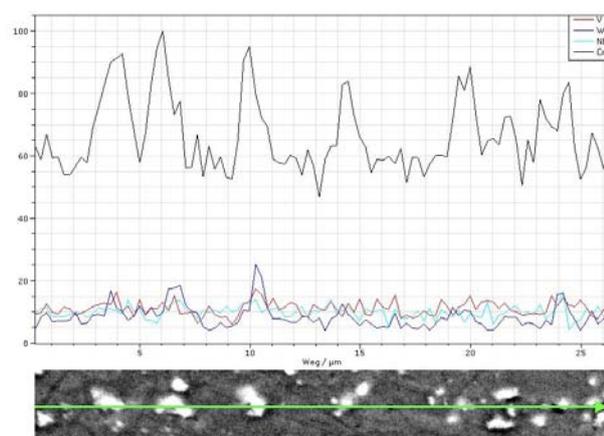
Der Pfad des Linescans verläuft entlang der Ausscheidungsline und passiert dabei zahlreiche große Ausscheidungen (Abbildung 43(a)). Die EDX-Analyse zeigt, dass der Gehalt an Eisen (Fe) im Bereich der großen Ausscheidungen markant abnimmt, wobei die Anteile an Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) merklich zunehmen (siehe Abbildung 43(b) und (c)). Besonders stark ist die Zunahme des Wolframgehaltes (W) ausgeprägt.



(a) EDX-Linescan, Verlauf

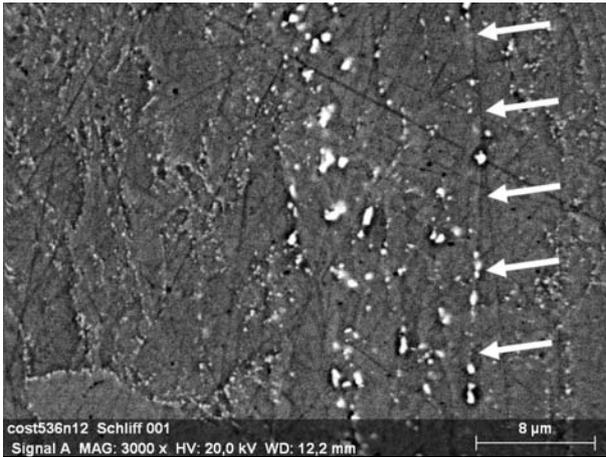


(b) EDX-Linescan (Fe, Cr, W, Nb, V)

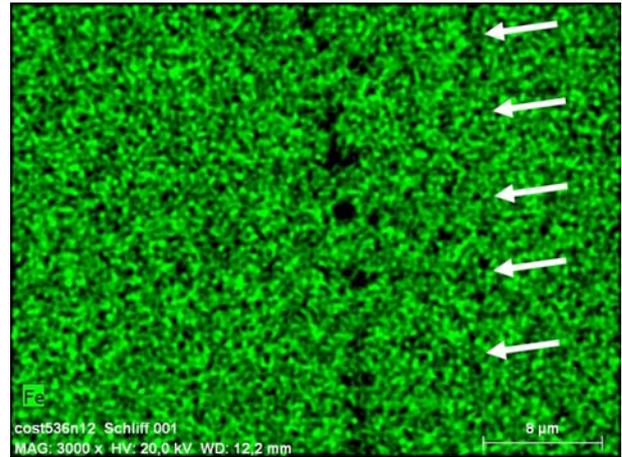


(c) EDX-Linescan (Cr, W, Nb, V)

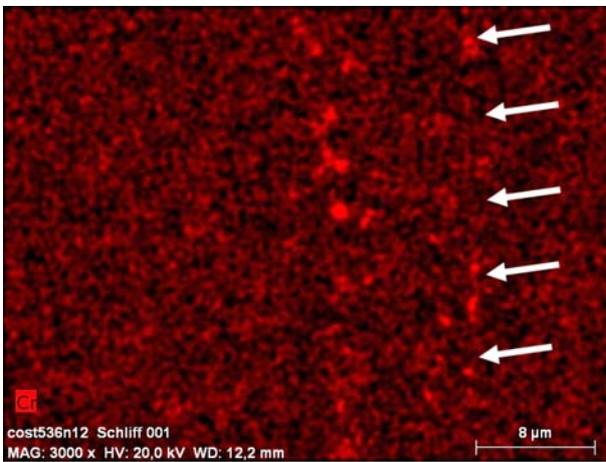
Abbildung 43 REM- und EDX-Analyse der linienförmig angeordneten Ausscheidungen



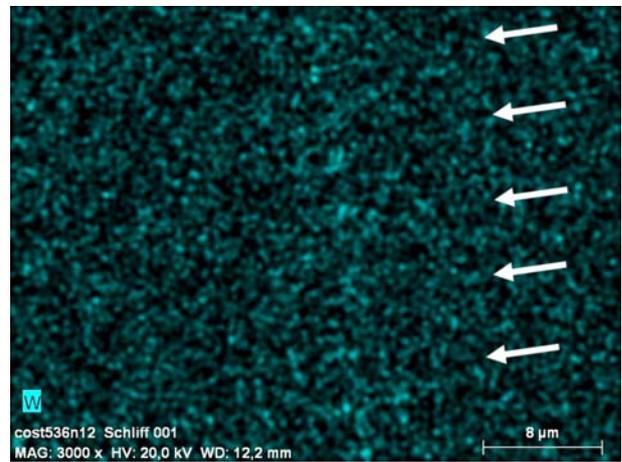
(a) EDX-Mapping, Ausschnitt



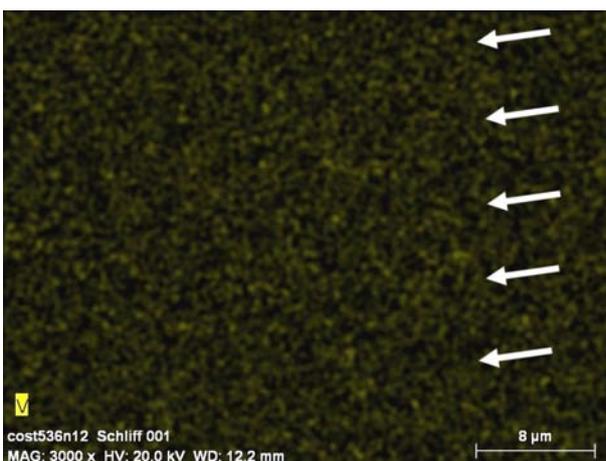
(b) EDX-Mapping Eisen (Fe)



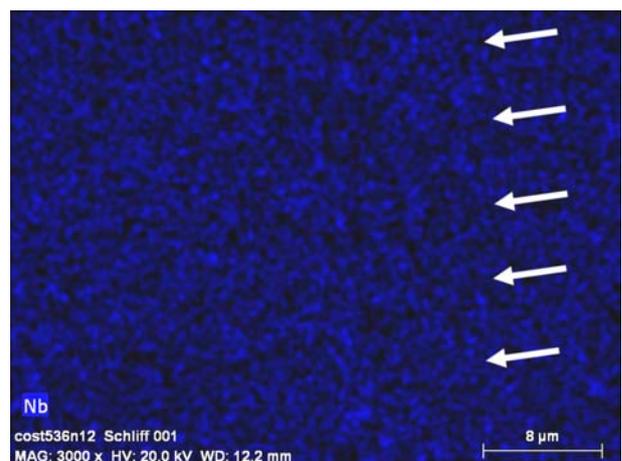
(c) EDX-Mapping Chrom (Cr)



(d) EDX-Mapping Wolfram (W)



(e) EDX-Mapping Vanadium (V)



(f) EDX-Mapping Niob (Nb)

Abbildung 44 REM- und EDX-Analyse der Ausscheidungen in den parallelen Linien

Abbildung 44 zeigt eine Auflistung der Ergebnisse eines EDX-Mappings, welches den gleichen Bereich wie zuvor der Linescan untersucht. Erneut ist die ehemalige Austenitkorngrenze, welche rechts neben den linienförmig angeordneten Ausscheidungen verläuft, sichtbar und in allen Aufnahmen durch weiße Pfeile markiert. In Abbildung 44(b) ist erkennbar, dass der Eisengehalt (Fe) im Bereich der Ausscheidungen und der Korngrenze geringer ist. Der Chromgehalt (Cr) ist in sämtlichen Ausscheidungen höher als im umgebenden Gefüge (Abbildung 44(c)). Ein erhöhter Wolframgehalt (W) ist nur in den linienförmig angeordneten Ausscheidungen, nicht jedoch an der Korngrenze zu erkennen (44(d)). Ein gesteigerter Gehalt an Vanadium (V) und Niob (Nb) ist nur sehr schwach erkennbar und dies ebenso nur im Bereich der linienförmigen Ausscheidungen und nicht entlang der Korngrenze (44(e) und (f)).

Abbildung 45 zeigt eine überlagerte Darstellung der EDX-Mappings von Eisen (Fe), Chrom (Cr) und Wolfram (W). Die beiden übrigen Elemente werden nicht verwendet, da ihre Anreicherung nicht stark genug ausgeprägt ist, um diese gut darstellen zu können. In diesem Bild ist erneut die ehemalige Austenitkorngrenze mit weißen Pfeilen markiert. Es ist erkennbar, dass sich die linienförmigen Ausscheidungen hauptsächlich aus Chrom (Cr) und Wolfram (W) zusammensetzen, während die Ausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen hauptsächlich aus Chrom bestehen.

Die Ergebnisse einer abschließenden REM- und EDX-Analyse von linienförmig angeordneten Ausscheidungen an einer anderen Stelle der Probe sind in Abbildung 46 aufgelistet. Abbildung 46(a) und (b) zeigen Aufnahmen der rückgestreuten Elektronen (BSD). In der Bildmitte befinden sich jeweils die linienförmig angeordneten Ausscheidungen des nach dem Walzen aufgelösten Delta-Ferrits. Rechts in Abbildung 46(a) ist der Verlauf einer ehemaligen Austenitkorngrenze erkennbar. Aufgrund der Aufnahmemethode sind die großen Ausscheidungen in der Linie und an der Korngrenze und fein verteilte Ausscheidungen an den Lattengrenzen des Martensits, welche in der Umgebung großer Ausscheidungen ausbleiben und somit einen ausscheidungsfreien Bereich bilden, zu sehen. Das Ergebnis eines Linescans quer

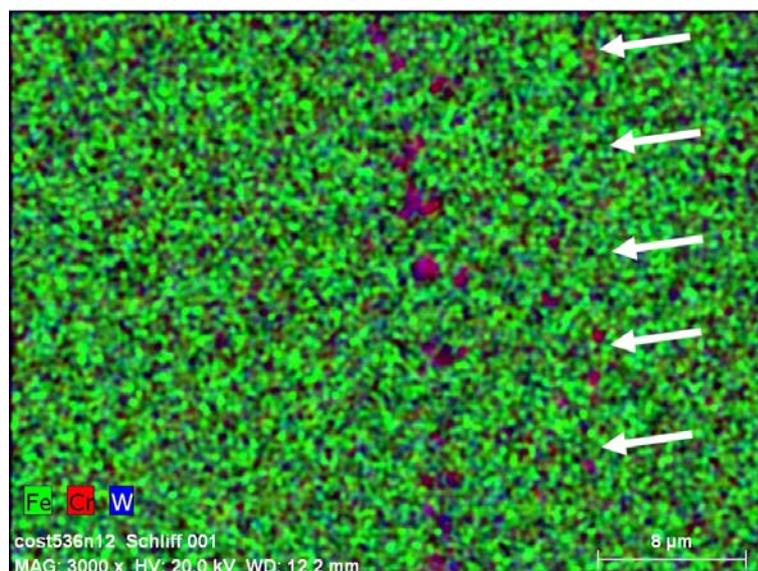
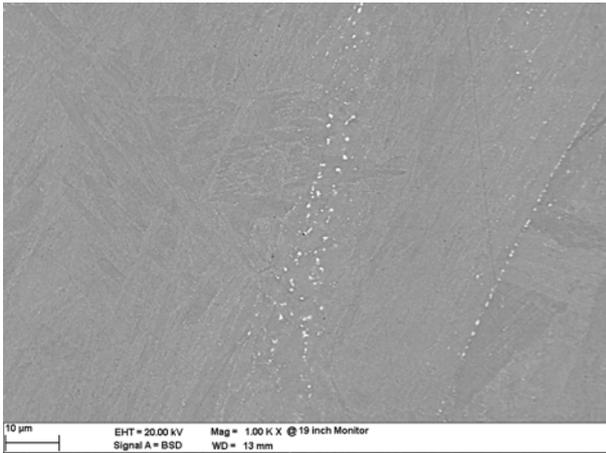
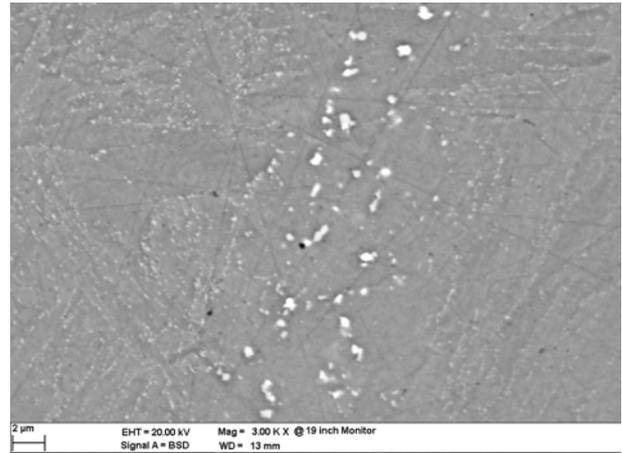


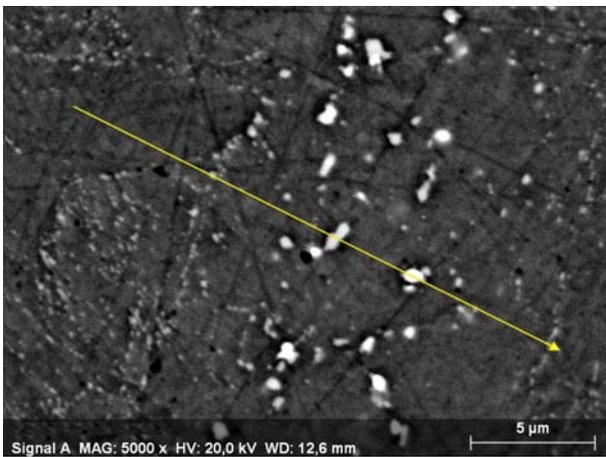
Abbildung 45 Überlagerung der EDX-Mappings Eisen (Fe), Chrom (Cr) und Wolfram (W)



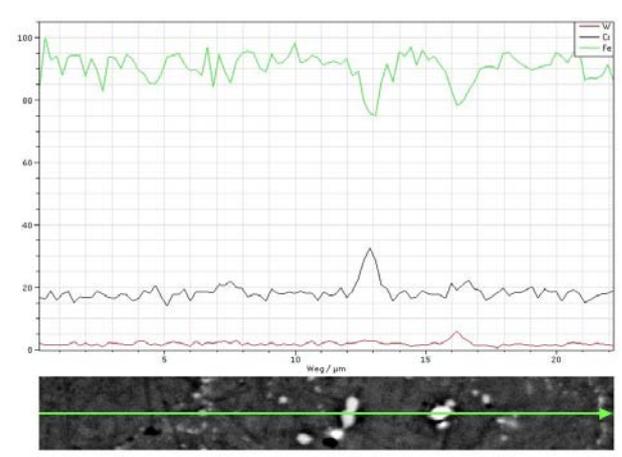
(a) linienförmige Ausscheidungen



(b) linienförmige Ausscheidungen



(c) EDX-Linescan, Verlauf



(d) EDX-Linescan 1 (Fe, Cr, W)

Abbildung 46 REM- und EDX-Analyse der Ausscheidungen in den parallelen Linien

zum Verlauf der Ausscheidungen (Abbildung 46(c)) ist in Abbildung 46(d) dargestellt. Beim Durchlaufen der linken Ausscheidung ist ein starker Anstieg des Chromgehaltes (Cr) sichtbar, wohingegen ein markanter Anstieg bei der rechten Ausscheidung ausbleibt. Mit dem Wolframgehalt (W) verhält es sich genau umgekehrt. Dieser ist in der rechten Ausscheidung wesentlich größer und zeigt in der linken Ausscheidung kaum eine Veränderung. Vanadium (V) und Niob (Nb) werden für diese Untersuchung der Übersichtlichkeit halber nicht herangezogen, da Wolfram (W) bisher die stärksten Anreicherungen gezeigt hat.

Die Auswertungen mittels REM und EDX decken sich sehr gut mit den Erkenntnissen aus den lichtmikroskopischen Untersuchungen. Es ist erkennbar, dass die linienförmig angeordneten Ausscheidungen, welche nach der Ausflösung des ausgewalzten Delta-Ferrits zurückgeblieben sind, eine andere Zusammensetzung als jene an den ehemaligen Austenitkorgrenzen aufweisen. Da das Auflösungsvermögen der verwendeten Untersuchungseinrichtungen nicht für eine genauere Untersuchung der Ausscheidungen ausreicht, könnte diese in weiterführenden Arbeiten erfolgen.

In 9% Chromstählen treten, wie später bei den Simulationen in Kapitel 7.4 noch gezeigt wird, unterschiedliche intermetallische Phasen, Karbide und Nitride auf, welche bei lange anhaltenden hohen Temperaturen, wie sie beim NPM4 etwa während der vierstündigen Auslagerung bei 770°C gegeben ist, Ausscheidungen bilden. Diese sind im wesentlichen die Laves-Phase (Fe_2W), Mischkarbide M_{23}C_6 , M_6C und Niobkarbid (NbC) und Vanadiumnitrid (VN) [5]. Bei thermischer Dauerbelastung (ab einigen 1000 Stunden) bildet sich aus dem Vanadiumnitrid bei ausreichend hohem Chromgehalt die thermodynamisch stabilere Z-Phase in der Form $\text{Cr}(\text{Nb},\text{V})\text{N}$ [6, 17].

In [6] werden die Ausscheidungen, welche sich an den ehemaligen Austenitkorngrenzen befinden, anhand des Werkstoffs NPM1 genauer untersucht und beschrieben. Die Legierung NPM1 stammt aus einer früheren Testschmelze, welche dem hier untersuchten NPM4 in ihrer chemischen Zusammensetzung ähnlich ist. Bei den in [6] durchgeführten Untersuchungen ist der Werkstoff im gleichen Wärmebehandlungszustand vorgelegen wie der Ausgangszustand des NPM4 in dieser Arbeit. Es wurde festgestellt, dass es sich bei den Ausscheidungen um Chromkarbide (M_{23}C_6) und Vanadiumnitrid (VN) handelt, wobei die Vanadiumnitridpartikel eine Größe von nur wenigen Nanometern aufweisen, während die Chromkarbidausscheidungen etwa 300 nm groß sind (vergleichbar mit jenen in Abbildung 35). Ebenso konnten $(\text{V},\text{Nb})(\text{C},\text{N})$ Karbonitride festgestellt werden [6]. Diese Ergebnisse stimmen mit den Resultaten der in dieser Arbeit durchgeführten REM- und EDX-Untersuchungen der Ausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen überein, wobei das Auflösungsvermögen der verwendeten Untersuchungseinrichtungen für eine genauere Analyse nicht ausreicht.

Wie die REM- und EDX-Untersuchungen der linienförmig angeordneten Ausscheidungen, welche sich bei der Auflösung des ausgewalzten Delta-Ferrits gebildet haben, gezeigt haben, weisen diese Ausscheidungen ebenso wie jene an den ehemaligen Austenitkorngrenzen einen hohen Chromgehalt auf, wobei jedoch die Anteile an Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) wesentlich größer sind. Dies kann am unterschiedlichen Lösungsvermögen des Delta-Ferrit für unterschiedliche Elemente im Vergleich zum Austenit bzw. an der Diffusion von Legierungselementen aus dem Delta-Ferrit an dessen Korngrenzen liegen. In [18] wird anhand eines 12% Chromstahls gezeigt, dass es bei Vorhandensein von Restanteilen an Delta-Ferrit im Zuge einer Alterungswärmebehandlung bei 637°C neben der Bildung von chromreichen M_{23}C_6 -Ausscheidungen auch zur Bildung von Ausscheidungen der Fe_2W -Laves-Phase kommt. In einem EDX-Spektrum wird gezeigt, dass die Ausscheidungen der Laves-Phase hauptsächlich aus Eisen (Fe) und Wolfram (W) mit geringen Anteilen an Molybdän (Mo) und Chrom (Cr) bestehen [18].

Speziell die EDX-Untersuchung in Abbildung 46 zeigt sehr deutlich, dass ein Teil der Ausscheidungen einen hohen Chromgehalt bei gleichzeitig geringem Wolframgehalt aufweist, was auf Ausscheidungen vom Typ M_{23}C_6 hinweist, während einige Ausscheidungen einen hohen Gehalt an Wolfram bei nur unmerklich erhöhtem Chromgehalt zeigen, was auf Ausscheidungen der Fe_2W -Laves-Phase hinweist.

In [19] wird anhand von Untersuchungen am Werkstoff P92 gezeigt, dass das Vorhandensein von Delta-Ferrit im Gefüge eine wichtige Rolle bei der Bildung der Laves-Phase spielt,

wobei sich diese bevorzugt im Delta-Ferrit bei lange anhaltenden hohen Temperaturen bildet. Der Werkstoff wurde vor Beginn der Untersuchungen für eine Stunde bei 1323 K (1050°C) austenitisiert und anschließend bei 1033 K (760°C) für eine Dauer von drei Stunden angelassen. Nach dieser Wärmebehandlung wies der Werkstoff noch Restanteile an Delta-Ferrit auf, wobei Laves-Phase nicht nachweisbar war. Bei einer darauffolgenden Alterungswärmebehandlung hat sich die Laves-Phase bevorzugt im Delta-Ferrit und nicht an den ehemaligen Austenitkorngrenzen gebildet. Mithilfe einer thermodynamischen Berechnung wird gezeigt, dass Delta-Ferrit ein Lösungsvermögen für Wolfram von 2,61 Gew.-% hat, während Martensit nur 1,67 Gew.-% lösen kann [19].

Diese Erkenntnisse decken sich sehr gut mit den Ergebnissen der hier durchgeführten Untersuchungen. Die in Kapitel 7.4 folgenden Simulationen sollen zeigen, bei welchen Temperaturen sich Laves-Phase im NPM4 bildet und welchen Anteil diese im Bereich der Anlass temperatur annehmen kann, wobei Wolfram im Gegensatz zur Simulation aufgrund des unterschiedlichen Lösungsvermögens der Gefügebestandteile in Realität nicht gleichmäßig verteilt vorliegt.

Abbildung 47 zeigt die Mikrohärtewerte (rote Markierungen, linke Achse) und Makrohärtewerte (schwarze Markierungen, rechte Achse) der Zwischenprodukte bis hin zum Ausgangszustand. Bei der Probe des Gussblocks sind die Körner des Delta-Ferrits groß genug, um deren Mikrohärtigkeit messen zu können. Die Härte des Delta-Ferrits liegt üblicherweise im Bereich von 200 bis 230 HV 0,010. Eine eindeutige Unterscheidbarkeit der Härtewerte im Vergleich zum Martensit ist dadurch immer gegeben. Es ist erkennbar, dass sich bei der Messung der Makrohärtigkeit, welche sich über mehrere Körner erstreckt, ein Mittelwert aus dem bei der Messung der Mikrohärtigkeit härteren Martensit und dem weicherem Delta-Ferrit ergibt. Ebenso ist ersichtlich, dass die Härte des Gefüges durch die lange andauernde Wärmebehandlung beinahe auf die Hälfte reduziert werden konnte. Der Martensit hat demnach durch die vierstündige Anlassbehandlung bei 770°C einen Großteil seiner ursprünglichen Härte verloren.

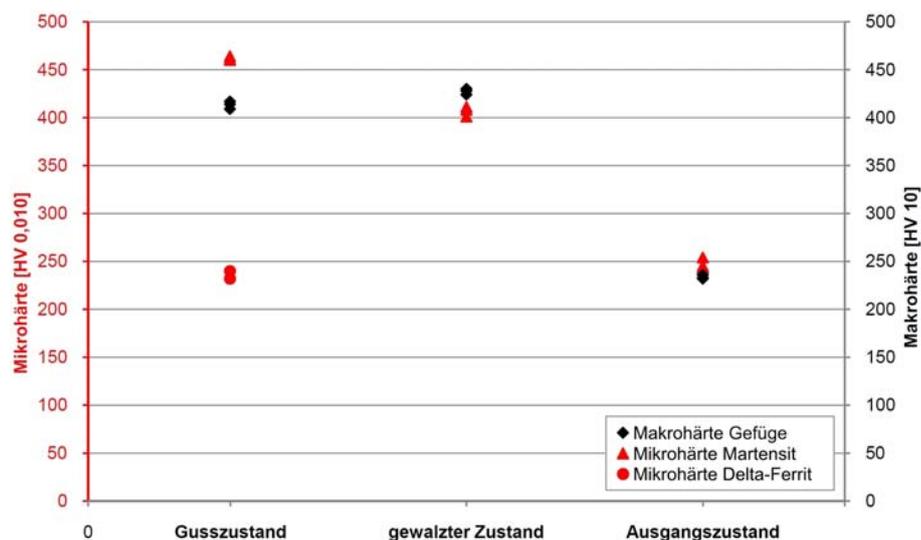


Abbildung 47 Mikro- und Makrohärtigkeit der Wärmebehandlungszustände

7.1.2 Ergebnisse der Vergleichstests

Die nachfolgenden Vergleichstests sollen zeigen, ob sich aufgrund der beiden verwendeten Probengeometrien Unterschiede in den Ergebnissen feststellen lassen. Einerseits könnte sich ein Unterschied aufgrund von Wechselwirkungen der Probengeometrien mit der induktiven Wärmeeinbringung ergeben, andererseits aufgrund der unterschiedlichen maximal erreichbaren Abkühlgeschwindigkeiten. Um den Einfluss der unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten von jenem der Wechselwirkungen mit der induktiven Erwärmung getrennt betrachten zu können, wird am Ende eines Temperaturzyklus eine Abkühlsequenz vorgegeben, welche mit Proben beider Geometrien durchlaufen wird. Zur Bestimmung der Abkühlsequenz wird eine Probe mit vollem Querschnitt mit maximal erreichbarer Abkühlgeschwindigkeit auf Raumtemperatur gebracht, woraus sich eine Abkühlkurve ergibt (Abbildung 48(b)), welche durch die vorgegebene Abkühlsequenz nicht unterschritten werden darf. Dies soll sicherstellen, dass Proben beider Geometrien der vorgegebenen Abkühlsequenz folgen können. Abbildung 48(b) zeigt die gewählte zweiteilige Abkühlsequenz im Vergleich zur Abkühlkurve der Vollprobe. Die Unstetigkeit in der Abkühlkurve der Vollprobe ergibt sich aufgrund der exothermen Umwandlung des Gefüges von Austenit zu Martensit, bei der Wärme frei wird. In Abbildung 48(a) ist der gesamte Temperaturzyklus für den ersten Vergleichstest dargestellt. Dabei werden die Proben zwei Minuten lang bei 1300°C gehalten, was zu einer starken Bildung von Delta-Ferrit führen soll, um den Einfluss auf die Entstehung und Auflösung desselbigen besser erkennen zu können.

Abbildung 49 zeigt die Ergebnisse des ersten Vergleichstests, wobei die links angeordneten Aufnahmen zum Ergebnis der Vollprobe und die rechten zu jenem der Hohlprobe gehören. In (a) ist erkennbar, dass die Vollprobe der vorgegebenen Abkühlsequenz nicht exakt folgen kann. Dies liegt zum einen am größeren Volumen der Probe und damit an der größeren gespeicherten Wärmemenge und zum anderen an der geringeren wärmeabführenden Oberfläche. Speziell im Bereich der Umwandlung, wo zusätzlich Wärme freigesetzt wird, weicht

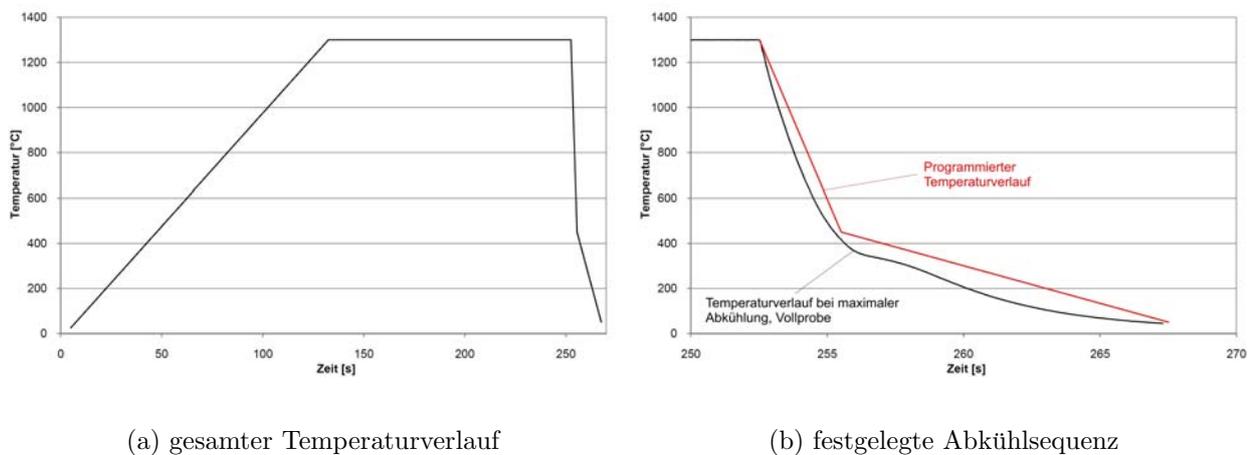
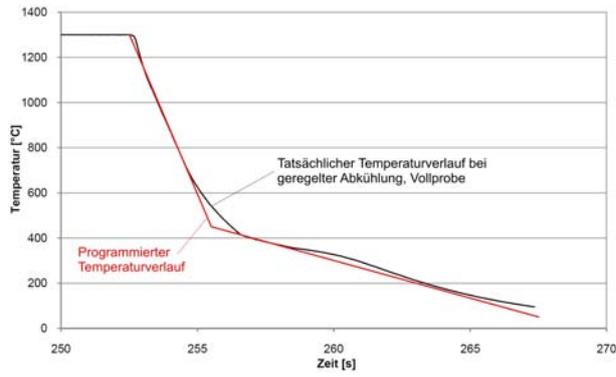
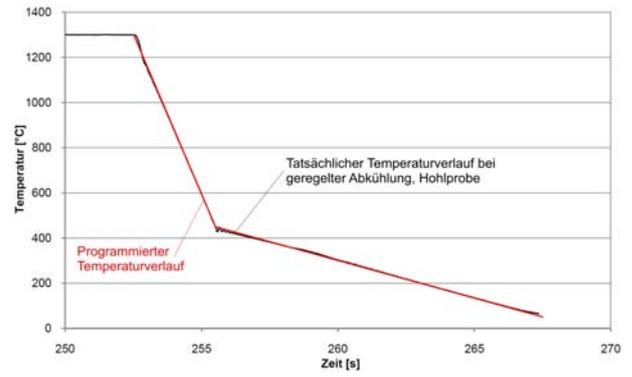


Abbildung 48 Vergleichstest: (a) Bestimmung der Abkühlsequenz; (b) gesamter Temperaturverlauf für den ersten Vergleichstest



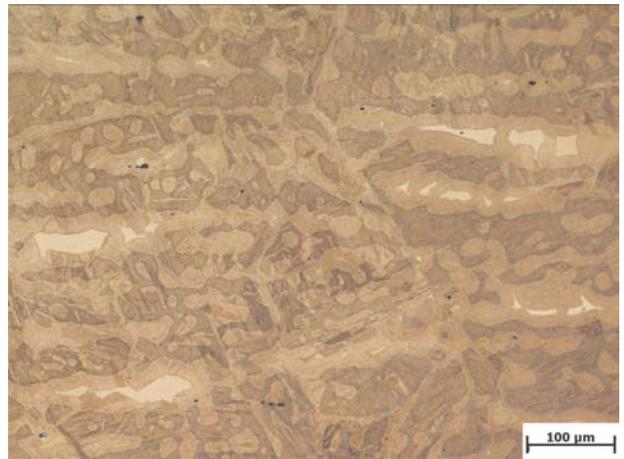
(a) Vollprobe, tatsächliche Abkühlkurve



(b) Hohlprobe, tatsächliche Abkühlkurve



(c) Vollprobe, entstandenes Gefüge



(d) Hohlprobe, entstandenes Gefüge



(e) Vollprobe, entstandenes Gefüge



(f) Hohlprobe, entstandenes Gefüge

Abbildung 49 Ergebnisse des ersten Vergleichstests mit vorgegebener Abkühlsequenz

die Abkühlkurve stark ab. In den beiden darunterliegenden Aufnahmen (c) und (e) wird das in diesem Versuch entstandene Gefüge gezeigt, welches aus Martensit und großen Delta-

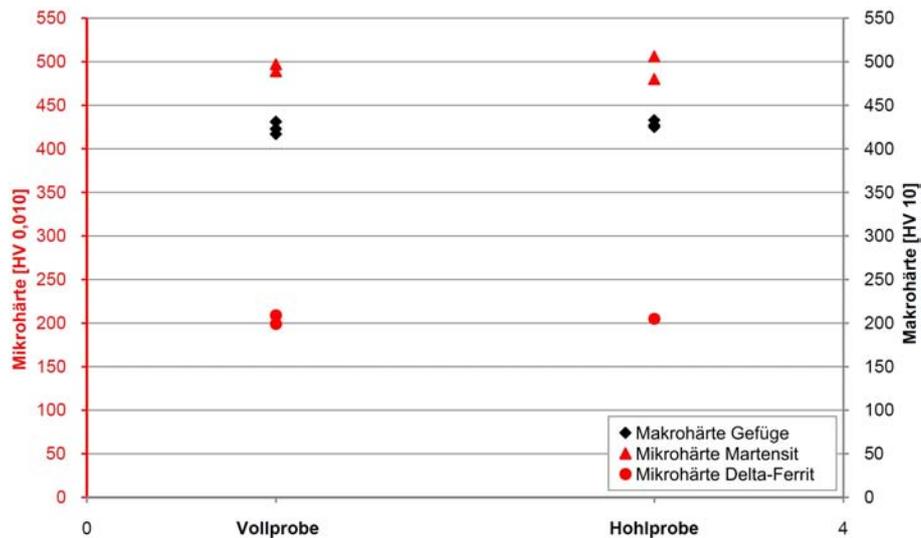
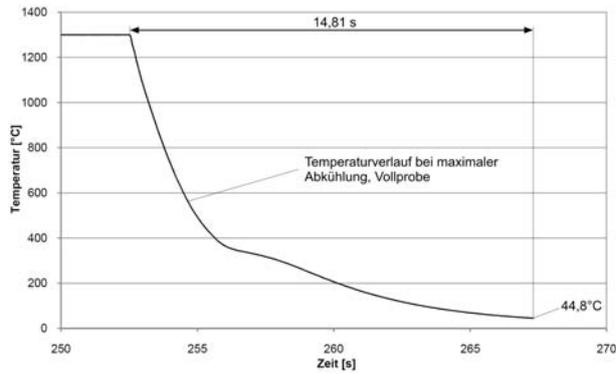


Abbildung 50 Mikro- und Makrohärte der Proben des ersten Vergleichstests

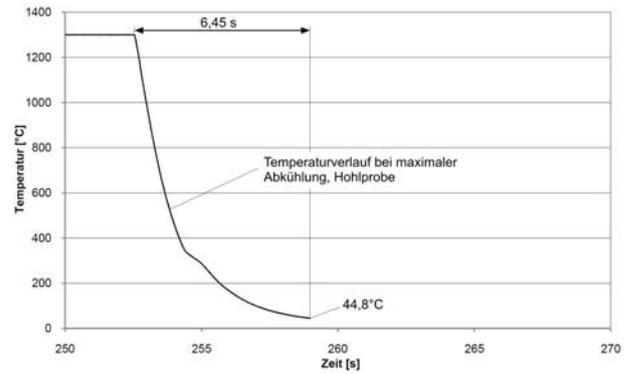
Ferrit-Körnern besteht. In (b) ist der Temperaturverlauf der Hohlprobe dargestellt. Es ist erkennbar, dass diese der vorgegebenen Abkühlsequenz besser folgen kann bzw. aufgrund des geringeren Volumens und der zusätzlichen Kühlmöglichkeit von innen heraus besser geregelt werden kann. Beim Übergang zwischen den beiden Teilen der Abkühlsequenz pendelt die Abkühlkurve der Hohlprobe geringfügig. Dies liegt daran, dass der Umwandlungspunkt bei dieser Temperatur durchlaufen wird und die Steuerung des Abschreckdilatometers deshalb stark nachregeln muss, was sich in einem Einpendeln der Kurve äußert. Im Vergleich der darunterliegenden Aufnahmen (d) und (f) der Hohlprobe mit denen der Vollprobe ((c) und (e)) zeigt sich, dass das Gefüge der beiden Proben als identisch erscheint.

Abbildung 50 zeigt die Mikrohärtewerte (rote Markierungen, linke Achse) und Makrohärtewerte (schwarze Markierungen, rechte Achse) der beiden Proben aus dem ersten Vergleichstest. Es ist ersichtlich, dass sowohl die Mikrohärtewerte des Martensits und Delta-Ferrits als auch die Makrohärtewerte der beiden Proben sehr gut übereinstimmen. Es ist somit ersichtlich, dass die Probengeometrie keinen bzw. einen vernachlässigbar kleinen Einfluss auf die Temperaturverteilung durch die induktive Wärmeeinbringung hat.

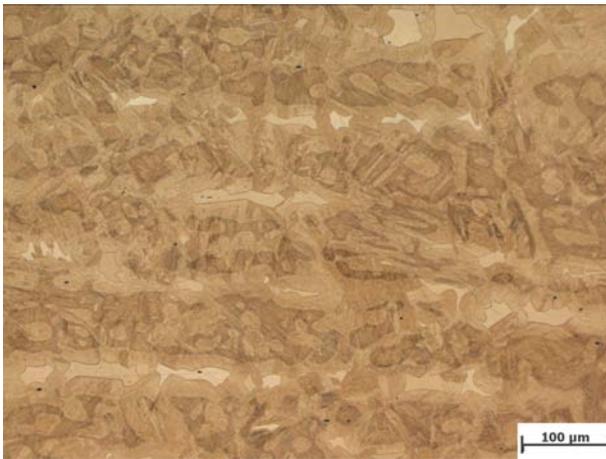
In einem weiteren Vergleichstest soll untersucht werden, ob die unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten, welche sich aufgrund der Probengeometrien und der damit verbundenen rascheren Kühlung der Hohlprobe ergeben, einen Einfluss auf das Ergebnis haben. Dazu wird der zuvor verwendete Temperaturzyklus herangezogen, mit dem Unterschied, dass die Abkühlsequenz entfällt und durch ein Abkühlen mit maximal möglicher Geschwindigkeit ersetzt wird. Abbildung 51 zeigt eine Auflistung der Ergebnisse aus dem zweiten Vergleichstest. In (a) und (b) sind die Abkühlkurven der beiden Proben dargestellt, wobei ersichtlich ist, dass die Hohlprobe aufgrund ihres geringeren Volumens und der zusätzlichen Kühlung von innen heraus wesentlich früher Raumtemperatur erreicht. Die Aufnahmen unter den jeweiligen Abkühlkurven zeigen das entstandene Gefüge, welches im Vergleich der beiden Proben erneut als identisch erscheint. Bei der Gegenüberstellung der Gefügebilder aus dem ersten und zweiten Vergleichstest (Abbildung 49 und 51) ist erkennbar, dass bei allen Proben ein vergleichbares Gefüge entstanden ist.



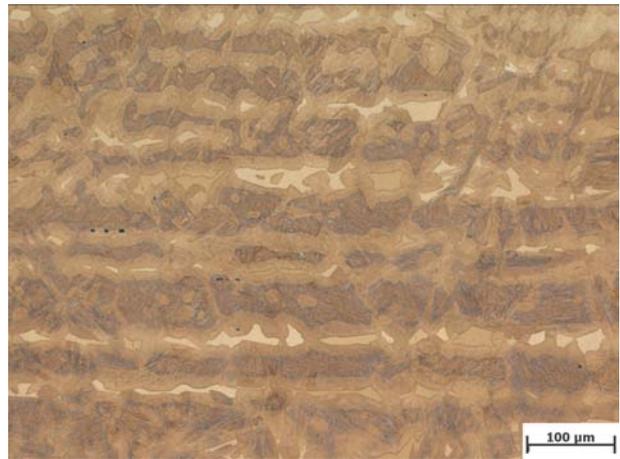
(a) Vollprobe, tatsächliche Abkühlkurve



(b) Hohlprobe, tatsächliche Abkühlkurve



(c) Vollprobe, entstandenes Gefüge



(d) Hohlprobe, entstandenes Gefüge



(e) Vollprobe, entstandenes Gefüge



(f) Hohlprobe, entstandenes Gefüge

Abbildung 51 Ergebnisse des zweiten Vergleichstests mit maximaler Abkühlgeschwindigkeit

Abbildung 52 zeigt die Mikrohärtewerte (rote Markierungen, linke Achse) und Makrohärtewerte (schwarze Markierungen, rechte Achse) aller Proben aus beiden Vergleichstests. Es ist erkennbar, dass die Messung für alle Proben vergleichbare Härtewerte ergibt.

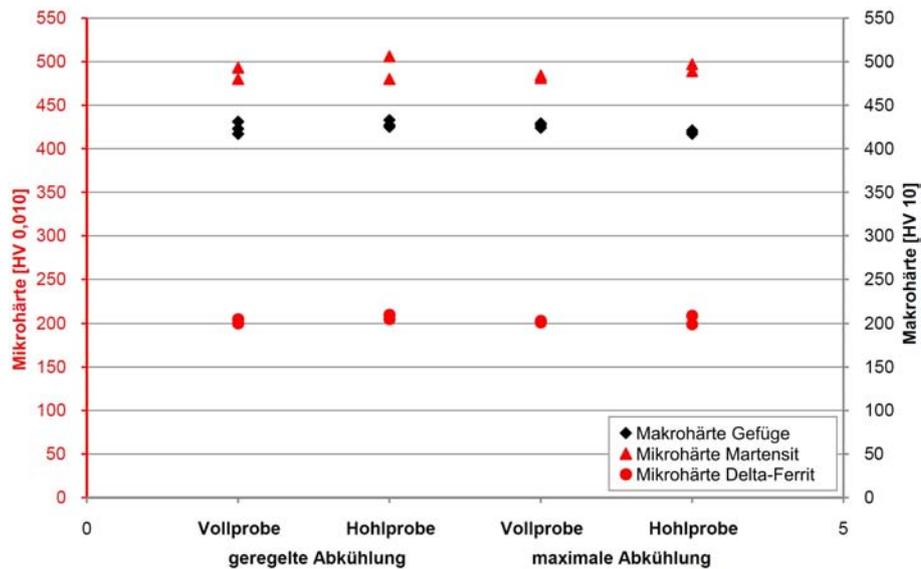


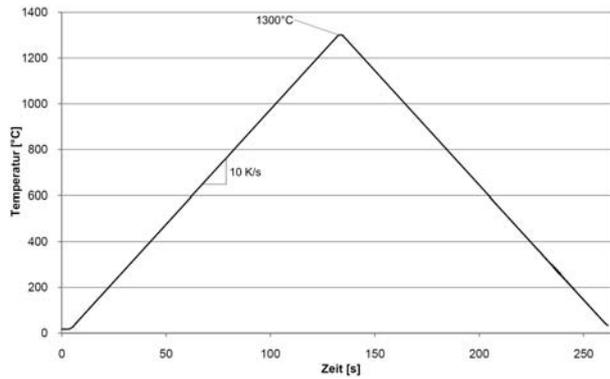
Abbildung 52 Mikro- und Makrohärte der Proben des ersten und zweiten Vergleichstests

Mit den Vergleichstests ist belegt, dass keine bzw. lediglich eine vernachlässigbar kleine Beeinflussung der Versuchsergebnisse durch die Verwendung zweier unterschiedlicher Probengeometrien vorliegt. Darum kommen in den nachfolgenden Untersuchungen beide Probengeometrien, entsprechend der Erläuterungen in Kapitel 5, zum Einsatz.

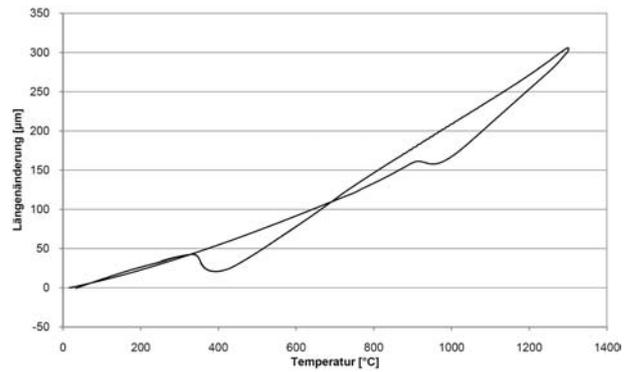
7.1.3 Ergebnisse des ersten Versuchszyklus

Der Temperaturverlauf und Zweck des ersten Versuchszyklus ist in Kapitel 5.3.3 erläutert. Die Ergebnisse des ersten Versuches daraus sind in Abbildung 53 dargestellt. In (a) und (b) sind die aufgezeichneten Daten des Abschreckdilatometers graphisch dargestellt, wobei für diese Arbeit lediglich der tatsächliche Verlauf der Probentemperatur (a) und die Dilatometerkurve (b) von Interesse sind. Abbildung 53(c) und (d) zeigen das in diesem Versuch erzeugte Gefüge. Die hellen Körner stellen den Delta-Ferrit dar, welcher in diesem Fall die martensitischen Kristallkörner netzartig umgibt. Es ist erkennbar, dass die Lage und Verteilung des Delta-Ferrits einer Textur unterliegt, welche diesen, entsprechend der Ausrichtung der hellen Linien im Ausgangszustand, in parallelen Streifen auftreten lässt. Spätere Untersuchungen und Simulationen sollen den Zusammenhang zwischen den mit Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) angereicherten Ausscheidungen in den hellen Streifen des Ausgangszustandes und der Bildung von Delta-Ferrit in Verbindung mit diesen Legierungselementen zeigen. In Abbildung 53(d) sind einzelne Ausscheidungen im Bereich des Delta-Ferrits erkennbar, welche darauf hinweisen, dass sie beim erneuten Auflösen von Teilen des Delta-Ferrits entstanden sind. Im Zuge des zweiten Versuchszyklus in Kapitel 7.1.4 soll die Entstehung und Auflösung des Delta-Ferrits im Verlauf dieses Temperaturzyklus gezeigt werden.

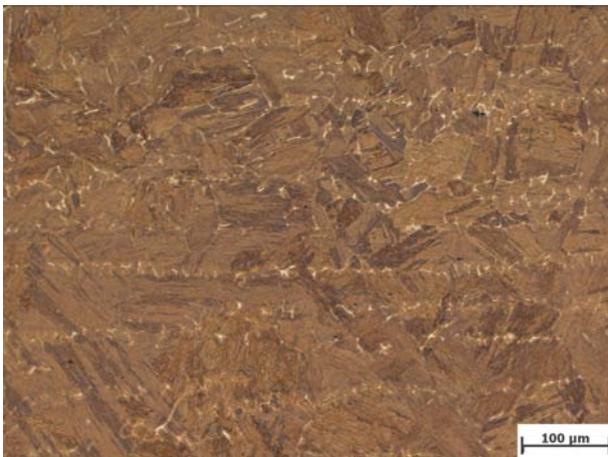
In Abbildung 54 sind die Ergebnisse des zweiten Versuchs mit einem Temperaturgradienten von 1 K/s beim Aufheizen und Abkühlen dargestellt. In (c) und (d) ist erkennbar, dass sowohl die Delta-Ferrit- als auch die Martensit-Körner aufgrund des längeren Verweilens bei hohen Temperaturen größer als bei der vorigen Probe sind. Ebenso sind die Ausscheidungen im Bereich des Delta-Ferrits in der zweiten Probe größer. Trotz des langsamen Abkühlens hat



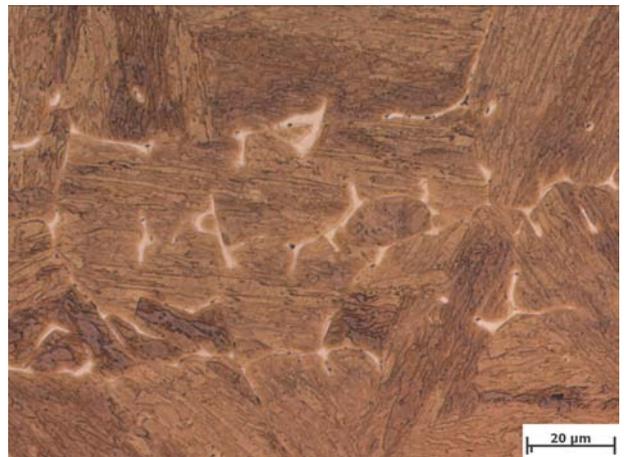
(a) gemessener Temperaturverlauf



(b) aufgezeichnete Dilatometerkurve



(c) entstandenes Gefüge

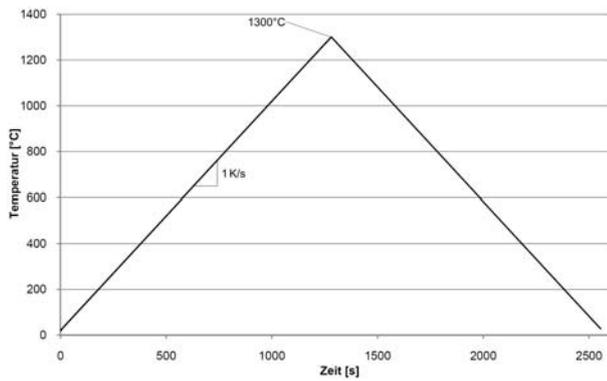


(d) entstandenes Gefüge

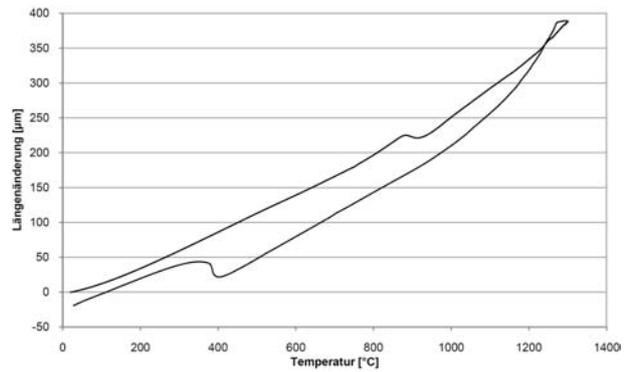
Abbildung 53 Ergebnisse von Versuchszyklus 1 Probe 1 (aufgeheizt und abgekühlt mit 10 K/s): (a) tatsächlicher Temperaturverlauf; (b) Dilatometerkurve; (c), (d) entstandenes Gefüge

der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge nicht ab-, sondern zugenommen. Das Vorhandensein der Ausscheidungen weist jedoch darauf hin, dass es beim Abkühlen zu einem teilweisen Auflösen des Delta-Ferrits gekommen ist. Der nachfolgende Versuch soll zeigen, welches Erscheinungsbild bzw. welchen Anteil der Delta-Ferrit am höchsten Punkt des Temperaturzyklus hat.

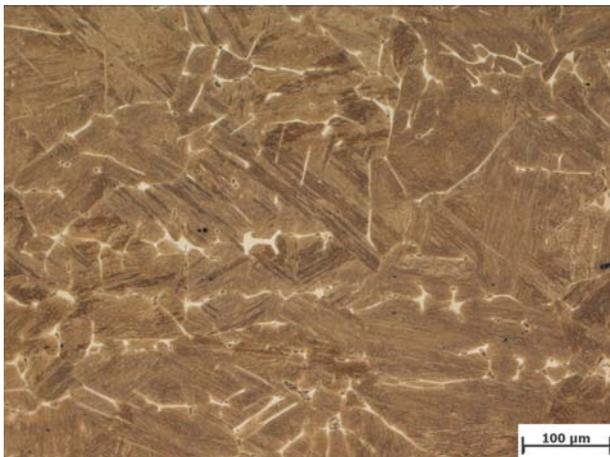
Die Aufnahmen in Abbildung 55 zeigen das Gefüge, welches im Zuge des dritten Versuches entstanden ist. Dabei wurde die Probe nach Erreichen von 1300°C abgeschreckt. Der Delta-Ferrit bildet hierbei große, abgegrenzte Körner, welche keine Ähnlichkeit mit der netzartigen Struktur, wie sie im vorigen Versuch zu sehen ist, haben. Die Kontur der Delta-Ferrit-Körner ist kompakt, wobei in Abbildung 55(b) feine schwarze Ausscheidungen entlang der Korngrenzen zu erkennen sind. Weiters zeigt der Martensit im Bereich der Delta-Ferrit-Körner ein helleres Erscheinungsbild. In größerem Abstand zu den Korngrenzen geht dieser hinter einer dunklen Linie abrupt in eine dunklere Farbe über (rote Pfeile in Abbildung 55(b)). Die Linie am Übergang könnte aus einem lokal stärkeren Ätzangriff resultieren.



(a) gemessener Temperaturverlauf



(b) aufgezeichnete Dilatometerkurve



(c) entstandenes Gefüge

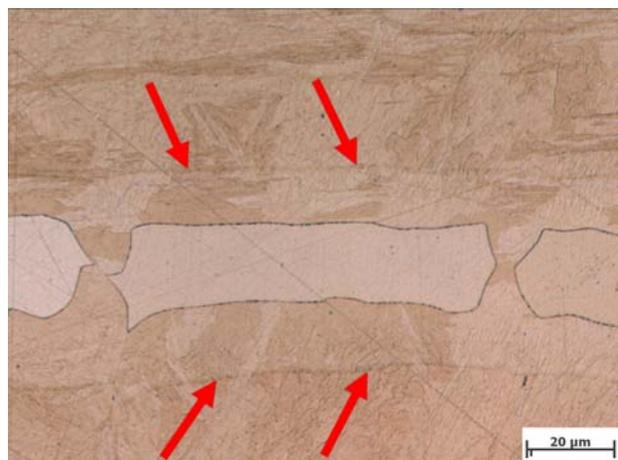


(d) entstandenes Gefüge

Abbildung 54 Ergebnisse von Versuchszyklus 1 Probe 2 (aufgeheizt und abgekühlt mit 1 K/s): (a) tatsächlicher Temperaturverlauf; (b) Dilatometerkurve; (c), (d) entstandenes Gefüge



(a) entstandenes Gefüge



(b) entstandenes Gefüge

Abbildung 55 Ergebnisse von Versuchszyklus 1 Probe 3 (aufgeheizt mit 1 K/s, abgeschreckt bei 1300°C): (a), (b) entstandenes Gefüge

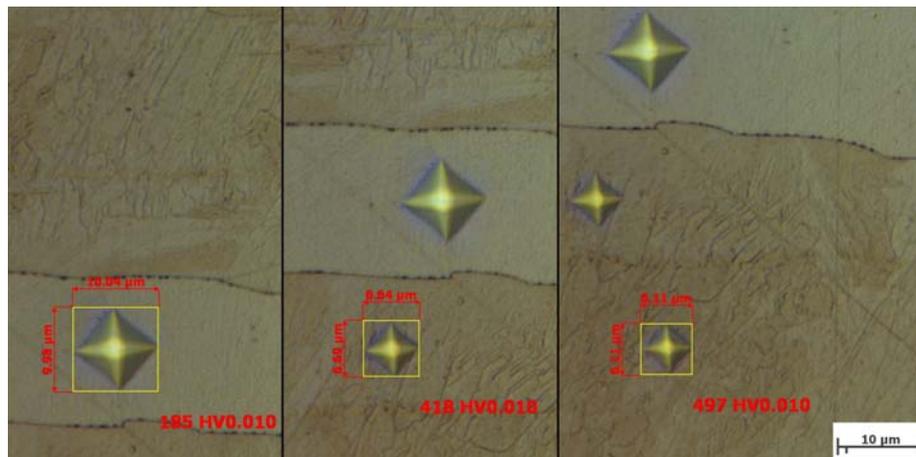
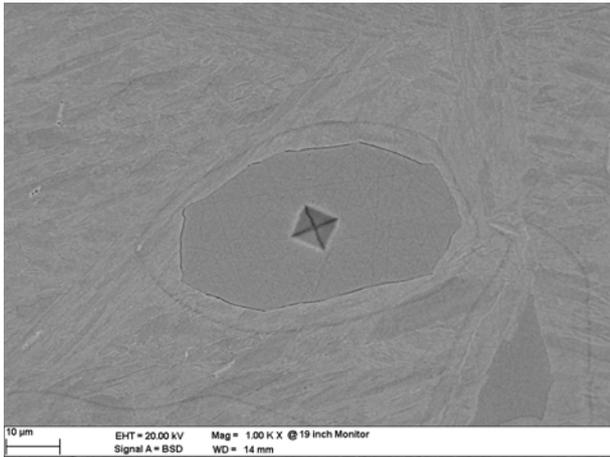


Abbildung 56 Mikrohärtewerte in und im Bereich um ein Delta-Ferrit-Korn

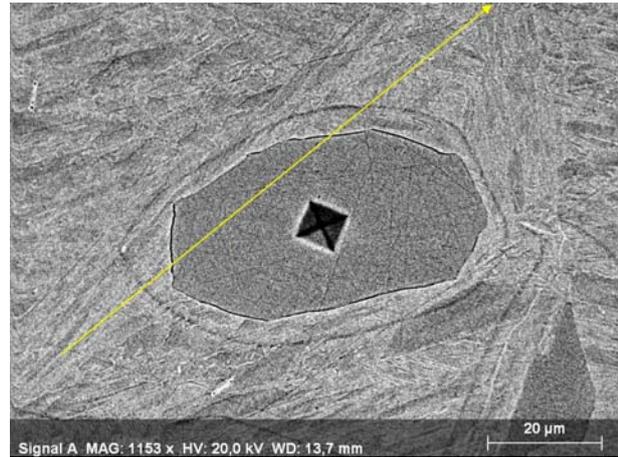
Drei Mikrohärtemessungen, welche in Abbildung 56 zusammengefasst dargestellt sind, zeigen, dass der hellere Martensit im Bereich des Delta-Ferrits eine wesentlich niedrigere Härte aufweist als der dunklere in größerer Entfernung. Die Härte des Delta-Ferrits ist erwartungsgemäß niedrig und liegt bei dieser Messung unter 200 HV 0,010. Um untersuchen zu können, ob die voneinander abweichenden Härtewerte des Martensits durch Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung hervorgerufen werden, sind in Abbildung 57 die Ergebnisse einer REM- und EDX-Analyse mittels eines Linescans dargestellt. Diese Untersuchung soll auch zeigen, ob sich die chemische Zusammensetzung des Delta-Ferrits stark von der des umgebenden Gefüges unterscheidet.

Abbildung 57(a) zeigt ein Abbild der rückgestreuten Elektronen. Üblicherweise werden damit Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung erkennbar. Es ist sowohl der Delta-Ferrit als auch die Grenze, an welcher der Martensit von der hellen in die dunkle Erscheinungsform übergeht, erkennbar, was jedoch nicht zwangsläufig auf einen Unterschied in der chemischen Zusammensetzung hinweist, sondern auch durch einen anderen Kristallaufbau oder einen Unterschied im Angriff durch das Ätzmittel begründet sein kann, da es sich um eine geätzte Probe handelt. Ein Linescan, dessen Verlauf in (b) dargestellt ist, soll Aufschluss darüber geben. In (c) und (d) ist erkennbar, dass es beim Durchlaufen des Delta-Ferrit-Korns und dessen Umgebung zu keinen erkennbaren Schwankungen in der chemischen Zusammensetzung kommt. Mit den zur Verfügung stehenden Untersuchungsgeräten kann nicht eindeutig festgestellt werden, ob die unterschiedlichen Farbschattierungen der Gefügebestandteile in Abbildung 57(a) durch die chemische Zusammensetzung, durch ungleichmäßigen Ätzangriff an der Oberfläche oder durch die unterschiedliche Kristallstruktur hervorgerufen werden, da im Speziellen die Messung des Kohlenstoffgehaltes (C) mit dem verwendeten REM bzw. EDX keine genauen Ergebnisse liefert. Genauere Untersuchungen sollten in weiterführenden Arbeiten mit sensibleren Untersuchungsgeräten bzw. -verfahren erfolgen.

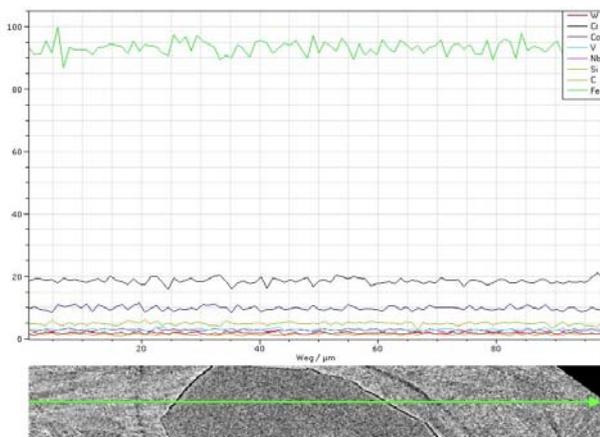
Abbildung 58 zeigt eine Zusammenstellung der Ergebnisse eines EDX-Mappings, welches den gesamten Bereich eines Delta-Ferrit-Korns analysiert. Es ist ersichtlich, dass mit dem für diese Untersuchungen verwendeten REM bzw. der verwendeten EDX-Einrichtung keiner der untersuchten Legierungsbestandteile eine Anreicherung im Bereich des Delta-Ferrit-Korns und dessen Umgebung aufweist. Es kann somit nicht gezeigt werden, dass im Delta-Ferrit



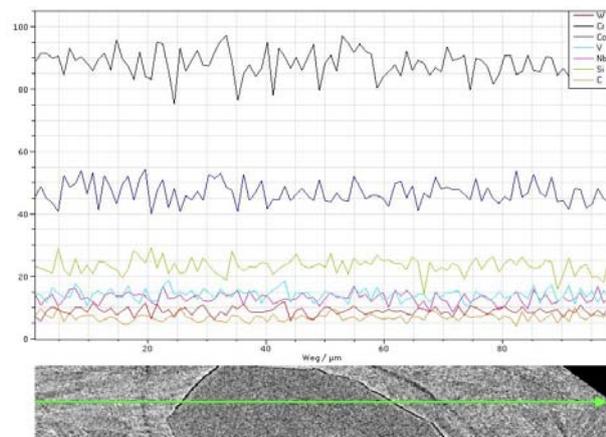
(a) REM-Aufnahme, BSD



(b) EDX-Linescan, Verlauf



(c) EDX-Linescan (Fe, Cr, W, V, Nb, C, Co, Si)



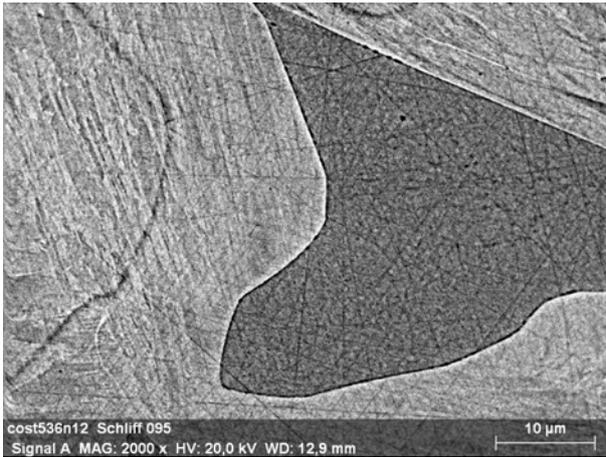
(d) EDX-Linescan (Cr, W, V, Nb, C, Co, Si)

Abbildung 57 Ergebnisse einer REM- und EDX-Analyse, Versuchszyklus 1 Probe 3 (aufgeheizt mit 1 K/s, abgeschreckt bei 1300°C): (a) REM-Aufnahme; (b), (c), (d) EDX-Linescan

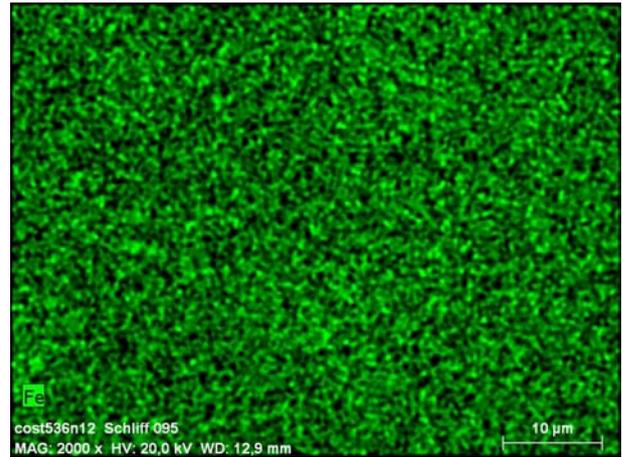
ein wesentlich größerer Anteil an Wolfram gelöst ist als im Martensit. Ebenso weisen die Korngrenzen des Delta-Ferrits keine erhöhten Konzentrationen an Legierungselementen auf.

Abbildung 59 zeigt eine REM-Aufnahme der rückgestreuten Elektronen einer Korngrenze zwischen einem Delta-Ferrit-Korn und dem martensitischen Gefüge. Die einzelnen Gefügebestandteile sind eindeutig voneinander unterscheidbar. In der Aufnahme sind die Ausscheidungen, welche bei der lichtmikroskopischen Untersuchung in Abbildung 55(b) als schwarze Punkte erkennbar sind, sichtbar. Die schwarze Färbung der Ausscheidungen weist darauf hin, dass diese aus leichten Elementen bestehen. Eine genauere Analyse dieser Ausscheidungen ist mit den verwendeten Untersuchungseinrichtungen nicht möglich. Das EDX-Mapping in Abbildung 58 kann diese aufgrund ihrer geringen Größe nicht detektieren.

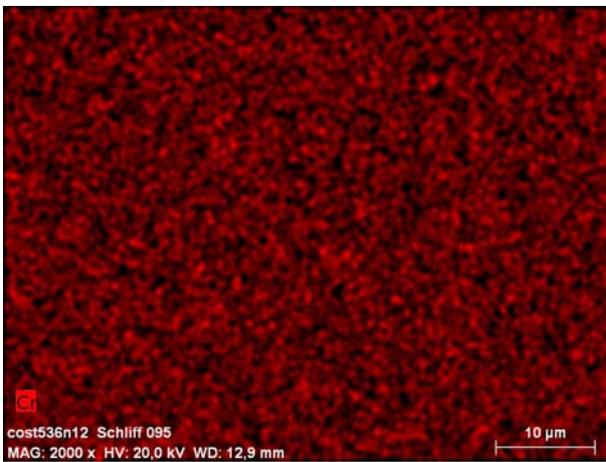
Es kann somit festgehalten werden, dass eine weiterführende Untersuchung mit sensibleren Geräten eventuell auch geringste Abweichungen in der chemischen Zusammensetzung des Delta-Ferrits und dessen Umgebung sichtbar machen könnte.



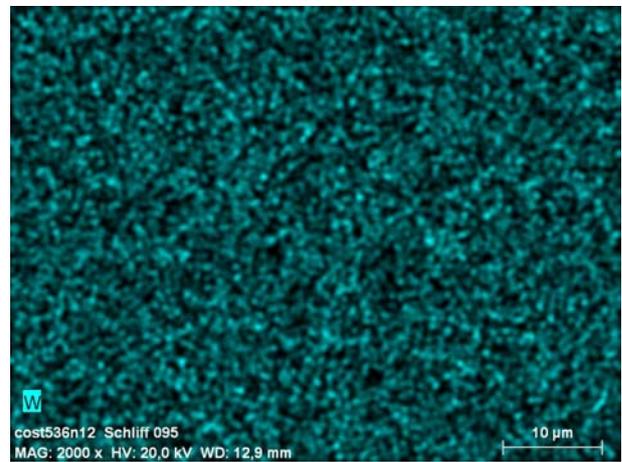
(a) EDX-Mapping, Ausschnitt



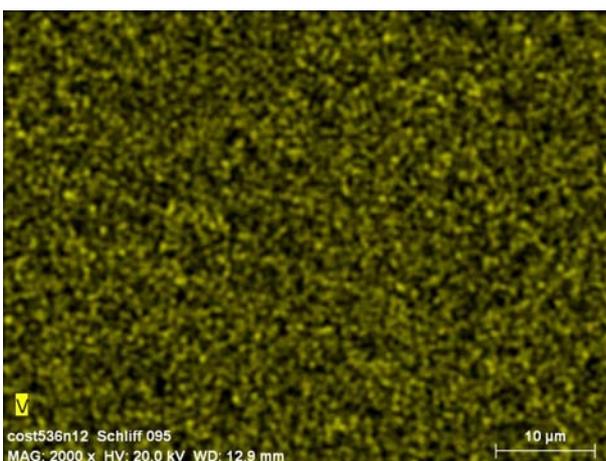
(b) EDX-Mapping, Eisen (Fe)



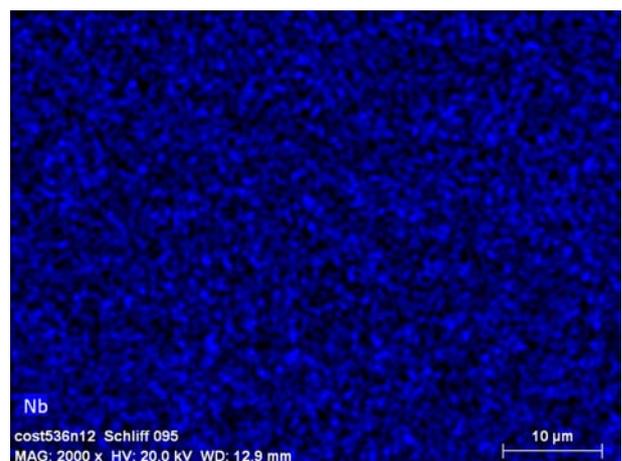
(c) EDX-Mapping, Chrom (Cr)



(d) EDX-Mapping, Wolfram (W)



(e) EDX-Mapping, Vanadium (V)



(f) EDX-Mapping, Niob (Nb)

Abbildung 58 Ergebnisse eines EDX-Mappings, Versuchszyklus 1 Probe 3 (aufgeheizt mit 1 K/s, abgeschreckt bei 1300°C)

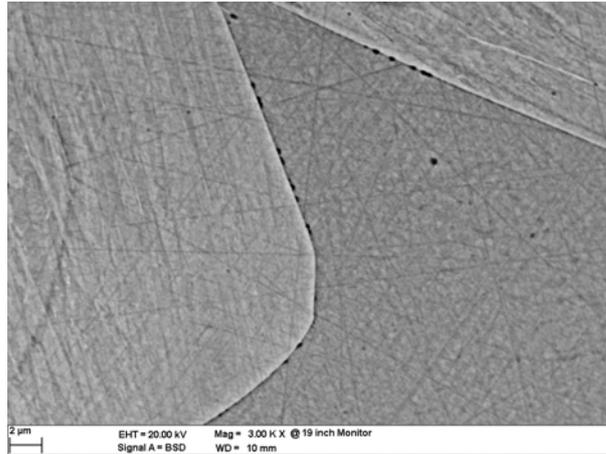


Abbildung 59 REM-Aufnahme (BSD) der Korngrenze eines Delta-Ferrit-Korns in Probe 3 (aufgeheizt mit 1 K/s, abgeschreckt bei 1300°C)

7.1.4 Ergebnisse des zweiten Versuchszyklus

Der Temperaturverlauf des zweiten Versuchszyklus entspricht jenem des ersten Versuchszyklus mit dem Unterschied, dass dieser nun nach Erreichen fest vorgegebener Temperaturen unterbrochen wird und die Proben abgeschreckt werden. Die Temperaturverläufe und der Zweck dieses Versuchszyklus sind in Kapitel 5.3.4 erklärt.

Der Einfachheit halber werden die Einzelversuche nicht entsprechend ihrer Endtemperatur benannt, sondern als Proben mit einer aufsteigenden Nummer bezeichnet. Die Nummern der einzelnen Proben und deren Temperaturverläufe sind in Abbildung 60 graphisch dargestellt. Die Temperaturgradienten beim Aufheizen und Abkühlen betragen jeweils 10 K/s, das Abschrecken erfolgt mit maximal erreichbarer Abkühlrate.

Probe 1 dieses Versuchszyklus wurde bei Erreichen von 850°C auf Raumtemperatur abgeschreckt. Abbildung 61(a) und (b) zeigen das entstandene Gefüge, welches bei Betrachtung mit dem Lichtmikroskop keinerlei Veränderungen gegenüber dem Ausgangszustand erkennen

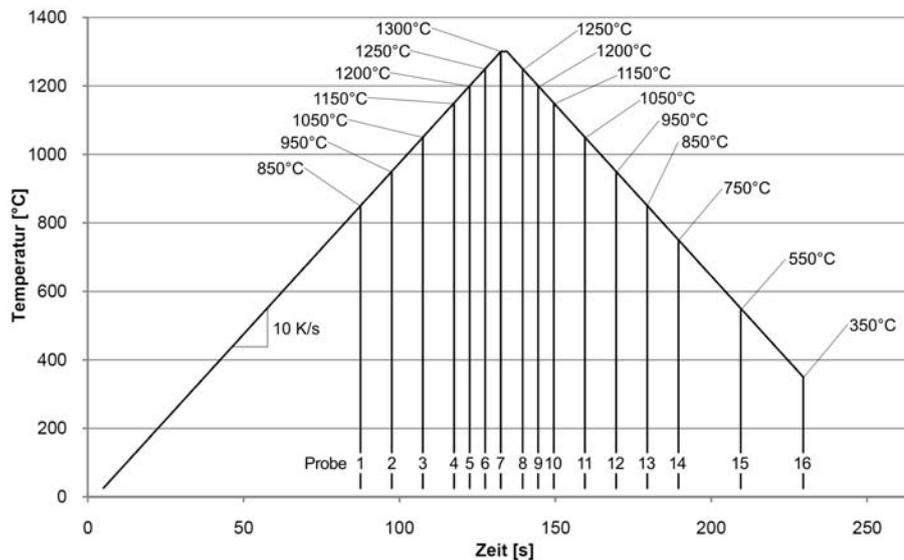
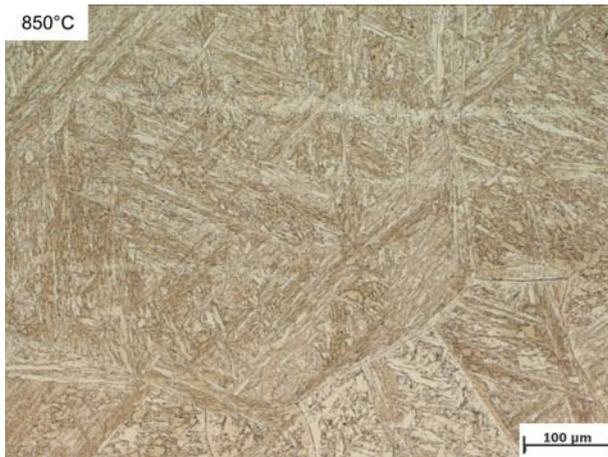


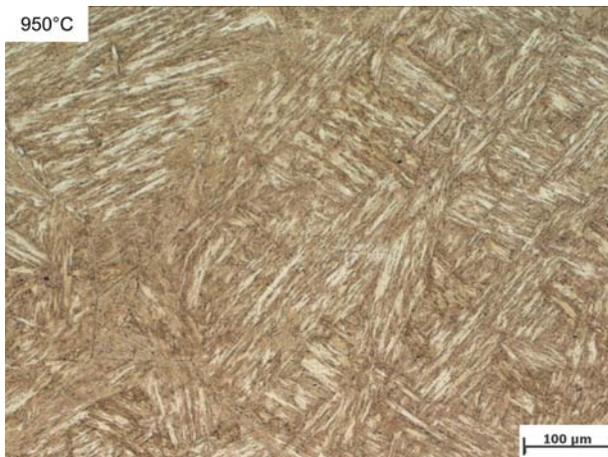
Abbildung 60 Temperaturverläufe und Probennummern des zweiten Versuchszyklus



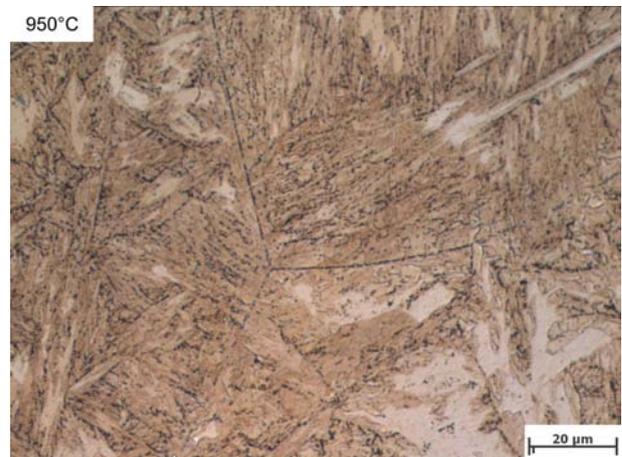
(a) Gefüge Probe 1



(b) Gefüge-Detail Probe 1



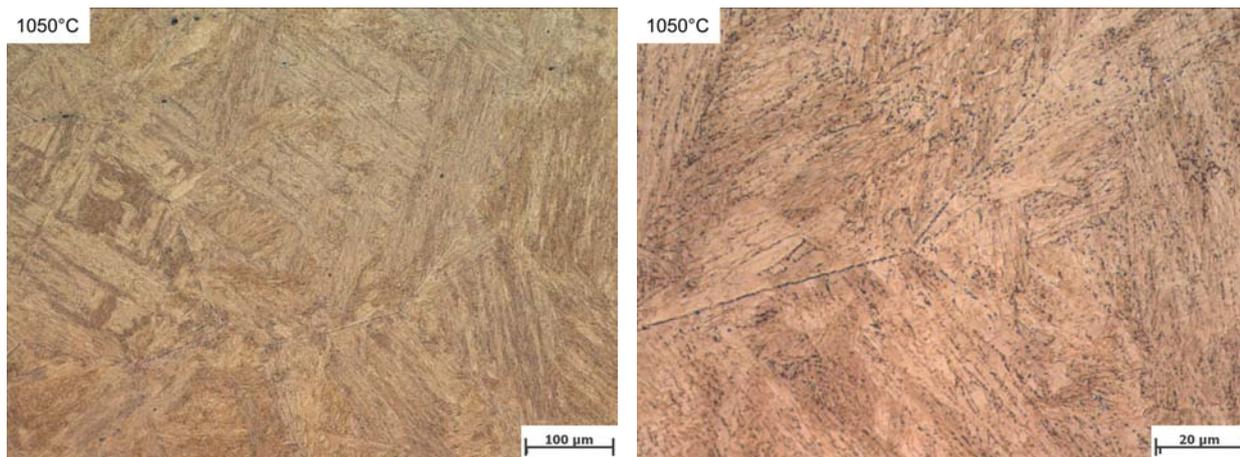
(c) Gefüge Probe 2



(d) Gefüge-Detail Probe 2

Abbildung 61 Gefüge von: (a), (b) Probe 1 (abgeschreckt bei 850°C); (c), (d) Probe 2 (abgeschreckt bei 950°C)

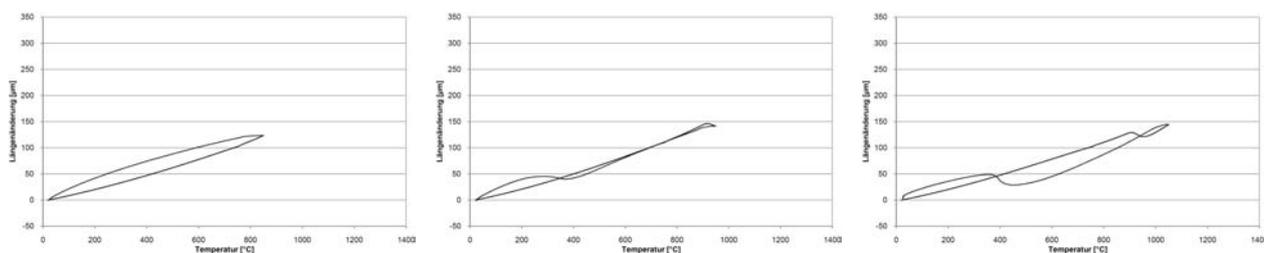
lässt. Die Aufnahmen von Probe 2 (Abbildung 61(c) und (d)) zeigen, dass bis zum Erreichen von 950°C eine leichte Veränderung stattgefunden hat, weshalb das Ergebnis der Ätzung anders als jenes des Ausgangszustandes erscheint. Die Lattengrenzen des Martensits sind stärker erkennbar, jedoch die ehemaligen Austenitkorn Grenzen schwächer. Abbildung 62(a) und (b) zeigen das Gefüge von Probe 3, welches in seiner Struktur erneut dem Ausgangszustand stark ähnelt, jedoch in seinem Ätzangriff noch stärker abweicht. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen erscheinen gleichmäßiger, wobei die Lattengrenzen des Martensits und die Korngrenzen des ehemaligen Austenits weniger deutlich erkennbar sind. Abbildung 63 zeigt die Dilatometerkurven der ersten drei Proben. Es ist ersichtlich, dass die Spitzentemperatur, welche Probe 1 erreicht hat, zu gering war, um in den Bereich einer Umwandlung zu gelangen, weshalb das Gefüge größtenteils mit dem des Ausgangszustandes übereinstimmt. Probe 2 (Abbildung 63(b)) hat mit 950°C eine Temperatur erreicht, welche hoch genug für den Beginn



(a) Gefüge Probe 3

(b) Gefüge-Detail Probe 3

Abbildung 62 Gefüge von Probe 3 (abgeschreckt bei 1050°C)



(a) Probe 1

(b) Probe 2

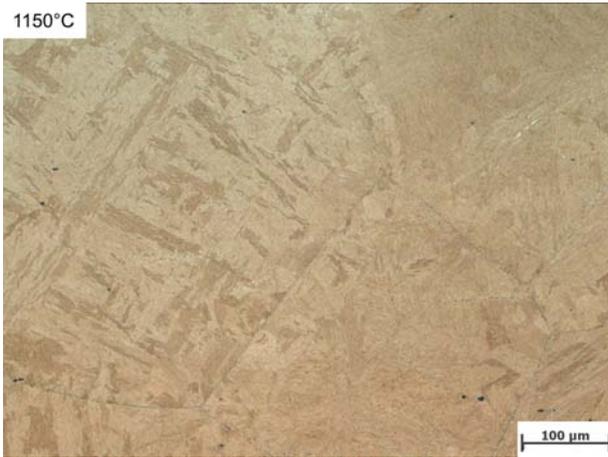
(c) Probe 3

Abbildung 63 Dilatometerkurven: (a) Probe 1 (abgeschreckt bei 850°C); (b) Probe 2 (abgeschreckt bei 950°C); (c) Probe 3 (abgeschreckt bei 1050°C)

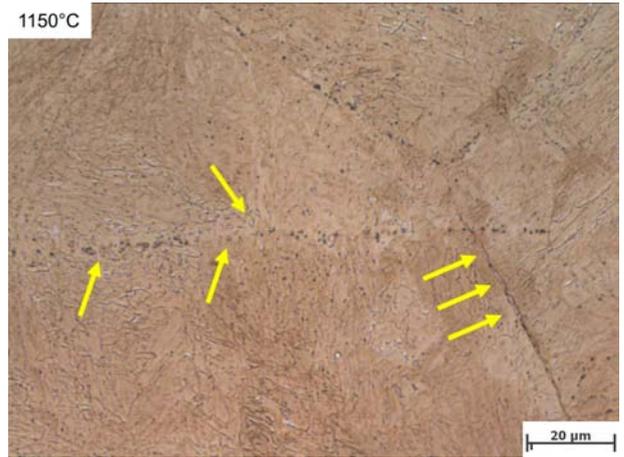
einer Umwandlung war, ist jedoch in dieser nicht weit fortgeschritten, weshalb die Veränderungen nur von geringfügigem Ausmaß sind. Abbildung 63(c) zeigt, dass Probe 3 eine vollständige Umwandlung durchlaufen hat, was das stärker veränderte Erscheinungsbild des Gefüges erklärt.

Abbildung 64(a) und (b) zeigen Aufnahmen von Probe 4, welche bei Erreichen von 1150°C abgeschreckt wurde. In (b) ist eine linienförmige Ansammlung von Ausscheidungen, welche eine ehemalige Austenitkorngrenze kreuzt, erkennbar, wie sie schon in Kapitel 7.1.1 genauer untersucht wurde. Es ist nicht auszuschließen, dass es sich bei den mit gelben Pfeilen markierten kleinen Körnern bereits um die ersten Delta-Ferrit-Körner handelt. Ein Nachweis ist jedoch aufgrund der geringen Größe der Körner und aufgrund der Tatsache, dass Delta-Ferrit nicht mithilfe einer EDX-Analyse sichtbar gemacht werden kann, nicht möglich.

Die Aufnahmen in Abbildung 64(c) und (d) zeigen das Gefüge von Probe 5. Hierin sind die Delta-Ferrit-Körner deutlicher als solche erkennbar (gelbe Pfeile in (d)). Diese haben sich entlang der linienförmig angeordneten Ausscheidungen gebildet und sind zu einer Größe von bis zu etwa 10 µm gewachsen. Kleinere Körner entlang der ehemaligen Austenitkorngrenzen



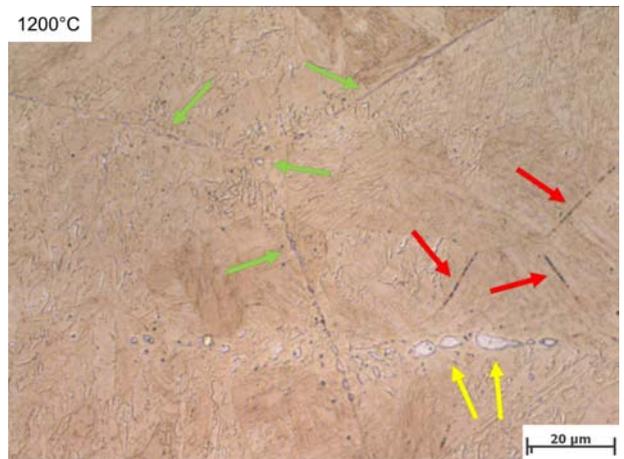
(a) Gefüge Probe 4



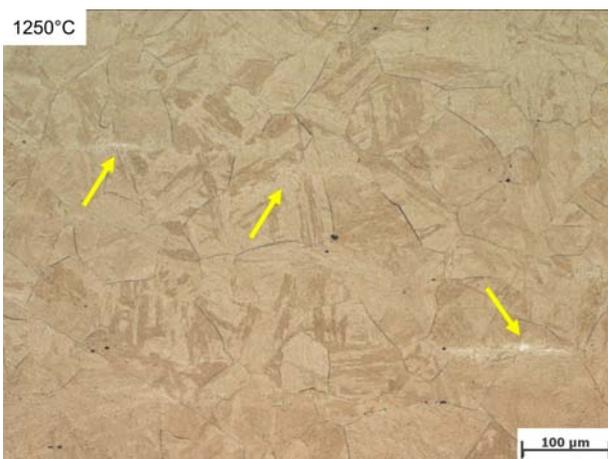
(b) Gefüge-Detail Probe 4



(c) Gefüge Probe 5



(d) Gefüge-Detail Probe 5



(e) Gefüge Probe 6



(f) Gefüge-Detail Probe 6

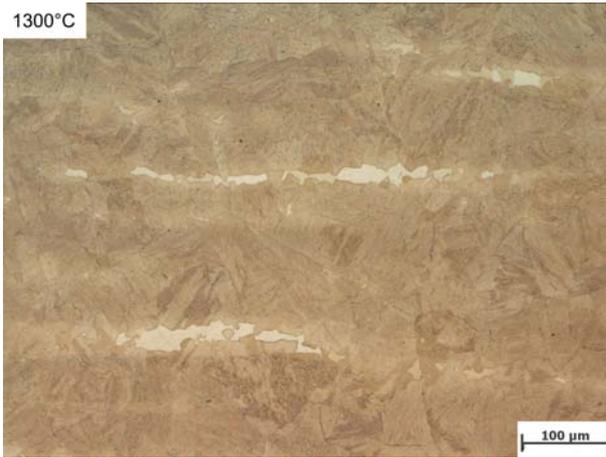
Abbildung 64 Gefüge von: (a), (b) Probe 4 (abgeschreckt bei 1150°C); (c), (d) Probe 5 (abgeschreckt bei 1200°C); (e), (f) Probe 6 (abgeschreckt bei 1250°C)

(grüne Pfeile), welche bereits in Probe 4 aufgetreten sind, können wie zuvor nicht eindeutig dem Delta-Ferrit zugeordnet werden. Die Größe dieser Körner hat im Vergleich zur vorigen Probe nur geringfügig zugenommen. Es ist anhand dieser Probe (c) ersichtlich, dass sich Delta-Ferrit vornehmlich entlang der linienförmigen Ausscheidungen bildet, welche, wie bereits in Kapitel 7.1.1 gezeigt, neben Chrom (Cr) auch Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) enthalten. Weiters ist erkennbar, dass es bei den höheren Temperaturen in diesem Versuch zur Bildung neuer, kleinerer Austenitkörner gekommen ist, an deren Korngrenzen sich feine, in dieser Ätzung schwarz erscheinende, Ausscheidungen befinden (rote Pfeile in (d)).

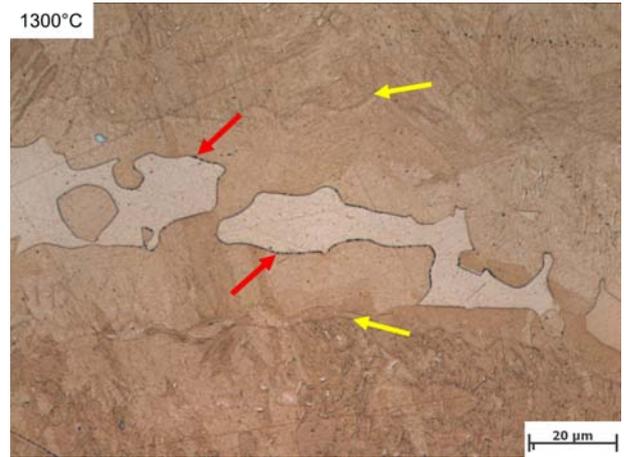
Das Gefüge von Probe 6 ist in den Aufnahmen in Abbildung 64(e) und (f) dargestellt. Diese Probe wurde nach Erreichen einer Temperatur von 1250°C abgeschreckt und auf Raumtemperatur gebracht. In (e) ist erneut erkennbar, dass sich der Delta-Ferrit bevorzugt entlang der linienförmigen Ausscheidungen bildet (gelbe Pfeile) und in der Größe weiter gewachsen ist. In (f) zeigt der Delta-Ferrit zwei unterschiedliche Farbschattierungen, zum einen beinahe weiß und zum anderen hellbraun. Dies wird, wie bereits in Kapitel 5.4.3 erklärt, durch den unterschiedlich starken Ätzangriff verschieden orientierter Delta-Ferrit-Kristalle hervorgerufen. Die Bildung neuer, kleiner Austenitkörner mit feinen Ausscheidungen entlang ihrer Korngrenzen ist noch deutlicher als zuvor erkennbar (roter Pfeil in (f)). Die alten ehemaligen Austenitkorngrenzen und die vormals dort angesiedelten Ausscheidungen werden zunehmend schlechter sichtbar und die Zahl der Körner entlang dieser hat stark abgenommen (grüne Pfeile in (f)).

Abbildung 65(a) und (b) zeigen das Gefüge von Probe 7, welches beim Abschrecken von 1300°C entstanden ist. Im Vergleich zu den vorangegangenen sechs Proben haben die Delta-Ferrit-Körner eine sehr große Ausdehnung erreicht und sind bereits bei geringen Vergrößerungen im Lichtmikroskop erkennbar. Wie bereits bei Probe 3 des ersten Versuchszyklus (Kapitel 7.1.3) aufgetreten, sind die Körner des Delta-Ferrits von einem Bereich mit hellerem Martensit umgeben, welcher hinter einer markanten Grenze (gelbe Pfeile in (b)) in einen dunkleren Bereich übergeht. Eine nachfolgende Mikrohärtemessung soll zeigen, ob dieser Bereich erneut eine geringere Härte aufweist als der weiter entfernte, dunklere Martensit. Ebenso sind feine Ausscheidungen entlang der Delta-Ferrit-Korngrenzen (rote Pfeile in (b)) erkennbar, welche denen von Probe 3 des ersten Versuchszyklus entsprechen. Die Korngrenzen des ehemaligen Austenits sind nicht mehr sichtbar und auch die neu gebildeten Austenitkorngrenzen sind schlecht erkennbar, da die Menge an Ausscheidungen entlang dieser abgenommen hat.

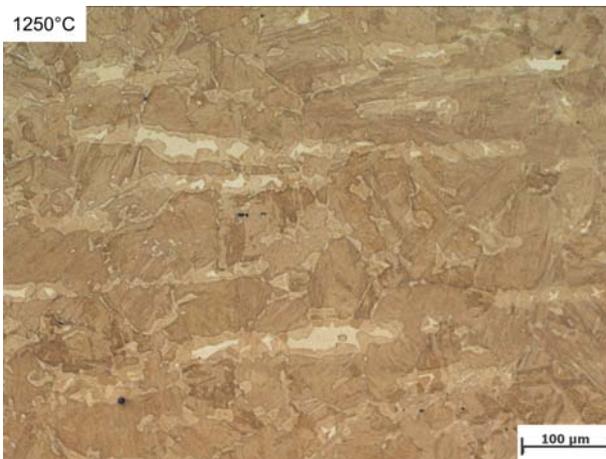
Die Annahme, welche bei den vorangegangenen drei Proben getroffen wurde, dass sich der Delta-Ferrit vornehmlich entlang der linienförmigen Ausscheidungen bildet, wird durch diese und die nachfolgenden Proben bestätigt. Die linienförmigen Ausscheidungen, welche reich an Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) sind, sind in dem vorliegenden Werkstoff die Ursprünge der Delta-Ferrit-Bildung. Von dort ausgehend wächst der Delta-Ferrit zu großen Verbänden zusammen, welche entsprechend der Linien ausgerichtet sind und das Gefüge durchziehen. Dass diese Linien in sämtlichen Aufnahmen horizontal ausgerichtet sind, liegt daran, dass die Proben bei der Betrachtung mit dem Lichtmikroskop dementsprechend ausgerichtet wurden. Dies soll die Vergleichbarkeit der Proben vereinfachen.



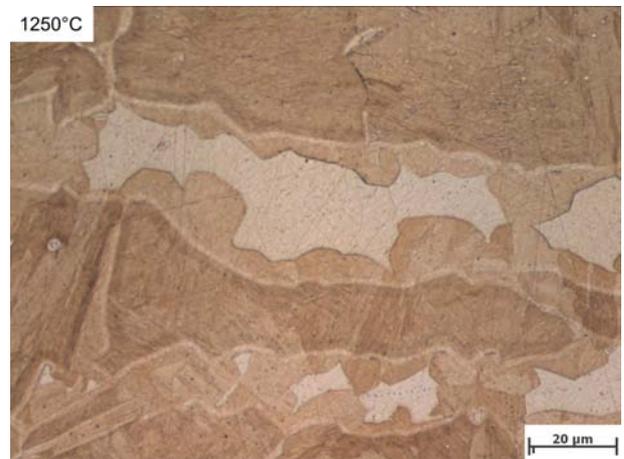
(a) Gefüge Probe 7



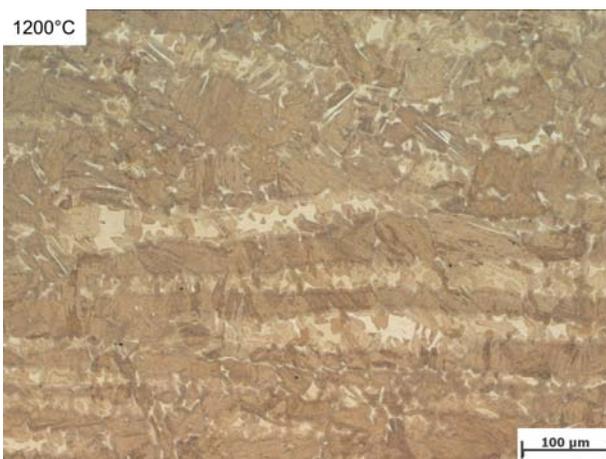
(b) Gefüge-Detail Probe 7



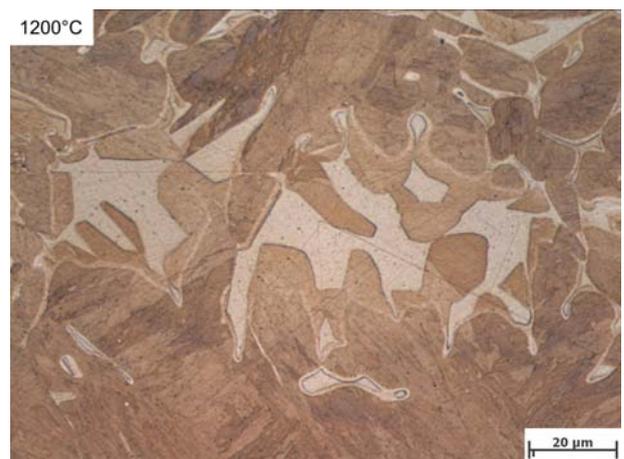
(c) Gefüge Probe 8



(d) Gefüge-Detail Probe 8

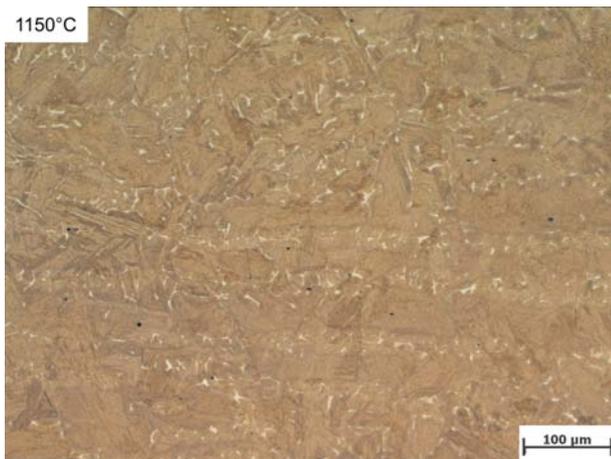


(e) Gefüge Probe 9

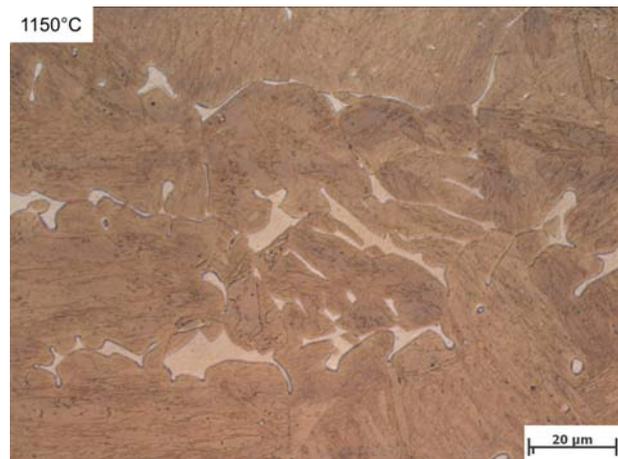


(f) Gefüge-Detail Probe 9

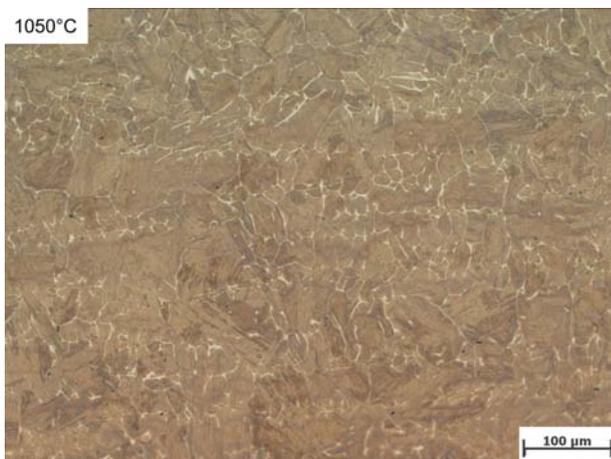
Abbildung 65 Gefüge von: (a), (b) Probe 7 (abgeschreckt bei 1300°C); (c), (d) Probe 8 (abgeschreckt bei 1250°C); (e), (f) Probe 9 (abgeschreckt bei 1200°C)



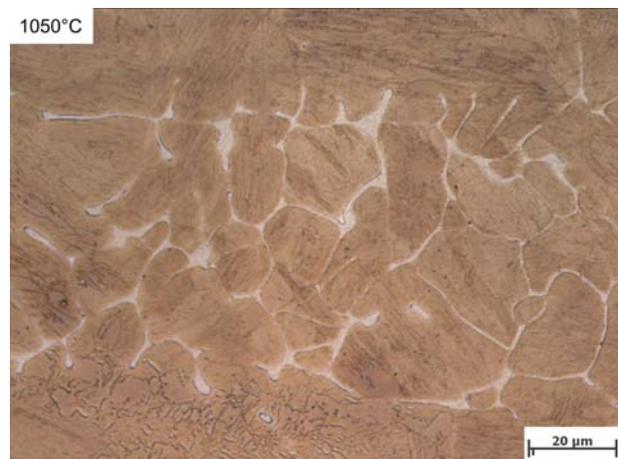
(a) Gefüge Probe 10



(b) Gefüge-Detail Probe 10



(c) Gefüge Probe 11



(d) Gefüge-Detail Probe 11

Abbildung 66 Gefüge von: (a), (b) Probe 10 (abgeschreckt bei 1150°C); (c), (d) Probe 11 (abgeschreckt bei 1050°C)

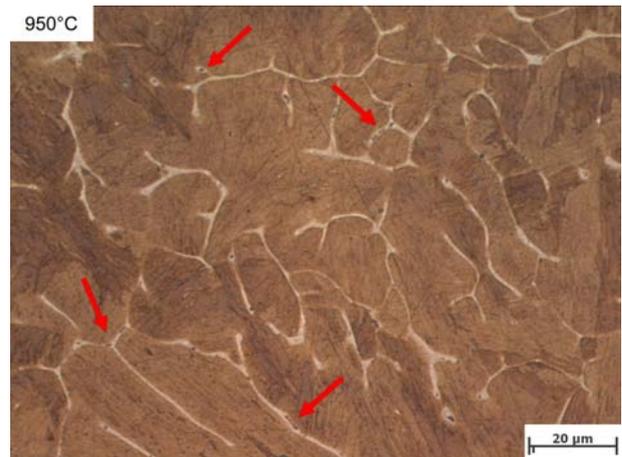
Das Gefüge von Probe 8 ist in Abbildung 65(c) und (d) dargestellt. Es handelt sich um die erste Probe nach Überschreiten der Spitztemperatur von 1300°C. Der Anteil an Delta-Ferrit hat gegenüber Probe 7 weiter zugenommen, wobei dieser nicht mehr derart kompakt wie zuvor auftritt, sondern etwas verteilt im Gefüge vorliegt. Erneut ist der helle Martensit, welcher die Delta-Ferrit-Körner umgibt und die Grenze, an der dieser in seine dunkle Erscheinungsform übergeht, erkennbar.

Probe 9, deren Gefüge in Abbildung 65(e) und (f) dargestellt ist, zeigt ein ähnliches Erscheinungsbild, wobei hier der Delta-Ferrit weiter verzweigt vorliegt. Nach wie vor ist die bevorzugte linienförmige Ausrichtung des Delta-Ferrits, entsprechend der Ausscheidungen im Ausgangszustand, mit dem hellen Bereich, der ihn umgibt, erkennbar.

Der Delta-Ferrit-Anteil hat in Probe 10, welche in Abbildung 66(a) und (b) dargestellt ist, stark abgenommen. Er erscheint immer weiter verzweigt und umgibt Teile der neu entstandenen Austenitkörner. Bei den erkennbaren neuen Austenitkorn Grenzen handelt es sich



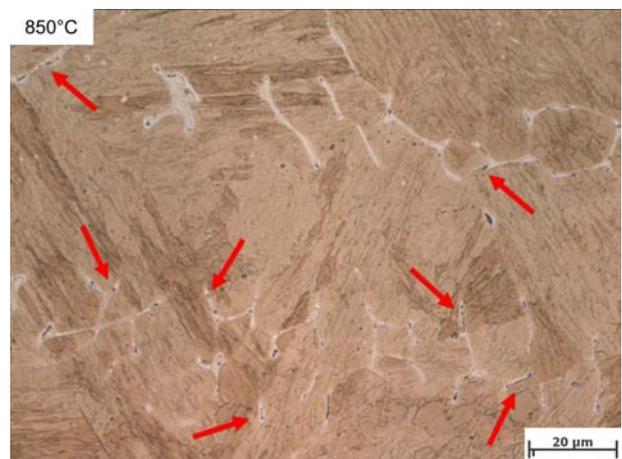
(a) Gefüge Probe 12



(b) Gefüge-Detail Probe 12



(c) Gefüge Probe 13



(d) Gefüge-Detail Probe 13

Abbildung 67 Gefüge von: (a), (b) Probe 12 (abgeschreckt bei 950°C); (c), (d) Probe 13 (abgeschreckt bei 850°C)

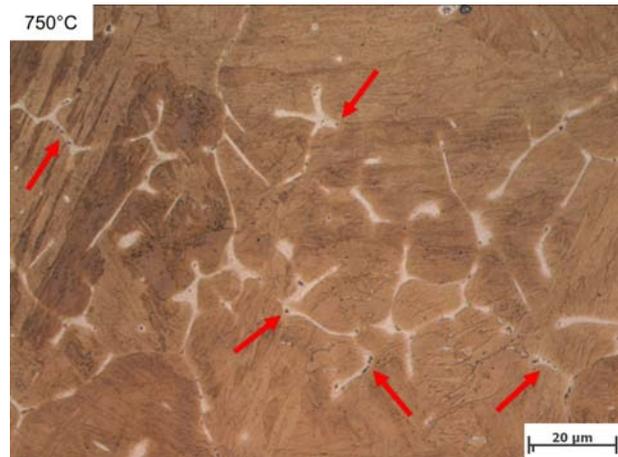
so wie bei jenen des Ausgangszustandes um ehemalige Austenitkorn Grenzen, da der Austenit im Zuge der Abkühlung zu Martensit umwandelt. Es sind keinerlei Ausscheidungen entlang der Korngrenzen bzw. der Lattengrenzen des Martensits erkennbar bzw. die Ausscheidungen sind zu klein, um sie mit lichtmikroskopischen Untersuchungsmethoden erkennen zu können.

In Probe 11 (Abbildung 66(c) und (d)) ist der Delta-Ferrit bereits so weit verzweigt, dass er einen Teil der martensitischen Kristallkörner umschließt. Er bildet dabei keine kompakten Körnern mehr aus, sondern ein in weiten Teilen durchgängiges Netz. In (c) ist der Delta-Ferrit über den gesamten Querschnitt beinahe gleichmäßig verteilt, dennoch ist die Ausrichtung entsprechend der zuvor vorhandenen linienförmig angeordneten Ausscheidungen erkennbar.

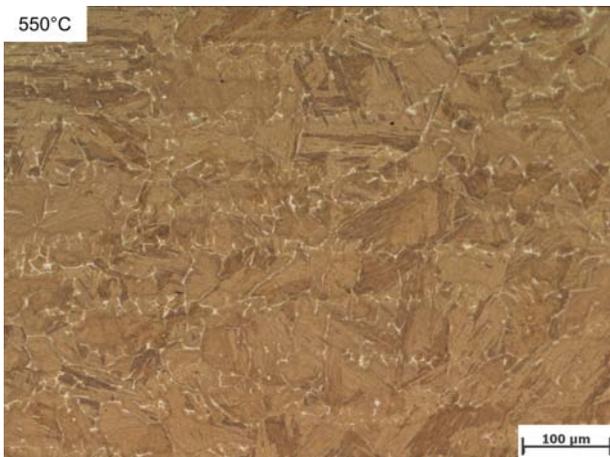
Bei den Proben 12 bis 16 (Abschrecktemperaturen kleiner 950°C) ändert sich die Struktur des Gefüges nur noch geringfügig (siehe Abbildung 67(a) bis (d) und Abbildung 68(a) bis (f)). Die in diesen Proben entstandene Gefügestruktur hat sehr große Ähnlichkeit mit jener von Probe 1 des ersten Versuchszyklus in Kapitel 7.1.3 (aufgeheizt und abgekühlt mit 10 K/s bis



(a) Gefüge Probe 14



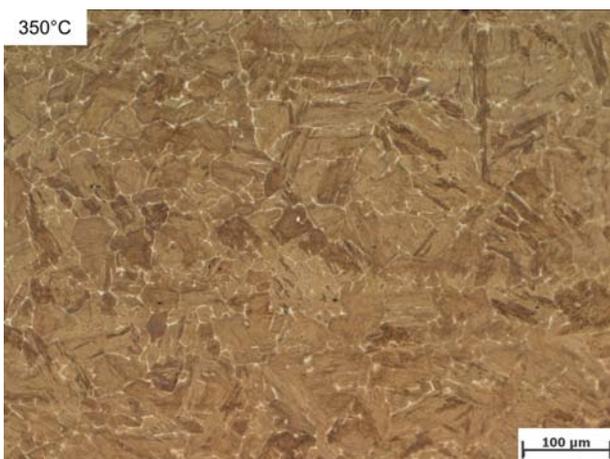
(b) Gefüge-Detail Probe 14



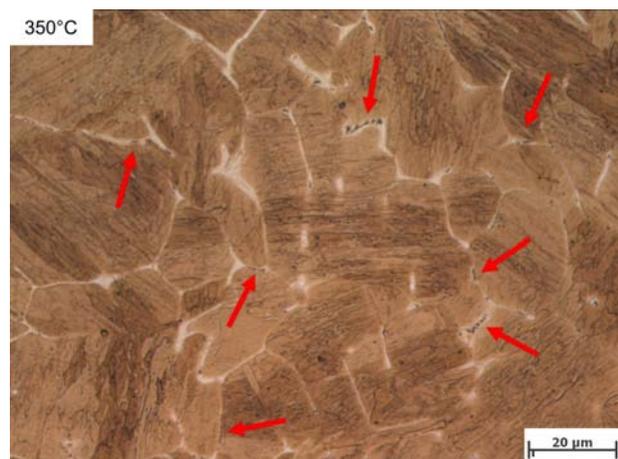
(c) Gefüge Probe 15



(d) Gefüge-Detail Probe 15



(e) Gefüge Probe 16



(f) Gefüge-Detail Probe 16

Abbildung 68 Gefüge von: (a), (b) Probe 14 (abgeschreckt bei 750°C); (c), (d) Probe 15 (abgeschreckt bei 550°C); (e), (f) Probe 16 (abgeschreckt bei 350°C)

zum Erreichen von Raumtemperatur), wobei die Proben 15 und 16 (abgeschreckt bei 550 und 350°C) absolut übereinstimmen. Daraus kann abgeleitet werden, dass mit abnehmender Temperatur bereits ab 1000°C die Veränderungs- bzw. Diffusionsprozesse derart langsam ablaufen, dass bei einer Abkühlgeschwindigkeit von 10 K/s kaum noch erkennbare Veränderungen stattfinden können. Ab 550°C, was der Abschrecktemperatur von Probe 15 entspricht, stehen diese scheinbar still. Diese Temperatur liegt bereits unter der für diesen Werkstoff vorgesehenen Einsatztemperatur von über 600°C, weshalb Veränderungsprozesse unerwünscht wären. In diesem Temperaturbereich kommt es nur noch bei sehr langen Haltezeiten zu diffusionsgesteuerten Veränderungen im Gefüge. Die linienförmige Struktur des Delta-Ferrits, welche das Gefüge durchzieht, bleibt bis zuletzt erhalten. Im Verlauf der Proben 12 bis 16 nimmt die Menge an Ausscheidungen an den Korngrenzen des Delta-Ferrits zu (rote Pfeile in den entsprechenden lichtmikroskopischen Aufnahmen). Diese bilden sich, so wie jene bei der Entstehung des Ausgangszustandes in Kapitel 7.1.1 in Form der linienförmig angeordneten Ausscheidungen, als Restprodukte nach der Auflösung des Delta-Ferrits. Da sich der Delta-Ferrit mehr und mehr auflöst, nehmen diese zu und verbleiben an den Korngrenzen. Der helle Bereich des Martensits, welcher zuvor die großen Delta-Ferrit-Körner umgeben hat, ist beinahe komplett verschwunden. Er ist nur noch als leichter Saum, welcher den netzartigen Delta-Ferrit umgibt, und nur bei starker Vergrößerung erkennbar.

In den Abbildungen 69 und 70 sind die Ergebnisse der Mikro- und Makrohärtemessungen grafisch dargestellt. Die Zahlenwerte der Messergebnisse sind in Tabellen im separaten Anhang zu dieser Arbeit aufgelistet. Es wird auf die Bildung von Mittelwerten und die Berechnung von statistischen Abweichungen verzichtet, da für statistische Auswertungen eine wesentlich größere Zahl an Messwerten je Probe erforderlich wäre. Stattdessen werden die einzelnen Messwerte (in den meisten Fällen wurden 3 Messungen je Gefügebestandteil bzw. bei der Makrohärtemessung je Probe durchgeführt) direkt dargestellt, um einen Anhaltswert für die Härte und die Streuung der Werte erkennen zu können. In beiden Diagrammen sind die Messwerte entsprechend dem Verlauf des Versuchszyklus angeordnet, um diese leichter den einzelnen Proben bzw. Abschreckzeitpunkten zuordnen zu können. Hierfür sind die Temperaturverläufe (rote Linien, linke Achse) zusätzlich eingezeichnet. In Abbildung 69 zeigen die aufgestellten Quadrate die Mikrohärtewerte des Martensits an. Im Falle von Proben mit großen Delta-Ferrit-Körnern im Gefüge, bei welchen der Martensit sowohl eine helle als auch eine dunkle Erscheinungsform aufweist, handelt es sich hierbei um den dunklen Bereich. Die Mikrohärtewerte des hellen Bereichs des Martensits werden mit Kreuzen angezeigt. Die Dreiecke stellen die Mikrohärtewerte des Delta-Ferrits dar.

Im Ausgangszustand des NPM4, wie er in dieser Arbeit verwendet wird, besteht das Gefüge aus angelassenem Martensit. Während der vierstündigen Anlassbehandlung bei 770°C war die Beweglichkeit der Kohlenstoffatome ausreichend groß, um aus den tetragonal verzerrten Elementarzellen herausdiffundieren zu können. Die Gitterverspannungen und die Härte haben dadurch abgenommen und es ist ein entspannter, angelassener, kubischer Martensit entstanden. Der frei gewordene Kohlenstoff hat dabei mit einem Teil der Legierungselemente

Karbide gebildet, welche im Gefüge des Ausgangszustandes nachweisbar sind. Durch erneutes Austenitisieren wird dieser Zustand wieder aufgelöst und es entsteht Austenit mit gelöstem Kohlenstoff. Wird nun aus dem Austenitgebiet abgeschreckt, entsteht Martensit mit hoher Härte und starken Gitterverspannungen, welcher in dieser Arbeit auch als neuer Martensit bezeichnet wird. Je nach chemischer Zusammensetzung der Legierung wird die obere kritische Abkühlgeschwindigkeit schon bei relativ langsam ablaufender Abkühlung erreicht (siehe Kapitel 3.3) und es entsteht 100% Martensit aus dem Austenit.

In Abbildung 69 ist die Mikrohärtigkeit des angelassenen Martensits im Ausgangszustand am linken Rand eingezeichnet. Es ist erkennbar, dass die Mikrohärtigkeit des Martensits im Verlauf des Versuchszyklus sprunghaft ansteigt und auf diesem hohen Niveau von etwa 400 HV 0,010 verbleibt. Dieser Sprung findet innerhalb der ersten drei Proben statt und bleibt bei allen weiteren Proben erhalten. Trotz der rückläufigen Temperatur, von der aus abgeschreckt wird, nimmt die Mikrohärtigkeit des Martensits auch bei den letzten Proben nicht merklich ab.

Wie schon bei der lichtmikroskopischen Untersuchung der ersten drei Proben dieses Versuchszyklus gezeigt, hat die Spitztemperatur von Probe 1, welche bei Erreichen von 850°C abgeschreckt wurde, nicht ausgereicht, um eine Umwandlung des angelassenen Martensits zu Austenit hervorzurufen (Abbildung 63(a)). Aus diesem Grund kann keine Zunahme der Mikrohärtigkeit des Martensits verzeichnet werden, da es zu keiner martensitischen Umwandlung gekommen ist. Bei Probe 2 (abgeschreckt bei Erreichen von 950°C) zeigt Abbildung 63(b), dass es zu einer teilweisen Umwandlung gekommen ist. Jener Teil des angelassenen Martensits, der austenitisiert wurde, wurde beim Abschrecken zu neuem Martensit mit hoher Härte umgewandelt, weshalb die Mikrohärtigkeit des Martensits in Abbildung 69 einen höheren Wert als jener des Ausgangszustandes aufweist. Da die Härte des Martensits in dieser Probe zwischen jener des Ausgangszustandes und jener der restlichen Proben liegt, setzt sich das Gefüge sowohl aus angelassenem als auch aus neuem Martensit zusammen. Abbildung 63(c) zeigt, dass der angelassene Martensit in Probe 3 (abgeschreckt bei 1050°C) eine vollständige Umwandlung durchlaufen hat. Dies zeigt auch der hohe Wert der Mikrohärtigkeit in Abbildung 69.

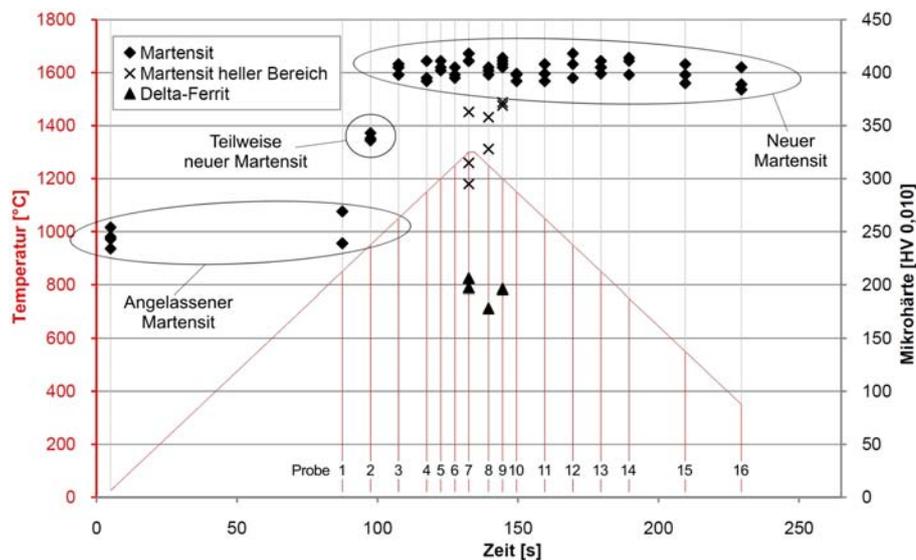


Abbildung 69 Ergebnis der Mikrohärtetemessungen des zweiten Versuchszyklus

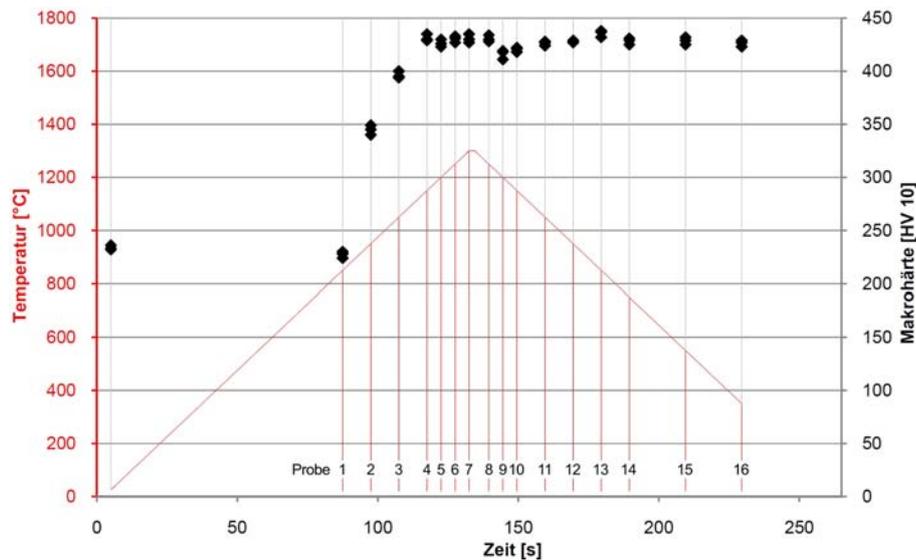


Abbildung 70 Ergebnis der Makrohärtemessungen des zweiten Versuchszyklus

Wie schon bei der Untersuchung von Probe 3 des ersten Versuchszyklus (aufgeheizt mit 1 K/s, abgeschreckt bei 1300°C) gezeigt, liegt die Mikrohärtigkeit des Martensits in der hellen Erscheinungsweise deutlich unter jener des dunklen Martensits. Da die zu messenden Körner und Bereiche eine ausreichende Mindestgröße aufweisen müssen, konnte die Mikrohärtigkeit des hellen Martensits und des Delta-Ferrits nur in den Proben 7, 8 und 9 gemessen werden. Die Mikrohärtigkeit des Delta-Ferrits liegt, wie zu erwarten war, bei einem Wert von etwa 200 HV 0,010.

Der Verlauf der Makrohärte in Abbildung 70 zeigt eine große Ähnlichkeit mit jenem der Mikrohärtewerte des Martensits in Abbildung 69, wobei die Prüfparameter voneinander abweichen und die Messwerte daher nicht direkt miteinander verglichen werden können. Erneut steigt die Härte sprunghaft auf einen hohen Wert an und nimmt im weiteren Verlauf des Versuchszyklus nicht merklich ab.

7.1.5 Ergebnisse des dritten Versuchszyklus

Dieser Versuchszyklus hat den Zweck, einen maximalen Anteil an Delta-Ferrit zu erzeugen und den Verlauf bzw. die Geschwindigkeit des Wachstums desselben zu zeigen. Die Temperaturverläufe und der Zweck dieses Versuchszyklus sind in Kapitel 5.3.5 erklärt. Abbildung 71 zeigt die Temperaturverläufe und Nummern der einzelnen Proben.

Probe 1 (0 Minuten Haltezeit) entspricht hierbei Probe 7 aus dem vorigen Versuchszyklus, weshalb für diesen Versuch keine neue Probe erzeugt wurde, sondern die bereits bekannten Untersuchungsergebnisse für die in diesem Kapitel folgenden Untersuchungen herangezogen werden. Um das Gefüge dieser Probe mit dem der weiteren Proben dieses Versuchszyklus besser vergleichen zu können, sind die Aufnahmen von Probe 1 in Abbildung 72 (a) und (b) dargestellt.

Abbildung 72 (c) und (d) zeigen die Aufnahmen des Gefüges von Probe 2. Diese wurde nach einer Haltezeit von einer Minute bei 1300°C abgeschreckt. Im Vergleich zu Probe 1 erscheint der Delta-Ferrit in dieser Probe weniger kompakt, sondern gleichmäßiger über den

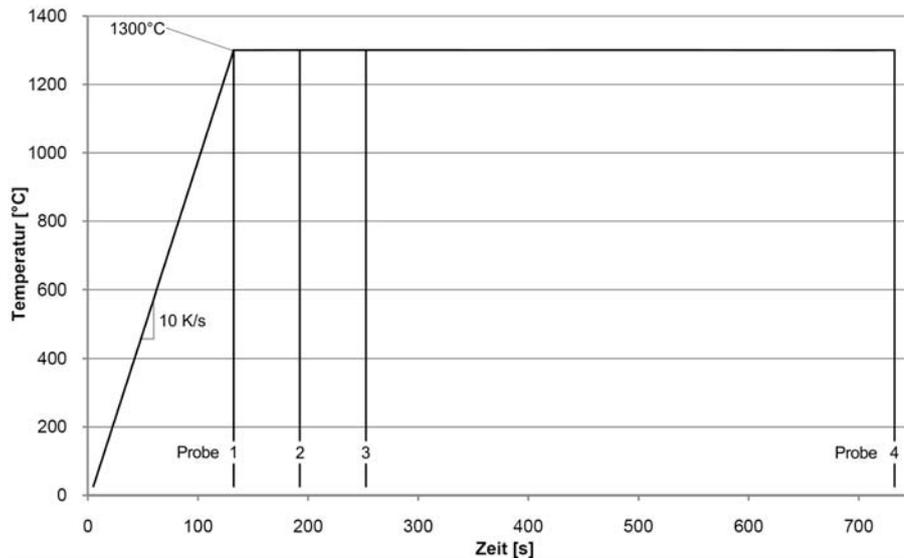
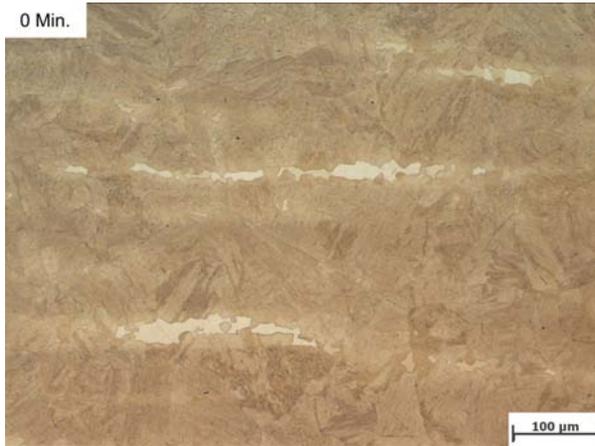


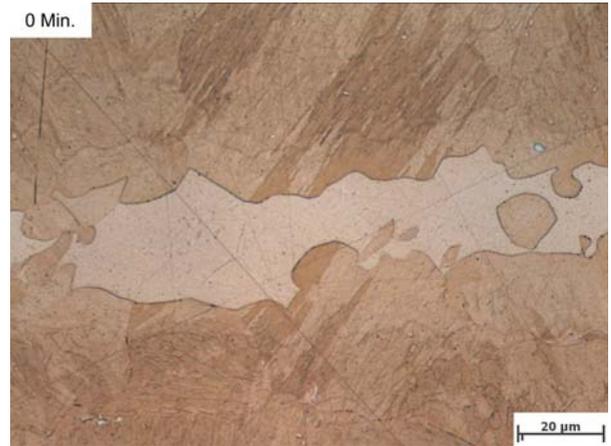
Abbildung 71 Temperaturverläufe und Probennummern des dritten Versuchszyklus

Querschnitt verteilt. Der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge hat zugenommen und liegt in Form von großen Körnern vor. Der Bereich des Martensits in seiner hellen Erscheinungsform hat sich ausgeweitet und der Übergang zwischen hellem und dunklem Martensit ist nach wie vor nicht fließend, sondern sprunghaft, jedoch ist die Linie, die bisher die beiden Bereiche getrennt hat, weniger deutlich vorhanden. Durch den Umstand, dass der Delta-Ferrit gleichmäßiger über den Querschnitt verteilt vorliegt und der helle Bereich, der ihn umgibt, breiter geworden ist, bildet der dunkle Martensit zum Teil abgeschlossene Inseln. Bereiche des hellen Martensits, in deren Zentrum sich kein Delta-Ferrit erkennen lässt (Abbildung 72(c)), werden durch Delta-Ferrit-Körner hervorgerufen, welche unterhalb der betrachteten Probenoberfläche liegen bzw. oberhalb gelegen sind und bei der Präparation abgetragen wurden. Die Größe der Ausscheidungen an den Korngrenzen des Delta-Ferrits, welche als schwarze Punkte erscheinen, hat nicht weiter zugenommen. Sie sind in der Detailaufnahme (d) deutlich erkennbar. Des Weiteren sind in Abbildung 72(d) Ausscheidungen bzw. Unregelmäßigkeiten in der Mitte besonders großer Delta-Ferrit-Körner erkennbar. Aufgrund der geringen Größe dieser Ausscheidungen und ihrer dem Delta-Ferrit ähnlichen chemischen Zusammensetzung ist es nicht möglich, diese mithilfe des für diese Untersuchungen zur Verfügung stehenden REM bzw. EDX genauer analysieren zu können. Zukünftige Untersuchungen mit sensibleren Geräten könnten Aufschluss über den Aufbau und die Zusammensetzung dieser Ausscheidungen geben.

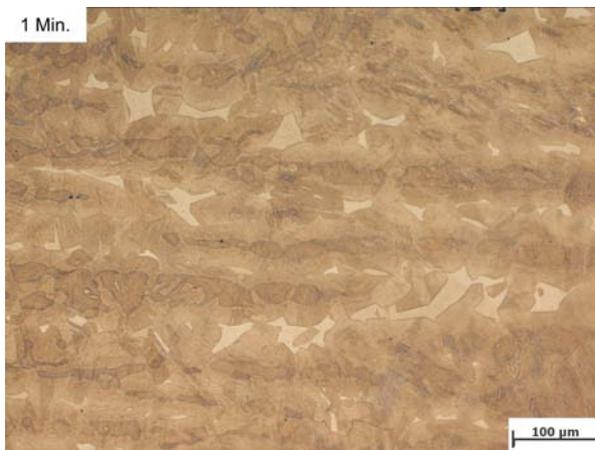
Probe 3, deren Gefüge in Abbildung 72(e) und (f) dargestellt ist, zeigt, dass nach zwei Minuten Haltezeit bei 1300°C keine wesentlichen Veränderungen gegenüber dem Gefüge von Probe 2 (Abbildung 72(c) und (d)) zu erkennen sind. Es erscheint so, als würde der Anteil an Delta-Ferrit nicht weiter zunehmen. Noch immer ist an manchen Stellen des Gefüges mehr Delta-Ferrit anzutreffen als an anderen (Abbildung 72(e)), was auf eine ungleichmäßige Verteilung der Legierungsbestandteile hinweist. Die linienförmige Ausrichtung des Delta-Ferrits behält der Werkstoff weiterhin bei. Dass das martensitische Gefüge in den Aufnahmen von Abbildung 72(e) und (f) dunkler erscheint als in den vorhergehenden, liegt an einer leichten Überschreitung der Ätzzeit und nicht an einer Veränderung des Gefüges.



(a) Gefüge Probe 1



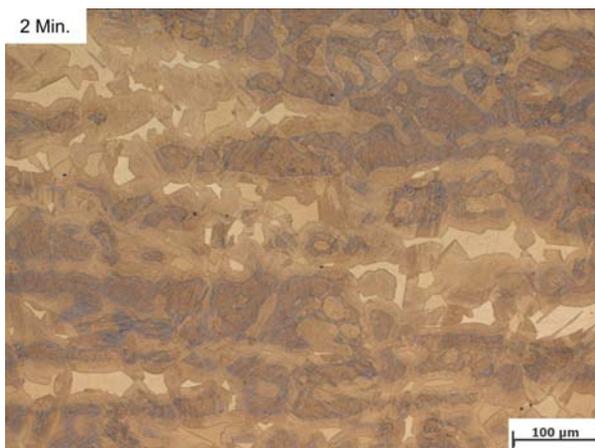
(b) Gefüge-Detail Probe 1



(c) Gefüge Probe 2



(d) Gefüge-Detail Probe 2

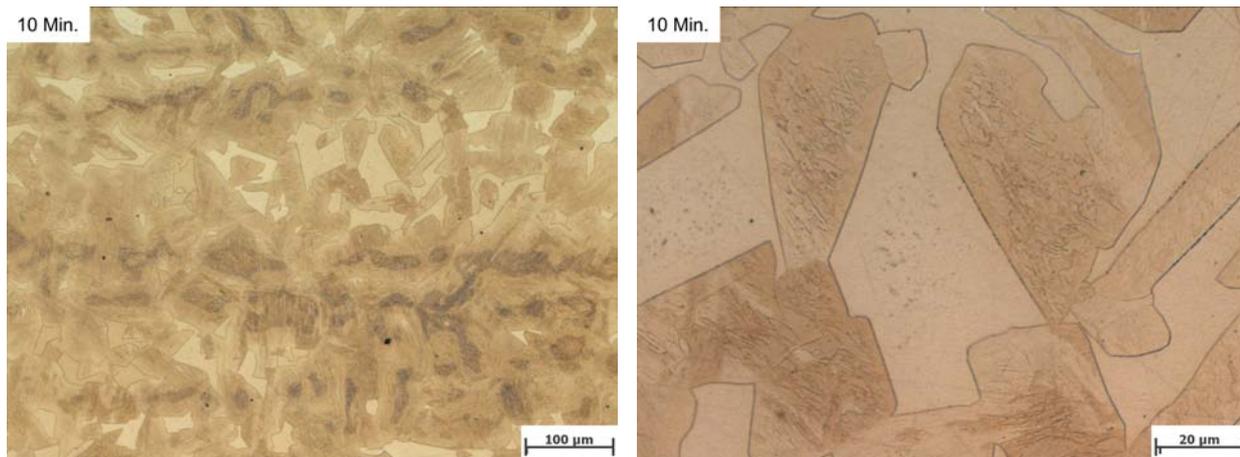


(e) Gefüge Probe 3



(f) Gefüge-Detail Probe 3

Abbildung 72 Gefüge von: (a), (b) Probe 1 (0 Minuten Haltezeit); (c), (d) Probe 2 (1 Minute Haltezeit); (e), (f) Probe 3 (2 Minuten Haltezeit)



(a) Gefüge Probe 4

(b) Gefüge-Detail Probe 4

Abbildung 73 Gefüge von Probe 4 (10 Minuten Haltezeit)

Da es bei den letzten beiden Proben zu keinen wesentlichen Veränderungen der Gefügestruktur gekommen ist, wurde Probe 4 erst nach einer Haltedauer von 10 Minuten bei 1300°C abgeschreckt. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen dieser Probe sind in Abbildung 73(a) und (b) dargestellt. Der Anteil an Delta-Ferrit hat sich trotz der wesentlich längeren Haltedauer im Vergleich zu den Proben 2 und 3 nicht maßgeblich verändert. Einzig die dunklen Linien, die den hellen vom dunklen Martensit trennen, verschwinden mit länger werdenden Haltezeiten. In Abbildung 73(a) ist eine besonders große Anhäufung an Delta-Ferrit erkennbar, was auf eine besonders stark inhomogene Verteilung der Legierungselemente hindeutet. Die Ausscheidungen an den Korngrenzen und in der Mitte der Delta-Ferrit-Körner zeigen keine Veränderungen gegenüber jenen, welche in den Aufnahmen der vorigen Proben zu erkennen sind.

Diese Ergebnisse zeigen, dass die Verteilung der Anteile an Delta-Ferrit und Martensit bei 1300°C schon nach etwa 2 Minuten ihr Gleichgewicht erreicht, weshalb sich die jeweiligen Anteile in den Proben 3 und 4 nicht merklich verändert haben. In den später folgenden Simulationen wird versucht, den stabilen Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge bei dieser Temperatur zu ermitteln.

Die Abbildungen 74 und 75 zeigen die Verteilung der Mikro- und Makrohärte über dem Verlauf des Versuchszyklus. Es ist erkennbar, dass die Mikrohärtigkeit des dunklen Martensits nach einer Minute Haltezeit bei 1300°C ein noch höheres Niveau erreicht, als es im vorigen zweiten Versuchszyklus der Fall ist. Diese Härte, in Höhe von etwa 500 HV 0,010, bleibt bei den Proben mit längerer Haltedauer bestehen. Ein Grund für die weitere Zunahme der Härte des neuen Martensits kann darin liegen, dass Delta-Ferrit ein begrenztes Lösungsvermögen für Kohlenstoff hat, weshalb dieser beim Wachstum der Delta-Ferrit-Körner vor den sich ausbreitenden Korngrenzen hergeschoben wurde. Dieser Kohlenstoff wurde im austenitischen Gefüge gelöst und ist bei der diffusionslosen Umwandlung des Austenits zu Martensit in den Elementarzellen verblieben. Aufgrund des größeren Anteils an zwangsgelöstem Kohlenstoff im Kristallgitter sind die Verspannungen und damit die Härte des Gefüges größer.

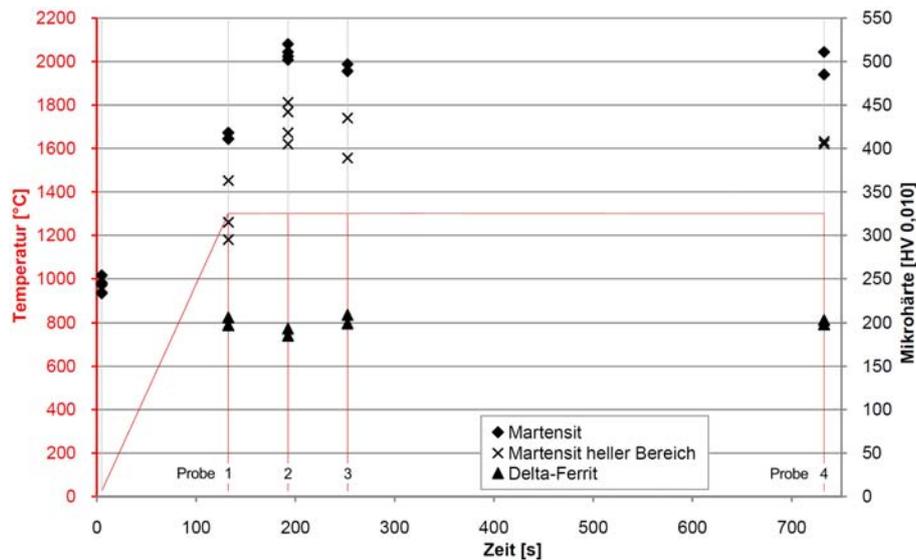


Abbildung 74 Ergebnis der Mikrohärtmessungen des dritten Versuchszyklus

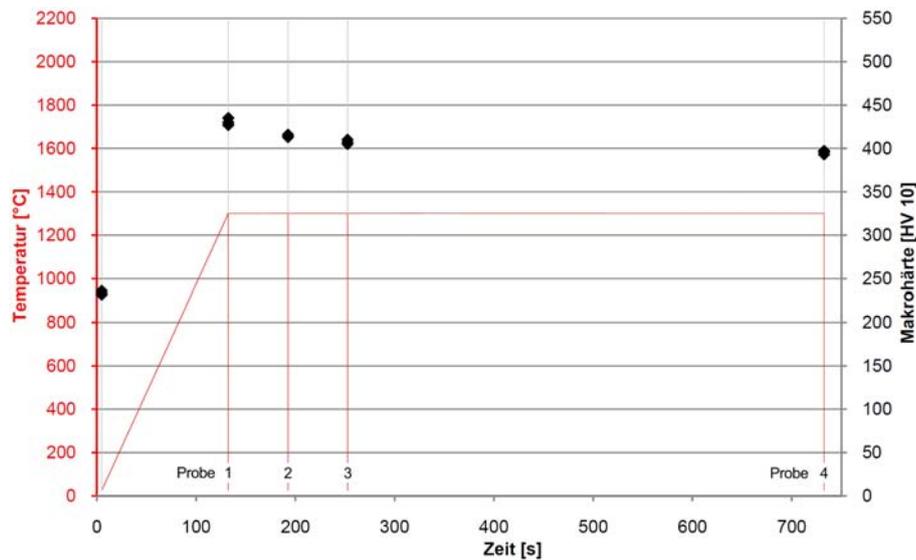


Abbildung 75 Ergebnis der Makrohärtemessungen des dritten Versuchszyklus

Die Mikrohärtigkeit des hellen Martensits liegt bei allen Proben etwa 100 HV 0,010 unter jener des dunklen Martensits. Der Delta-Ferrit zeigt erwartungsgemäß eine Mikrohärtigkeit von etwa 200 HV 0,010. Die Makrohärte, welche einen Mittelwert aus allen im Gefüge vorhandenen Phasen und deren Härte darstellt, zeigt Werte, welche in etwa jenen des zweiten Versuchszyklus entsprechen. Mit länger werdender Haltedauer nimmt die Makrohärte geringfügig ab. Dies wird durch die Zunahme der Anteile an Delta-Ferrit und hellem Martensit bei gleichzeitiger Zunahme der Härte des dunklen Martensits hervorgerufen.

7.1.6 Ergebnisse des vierten Versuchszyklus

Die Aufgabe dieses Versuchszyklus liegt darin, die erforderliche Dauer einer Nachwärmung bei 1000°C direkt aus dem Schweißprozess heraus zu bestimmen, um den im Schweißprozess entstandenen Delta-Ferrit aufzulösen. Die Temperaturverläufe und der Zweck sind in Kapitel 5.3.6 erklärt. Abbildung 76 zeigt die Temperaturverläufe und Nummern der einzelnen Proben.

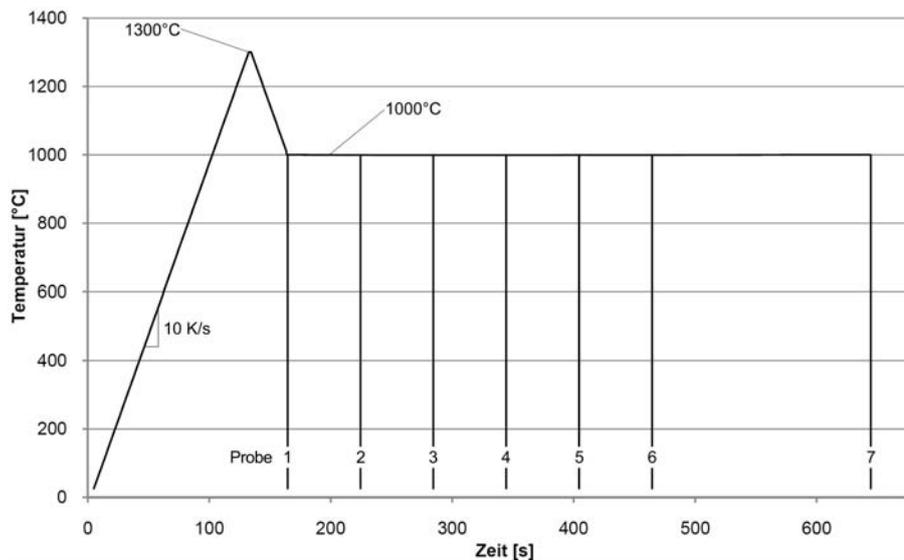


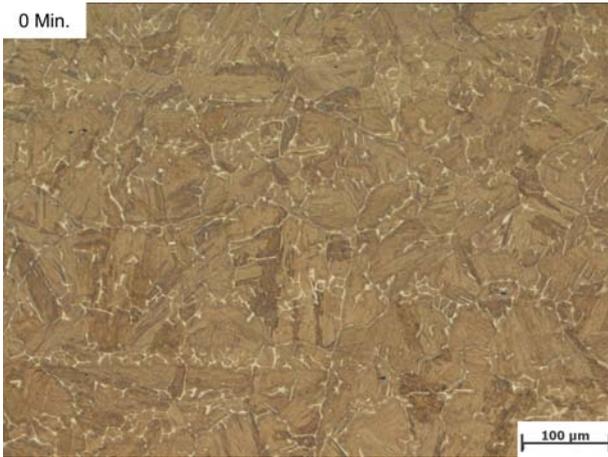
Abbildung 76 Temperaturverläufe und Probennummern des vierten Versuchszyklus

Probe 1 wurde bereits bei Erreichen einer Temperatur von 1000°C ohne weitere Haltezeit abgeschreckt. Das entstandene Gefüge (Abbildung 77(a) und (b)) hat eine große Ähnlichkeit mit jenem von Probe 1 aus dem ersten Versuchszyklus (aufgeheizt und abgekühlt mit 10 K/s). Es weist einen großen Anteil an netzartig verteiltem Delta-Ferrit auf, der entsprechend der im Ausgangszustand vorhandenen linienförmig angeordneten Ausscheidungen ausgerichtet ist. Der Delta-Ferrit ist lediglich von einem sehr schmalen Bereich an hellem Martensit umgeben und an den Korngrenzen des Delta-Ferrits befinden sich wenige vereinzelte Ausscheidungen, welche auf eine beginnende Auflösung des Delta-Ferrits hindeuten. Diese Probe stellt den Ausgangszustand für alle nachfolgenden Proben dieses Versuchszyklus mit länger werdenden Haltezeiten bei 1000°C dar und dient dazu, den Fortschritt der Auflösung des Delta-Ferrits in Anhängigkeit von der Zeit besser darstellen zu können.

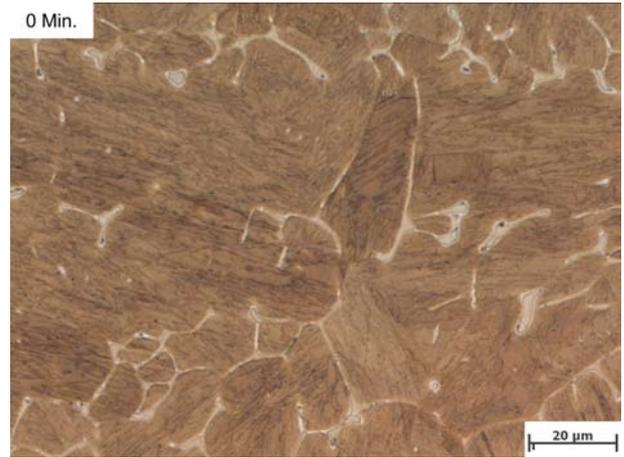
Abbildung 77(c) und (d) zeigen das Gefüge von Probe 2. Diese wurde nach einer Minute Haltedauer bei 1000°C abgeschreckt. Wie in den beiden Aufnahmen erkennbar, hat der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge stark abgenommen. An dessen Stelle sind vermehrt Ausscheidungen getreten, welche nach Auflösung eines Teils des Delta-Ferrits zurückgeblieben sind. Diese Ausscheidungen entsprechen jenen, die auch vereinzelt in den Aufnahmen der vorangegangenen Probe an den Korngrenzen des Delta-Ferrits sichtbar sind. Später folgende REM- und EDX-Untersuchungen sollen die Zusammensetzung dieser Ausscheidungen analysieren und diese den linienförmig angeordneten Ausscheidungen im Ausgangszustand gegenüberstellen.

Wie die Aufnahmen von Probe 3 in Abbildung 77(e) und (f) zeigen, hat der Anteil an Delta-Ferrit nach zwei Minuten Haltedauer weiter abgenommen und die Menge an Ausscheidungen im Bereich des Delta-Ferrits weiter zugenommen.

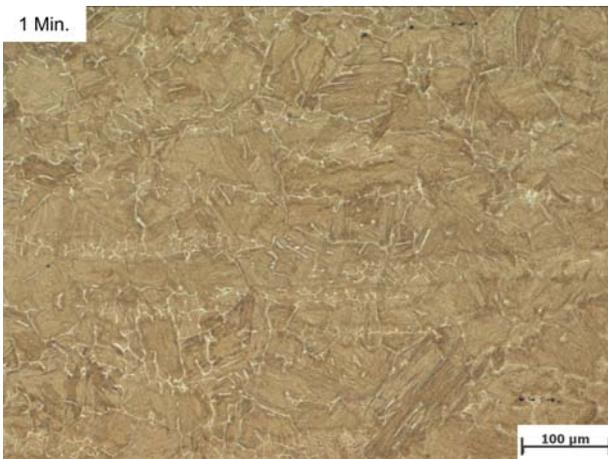
Bei den Proben 4, 5, 6 und 7, welche nach 3, 4, 5 und 8 Minuten Haltedauer bei 1000°C abgeschreckt wurden (Abbildung 78(a) bis (f) und Abbildung 79(a) und (b)), setzen sich die bisherigen Beobachtungen fort, wobei die Geschwindigkeit der Veränderungen mit dem Rückgang des Ungleichgewichtes, also mit der Zeit, abnimmt. Der Anteil an Delta-Ferrit nimmt weiter ab, bis nur noch vereinzelte kleine Körner lichtmikroskopisch nachweisbar sind.



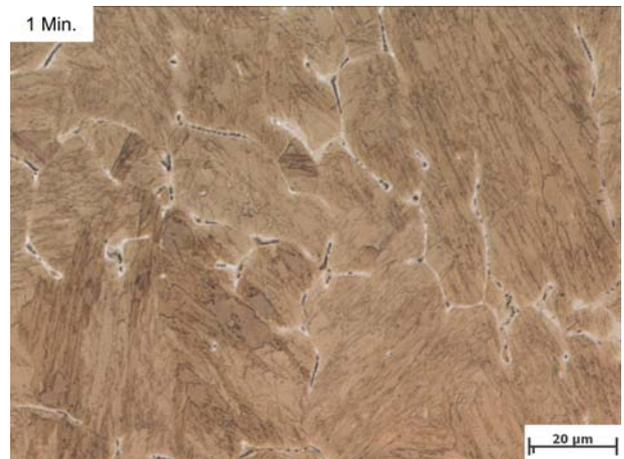
(a) Gefüge Probe 1



(b) Gefüge-Detail Probe 1



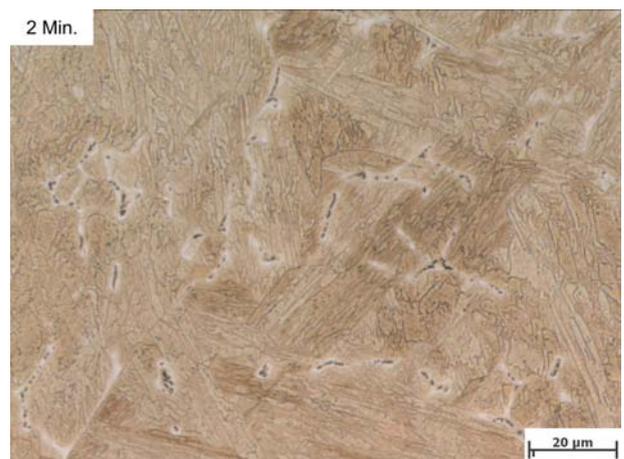
(c) Gefüge Probe 2



(d) Gefüge-Detail Probe 2



(e) Gefüge Probe 3

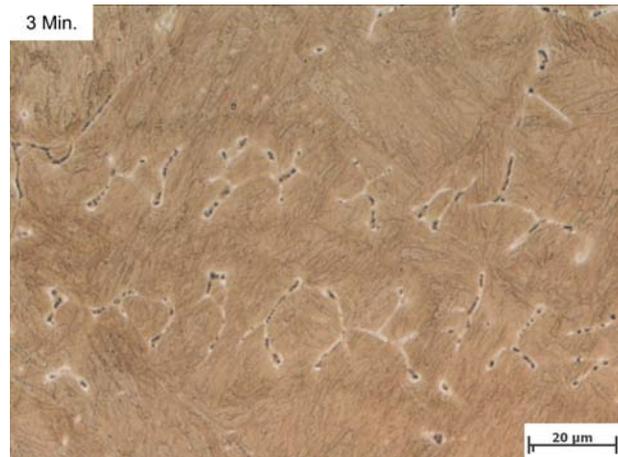


(f) Gefüge-Detail Probe 3

Abbildung 77 Gefüge von: (a), (b) Probe 1 (0 Minuten Haltezeit); (c), (d) Probe 2 (1 Minute Haltezeit); (e), (f) Probe 3 (2 Minuten Haltezeit)



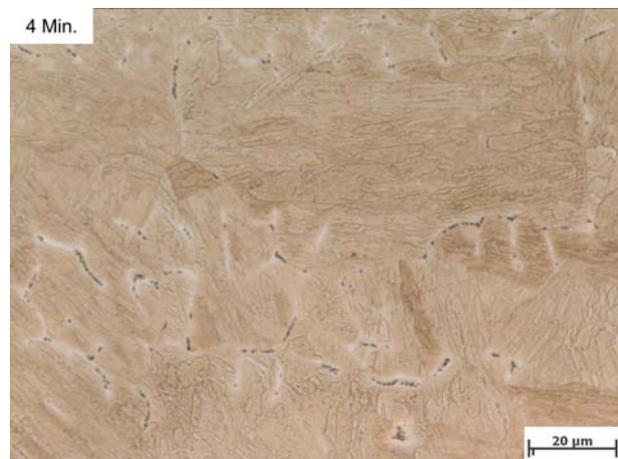
(a) Gefüge Probe 4



(b) Gefüge-Detail Probe 4



(c) Gefüge Probe 5



(d) Gefüge-Detail Probe 5

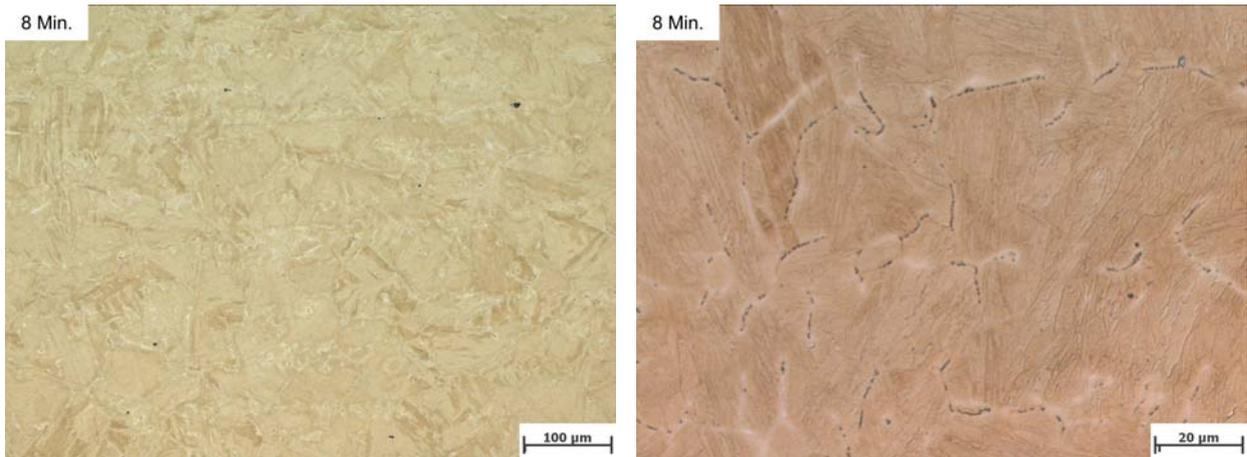


(e) Gefüge Probe 6



(f) Gefüge-Detail Probe 6

Abbildung 78 Gefüge von: (a), (b) Probe 4 (3 Minuten Haltezeit); (c), (d) Probe 5 (4 Minuten Haltezeit); (e), (f) Probe 6 (5 Minuten Haltezeit)



(a) Gefüge Probe 7

(b) Gefüge-Detail Probe 7

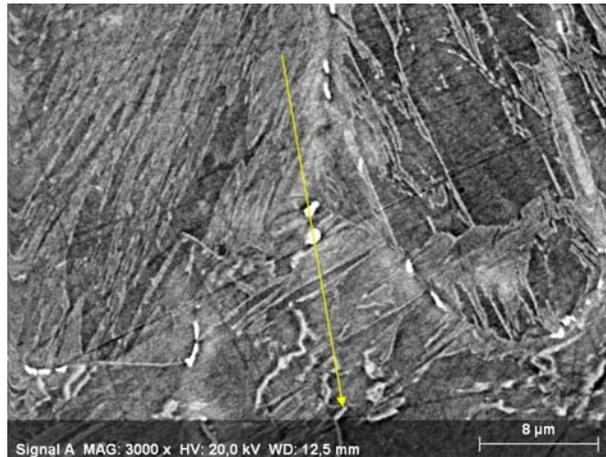
Abbildung 79 Gefüge von Probe 7 (8 Minuten Haltezeit)

An die Stelle des netzartig verteilten Delta-Ferrits ist ein Netz aus Ausscheidungen getreten, welches nach der Auflösung des Delta-Ferrits zurückbleibt. Einzelne Bereiche, an welchen sich Delta-Ferrit befunden hat, weisen noch hellen Martensit auf (Abbildung 79(b)).

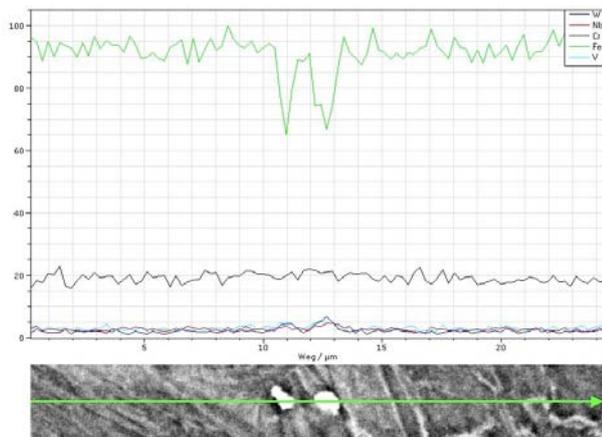
Somit kann mithilfe einer Nachwärmung bei 1000°C direkt aus dem Schweißprozess heraus eine Auflösung des Delta-Ferrits erreicht werden, wobei 8 Minuten Haltezeit noch nicht ausreichen, um den während des ersten Teils des Versuchszyklus entstandenen Delta-Ferrit vollständig umwandeln zu können, da in den lichtmikroskopischen Aufnahmen nach wie vor einzelne kleine Körner erkennbar sind, welche in ihrer Erscheinung dem Delta-Ferrit zuzuordnen sind.

Abbildung 80 zeigt die Ergebnisse einer EDX-Analyse von Probe 7 (8 Minuten Haltezeit). In Abbildung 80(a) ist der Verlauf eines Linescans durch eine Ansammlung von Ausscheidungen, welche nach der Auflösung des Delta-Ferrits zurückgeblieben sind, dargestellt. In Abbildung 80(b) ist erkennbar, dass der Anteil an Eisen (Fe) im Bereich der Ausscheidungen stark zurückgeht, wobei auf den ersten Blick keine maßgeblichen Veränderungen bei den übrigen untersuchten Legierungsbestandteilen sichtbar sind. Die dritte Aufnahme (Abbildung 80(c)) zeigt das Ergebnis des EDX-Linescans ohne die Verteilung von Eisen (Fe). Der Gehalt an Chrom (Cr) zeigt keine markanten Sprünge beim Durchlaufen der Ausscheidungen, jedoch ist die Kurve in der Mitte nach oben gewölbt, was eine Anreicherung an Chrom (Cr) in der gesamten Umgebung im Bereich der Ausscheidungen anzeigt. Die Legierungselemente Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) zeigen starke Schwankungen beim Durchlaufen der Ausscheidungen. Die EDX-Analyse zeigt, dass besonders der Wolframgehalt der Ausscheidungen wesentlich höher ist als jener des umgebenden Werkstoffs.

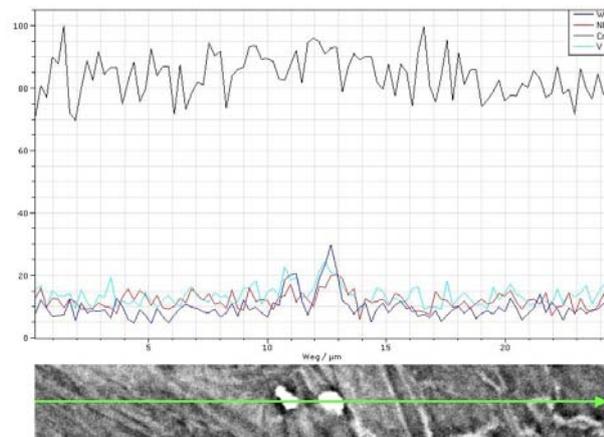
Somit kann gezeigt werden, dass die Ausscheidungen, welche nach der Auflösung des Delta-Ferrits zurückbleiben, einen hohen Anteil an Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) aufweisen. Dies deckt sich sehr gut mit den Ergebnissen aus den Untersuchungen des Ausgangszustandes in Kapitel 7.1.1, in welchen die linienförmig angeordneten Ausscheidungen nach der Auflösung des ausgewalzten Delta-Ferrits zurückgeblieben sind. Einzige Ausnahme



(a) EDX-Linescan, Verlauf



(b) EDX-Linescan (Fe, Cr, W, V, Nb)



(c) EDX-Linescan (Cr, W, V, Nb)

Abbildung 80 Ergebnisse eines EDX-Linescans, Probe 7 (8 Minuten Haltezeit)

ist die Verteilung des Chroms (Cr), welches im Gefüge des Ausgangszustandes chromhaltige Ausscheidungen gebildet hat, während es in den Proben dieses Versuchszyklus im Bereich der Ausscheidungen eine höhere Konzentration aufweist. Die Dauer der Wärmebehandlung des Ausgangszustandes hat scheinbar ausgereicht, um dem Chrom (Cr) Zeit zur Bildung von Ausscheidungen zu geben, während im Falle dieses Versuchszyklus die Zeit zur Diffusion des Chroms und zur Bildung chromhaltiger Ausscheidungen offensichtlich nicht ausgereicht hat.

Die Abbildungen 81 und 82 stellen die Verläufe der Mikro- und Makrohärte der Proben dieses Versuchszyklus dar. Da der Delta-Ferrit und der helle Bereich des Martensits zu klein sind, um deren Mikrohärtigkeit messen zu können, ist nur die Mikrohärtigkeit des dunklen Martensits dargestellt. Abbildung 81 kann entnommen werden, dass die Mikrohärtigkeit des neuen Martensits in allen Proben einen Wert von etwa 400 HV_{0,010} und darüber aufweist. Diese verändert sich selbst nach 8 Minuten Haltedauer bei 1000°C nicht bzw. die Streuung der Messwerte lässt keine Abschätzung über eine Veränderung der Mikrohärtigkeit zu. Abbildung 82 zeigt, dass die Makrohärte des Gefüges mit zunehmender Haltedauer von anfangs etwa 420 HV₁₀

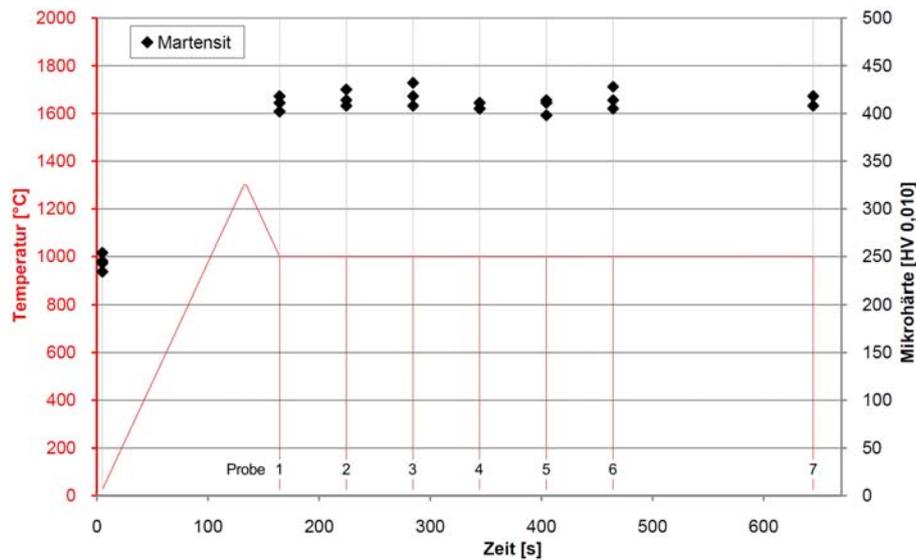


Abbildung 81 Ergebnis der Mikrohärtemessungen des vierten Versuchszyklus

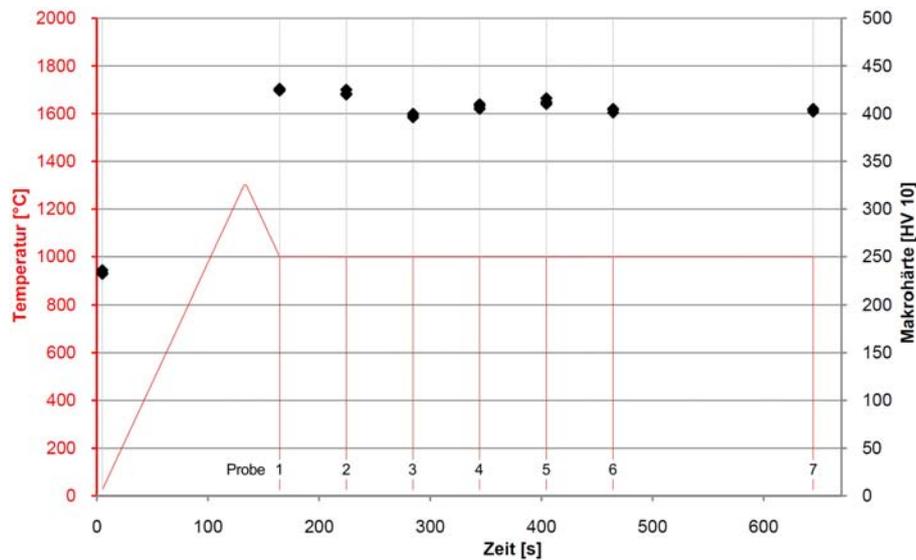


Abbildung 82 Ergebnis der Makrohärtemessungen des vierten Versuchszyklus

auf 400 HV 10 nach 8 Minuten Haltedauer abnimmt. Dies kann an der voranschreitenden Umwandlung von Delta-Ferrit liegen, weshalb sich der Kohlenstoff auf einen größer werdenden Anteil an Martensit (bzw. Austenit) verteilt und dieser geringere Härtewerte aufweist.

Im Falle des dritten Versuchszyklus ist es beim Halten einer Temperatur von 1300°C für die Dauer von mehr als einer Minute durch das Wachstum des Delta-Ferrits zu einer Erhöhung des Kohlenstoffgehaltes im Austenit gekommen, wodurch die Mikrohärtigkeit des neuen (dunklen) Martensits auf etwa 500 HV 0,010 gestiegen ist. Durch das Halten einer Temperatur von 1000°C ist der umgekehrte Fall eingetreten. Bei 1000°C ist es, abhängig von der Haltedauer, zur Umwandlung des Delta-Ferrits gekommen, wodurch der Anteil an Austenit im Gefüge gestiegen ist. Gleichzeitig hat sich der gelöste Kohlenstoff gleichmäßig über den nun größeren Austenitanteil verteilt, weshalb die Härte des neuen (dunklen) Martensits bis auf 400 HV 10 abgenommen hat. Hinzu kommt, dass es im Werkstoff ab bestimmten Temperaturen zur

Bildung von Ausscheidungen (Karbiden) kommt, für deren Bildung Kohlenstoff benötigt wird. Sollte dies bei 1000°C der Fall sein, würde dadurch der Gehalt an gelöstem Kohlenstoff im Austenit weiter sinken, wodurch dies ebenfalls einen Einfluss auf die Abnahme der Härte haben könnte. Im Zuge der Simulationen in Kapitel 7.4 soll daher durch die Berechnung des Equilibriums ermittelt werden, bei welchen Temperaturen sich derartige Ausscheidungen zu bilden beginnen. In Abbildung 82 ist erkennbar, dass die Makrohärte im Verlauf dieses Versuchszyklus ebenfalls aus dem zuvor genannten Grund langsam abnimmt.

Um nach dem Schweißprozess nicht nur den Delta-Ferrit vollständig auflösen zu können, sondern auch eine niedrigere Härte zu erhalten, ist eine wesentlich längere Haltedauer erforderlich bzw. im Zuge dessen eine niedrigere Temperatur für die Wärmenachbehandlung von Vorteil.

7.1.7 Ergebnisse des fünften Versuchszyklus

Dieser Versuchszyklus verfolgt dasselbe Ziel wie der vorige vierte Versuchszyklus und zwar die Auflösung des während des ersten Teils des Versuchszyklus entstandenen Delta-Ferrits. Einziger Unterschied ist, dass in diesem Versuchszyklus die Wärmebehandlung nicht direkt aus dem Schweißprozess heraus folgt, sondern vorerst auf Raumtemperatur abgekühlt wird und die Probe danach erneut mit 10 K/s erwärmt und auf die für die Wärmebehandlung erforderliche Temperatur gebracht wird. Die Temperatur bei der Wärmebehandlung beträgt erneut 1000°C und die Haltezeiten entsprechen jenen des vorhergehenden Versuchszyklus (0, 1, 2, 3, 4, 5 und 8 Minuten). Die Temperaturverläufe sind in Kapitel 5.3.7 erklärt. Abbildung 83 zeigt die Temperaturverläufe und Nummern der einzelnen Proben dieses Versuchszyklus.

Durch das Abkühlen der Proben auf Raumtemperatur wird in diesen der Austenit in Martensit umgewandelt und durch das neuerliche Erwärmen auf 1000°C erneut in Austenit rückumgewandelt. Daraus folgt, dass diese Proben im Vergleich zu jenen des vorigen vierten Versuchszyklus eine doppelte Umwandlung durchlaufen haben. In Abbildung 84(a) ist die

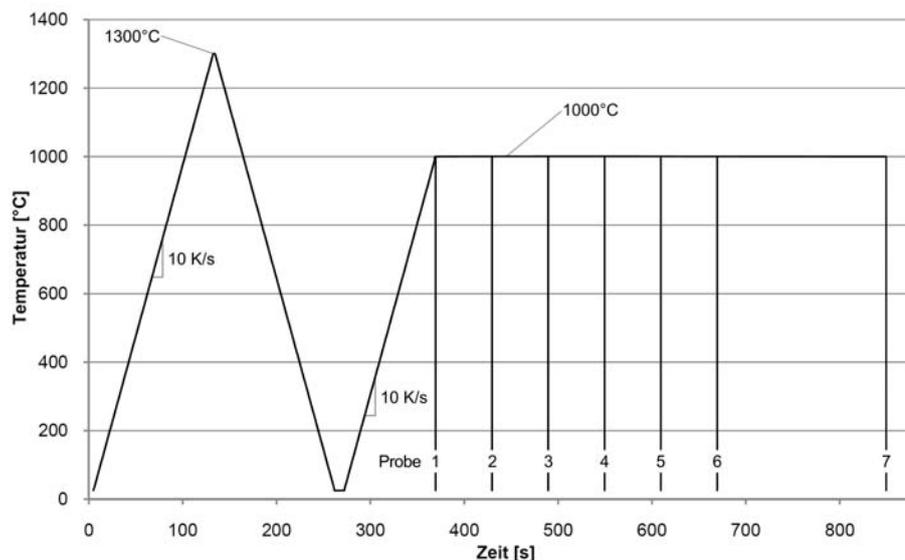
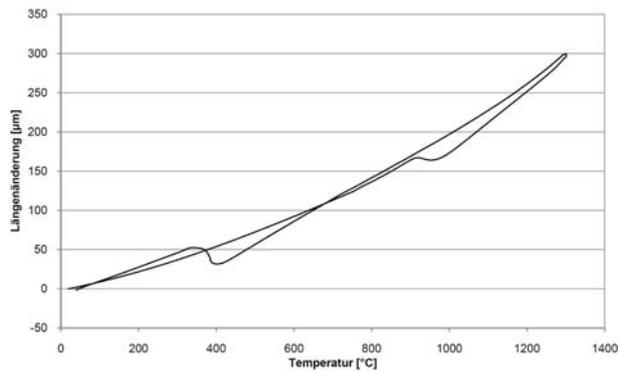
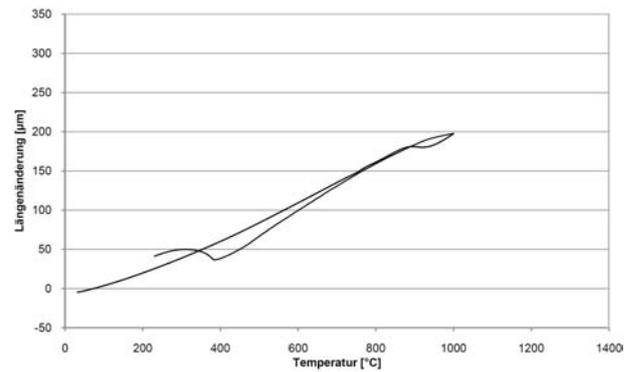


Abbildung 83 Temperaturverläufe und Probennummern des fünften Versuchszyklus



(a) Dilatometerkurve erster Teil



(b) Dilatometerkurve zweiter Teil

Abbildung 84 Dilatometerkurven der beiden Teile des fünften Versuchszyklus

Dilatometerkurve des ersten Teils, also des Schweißprozesses, dargestellt. Abbildung 84(b) zeigt die Dilatometerkurve des zweiten Teils, welcher der Wärmebehandlung entspricht. Es ist erkennbar, dass es in beiden Fällen zu einer vollständigen Austenitisierung des Werkstoffes kommt, auf welche bei Abkühlung eine Umwandlung in Martensit folgt.

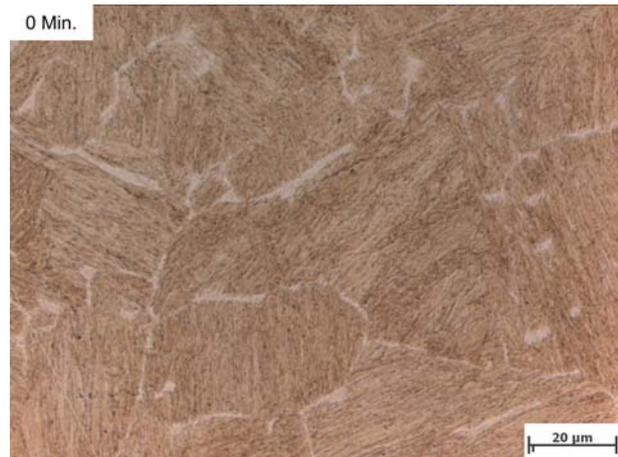
Probe 1 wurde bereits beim Erreichen von 1000°C wieder abgeschreckt. Sie stellt den Ausgangszustand für alle weiteren Proben dieses Versuchszyklus mit längeren Haltezeiten dar. Das entstandene Gefüge zeigen Abbildung 85(a) und (b). Aufgrund der kurzfristigen Austenitisierung mit anschließendem Abschrecken hat sich das Erscheinungsbild des Gefüges verändert. Zwischen Delta-Ferrit und Martensit ist keine Korngrenze zu erkennen, sondern dieser scheint fließend in das martensitische Grundgefüge überzugehen (Abbildung 85(b)). Um ausschließen zu können, dass es sich um einen Fehlversuch handelt oder ein Fehler bei der Ätzung der Probe vorliegt, wurde dieser Versuch wiederholt, wobei sich das Ergebnis nicht geändert hat. Es sind keinerlei Ausscheidungen im Bereich des Delta-Ferrits erkennbar, welche auf eine Auflösung des Delta-Ferrits hinweisen würden.

Abbildung 85(c) und (d) zeigen das Gefüge von Probe 2, welche nach einer Haltedauer von einer Minute abgeschreckt wurde. Hier sind die Gefügebestandteile wieder deutlich erkennbar und voneinander unterscheidbar. Der Delta-Ferrit liegt in einer netzartigen Struktur vor, welche, wie bei allen Proben zuvor, entsprechend der linienförmig angeordneten Ausscheidungen im Ausgangszustand entsprechend Kapitel 7.1.1 ausgerichtet ist, wobei der Anteil an Delta-Ferrit bereits nach einer Minute bei 1000°C stark abgenommen hat. Im Bereich des Delta-Ferrits bzw. an dessen Korngrenzen haben sich infolge dessen Auflösung zahlreiche Ausscheidungen gebildet, die jenen entsprechen, welche sich schon im vorigen Versuchszyklus gebildet haben. Eine nachfolgende EDX-Untersuchung soll zeigen, ob es sich um gleichartige Ausscheidungen handelt bzw. deren chemische Zusammensetzung analysieren.

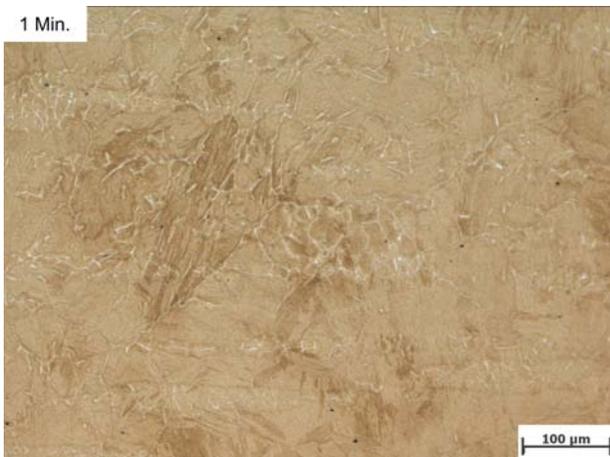
In Abbildung 85(e) und (f) sind die Aufnahmen des Gefüges von Probe 3 dargestellt. Diese wurde nach einer Haltedauer von zwei Minuten abgeschreckt und auf Raumtemperatur gebracht. Es ist erkennbar, dass der Anteil an Delta-Ferrit erneut deutlich abgenommen hat und dass, wie beim vorigen Versuchszyklus, nach und nach anstelle des netzartig verteil-



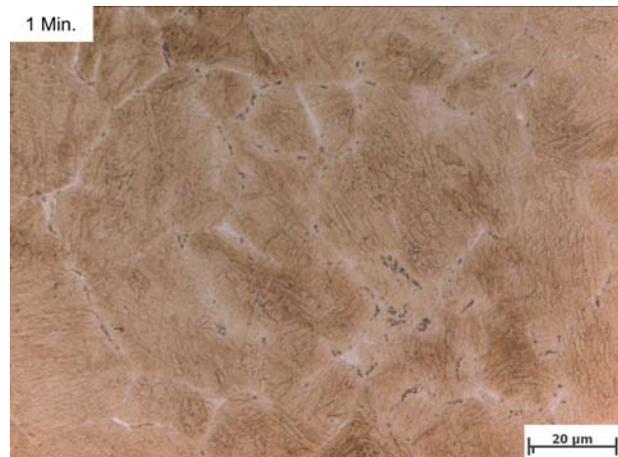
(a) Gefüge Probe 1



(b) Gefüge-Detail Probe 1



(c) Gefüge Probe 2



(d) Gefüge-Detail Probe 2



(e) Gefüge Probe 3



(f) Gefüge-Detail Probe 3

Abbildung 85 Gefüge von: (a), (b) Probe 1 (0 Minuten Haltezeit); (c), (d) Probe 2 (1 Minute Haltezeit); (e), (f) Probe 3 (2 Minuten Haltezeit)



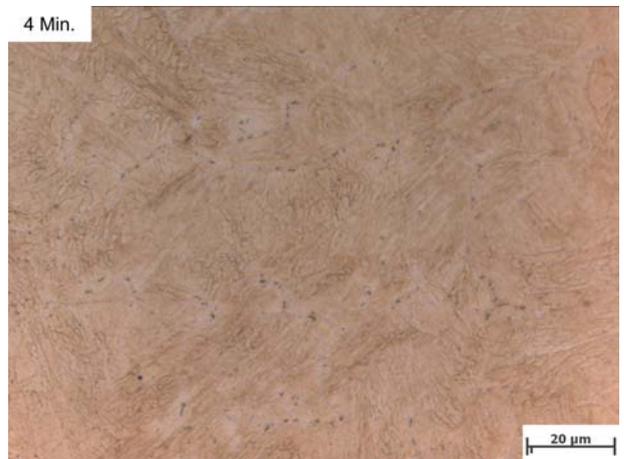
(a) Gefüge Probe 4



(b) Gefüge-Detail Probe 4



(c) Gefüge Probe 5



(d) Gefüge-Detail Probe 5

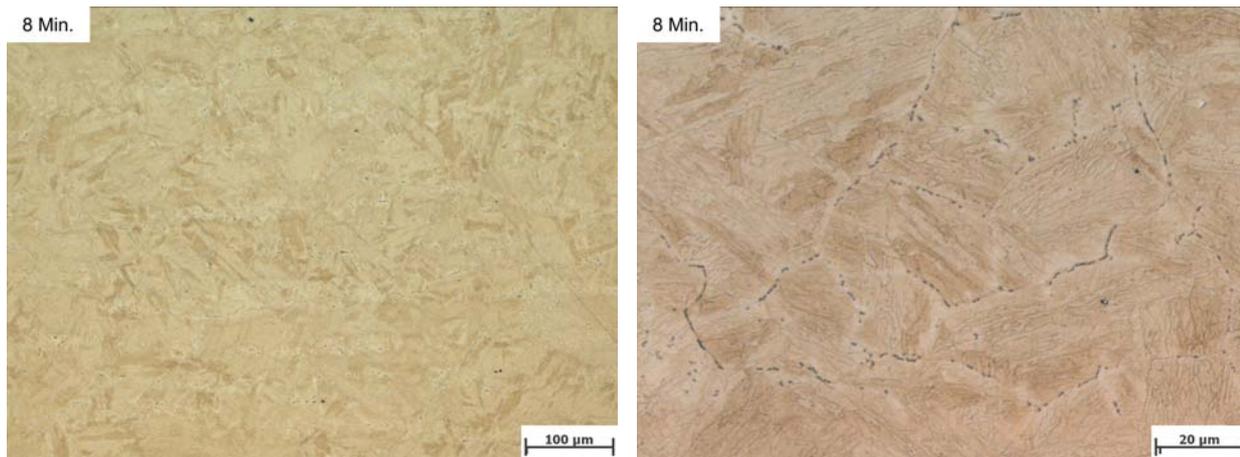


(e) Gefüge Probe 6



(f) Gefüge-Detail Probe 6

Abbildung 86 Gefüge von: (a), (b) Probe 4 (3 Minuten Haltezeit); (c), (d) Probe 5 (4 Minuten Haltezeit); (e), (f) Probe 6 (5 Minuten Haltezeit)



(a) Gefüge Probe 7

(b) Gefüge-Detail Probe 7

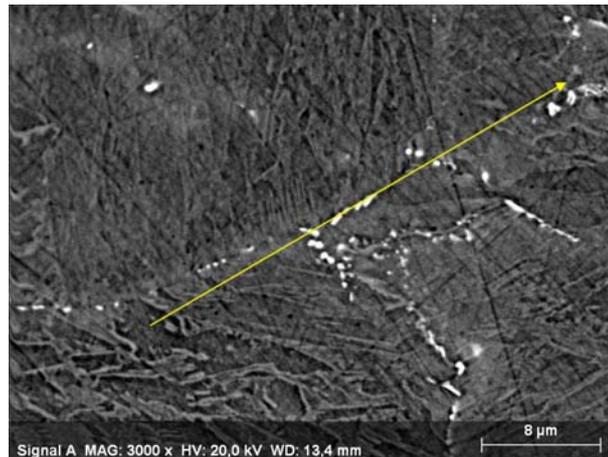
Abbildung 87 Gefüge von Probe 7 (8 Minuten Haltezeit)

ten Delta-Ferrits ein Netz aus Ausscheidungen tritt. Die Menge an Ausscheidungen nimmt mit fortlaufender Auflösung des Delta-Ferrits zu. Aufgrund der längeren Verweilzeit bei niedrigeren Temperaturen durch das zwischenzeitliche Abkühlen und neuerliche Aufwärmen ist der Anteil an Delta-Ferrit schon jetzt geringer als bei Probe 3 des vierten Versuchszyklus (2 Minuten Haltezeit, siehe Abbildung 77(f)). Es sind noch einzelne kleine Delta-Ferrit-Körner erkennbar, vergleichbar mit jenen in Probe 7 des vierten Versuchszyklus (8 Minuten Haltezeit, siehe Abbildung 79(b)). Demnach ergeben sich zum Erreichen eines gleichen Ergebnisses kürzere Haltezeiten als beim vorigen Versuchszyklus.

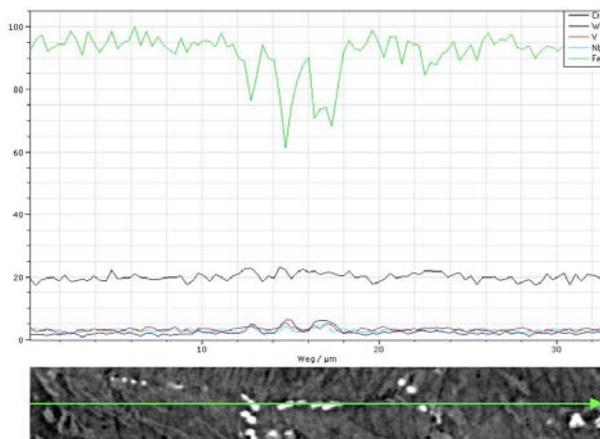
Im Gefüge der Proben 4 bis 7 sind keine wesentlichen weiteren Veränderungen wahrnehmbar (Abbildung 86(a) bis (f), Abbildung 87(a) und (b)). In allen Fällen können mit lichtmikroskopischen Verfahren keine Restanteile an Delta-Ferrit nachgewiesen werden. Ein Netz aus aneinandergereihten Ausscheidungen bleibt als Rest nach Auflösung des Delta-Ferrits zurück.

Es kann somit gezeigt werden, dass mit einer vom Schweißprozess getrennten Wärmebehandlung bereits nach etwa 4 Minuten Haltezeit bei 1000°C eine vollständige Auflösung des Delta-Ferrits erreicht wird. Ein eindeutiger Nachweis ist aufgrund der sehr ähnlichen chemischen Zusammensetzung von Delta-Ferrit und Martensit mithilfe des EDX nicht möglich.

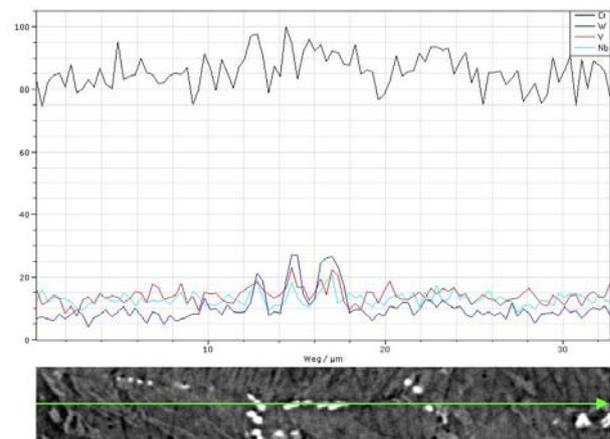
Abbildung 88 zeigt die Ergebnisse einer REM- und EDX-Analyse der entstandenen Ausscheidungen in Probe 7 (8 Minuten Haltezeit). Darin ist eine Ansammlung von Ausscheidungen als helle Flecken erkennbar. Wie zuvor werden zu diesem Zweck Ausscheidungen von ausreichender Größe für diese Untersuchungen herangezogen, da zu kleine Ausscheidungen mit dem zur Verfügung stehenden EDX nicht analysiert werden können. In (a) ist der Verlauf eines EDX-Linescans durch eine Ansammlung von Ausscheidungen eingezeichnet. In (b) ist als Ergebnis des EDX-Linescans eine starke Abnahme des Eisengehaltes (Fe) im Bereich der Ausscheidungen erkennbar. Die gleichen Ergebnisse jedoch ohne den Gehalt an Eisen (Fe) in (c) zeigen, dass der Chromgehalt (Cr) nicht auf die Ausscheidungen konzentriert ist, sondern im Material, welches die Ausscheidungen umgibt, verteilt vorliegt, weshalb der Verlauf des Chromgehaltes eine Wölbung nach oben aufweist. Dies ist auch der Grund dafür,



(a) EDX-Linescan, Verlauf



(b) EDX-Linescan (Fe, Cr, W, V, Nb)



(c) EDX-Linescan (Cr, W, V, Nb)

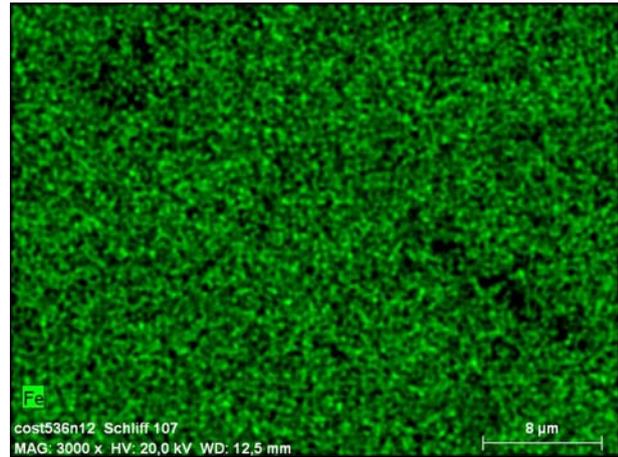
Abbildung 88 Ergebnisse eines EDX-Linescans, Probe 7 (8 Minuten Haltezeit)

dass der Martensit, welcher die Ausscheidungen umgibt, in der Aufnahme der rückgestreuten Elektronen in (a) heller erscheint als der übrige Martensit in größerer Entfernung zu den Ausscheidungen. Dies deckt sich mit den Untersuchungsergebnissen von Probe 7 des vierten Versuchszyklus (8 Minuten Haltezeit direkt aus dem Schweißprozess). Die Anteile an Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) nehmen beim Durchlaufen der Ausscheidungen deutlich zu. Besonders der Gehalt an Wolfram (W) zeigt starke Ausschläge. Auch diese Beobachtungen stimmen mit jenen von Probe 7 des vorigen Versuchszyklus überein.

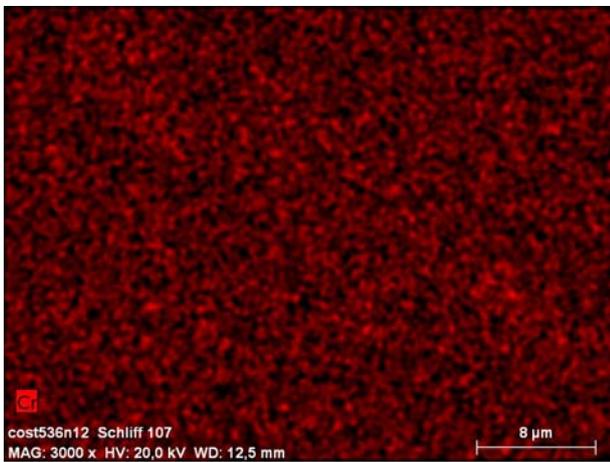
Abbildung 89 zeigt die Ergebnisse eines EDX-Mappings, welches an Probe 7 (8 Minuten Haltezeit) durchgeführt wurde. In (a) ist der Ausschnitt der Probenoberfläche, welcher untersucht wurde, mit zahlreichen Ausscheidungen dargestellt. Der Eisengehalt (Fe) nimmt im Bereich der Ausscheidungen deutlich ab, was in Abbildung 89(b) als örtliche Abnahme der Farbintensität bzw. als dunkle Flecken erkennbar ist. Der Chromgehalt (Cr) ist, wie bereits bei dem EDX-Linescan gezeigt, in einem größeren Bereich in der Umgebung der Ausscheidungen leicht erhöht, was durch die Farbverteilung in (c) dargestellt ist. Die in (d) gezeigte Verteilung



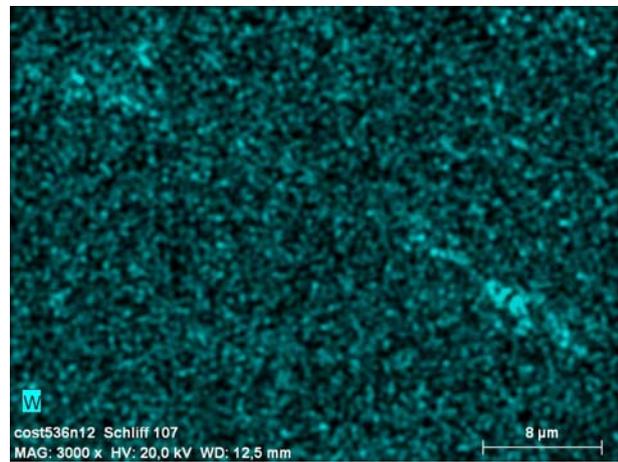
(a) EDX-Mapping, Ausschnitt



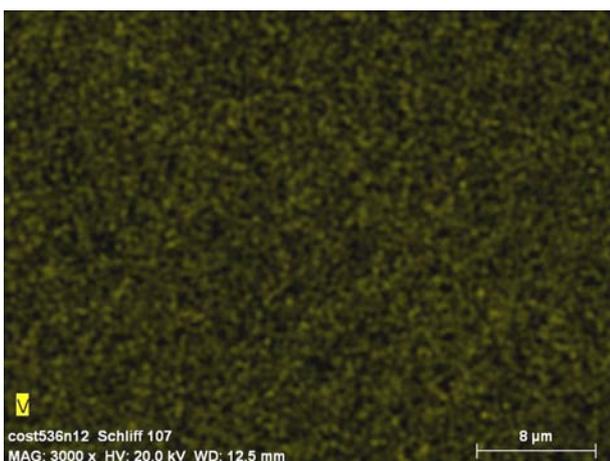
(b) EDX-Mapping, Eisen (Fe)



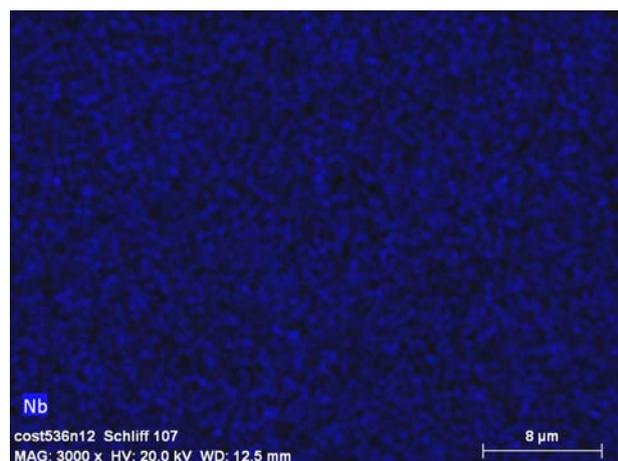
(c) EDX-Mapping, Chrom (Cr)



(d) EDX-Mapping, Wolfram (W)



(e) EDX-Mapping, Vanadium (V)



(f) EDX-Mapping, Niob (Nb)

Abbildung 89 Ergebnisse eines EDX-Mappings, Probe 7 (8 Minuten Haltezeit)

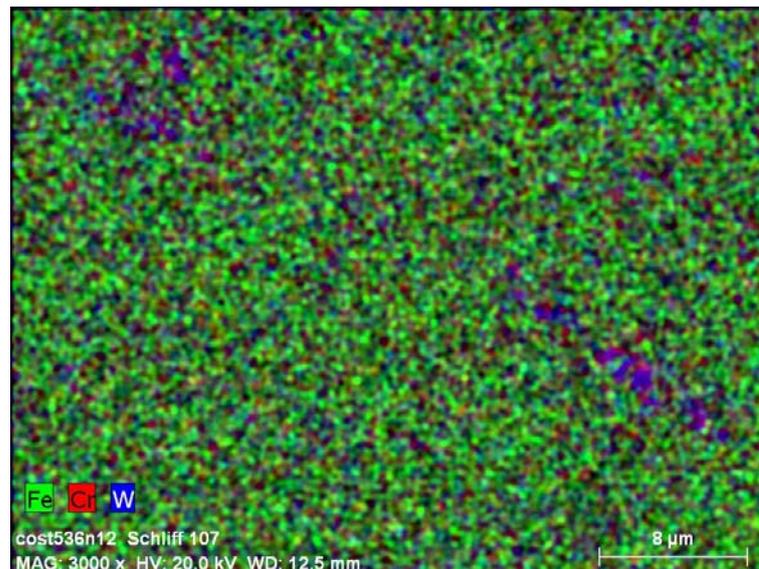


Abbildung 90 Überlagerung der EDX-Mappings von Eisen (Fe), Chrom (Cr) und Wolfram (W), Probe 7 (8 Minuten Haltezeit)

und Konzentration von Wolfram (W) kann hingegen eindeutig den in (a) sichtbaren Ausscheidungen zugeordnet werden. Eine erhöhte Konzentration an Vanadium (V) in den Ausscheidungen ist nur schwach ausgeprägt (e), Niob (Nb) hingegen weist in (f) keine erkennbaren Abweichungen in der Konzentration und Verteilung auf. Dies entspricht den Ergebnissen der EDX-Linescans sowohl dieses Versuchszyklus als auch des vorigen, in denen die Schwankungen des Niobgehaltes am geringsten ausgefallen sind.

In Abbildung 90 ist eine Überlagerung der EDX-Mappings von Eisen (Fe), Chrom (Cr) und Wolfram (W) dargestellt. Die beiden übrigen zuvor analysierten Legierungselemente Vanadium (V) und Niob (Nb) zeigen zu geringe Konzentrationsunterschiede, als dass sie in dieser Darstellungsform erkennbar wären. In dieser Darstellung ist sehr gut ersichtlich, dass Wolfram (W) in Form von Ausscheidungen vorliegt, während Chrom (Cr) in der Umgebung der Ausscheidungen verteilt ist. Im Vergleich zu dem EDX-Mapping, welches an den linienförmig angeordneten Ausscheidungen des Ausgangszustandes durchgeführt wurde, zeigt sich, dass in beiden Fällen die Ausscheidungen, die sich bei der Auflösung des Delta-Ferrits gebildet haben, einen hohen Gehalt an Wolfram (W) und Anteile an Vanadium (V) und Niob (Nb) aufweisen. Einziger Unterschied ist die Verteilung von Chrom (Cr). Während dieser im Ausgangszustand in den Ausscheidungen konzentriert vorliegt, ist dieser bei rascher Auflösung des Delta-Ferrit in der Umgebung der Ausscheidungen verteilt. Dies kann an einer zur kurzen Diffusionszeit bzw. einer geringen Diffusionsgeschwindigkeit von Chrom (Cr) liegen, weshalb die Zeit zur Bildung chromhaltiger Ausscheidungen nicht ausgereicht hat.

Die Abbildungen 91 und 92 zeigen die Verläufe der Mikro- und Makrohärte aller Proben dieses Versuchszyklus. Im Falle der Mikro- und Makrohärte sind hierbei lediglich die Ergebnisse des dunklen Martensits aufgelistet, da der Delta-Ferrit und der helle Bereich des Martensits zu Beginn des Versuchszyklus eine zu geringe Größe aufweisen, um deren Mikro- und Makrohärte messen zu können. Der Verlauf der Mikro- und Makrohärte zeigt in Abbildung 91 stärkere Schwankungen und eine größere Streuung der Messwerte als beim vorigen vierten Versuchszyklus. Die Werte liegen

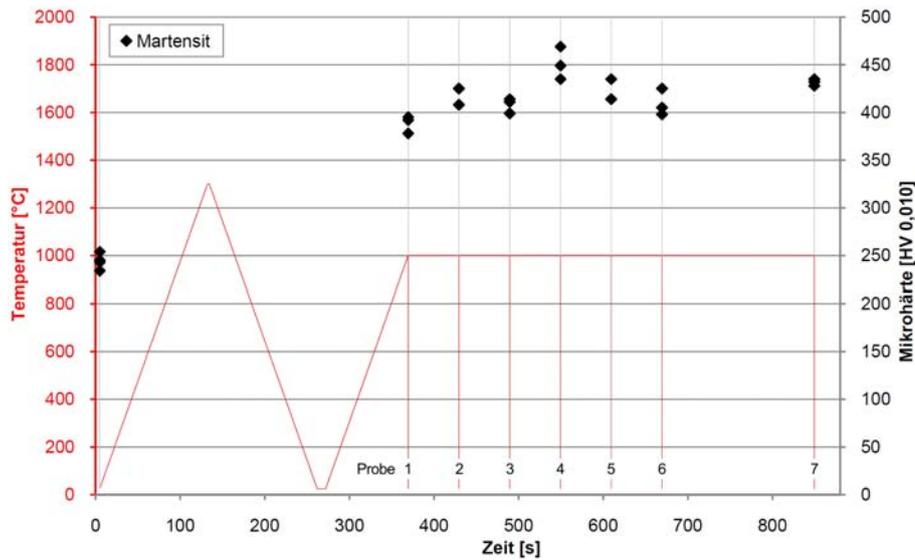


Abbildung 91 Ergebnis der Mikrohärtmessungen des fünften Versuchszyklus

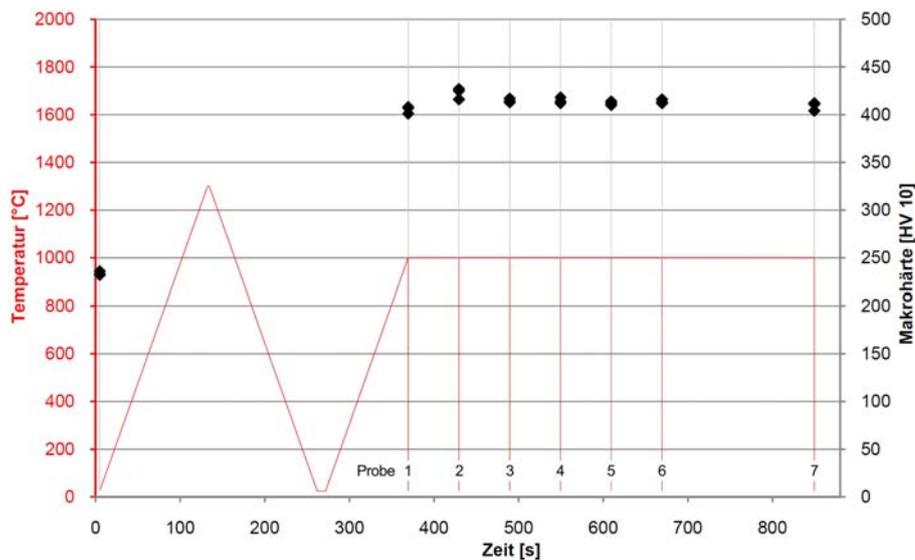


Abbildung 92 Ergebnis der Makrohärtemessungen des fünften Versuchszyklus

in einem Bereich von etwa 380 bis etwa 470 HV 0,010, wobei sich mit länger werdenden Haltezeiten keine eindeutige Tendenz erkennen lässt, da die Streuung der Werte zu groß ist. Es kann lediglich festgestellt werden, dass die Mikrohärtewerte im Mittel etwa jenen des vorigen Versuchszyklus entsprechen. Der Verlauf der Makrohärte zeigt hingegen sehr ausgewogene Ergebnisse ohne große Streuung. Die Werte decken sich mit jenen des vierten Versuchszyklus und liegen im Bereich von 400 HV 10 bzw. etwas darüber. Mit Ausnahme von Probe 1 (0 Minuten Haltezeit), welche aufgrund der kurzfristigen und eventuell nicht vollständig abgelaufenen Umwandlung eine niedrigere Härte aufweist, bestätigen sich die Beobachtungen und Erkenntnisse aus dem vierten Versuchszyklus. Von Probe 2 (1 Minute Haltezeit) beginnend bis Probe 7 (8 Minuten Haltezeit) nimmt die Makrohärte des Gefüges mit länger werdenden Haltezeiten von etwa 420 HV 10 auf etwa 400 HV 10 ab. Dies könnte seine Ursache in der fortschreitenden Bildung von Ausscheidungen während der Wärmebehandlung haben.

7.2 Experimente X10CrWMoVNb9-2 (P92)

7.2.1 Ausgangszustand

Der genaue Wärmebehandlungszustand des vorliegenden Werkstoffes ist, wie schon in Kapitel 4.2 beschrieben, nicht näher bekannt, lediglich Anhaltswerte für die durchlaufenen Wärmebehandlungsschritte liegen vor. Aus der Tatsache heraus, dass das Probenmaterial einem Stück nahtloser Dampfrohrlleitung entstammt, kann gefolgert werden, dass dieser Werkstoff ebenso wie der zuvor untersuchte NPM4 im Zuge des Herstellungsprozesses einer plastischen Umformung unterzogen wurde. Wie in Abbildung 20(b) dargestellt, wurden die Dilatometerproben in Längsrichtung des Rohres entnommen. Die Probenoberflächen in den Lichtmikroskopischen Aufnahmen entsprechen demnach Schnittebenen quer zur Rohrachse. Das durch die Formgebung und die darauffolgenden Wärmebehandlungsschritte entstandene Ausgangsgefüge des für die folgenden Versuche und Untersuchungen verwendeten Werkstoffes ist in Abbildung 93 dargestellt.

Im Gegensatz zum NPM4 sind die Korngrenzen des ehemaligen Austenits im Ausgangsgefüge des P92 weniger deutlich ausgeprägt. In manchen Bereichen können die ehemaligen Austenitkorngrenzen (blaue Pfeile in Abbildung 93) nicht von den Lattengrenzen des Martensits (rote Pfeile) unterschieden werden. Ein Grund, weshalb die ehemaligen Austenitkorngrenzen weniger deutlich als jene im Ausgangsgefüge des NPM4 erkennbar sind, ist, dass es in der näheren Umgebung dieser nicht zur Bildung eines ausscheidungsfreien Bereiches gekommen ist, wie dieser beispielsweise beim NPM4 in Abbildung 35 deutlich zu erkennen ist. Im Gefüge des P92 nimmt die Zahl der Ausscheidungen an den Lattengrenzen des Martensits (rote Pfeile in Abbildung 93) bis hin zu den ehemaligen Austenitkorngrenzen nicht ab. Weiters fällt auf, dass das Ätzmittel LBII mod. anders auf die polierte Probenoberfläche wirkt, weshalb beim P92 alle Martensitlatten im Ausgangszustand die gleiche Färbung aufweisen, während jene des NPM4 durch das Ätzmittel unterschiedlich verfärbt werden (Abbildung 35).

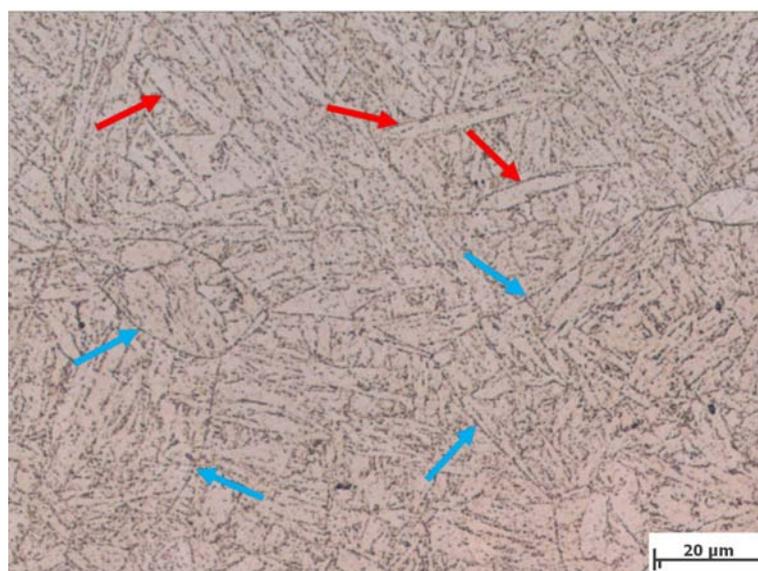
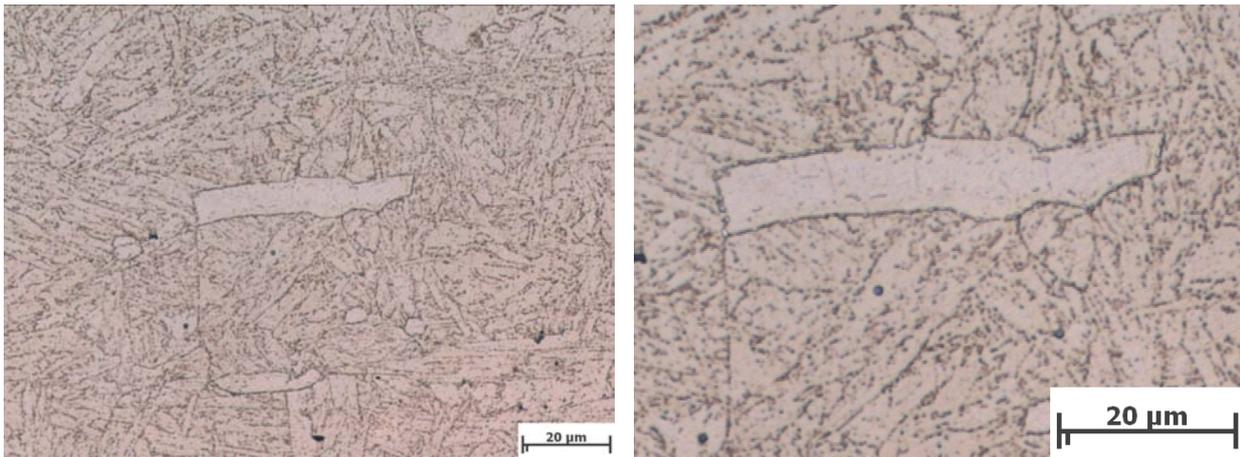


Abbildung 93 Detailaufnahme des Ausgangszustandes des P92



(a) Ausgangszustand des P92

(b) Delta-Ferrit im Ausgangszustand

Abbildung 94 (a) Gefüge des Ausgangszustandes des P92; (b) Delta-Ferrit im Gefüge

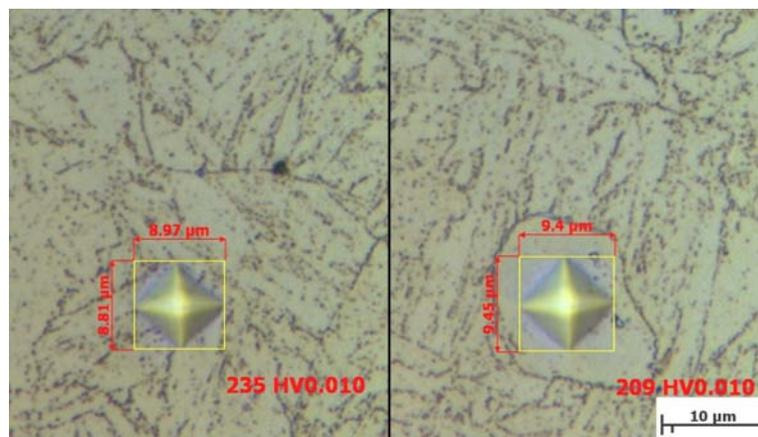


Abbildung 95 Mikrohärtewerte des Martensits und des Delta-Ferrits

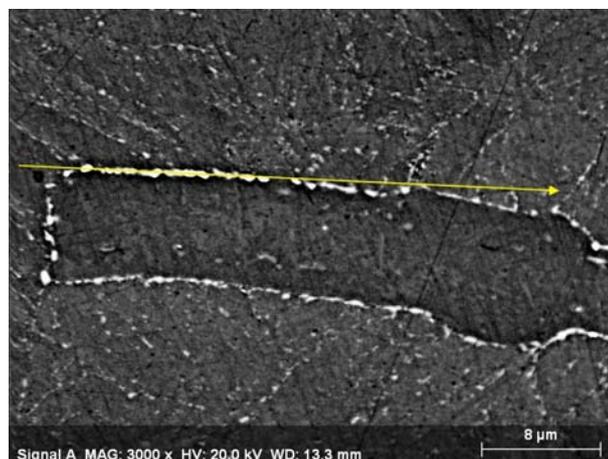
Entlang der ehemaligen Austenitkorn Grenzen befinden sich Ausscheidungen (blaue Pfeile in Abbildung 93), welche größer sind als jene an den Lattengrenzen des Martensits.

In Abbildung 94(a) befindet sich in der Bildmitte ein großes, gleichmäßig helles Korn, bei dem es sich aufgrund seiner Form nicht um eine Martensitlatte handelt. In (b) ist der Bereich um dieses Korn vergrößert dargestellt. Es ist erkennbar, dass es durch eine Korngrenze deutlich vom restlichen Gefüge abgegrenzt wird und dass sich an dieser Korngrenze eine große Zahl an Ausscheidungen befindet, deren Größe jene der Ausscheidungen an den Lattengrenzen des Martensits deutlich überschreitet. Aufgrund der Form und des Erscheinungsbildes dieses Kornes kann nicht ausgeschlossen werden, dass es sich hierbei um Delta-Ferrit handelt, welcher während des Herstellungsprozesses bzw. während der Wärmebehandlung des Werkstoffes entstanden ist und in der vorliegenden Form im Gefüge zurückgeblieben ist. Eine Mikrohärtemessung soll zeigen, ob es sich tatsächlich um Delta-Ferrit handelt. Abbildung 95 zeigt zwei Ergebnisse dieser Mikrohärtemessung. Die Mikrohärtigkeit des vermeintlichen Delta-Ferrit-Korns stimmt mit 209 HV 0,010 mit den erwarteten etwa 200 HV 0,010 für Delta-Ferrit überein (Abbildung 95, rechts), jedoch ist der angelassene Martensit im vorliegenden

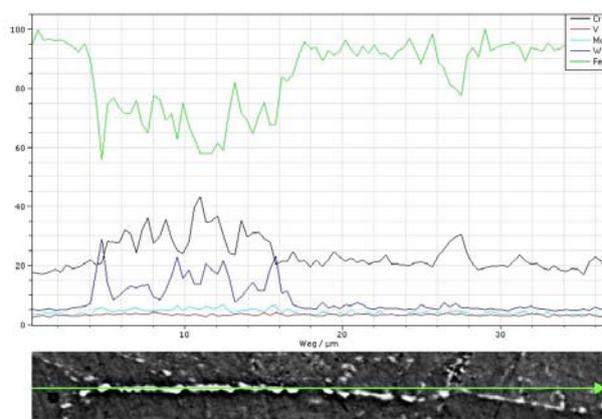
Wärmebehandlungszustand mit 235 HV 0,010 nur geringfügig härter (Abbildung 95, links). Aus diesem Grund kann nicht eindeutig gezeigt werden, dass es sich hierbei tatsächlich um Delta-Ferrit handelt. Durch eine Untersuchung mittels REM bzw. EDX kann dieser Nachweis ebenso nicht erbracht werden, da sich aufgrund der ähnlichen chemischen Zusammensetzung von Delta-Ferrit und Grundgefüge mit den zur Verfügung stehenden Untersuchungsgeräten kein Unterschied zeigen würde. Im Zuge des zweiten Versuchszyklus wird versucht, mit steigender Härte des umgebenden neuen Martensits während der ersten zwei bis drei Versuche diesen Nachweis zu erbringen.

Die Messung der Mikrohärtigkeit des Martensits an drei Punkten im Ausgangsgefüge hat die Werte 230, 237 und 235 HV 0,010 ergeben. Die Messung der Makrohärtigkeit hat die Werte 214, 215 und 214 HV 10 ergeben.

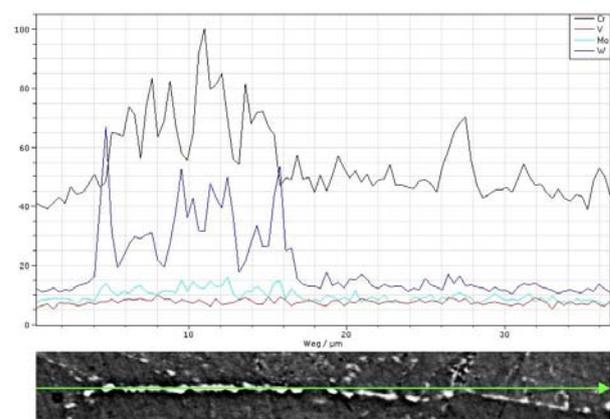
Abbildung 96 zeigt das Ergebnis eines EDX-Linescans, dessen Verlauf durch eine Ansammlung von größeren Ausscheidungen an der Korngrenze des in Abbildung 94(b) dargestellten



(a) EDX-Linescan, Verlauf



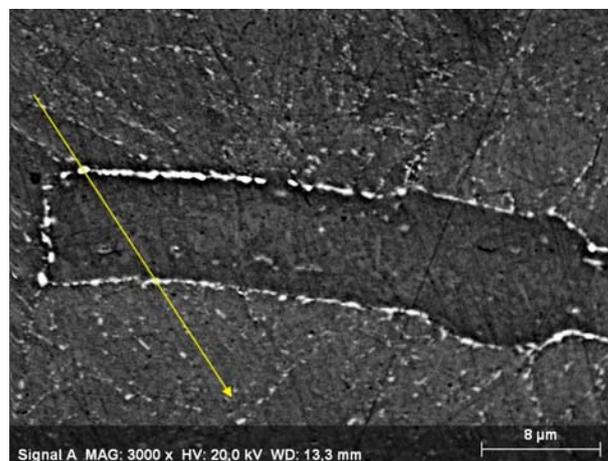
(b) EDX-Linescan (Fe, Cr, W, Mo, V)



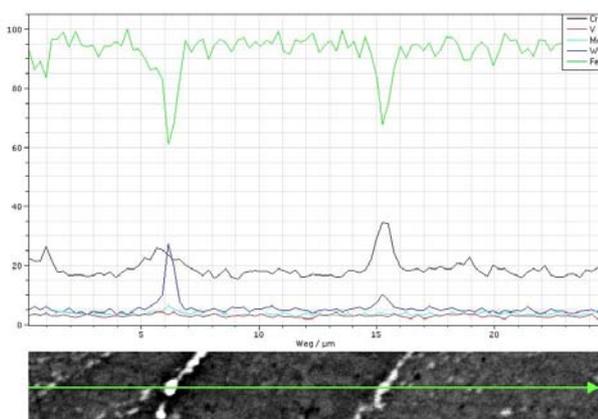
(c) EDX-Linescan (Cr, W, Mo, V)

Abbildung 96 REM- und EDX-Analyse von Ausscheidungen an der Korngrenze eines Delta-Ferrit-Korns

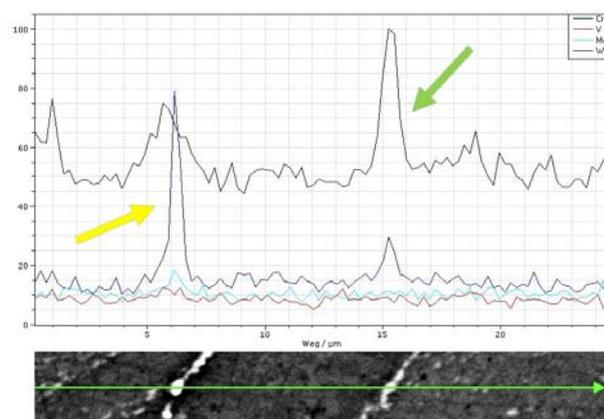
Delta-Ferrit-Korns führt. In Abbildung 96(b) ist erkennbar, dass der Eisengehalt (Fe) im Bereich der Ausscheidungen deutlich zurück geht. Abbildung 96(c) zeigt das Ergebnis des Linescans ohne den Eisengehalt, wodurch die Verteilung der übrigen Elemente Chrom (Cr), Wolfram (W), Molybdän (Mo) und Vanadium (V) besser erkennbar ist. P92 enthält in seiner chemischen Zusammensetzung im Gegensatz zum NPM4 Molybdän (Mo, 0,45 Gew.-%), welches zur Gruppe der Ferritbildner gehört, weshalb dieses in den nachfolgenden EDX-Untersuchungen berücksichtigt wird. Alle übrigen im P92 enthaltenen Legierungselemente zeigen bei der Untersuchung mit dem zur Verfügung stehenden REM bzw. EDX keine Schwankungen in deren Konzentration, weshalb diese nicht berücksichtigt werden. Dazu gehört auch Niob (Nb) welches bei der Untersuchung des Ausgangszustandes des NPM4 Konzentrationschwankungen im Bereich der linienförmig angeordneten Ausscheidungen erkennen ließ. Abbildung 96(c) zeigt, dass die Ausscheidungen neben Chrom (Cr) einen sehr großen Anteil an Wolfram (W) enthalten. Einzelne Ausschläge des Wolframgehaltes liegen dabei sehr weit



(a) EDX-Linescan, Verlauf

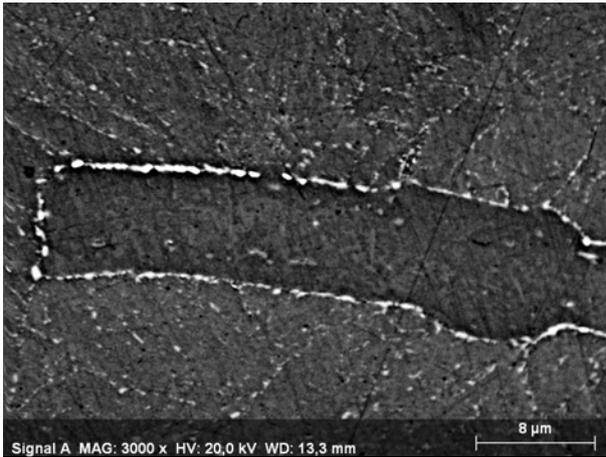


(b) EDX-Linescan (Fe, Cr, W, Mo, V)

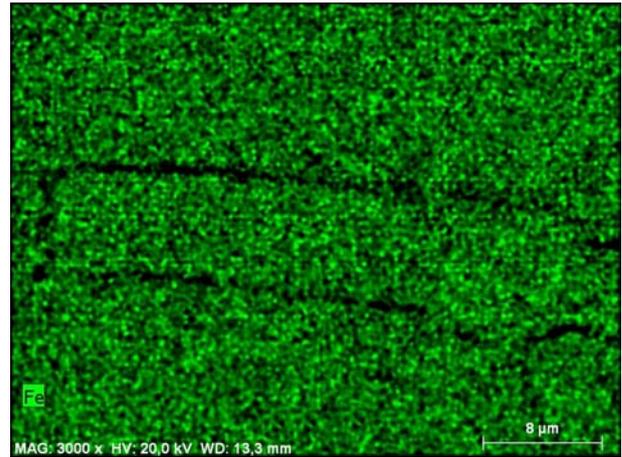


(c) EDX-Linescan (Cr, W, Mo, V)

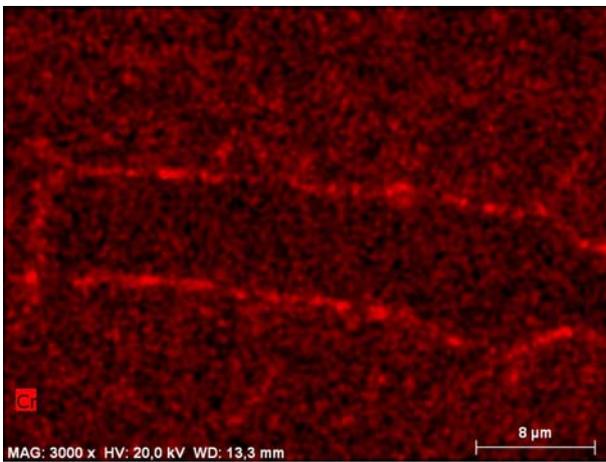
Abbildung 97 REM- und EDX-Analyse eines Delta-Ferrit-Korns mit Ausscheidungen an der Korngrenze



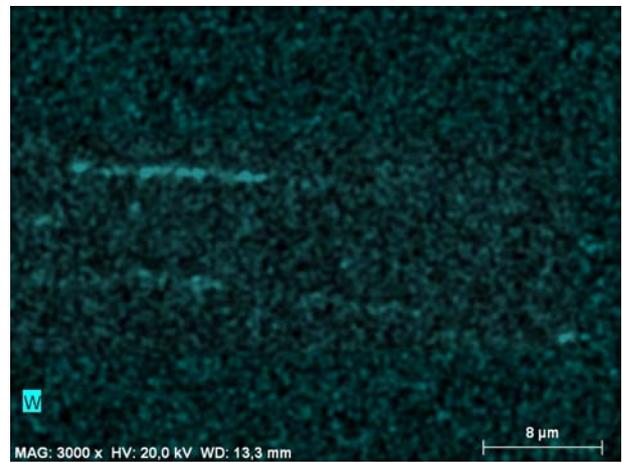
(a) EDX-Mapping, Ausschnitt



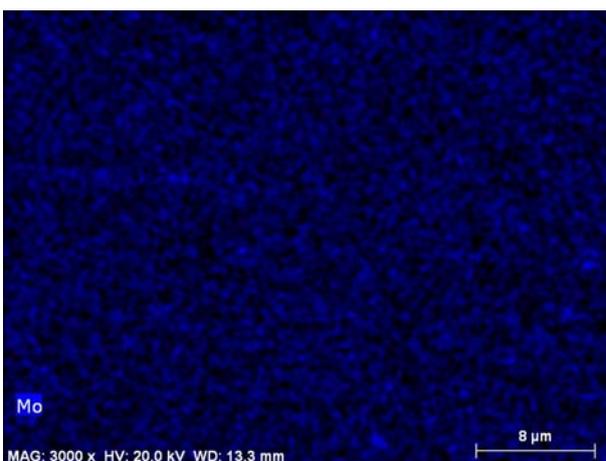
(b) EDX-Mapping, Eisen (Fe)



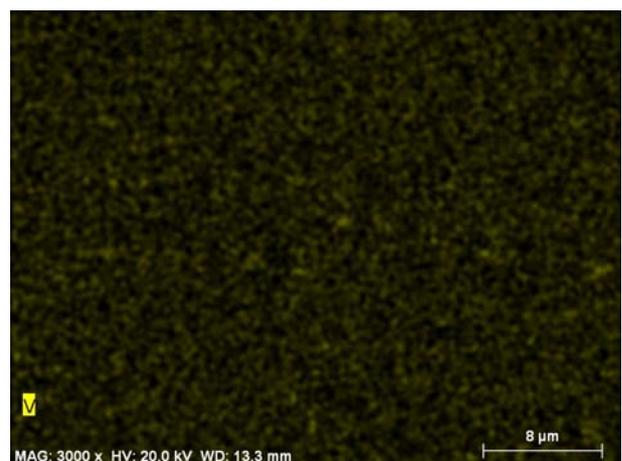
(c) EDX-Mapping, Chrom (Cr)



(d) EDX-Mapping, Wolfram (W)



(e) EDX-Mapping, Vanadium (Mo)



(f) EDX-Mapping, Niob (V)

Abbildung 98 REM- und EDX-Analyse von Ausscheidungen an der Korngrenze eines Delta-Ferrit-Korns

über dem Niveau des umgebenden Gefüges. Molybdän (Mo) zeigt ebenfalls eine erhöhte Konzentration im Bereich der Ausscheidungen, wobei diese wesentlich geringer ausfällt als jene von Wolfram (W). Die geringste Erhöhung zeigt Vanadium (V).

In Abbildung 97 ist das Ergebnis eines weiteren EDX-Linescans dargestellt, welcher quer durch das Delta-Ferrit-Korn verläuft und dabei unter anderem Ausscheidungen an dessen Korngrenzen schneidet. In Abbildung 97(c) ist erkennbar, dass im Bereich der Ausscheidungen an den Korngrenzen die größten Konzentrationsschwankungen vorliegen. Die erste Ausscheidung, die im Verlauf des Linescans durchlaufen wird (gelber Pfeil in Abbildung 97(c) bzw. die obere Ausscheidung in Abbildung 97(a)), zeigt einen sehr starken Ausschlag des Wolframgehaltes (W), wohingegen jener des Chromgehaltes (Cr), gemessen am Gehalt des umgebenden Werkstoffes, weniger stark ausfällt. Molybdän (Mo) und Vanadium (V) zeigen ebenso leicht erhöhte Werte. Dies deutet darauf hin, dass es sich bei dieser Ausscheidung höchstwahrscheinlich um Fe_2W Laves-Phase handelt. Die zweite Ausscheidung, die nach dem Delta-Ferrit-Korn durchlaufen wird (grüner Pfeil in Abbildung 97(c) bzw. die untere Ausscheidung in Abbildung 97(a)), enthält einen sehr großen Anteil an Chrom (Cr) und zeigt einen wesentlich kleineren Anteil an Wolfram (W). Die Konzentrationen von Molybdän (Mo) und Vanadium (V) blieben bei dieser Ausscheidung unverändert konstant. Daraus kann geschlossen werden, dass es sich bei dieser Ausscheidung mit großer Wahrscheinlichkeit um M_{23}C_6 handelt. Die in Kapitel 7.4 folgenden Simulationen sollen zeigen, welche Arten von Ausscheidungen im P92 auftreten und welche Legierungselemente diese enthalten. Im Inneren des Delta-Ferrit-Korns zeigt in Abbildung 97 keines der Elemente außergewöhnliche Konzentrationsschwankungen.

In Abbildung 98 ist das Ergebnis eines EDX-Mappings dargestellt, welches entsprechend Abbildung 98(a) den selben Bereich betrachtet wie die beiden EDX-Linescans zuvor. Wie bereits bei den Linescans ist der Eisengehalt (Fe, Abbildung 98(b)) im gesamten Bereich der Korngrenze bzw. der Ausscheidungen verringert. In Abbildung 98(c) ist erkennbar, dass

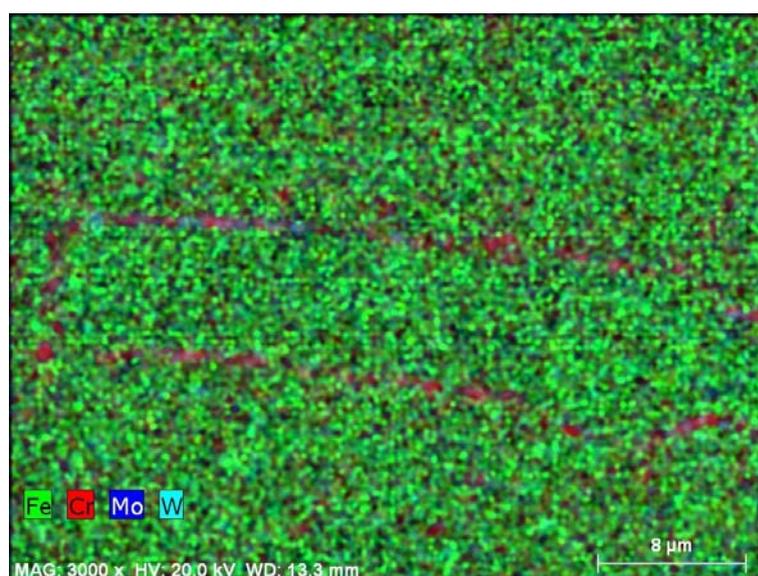


Abbildung 99 Überlagerung der EDX-Mappings von Eisen (Fe), Chrom (Cr), Wolfram (W) und Molybdän (Mo)

sämtliche Ausscheidungen entlang der Korngrenze einen mehr oder weniger großen Anteil an Chrom (Cr) enthalten. Wolfram (W, Abbildung 98(d)) ist besonders auf einige der Ausscheidungen im linken oberen Bereich der Korngrenze, welcher im Zuge des ersten Linescans untersucht wurde, konzentriert. Im übrigen Verlauf der Korngrenze zeigt Wolfram (W) kaum erhöhte Konzentrationen. In Abbildung 98(e) ist ein leicht erhöhter Molybdängehalt (Mo) im linken oberen Bereich der Korngrenze erkennbar, welcher im übrigen Verlauf dieser keine weiteren Erhöhungen zeigt. Schwankungen des Niobgehaltes (Nb, Abbildung 98(f)) sind zu gering, um diese in der Darstellung erkennen zu können. Abbildung 99 zeigt eine Überlagerung der EDX-Mappings von Eisen (Fe), Chrom (Cr), Wolfram (W) und Molybdän (Mo). Darin ist der Verlauf der Korngrenze des Delta-Ferrits, wie auch die Verteilung der vier Legierungselemente entlang dieser deutlich erkennbar.

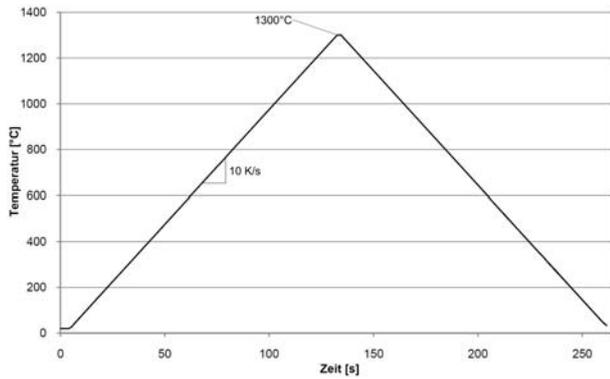
7.2.2 Ergebnisse des ersten Versuchszyklus

Der Temperaturverlauf und Zweck des ersten Versuchszyklus ist in Kapitel 5.3.3 erläutert. Die Untersuchungsergebnisse der ersten Probe mit einer Aufheiz- und Abkühlrate von 10 K/s sind in Abbildung 100 dargestellt. Die Diagramme in Abbildung 100(a) und (b) zeigen zum einen den tatsächlichen, während des Versuches aufgezeichneten Temperaturverlauf, und zum anderen die dabei gemessene Längenänderung in Form der Dilatometerkurve.

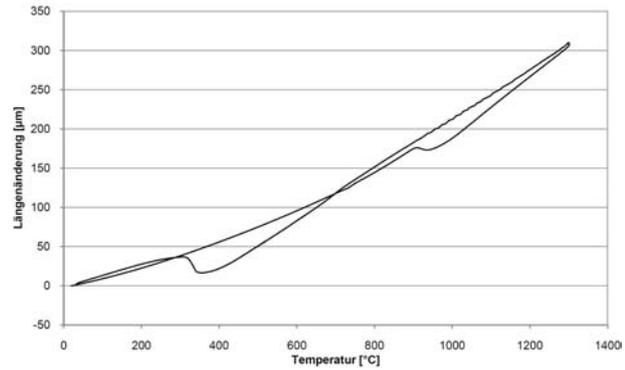
Die lichtmikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 100(c) und (d) zeigen das im ersten Versuch entstandene Gefüge (aufgeheizt und abgekühlt mit 10 K/s). Es ist erkennbar, dass der Delta-Ferrit längliche, zum Teil stark verzweigte Körner gebildet hat, wobei diese aufgrund des für die Erzeugung der Dampfrohrlötung verwendeten Herstellverfahrens entlang einer Vorzugsrichtung, vergleichbar mit dem Delta-Ferrit im Gefüge des NPM4, ausgerichtet sind. Für die Erzeugung dieser und aller folgenden Aufnahmen werden die Proben unter dem Lichtmikroskop so ausgerichtet, dass die bevorzugte Ausrichtung des Delta-Ferrits immer horizontal verläuft, um die Vergleichbarkeit der Proben zu erleichtern.

In den Aufnahmen in Abbildung 100(c) und (d) ist ebenso erkennbar, dass sich die Ausscheidungen, welche sich im Ausgangszustand an den Latten- und Korngrenzen befinden, vollständig aufgelöst haben bzw. neu gebildete Ausscheidungen zu fein sind, um diese mit dem Lichtmikroskop erkennen zu können. Aus diesem Grund erscheint das martensitische Grundgefüge in den Aufnahmen weniger kontrastreich, wobei einzelne, durch die Ätzung etwas dunkler gefärbte Martensitlatten sichtbar sind. Die Korngrenzen des ehemaligen Austenits sind nicht erkennbar. Die Körner des Delta-Ferrits sind von einem schmalen Bereich mit hellerem Martensit umgeben, welcher hinter einer diffus erkennbaren Grenzlinie in eine dunklere Erscheinungsform übergeht (rote Pfeile in Abbildung 100(d)). Messungen der Mikrohärtewerte an Proben mit größerem hellen Bereich sollen zeigen, ob dieser Bereich ebenso wie jener, welcher schon in Proben des NPM4 aufgetreten ist, eine geringere Mikrohärtigkeit aufweist, als der etwas dunklere Martensit in größerer Entfernung zu den Delta-Ferrit-Körnern.

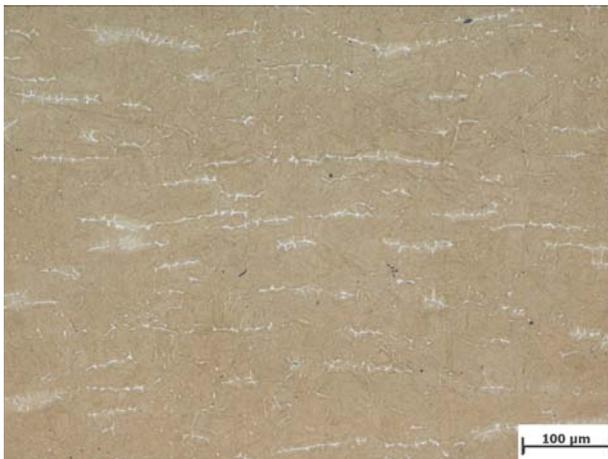
Abbildung 101(a) bis (d) zeigen die Untersuchungsergebnisse der zweiten Probe dieses Versuchszyklus (aufgeheizt und abgekühlt mit 1 K/s). Die Diagramme in Abbildung 101(a) und (b) stellen den tatsächlichen, während des Versuches aufgezeichneten Temperaturverlauf



(a) gemessener Temperaturverlauf



(b) aufgezeichnete Dilatometerkurve



(c) entstandenes Gefüge

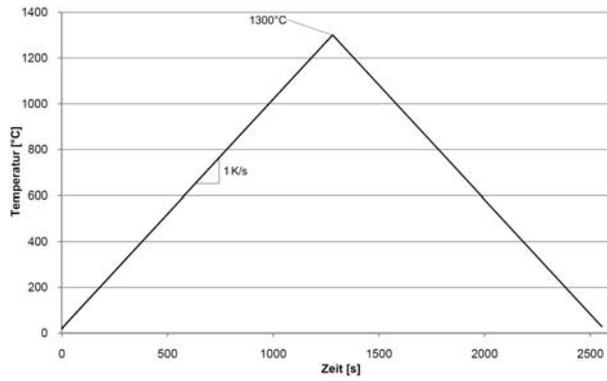


(d) entstandenes Gefüge, Detailansicht

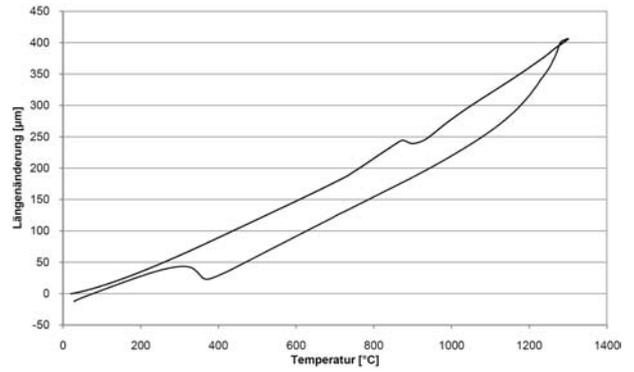
Abbildung 100 Untersuchungsergebnisse von Probe 1 (aufgeheizt und abgekühlt mit 10 K/s): (a) tatsächlicher Temperaturverlauf; (b) Dilatometerkurve; (c), (d) Gefüge

und die gemessene Längenänderung in Form der Dilatometerkurve dar. In den lichtmikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 101(c) und (d) ist erkennbar, dass der Anteil an Delta-Ferrit gegenüber der ersten Probe, welche mit 10 K/s aufgeheizt und abgekühlt wurde, zugenommen hat. Weiters ist ersichtlich, dass der Delta-Ferrit in Form von größeren Körnern als zuletzt, welche ein weitmaschiges Netz mit bevorzugter Ausrichtung entsprechend der Verformungsrichtung bilden, vorliegt. Die Lattengrenzen des Martensits und die ehemaligen Austenitkornengrenzen sind im Vergleich zur vorigen Probe besser erkennbar. Erneut sind die Delta-Ferrit-Körner von einem schmalen Bereich aus hellem Martensit umgeben, wobei in dieser Probe der Übergang zwischen der hellen und der dunklen Erscheinungsform des Martensits eher fließend ist und die Grenze dazwischen nicht genau ausgemacht werden kann.

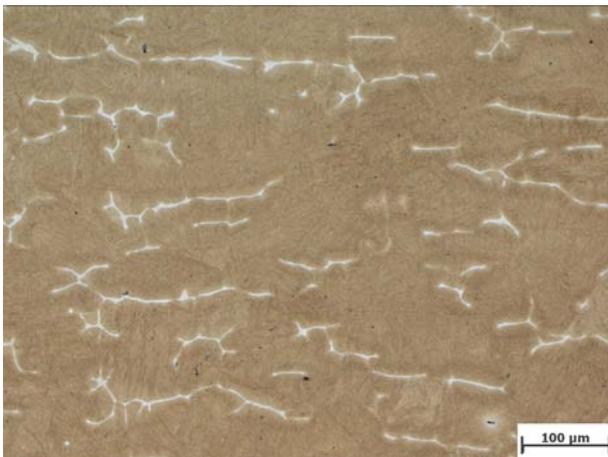
Mit dem verwendeten Lichtmikroskop kann nicht nachgewiesen werden, ob sich an den Korngrenzen zwischen Delta-Ferrit und Martensit bzw. an den Lattengrenzen des Martensits Ausscheidungen befinden. Aufgrund der Tatsache, dass die Lattengrenzen des Martensits besser erkennbar sind, liegt nahe, dass sich an diesen feine Ausscheidungen gebildet haben. Die ehemaligen Austenitkornengrenzen unterscheiden sich nicht wesentlich von den Lattengrenzen.



(a) gemessener Temperaturverlauf



(b) aufgezeichnete Dilatometerkurve

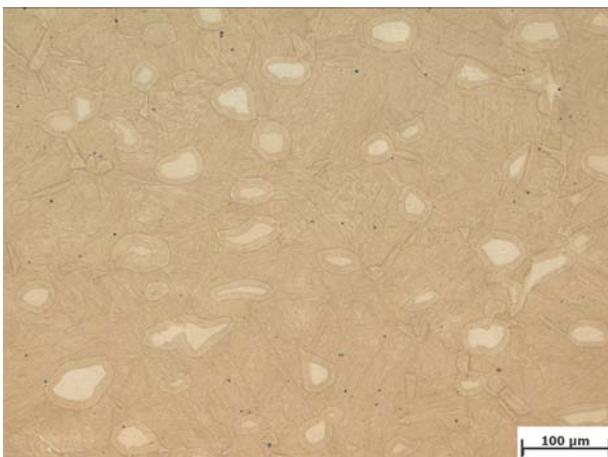


(c) entstandenes Gefüge Probe 2

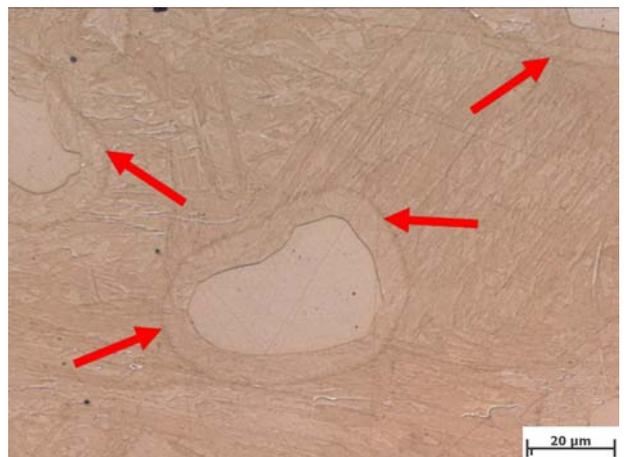


(d) entstandenes Gefüge, Detailansicht

Abbildung 101 Ergebnisse von Versuchszyklus 1 Probe 2 (aufgeheizt und abgekühlt mit 1 K/s): (a) tatsächlicher Temperaturverlauf; (b) Dilatometerkurve; (c), (d) entstandenes Gefüge



(a) entstandenes Gefüge



(b) entstandenes Gefüge, Detailansicht

Abbildung 102 Ergebnisse von Versuchszyklus 1 Probe 3 (aufgeheizt mit 1 K/s, abgeschreckt bei 1300°C): (a), (b) entstandenes Gefüge

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen von Probe 3 (aufgeheizt mit 1 K/s, abgeschreckt bei 1300°C) sind in Abbildung 102 dargestellt. Der Delta-Ferrit weist einen noch größeren Anteil im Gefüge auf als in den beiden letzten Proben und liegt in Form von großen, runden Körnern vor. Im Gegensatz zum Gefüge der zweiten Probe, welche mit 1 K/s abgekühlt wurde, bilden die Delta-Ferrit-Körner in dieser Probe nach Abschrecken von 1300°C keine netzartige Struktur, sondern haben einen kompakten, beinahe kugelförmigen Aufbau. Da diese rundlichen Körner gleichmäßig im Gefüge verteilt vorliegen, ist die Verformungsrichtung des Werkstoffes nicht erkennbar. Entlang der Korngrenzen zwischen Delta-Ferrit und martensitischem Grundgefüge können mithilfe des Lichtmikroskops keine Ausscheidungen festgestellt werden. Der Martensit zeigt erneut eine helle und eine dunkle Erscheinungsform, wobei diese im Falle von Probe 3 durch eine deutlich erkennbare Grenze voneinander getrennt werden (rote Pfeile).

Abbildung 103 zeigt eine Zusammenstellung dreier Mikrohärtemessungen im Gefüge von Probe 3. Der Delta-Ferrit weist mit 204 HV 0,010 eine für ihn typische Härte auf. Der Martensit in seiner hellen Erscheinungsform, welcher einen, je nach Größe der Delta-Ferrit-Körner, mehr oder weniger breiten Bereich um diese bildet, verfügt über eine Härte von 449 HV 0,010. Der dunkle Martensit des Grundgefüges in größerer Entfernung zu den Delta-Ferrit-Körnern ist mit einer Härte von 554 HV 0,010, wie schon beim NPM4 beobachtet, um etwa 100 HV 0,010 härter als der helle Martensit. In der Zusammenstellung ist die Grenze zwischen hellem und dunklem Martensit deutlich erkennbar. Wie schon bei den EDX-Untersuchungen des Gefüges des NPM4 gezeigt, sind in allen drei Bereichen (Delta-Ferrit, heller und dunkler Martensit) und den Grenzen, die sie trennen, keine wesentlichen Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung mit den verwendeten Untersuchungseinrichtungen nachweisbar. Aus diesem Grund wird an dieser Stelle auf eine Darstellung und Diskussion der Ergebnisse aus der Untersuchung mittels REM und EDX verzichtet.

Anhand der Proben dieses Versuchszyklus ist erkennbar, dass die Proben des P92 durch das Ätzmittel LBII mod. trotz verlängerter Ätzzeit (6 Sekunden gegenüber 5 Sekunden für Proben des NPM4) weniger stark angegriffen werden als jene des NPM4, weshalb die lichtmikroskopischen Aufnahmen der Proben des P92 blasser erscheinen. Es ist auch ersichtlich, dass die Ätzungen über weniger Kontrast verfügen und daher einzelne Bestandteile des Gefüges

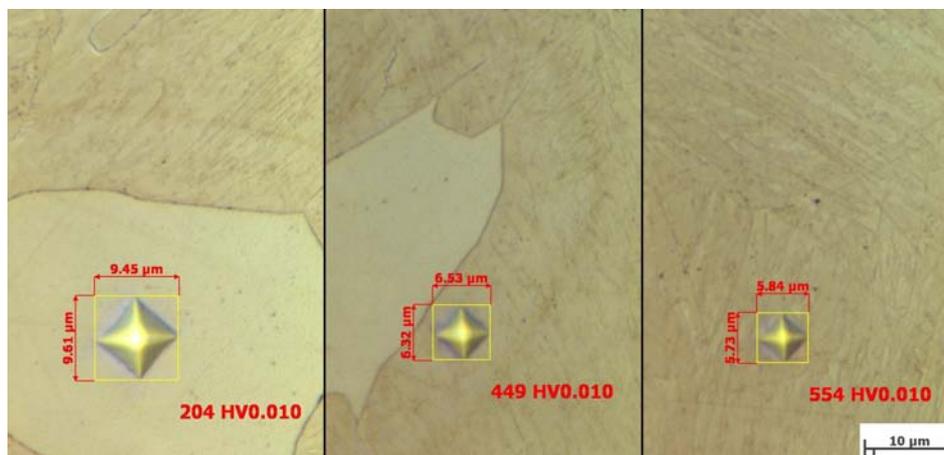


Abbildung 103 Mikrohärtete von Delta-Ferrit, hellem und dunklem Martensit, Probe 3

weniger gut erkennbar sind. Der größte Teil des Ätzangriffs findet an Korngrenzen statt und damit auch an jenen von Ausscheidungen, welche sich an Korngrenzen und Lattengrenzen des Martensits befinden, und nur ein kleiner Teil in Form von flächigem Angriff. Der Grund für den weniger kontrastreichen Ätzangriff kann darin liegen, dass sich im Zuge der Versuche im Gefüge des P92 eine geringere Zahl an Ausscheidungen bildet bzw. dass die sich bildenden Ausscheidungen eine geringere Größe erreichen. Im Vergleich dazu haben die Ausscheidungen an den Korngrenzen des NPM4 eine ausreichende Größe, um diese mithilfe des Lichtmikroskops eindeutig identifizieren zu können.

7.2.3 Ergebnisse des zweiten Versuchszyklus

Der Temperaturverlauf des zweiten Versuchszyklus entspricht jenem des ersten Versuches des ersten Versuchszyklus, wobei dieser nun bei Erreichen bestimmter vorgegebener Temperaturen unterbrochen wird und die Proben abgeschreckt werden. Die Temperaturverläufe und der Zweck dieses Versuchszyklus sind in Kapitel 5.3.4 erklärt. Aufgrund der großen Zahl an Proben werden diese, wie schon jene des NPM4, der Einfachheit halber als Proben mit aufsteigenden Nummern bezeichnet. Die Nummern der Proben und deren Temperaturverläufe sind in Abbildung 104 dargestellt. Die Temperaturgradienten beim Aufheizen und Abkühlen betragen jeweils 10 K/s, das Abschrecken erfolgt mit maximal erreichbarer Abkühlrate.

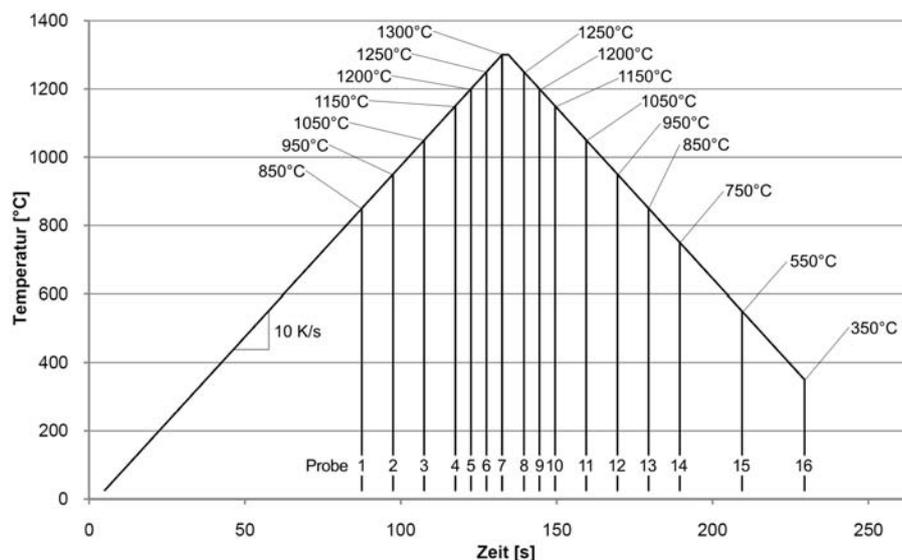
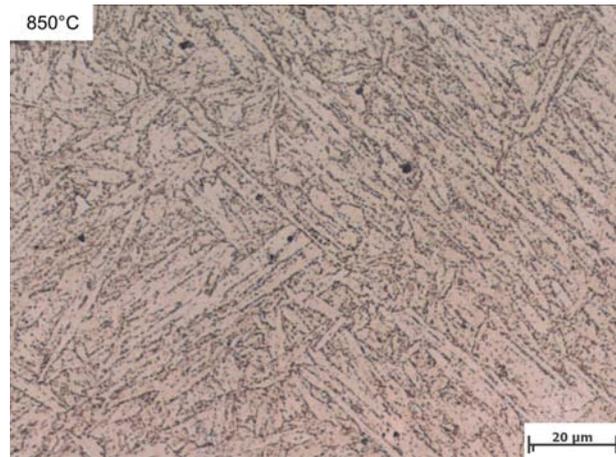


Abbildung 104 Temperaturverläufe und Probennummern des zweiten Versuchszyklus

Abbildung 105(a) und (b) zeigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen des entstandenen Gefüges von Probe 1, welche bei Erreichen von 850°C auf Raumtemperatur abgeschreckt wurde. Bei Betrachtung unter dem Lichtmikroskop sind keinerlei Veränderungen gegenüber dem Ausgangszustand in Abbildung 93 erkennbar. Die Spitzentemperatur in Höhe von 850°C hat offensichtlich nicht ausgereicht, um eine beginnende Umwandlung des Martensits in Austenit einzuleiten. Die Martensitlatten des Gefüges sind durch die sich an den Lattengrenzen befindenden Ausscheidungen deutlich erkennbar, jedoch heben sich die ehemaligen Austenitkorngrenzen nicht von diesen ab.



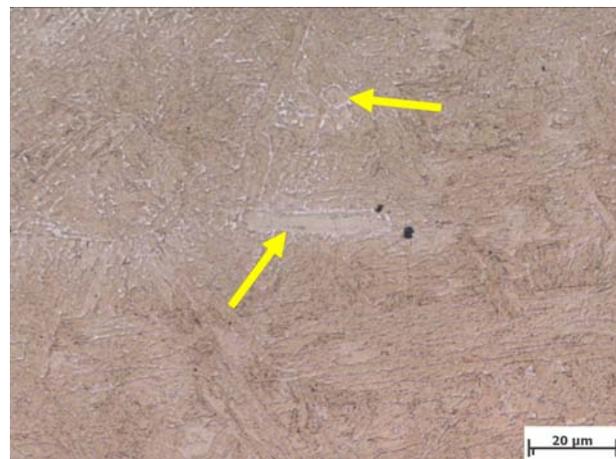
(a) Gefüge Probe 1



(b) Gefüge-Detail Probe 1



(c) Gefüge Probe 2



(d) Gefüge-Detail Probe 2

Abbildung 105 Gefüge von: (a), (b) Probe 1 (abgeschreckt bei 850°C); (c), (d) Probe 2 (abgeschreckt bei 950°C)

Aufnahmen des Gefüges von Probe 2, welche bei Erreichen einer Temperatur von 950°C abgeschreckt wurde, sind in Abbildung 105(c) und (d) dargestellt. Es ist erkennbar, dass sich die Ausscheidungen, welche sich in der vorigen Probe bzw. im Ausgangszustand an den Korngrenzen und den Lattengrenzen des Martensits befinden, aufgelöst haben, weshalb die Kristallkörner und Martensitlatten in dieser Probe weniger stark voneinander abgegrenzt sind und speziell in Abbildung 105(c) das martensitische Gefüge als durchgehende Fläche erscheint. In Abbildung 105(d) sind in der Bildmitte zwei Körner (gelbe Pfeile) erkennbar, bei welchen es sich, wie bei der Untersuchung des Ausgangszustandes angenommen, um Delta-Ferrit handeln könnte (siehe Abbildung 94). Durch die geringe Härte des angelassenen Martensits im Ausgangszustand konnte nicht eindeutig nachgewiesen werden, dass es sich bei diesen sich vom Grundgefüge abhebenden Körnern um alten Delta-Ferrit handelt. Aus diesem Grund ist in Abbildung 106 eine vergleichende Mikrohärtemessung von Martensit und altem Delta-Ferrit-Korn im Gefüge von Probe 2 (abgeschreckt bei 950°C) dargestellt. Es ist ersicht-

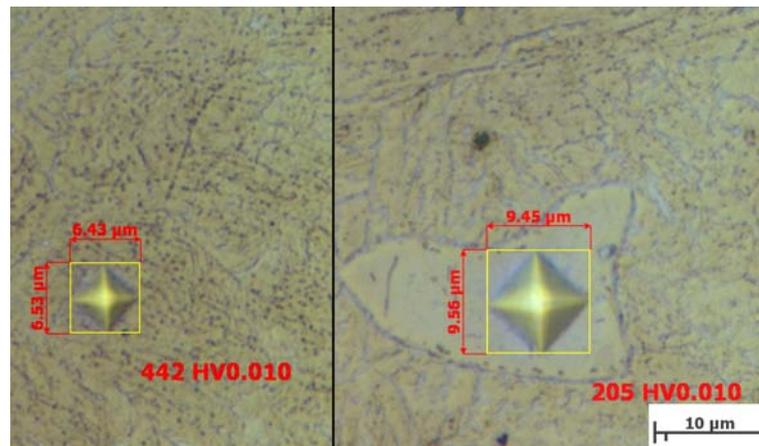
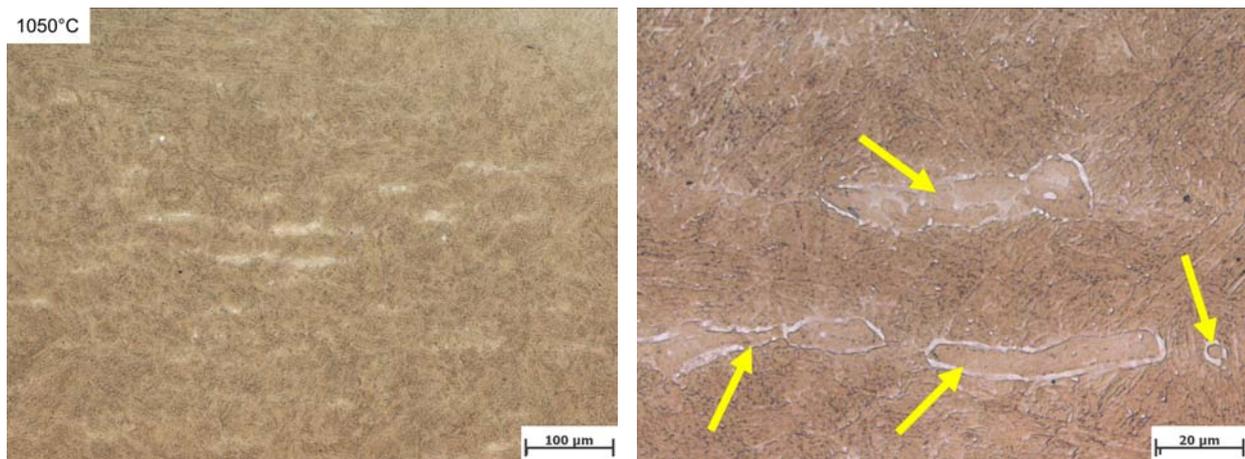


Abbildung 106 Mikrohärtete des Martensits und eines alten Delta-Ferrit-Korns im Gefüge von Probe 2 (abgeschreckt bei 950°C)

lich, dass die Mikrohärtete des Martensits durch die Umwandlung während des Versuchs auf 442 HV 0,010 angestiegen ist, während die Härte des Delta-Ferrit-Korns einen unverändert niedrigen Wert von 205 HV 0,010 aufweist. Dies zeigt, dass es sich bei diesen Körnern, welche schon im Gefüge des Ausgangszustandes vorhanden sind, tatsächlich um Delta-Ferrit handelt, welcher während des Herstellungsprozesses und der Wärmebehandlungsschritte nicht zu einer vollständigen Umwandlung gekommen ist. Weiters ist in Abbildung 105(d) erkennbar, dass das Delta-Ferrit-Korn von einem schmalen Bereich umgeben ist, welcher aufgrund seiner weißen Färbung als neuer Delta-Ferrit identifiziert werden kann. Aufgrund der geringen Größe dieses Bereiches und der dem Grundgefüge ähnlichen chemischen Zusammensetzung des Delta-Ferrits ist ein eindeutiger Nachweis mittels Mikrohärtete messung bzw. EDX-Analyse nicht möglich. Die nachfolgenden Proben sollen zeigen, ob es sich hierbei tatsächlich um Delta-Ferrit handelt, welcher in diesem Bereich zu wachsen beginnt.

Lichtmikroskopische Aufnahmen von Probe 3, welche bei Erreichen von 1050°C abgeschreckt wurde, sind in Abbildung 107 dargestellt. In Abbildung 107(b) ist erkennbar, dass der zuvor genannte Bereich, welcher die alten Delta-Ferrit-Körner (gelbe Pfeile in Abbildung 107(b)) umgibt, beträchtlich an Größe gewonnen hat. Die weiße Färbung ist ein Indikator dafür, dass es sich hierbei mit hoher Wahrscheinlichkeit um Delta-Ferrit handelt, wobei ein eindeutiger Nachweis mittels Mikrohärtete messung aufgrund der kleinen Abmessungen nach wie vor nicht möglich ist. Ebenso zeigen die beiden Aufnahmen in Abbildung 107, dass schon der alte Delta-Ferrit in bevorzugter Ausrichtung im Gefüge entstanden ist (gelbe Pfeile). Bei Untersuchung der lichtmikroskopischen Aufnahmen ist nicht erkennbar, ob sich auch im umgebenden, martensitischen Gefüge einzelne kleine Delta-Ferrit-Körner gebildet haben.

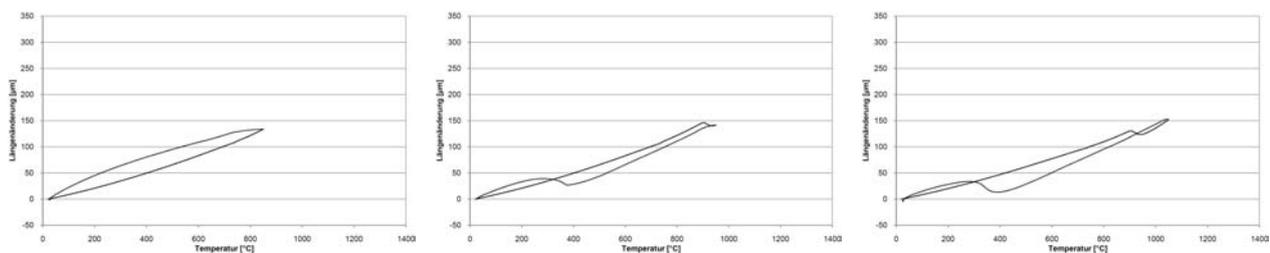
In Abbildung 108 sind die während der Versuche aufgezeichneten Dilatometerkurven der ersten drei Proben, welche bei 850, 950 und 1050°C abgeschreckt wurden, dargestellt. Es ist erkennbar, dass es bei der ersten Probe (Abbildung 108(a), abgeschreckt bei 850°C) noch zu keiner Umwandlung des Martensits in Austenit gekommen ist, weshalb die lichtmikroskopischen Aufnahmen dieser Probe keine Veränderungen gegenüber dem Ausgangszustand zeigen. Während des Versuches von Probe 2 (Abbildung 108(b), abgeschreckt bei 950°C) ist es zu einer Umwandlung gekommen, wobei diese zwar größtenteils, jedoch noch nicht vollständig



(a) Gefüge Probe 3

(b) Gefüge-Detail Probe 3

Abbildung 107 Gefüge von Probe 3 (abgeschreckt bei 1050°C)



(a) Probe 1

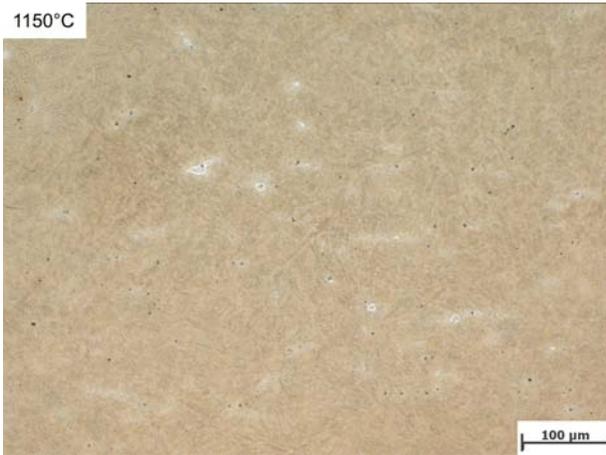
(b) Probe 2

(c) Probe 3

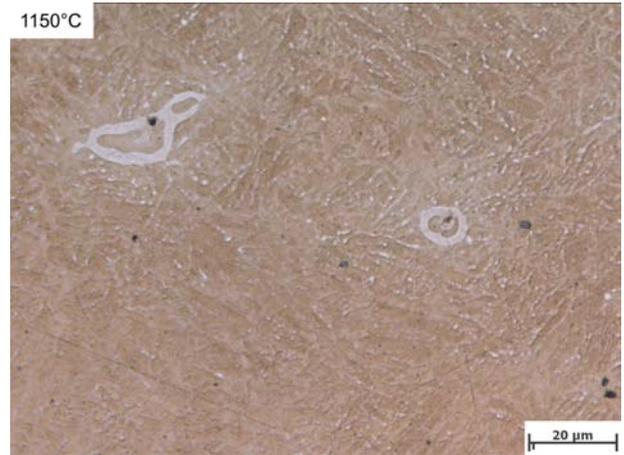
Abbildung 108 Dilatometerkurven: (a) Probe 1 (abgeschreckt bei 850°C); (b) Probe 2 (abgeschreckt bei 950°C); (c) Probe 3 (abgeschreckt bei 1050°C)

abgeschlossen wurde. Probe 3 (Abbildung 108(c), abgeschreckt bei 1050°C) hat während des Versuches eine vollständige Umwandlung durchlaufen.

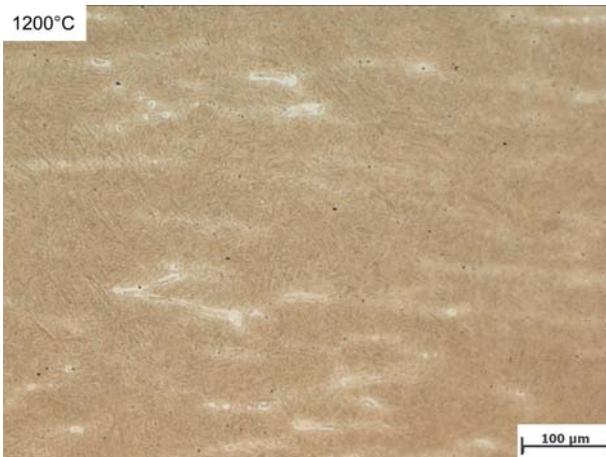
Probe 4 dieses Versuchszyklus wurde bei Erreichen einer Temperatur von 1150°C auf Raumtemperatur abgeschreckt. Die Aufnahmen des Gefüges in Abbildung 109(a) und (b) zeigen, dass der Anteil an neuem Delta-Ferrit weiter zugenommen hat und dieser mittlerweile die alten Delta-Ferrit-Körner in einem breiten Streifen umgibt. Nach wie vor tritt der neue Delta-Ferrit, soweit erkennbar, ausschließlich im Bereich der alten Delta-Ferrit-Körner auf. Bei den weißen Punkten, welche in Abbildung 109(b) zwischen den Martensitlatten erkennbar sind, könnte es sich ebenfalls um Delta-Ferrit handeln, jedoch sind diese schon in den Aufnahmen von Probe 2 (Abbildungen 105(d)) erkennbar und haben in den darauffolgenden Proben nicht an Größe gewonnen. Dieser Delta-Ferrit kann infolge einer lokalen Chromanreicherung nach der Auflösung von Karbiden entstanden sein. Da die Menge an Chrom in diesen Bereichen jedoch stark begrenzt ist, sind die Körner trotz steigender Endtemperaturen in den nachfolgenden Proben nicht weiter gewachsen. Ein eindeutiger Nachweis ist jedoch nicht möglich, da diese weißen Punkte zu klein für eine Mikrohärtemessung sind und eine EDX-Untersuchung mithilfe der zur Verfügung stehenden Untersuchungseinrichtungen keine messbaren Schwankungen in der chemischen Zusammensetzung des Gefüges zeigt.



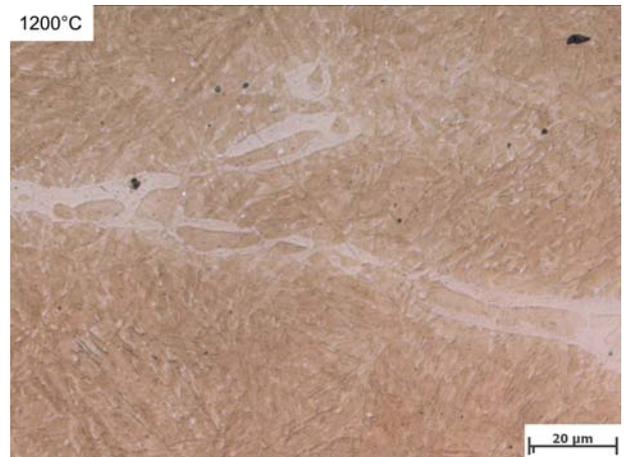
(a) Gefüge Probe 4



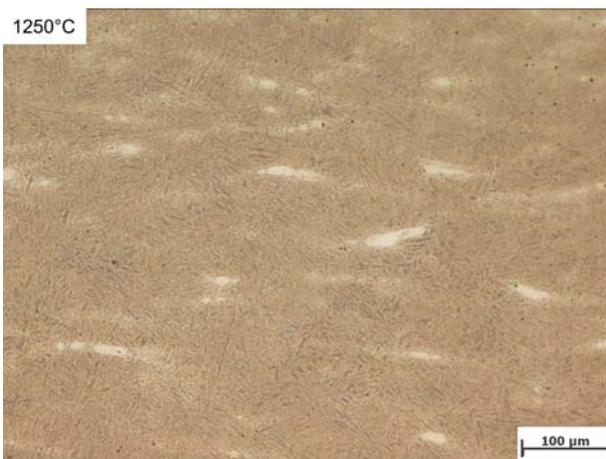
(b) Gefüge-Detail Probe 4



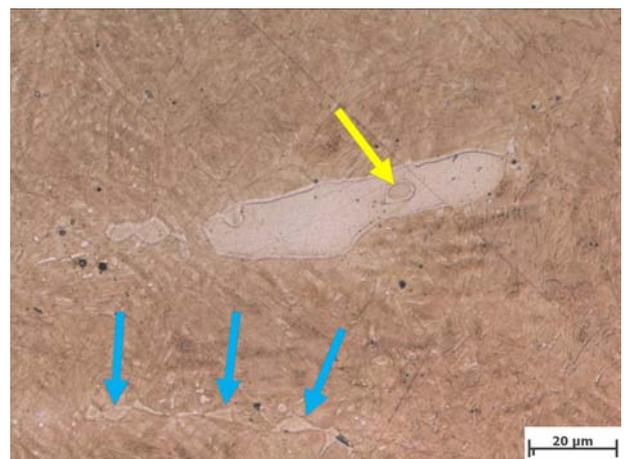
(c) Gefüge Probe 5



(d) Gefüge-Detail Probe 5



(e) Gefüge Probe 6



(f) Gefüge-Detail Probe 6

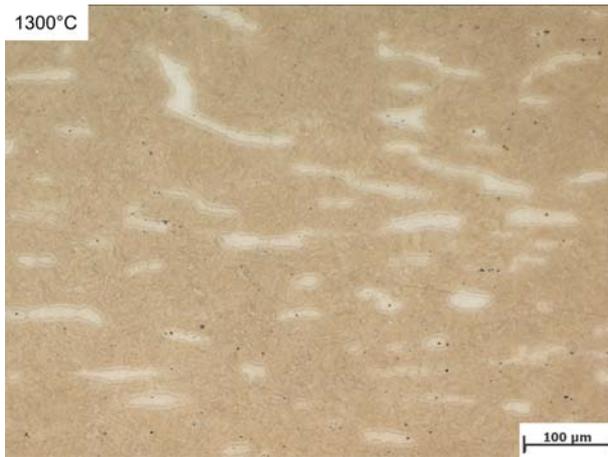
Abbildung 109 Gefüge von: (a), (b) Probe 4 (abgeschreckt bei 1150°C); (c), (d) Probe 5 (abgeschreckt bei 1200°C); (e), (f) Probe 6 (abgeschreckt bei 1250°C)

In Abbildung 109(c) und (d) sind die lichtmikroskopischen Aufnahmen des Gefüges von Probe 5 dargestellt. Diese Probe wurde bei Erreichen einer Temperatur von 1200°C abgeschreckt. In den Aufnahmen ist erkennbar, dass der Anteil an Delta-Ferrit gegenüber der vorigen Probe zugenommen hat und dieser weiterhin ausschließlich die alten Delta-Ferrit-Körner umgibt. Dabei zeigt sich, dass der Delta-Ferrit sowohl nach außen, in Richtung des martensitischen Grundgefüges, als auch verstärkt nach innen wächst und dabei den alten Delta-Ferrit auflöst bzw. in neuen Delta-Ferrit umwandelt. Die bevorzugte Ausrichtung des Delta-Ferrits im Gefüge ist in den Aufnahmen deutlich erkennbar.

Abbildung 109(e) und (f) zeigen das Gefüge von Probe 6, welche bei Erreichen von 1250°C abgeschreckt wurde. Im Vergleich zu den vorangegangenen Proben, hat der Anteil an neuem Delta-Ferrit stärker zugenommen als zuletzt, was darauf hindeutet, dass sich der Werkstoff bei dieser Temperatur bereits weit im Delta-Ferrit/Austenit-Mischgebiet befindet. Die sich im Gefüge befindenden alten Delta-Ferrit-Körner wurden weitestgehend aufgelöst und in neuen Delta-Ferrit umgewandelt. In Abbildung 109(f) ist noch ein Rest eines alten Delta-Ferrit-Korns inmitten des neuen Delta-Ferrits erkennbar (gelber Pfeil). Anders als in allen vorangegangenen Proben dieses Versuchszyklus tritt im Gefüge dieser Probe erstmals Delta-Ferrit auf, welcher nicht im Bereich von alten Delta-Ferrit-Körnern entstanden ist, sondern sich abseits dieser im martensitischen Gefüge gebildet hat (blaue Pfeile in Abbildung 109(f)).

Lichtmikroskopische Aufnahmen von Probe 7, welche bei Erreichen der Spitztemperatur dieses Versuchszyklus in Höhe von 1300°C abgeschreckt wurde, sind in Abbildung 110(a) und (b) dargestellt. Die Aufnahmen lassen erkennen, dass sich keinerlei Reste alter Delta-Ferrit-Körner mehr im Gefüge auffinden lassen. Der neue Delta-Ferrit liegt in Form von großen, meist länglichen Körnern vor, welche entsprechend der bevorzugten Ausrichtung im Gefüge liegen. In Abbildung 110(b) ist erkennbar, dass der Delta-Ferrit bereits von einem schmalen Bereich aus Martensit in seiner hellen Erscheinungsform umgeben ist, wie er in Proben mit besonders großen Delta-Ferrit-Körnern auftritt. Der helle Bereich des Martensits ist vom dunklen durch eine markante Linie abgegrenzt (rote Pfeile in Abbildung 110(b)). Bei den Versuchen des NPM4 konnte nicht eindeutig gezeigt werden, ob der verstärkte Angriff durch das Ätzmittel, welcher zum Erscheinen dieser Linie führt, durch eine abweichende chemische Zusammensetzung des Gefüges an dieser Stelle hervorgerufen wird.

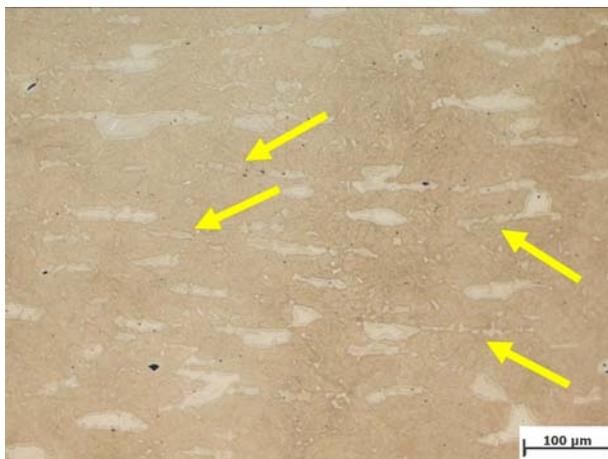
Bei Betrachtung der Aufnahmen von Probe 7 (Abbildung 110(a) und (b)) fällt auf, dass die Qualität der lichtmikroskopischen Aufnahmen stark unter Beeinträchtigungen wie etwa einer Vielzahl von Kratzern, bleichem und zum Teil ungleichmäßigem Ätzangriff und Ätzrückständen, welche in den Aufnahmen in Form von schwarzen Punkten erscheinen, leidet. Trotz mehrfacher Wiederholung der Probenpräparation konnten diese Erscheinungen nicht vermieden bzw. unterdrückt werden, weshalb diese sich in den Aufnahmen aller folgenden Proben in mehr oder weniger stark ausgeprägter Form wiederfinden werden. Diese Effekte werden durch die Zusammensetzung des Werkstoffs bzw. den Aufbau des Gefüges und insbesondere durch die starken Unterschiede in der Härte einzelner Phasen des Gefüges hervorgerufen.



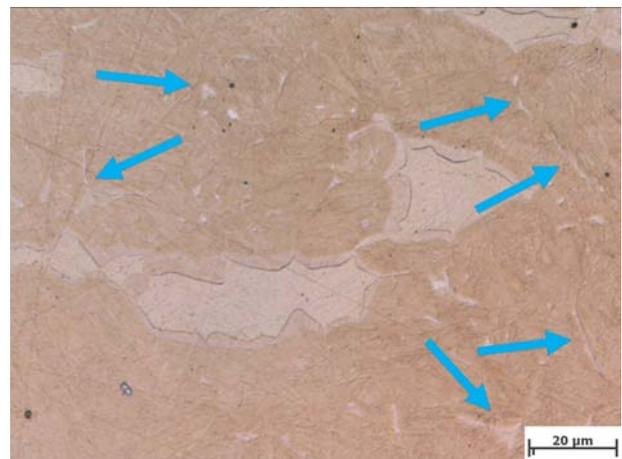
(a) Gefüge Probe 7



(b) Gefüge-Detail Probe 7



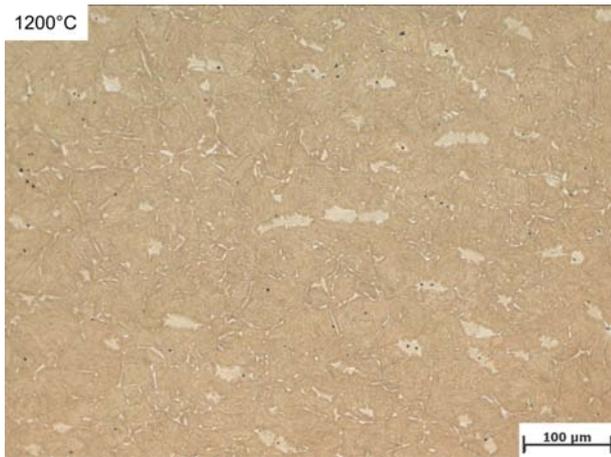
(c) Gefüge Probe 8



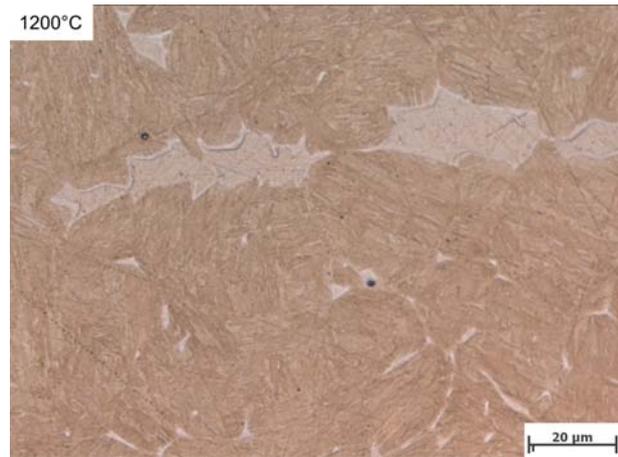
(d) Gefüge-Detail Probe 8

Abbildung 110 Gefüge von: (a), (b) Probe 7 (abgeschreckt bei 1300°C); (c), (d) Probe 8 (abgeschreckt bei 1250°C)

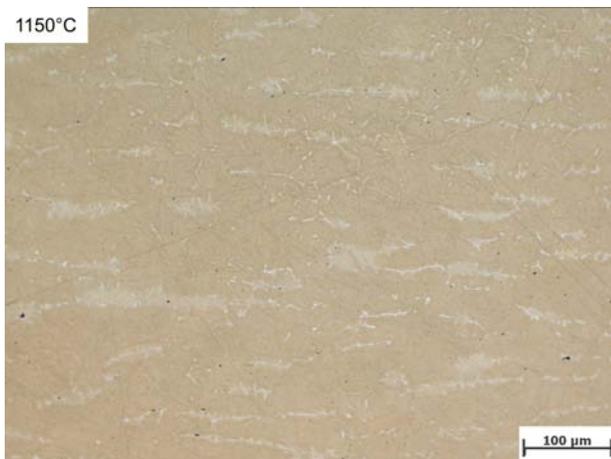
Nach Überschreiten der Spitztemperatur von 1300°C und anschließendem Abkühlen mit einem Temperaturgradienten von 10 K/s wurde Probe 8 bei Erreichen einer Temperatur von 1250°C auf Raumtemperatur abgeschreckt. Abbildung 110(c) und (d) zeigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen des bei diesem Versuch entstandenen Gefüges. Im Vergleich zum Gefüge der vorigen Probe (Abbildung 110(a) und (b)), in welchem der Delta-Ferrit kompakte, abgerundete Körner gebildet hat, erscheint der Delta-Ferrit nun in Probe 8 in Form von stärker verzweigten Körnern, wobei sich zum Teil lange, linienförmige Körner gebildet haben (gelbe Pfeile). Weiters zeigt diese Aufnahme (Abbildung 110(c)), dass sich zwischen den großen Delta-Ferrit-Körnern auch kleinere Körner im martensitischen Gefüge gebildet haben. In Abbildung 110(d) ist erkennbar, dass diese sich größtenteils an ehemaligen Austenitkorngrenzen gebildet haben (blaue Pfeile). Die Grenze zwischen dem Martensit in seiner hellen Erscheinungsform und dem dunklen Martensit ist in diesen Aufnahmen weniger stark ausgeprägt erkennbar.



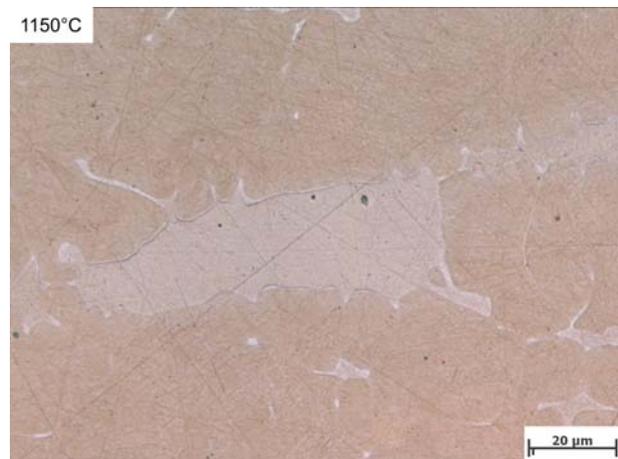
(a) Gefüge Probe 9



(b) Gefüge-Detail Probe 9



(c) Gefüge Probe 10

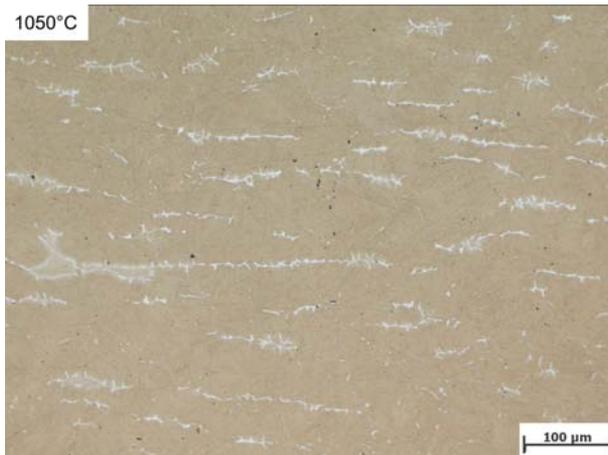


(d) Gefüge-Detail Probe 10

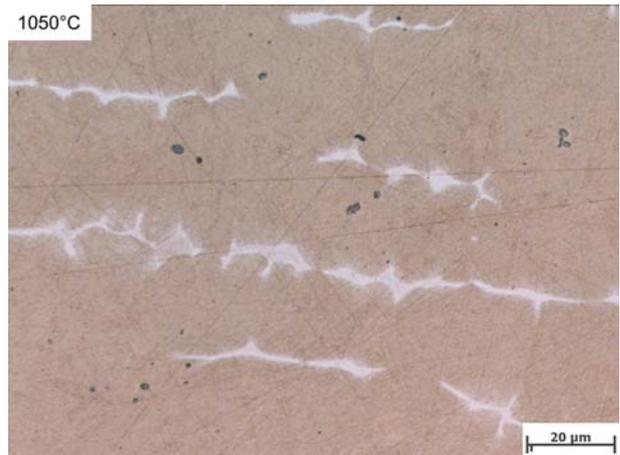
Abbildung 111 Gefüge von: (a), (b) Probe 9 (abgeschreckt bei 1200°C); (c), (d) Probe 10 (abgeschreckt bei 1150°C)

Probe 9 dieses Versuchszyklus wurde nach Überschreiten der Spitztemperatur bei Erreichen einer Temperatur von 1200°C abgeschreckt. Abbildung 111(a) und (b) zeigen das Gefüge dieser Probe. In Abbildung 111(a) ist deutlich erkennbar, dass der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge stark abgenommen hat. Ein Teil des Delta-Ferrits liegt in Form von kleinen Körnern an den ehemaligen Austenitkorngrenzen vor, weshalb diese besser erkennbar sind. Die bevorzugte Ausrichtung des Delta-Ferrits ist in diesen Aufnahmen sehr schlecht erkennbar, weshalb sich diese Probe in diesem Punkt von den übrigen bzw. folgenden Proben abhebt.

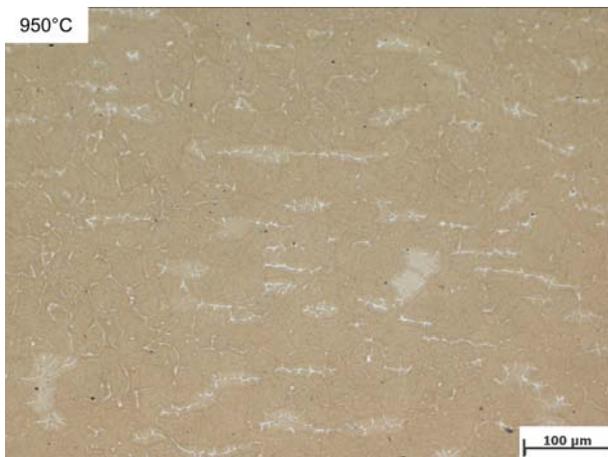
Abbildung 111(c) und (d) zeigen lichtmikroskopische Aufnahmen des Gefüges von Probe 10, welche bei Erreichen von 1150°C abgeschreckt wurde. Im Vergleich zur vorigen neunten Probe ist in den Aufnahmen dieser Probe die bevorzugte Ausrichtung des Delta-Ferrits deutlich erkennbar. Der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge hat weiter abgenommen, wobei sich größtenteils längliche, zeilenförmig angeordnete Körner gleicher Ausrichtung gebildet haben.



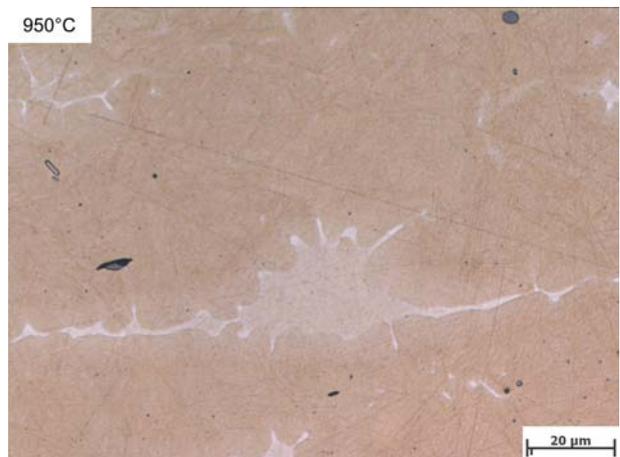
(a) Gefüge Probe 11



(b) Gefüge-Detail Probe 11



(c) Gefüge Probe 12



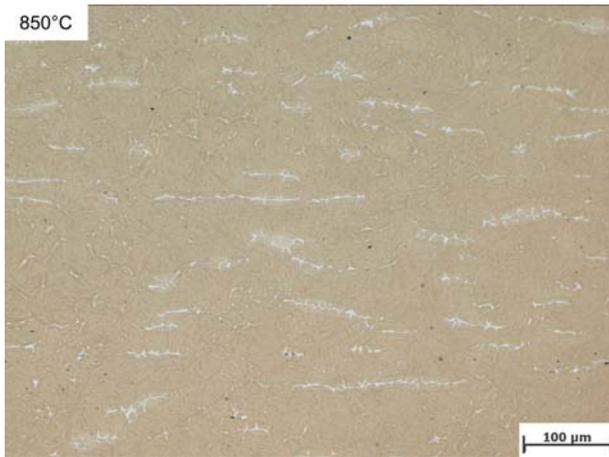
(d) Gefüge-Detail Probe 12

Abbildung 112 Gefüge von: (a), (b) Probe 11 (abgeschreckt bei 1050°C); (c), (d) Probe 12 (abgeschreckt bei 950°C)

Teilweise sind diese länglichen Körner von einem Bereich aus Martensit in seiner hellen Erscheinungsform umgeben. Neben den schmalen, länglichen Körnern sind auch einzelne größere Delta-Ferrit-Körner im Gefüge vorhanden, wobei deren Außenkontur nicht mehr eine abgerundete Form, wie etwa jene in Probe 7, sondern eine stärker verzweigte Form aufweisen.

Lichtmikroskopische Aufnahmen von Probe 11, welche bei Erreichen einer Temperatur von 1050°C abgeschreckt wurde, sind in Abbildung 112(a) und (b) dargestellt. Gegenüber der vorigen Probe hat der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge in geringerem Ausmaß abgenommen. Der Delta-Ferrit liegt in Form von länglichen, verzweigten Körnern gleicher Ausrichtung vor, wobei nach wie vor einige große Delta-Ferrit-Körner im Gefüge vorhanden sind.

Probe 12 wurde bei Erreichen von 950°C abgeschreckt. Abbildung 112(c) und (d) zeigen Aufnahmen des bei diesem Versuch entstandenen Gefüges. Eine Abnahme des Anteils an Delta-Ferrit im Gefüge ist im Vergleich zu den vorigen Proben nicht eindeutig feststellbar, da der Grad der Veränderung, mit freiem Auge betrachtet, kaum erkennbar ist. Wie in den



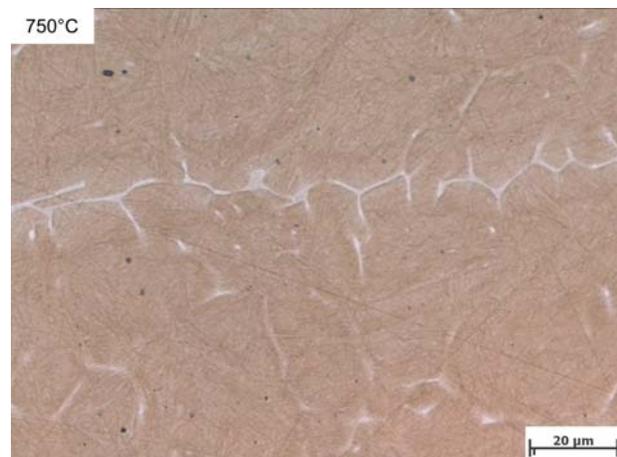
(a) Gefüge Probe 13



(b) Gefüge-Detail Probe 13



(c) Gefüge Probe 14



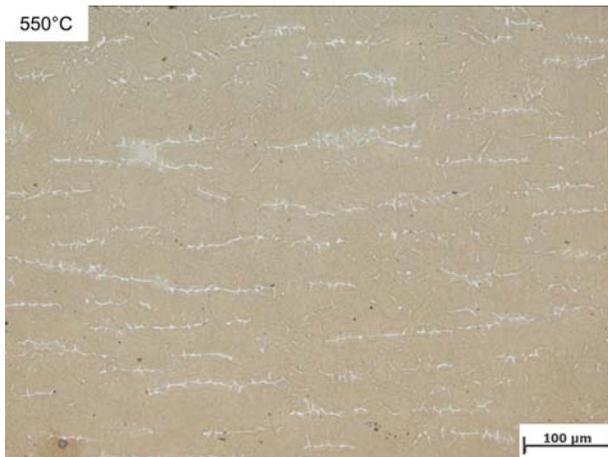
(d) Gefüge-Detail Probe 14

Abbildung 113 Gefüge von: (a), (b) Probe 13 (abgeschreckt bei 850°C); (c), (d) Probe 14 (abgeschreckt bei 750°C)

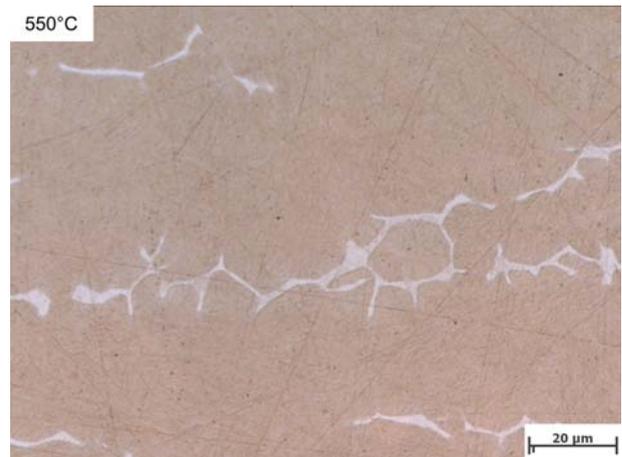
vorangegangenen Proben sind einige Delta-Ferrit-Körner von einem Bereich aus hellem Martensit umgeben, wie dieser beispielsweise in Abbildung 112(d) in der Umgebung eines großen Delta-Ferrit-Korns erkennbar ist.

Abbildung 113(a) und (b) zeigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen von Probe 13, welche nach Erreichen einer Temperatur von 850°C abgeschreckt wurde. Ob es in dieser Probe zu einer weiteren Abnahme des Anteils an Delta-Ferrit im Gefüge, verglichen mit der vorigen Probe, gekommen ist, kann nicht eindeutig belegt werden. Die Form und Verteilung des Delta-Ferrits hat sich nicht wesentlich verändert.

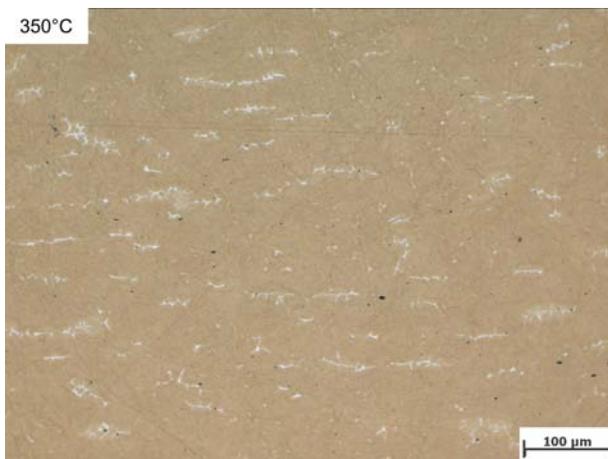
Das Gefüge von Probe 14, welche bei Erreichen von 750°C abgeschreckt wurde, ist in Abbildung 113(c) und (d) dargestellt. Die Temperatur gegen Ende des Versuchs ist mittlerweile so gering, dass diffusionsgesteuerte Veränderungsprozesse nur noch mit geringer Geschwindigkeit ablaufen können, weshalb die Zeit, während der sich der Werkstoff in diesem Temperaturbereich befindet, nicht ausreicht, um maßgebliche Veränderungen herbeizuführen.



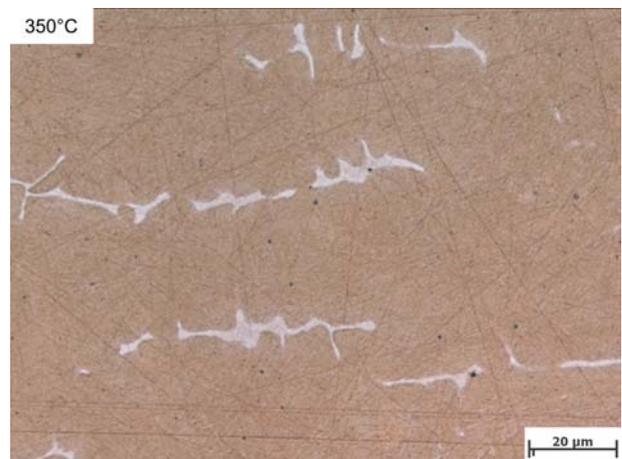
(a) Gefüge Probe 15



(b) Gefüge-Detail Probe 15



(c) Gefüge Probe 16



(d) Gefüge-Detail Probe 16

Abbildung 114 Gefüge von: (a), (b) Probe 15 (abgeschreckt bei 550°C); (c), (d) Probe 16 (abgeschreckt bei 350°C)

Veränderungen des Anteils an Delta-Ferrit, dessen Form und Verteilung im Gefüge sind derart minimal, dass sie visuell nicht bzw. kaum wahrnehmbar sind. In Abbildung 113(c) ist erkennbar, dass sich noch einige große Delta-Ferrit-Körner (blaue Pfeile) im Gefüge befinden, welche sich nicht zu zeilenförmig angeordneten, langen Körnern umgeformt bzw. teilweise aufgelöst haben. Bei der Position dieser Körner könnte es sich um jene Bereiche des Gefüges handeln, in welchen sich schon im Ausgangszustand des Werkstoffs alter Delta-Ferrit befunden hat. Ein Nachweis, ob dies tatsächlich der Fall ist, kann nicht erbracht werden, da ein direkter Vergleich des Gefüges einer Probe vor und nach einem Versuch nicht möglich ist, jedoch stimmen Zahl und Verteilung der großen Delta-Ferrit-Körner in etwa mit jener der alten Delta-Ferrit-Körner im Ausgangszustand überein. Eine EDX-Analyse mit sensibleren Untersuchungsgeräten als jenen, die für diese Untersuchungen zur Verfügung stehen, könnte Aufschluss darüber geben, ob im Bereich alter Delta-Ferrit-Körner im Ausgangszustand eine besonders hohe Konzentration bestimmter Legierungselemente vorliegt, welche der Grund

dafür sein könnten, dass der Delta-Ferrit trotz der Wärmebehandlung im Gefüge bestehen bleiben konnte. Sollte dies der Fall sein, wäre es möglich, dass diese lokale Anreicherung dazu führt, dass Delta-Ferrit nach Durchlaufen eines Schweißprozesses erneut in diesen Bereichen besonders beständig ist und große Körner bildet.

Die Proben 15 und 16 wurden bei Erreichen einer Temperatur von 550 bzw. 350°C abgeschreckt. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen von deren Gefüge sind in Abbildung 114(a) und (b) bzw. (c) und (d) dargestellt. In den Aufnahmen ist erkennbar, dass es entsprechend der im vorigen Absatz angeführten Erläuterung zu keinen wesentlichen Veränderungen im Gefüge gekommen ist. Die Temperaturen, bei denen diese Proben abgeschreckt wurden, liegen bereits unterhalb der für den Werkstoff vorgesehenen Einsatztemperatur in thermischen Kraftwerken, weshalb Veränderungen im Gefüge in diesem Temperaturbereich absolut unerwünscht wären. Am Ende dieses Versuchszyklus liegt der Delta-Ferrit in Form von zeilenförmig angeordneten, verzweigten Körnern vor, wobei zum Teil auch größere Delta-Ferrit-Körner im Gefüge vorliegen. Der Anteil an hellem Martensit im Bereich des Delta-Ferrits hat im Gefüge der letzten Proben dieses Versuchszyklus stark abgenommen und bildet nur noch einen schmalen Saum, der manche Körner des Delta-Ferrits umgibt.

Im Vergleich zum NPM4 sind im Gefüge des P92 im Zuge dieses Versuchszyklus keinerlei Ausscheidungen aufgetreten, welche groß genug wären, um diese in den lichtmikroskopischen Aufnahmen mit freiem Auge erkennen zu können. Bei der Auflösung des Delta-Ferrits in der zweiten Hälfte dieses Versuchszyklus (Versuche mit abnehmender Endtemperatur nach Überschreiten der Spitztemperatur) ist es im Bereich zwischen Delta-Ferrit und martensitischem Grundgefüge nicht zur Bildung von Ausscheidungen an den Korngrenzen gekommen bzw. ist die Größe eventuell vorhandener Ausscheidungen in diesem Bereich zu klein, um diese mit den zur Verfügung stehenden Untersuchungsgeräten nachweisen zu können.

Abbildung 115 zeigt eine graphische Zusammenstellung der Ergebnisse aller Mikrohärtemessungen dieses Versuchszyklus. Am linken Rand ist die Mikrohärte des Gefüges im Ausgangszustand, bestehend aus angelassenem Martensit, in Höhe von etwa 235 HV 0,010 eingezeichnet. Die Mikrohärte der ersten Probe, welche bei Erreichen einer Temperatur von 850°C abgeschreckt wurde, liegt mit etwa 245 HV 0,010 nur geringfügig über dem Ausgangsniveau. Dies entspricht der Tatsache, dass diese Probe, wie in Abbildung 108(a) gezeigt, während des Temperaturzyklus keine beginnende Umwandlung erfahren hat, weshalb es nicht zur Bildung von neuem Martensit und einer damit einhergehenden Erhöhung der Härte gekommen ist. Das martensitische Gefüge von Probe 2 (abgeschreckt bei 950°C) weist entsprechend Abbildung 115 eine Mikrohärte von etwa 430 HV 0,010 auf. Die Dilatometerkurve in Abbildung 108(b) zeigt, dass der Werkstoff dieser Probe bereits eine teilweise Umwandlung durchlaufen hat, weshalb es im Zuge der Rückumwandlung während des Abschreckvorganges zur Bildung eines Anteils an neuem Martensit gekommen ist, was die Zunahme des Härtewertes erklärt. Abbildung 108(c) zeigt die Dilatometerkurve von Probe 3, welche bei einer Temperatur von 1050°C bereits eine vollständige Umwandlung erfahren hat, weshalb deren Mikrohärte mit einem Wert von etwa 460 HV 0,010 noch höher liegt. Bei den folgenden vier Proben nimmt die Mikrohärte des martensitischen Gefüges noch weiter zu, bis diese bei Probe 7 (abgeschreckt

bei 1300°C) einen Spitzenwert von beinahe 600 HV 0,010 erreicht. Die weitere Zunahme der Mikrohärtigkeit des Martensits kann dadurch verursacht werden, dass es durch das Wachstum von Delta-Ferrit, welcher ein begrenztes Lösungsvermögen für Kohlenstoff hat, zur Erhöhung des Kohlenstoffgehaltes im Austenit kommt. Dadurch ist beim Abschrecken mehr Kohlenstoff im Martensit zwangsgelöst, was zu stärkeren Gitterverspannungen und somit zu einer höheren Härte führt.

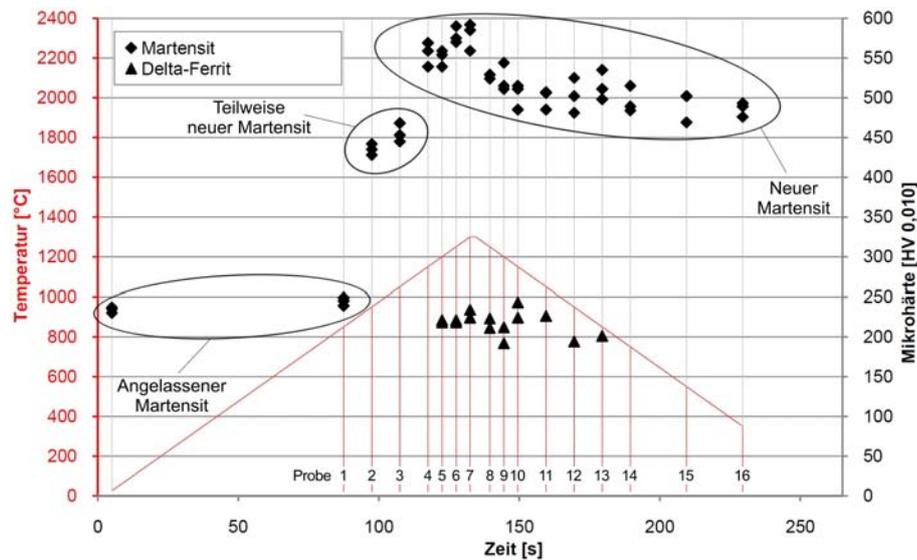


Abbildung 115 Ergebnis der Mikrohärtetemessungen des zweiten Versuchszyklus

Bei den darauffolgenden Proben nimmt die Mikrohärtigkeit des martensitischen Gefügeanteils laufend ab, bis diese bei der letzten Probe einen Wert von knapp unter 500 HV 0,010 erreicht. Der Rückgang der Härte des Martensits kann daher kommen, dass der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge ab- und jener an Austenit folglich zunimmt. Durch die gleichmäßige Verteilung des Kohlenstoffes über den größer werdenden Austenitanteil nimmt nach dem Abschrecken die Härte des Martensits ab. Weiters könnte es durch die langsame Abkühlung der Proben in der zweiten Hälfte des Versuchszyklus (nach Überschreiten der Spitztemperatur von 1300°C) mit 10 K/s zur teilweisen Neubildung von Karbiden kommen, weshalb laufend weniger Kohlenstoff im Martensit zwangsgelöst vorliegt. Im Zuge der Simulationen in Kapitel 7.4 wird anhand des Equilibriums des P92 gezeigt, bei welchen Temperaturen sich Karbide bzw. Ausscheidungen im Allgemeinen aufzulösen bzw. umgekehrt zu bilden beginnen.

Die dreieckigen Markierungen an den Linien der Proben 5 bis 13 in Abbildung 115 zeigen die Mikrohärtigkeit des Delta-Ferrits im Gefüge an, sofern Körner mit ausreichender Größe vorgelegen sind, um deren Härte messen zu können. Bei Proben ohne eine entsprechende Markierung bedeutet dies nicht, dass in jenen kein Delta-Ferrit nach Abschluss des Versuchs im Gefüge vorliegt, sondern lediglich, dass dessen Größe nicht für eine Messung ausgereicht hat. Es ist erkennbar, dass sich Mikrohärtewerte, wie für Delta-Ferrit üblich, im Bereich von etwa 200 HV 0,010 ergeben, wobei jedoch die Mehrheit der Messerwerte etwas über diesem Wert zwischen 200 und 250 HV 0,010 liegt. In sämtlichen Proben dieses Versuchszyklus ist der Martensit in seiner hellen Erscheinungsform, wie er größere Delta-Ferrit-Körner umgibt, zu klein, um dessen Mikrohärtigkeit messen zu können.

Abbildung 116 zeigt eine Zusammenstellung der Makrohärtewerte aller Proben dieses Versuchszyklus. Wie zuvor bei den Ergebnissen der Mikrohärtmessung sind am linken Rand die Härtewerte des Ausgangszustandes eingezeichnet. Im Ausgangszustand weist der P92 eine Makrohärte von etwa 215 HV 10 auf, welche durch den Temperaturzyklus von Probe 1 mit einer Maximaltemperatur von 850°C nicht beeinflusst wird. Erst bei Probe 2, welche bei Erreichen einer Temperatur von 950°C abgeschreckt wurde, steigt die Makrohärte über das Ausgangsniveau hinaus bis zu einem Wert von etwa 400 HV 10 an. Bei Probe 3 (abgeschreckt bei 1050°C) hat die Härte auf einen Wert von etwa 450 HV 10 zugenommen. Die ersten drei Proben zeigen bei den Ergebnissen der Makrohärtmessung das gleiche Verhalten wie schon bei den Mikrohärtewerten, was durch das Voranschreiten der Umwandlung entsprechend der Dilatometerkurven in Abbildung 108 begründet ist. Demnach nimmt der Anteil an neuem Martensit im Gefüge laufend zu.

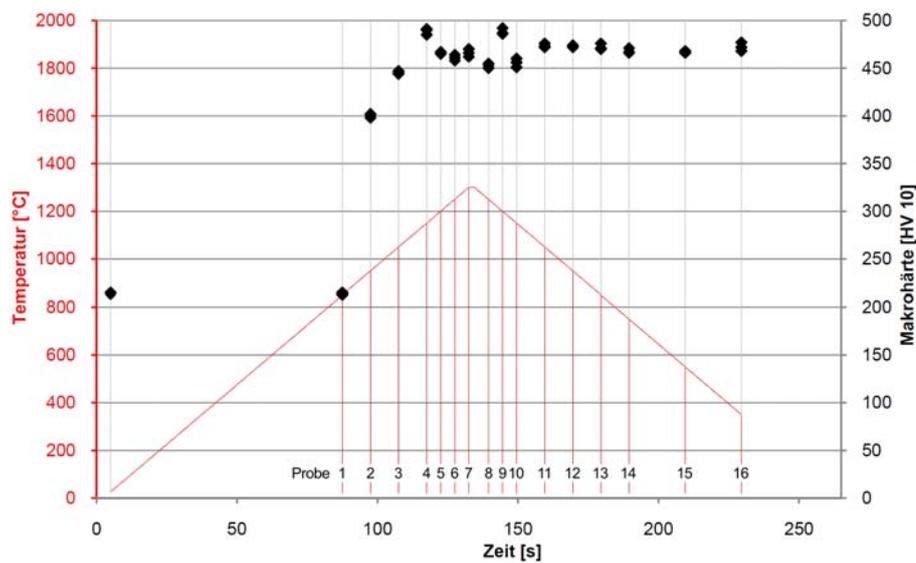


Abbildung 116 Ergebnis der Makrohärtmessungen des zweiten Versuchszyklus

Bei den übrigen Proben dieses Versuchszyklus bleibt die Makrohärte des Gefüges relativ konstant auf einem hohen Niveau zwischen 450 und 500 HV 10, ohne, wie zuvor die Werte der Mikrohärtmessung, einen Rückgang der Härte bei höheren Probennummern zu zeigen. Dies liegt daran, dass die Mikrohärt des neuen Martensits im Bereich der Spitztemperatur zwar am höchsten ist, der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge jedoch auch ein Maximum aufweist. Bei der Makrohärtmessung wird aufgrund der Größe des Eindrucks ein Mittelwert aus beiden Gefügebestandteilen gebildet, weshalb die hohe Mikrohärt des Martensits im Bereich der Spitztemperatur durch einen hohen Anteil an Delta-Ferrit ausgeglichen wird, wohingegen bei den letzten Proben der Martensit zwar weniger hart ist, jedoch der Anteil an Delta-Ferrit ebenso zurückgegangen ist. Aus diesem Umstand resultiert ein relativ konstant hohes Härteniveau.

7.2.4 Ergebnisse des dritten Versuchszyklus

Der dritte Versuchszyklus verfolgt das Ziel, einen möglichst großen Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge zu erzeugen und eventuell die Geschwindigkeit bzw. das Voranschreiten des Wachstums erkennbar zu machen. Durch einen großen Anteil an Delta-Ferrit soll nicht nur dieser genauer untersucht werden können, es soll auch ein möglichst breiter Bereich an hellem Martensit in der Umgebung großer Delta-Ferrit-Körner erzeugt werden, damit der Nachweis einer geringeren Härte gegenüber dem dunklen Martensit des Grundgefüges erbracht werden kann. Die Temperaturverläufe und der Zweck dieses Versuchszyklus sind in Kapitel 5.3.5 erläutert. Abbildung 117 zeigt die Temperaturverläufe und Nummern der einzelnen Proben.

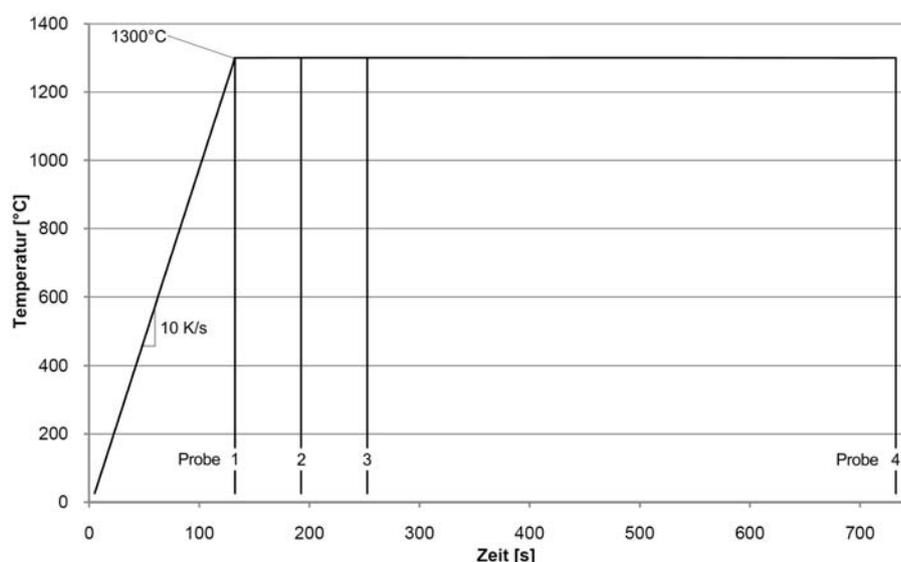
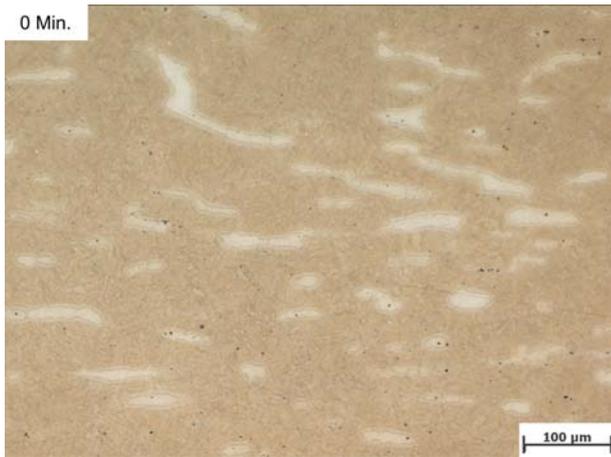


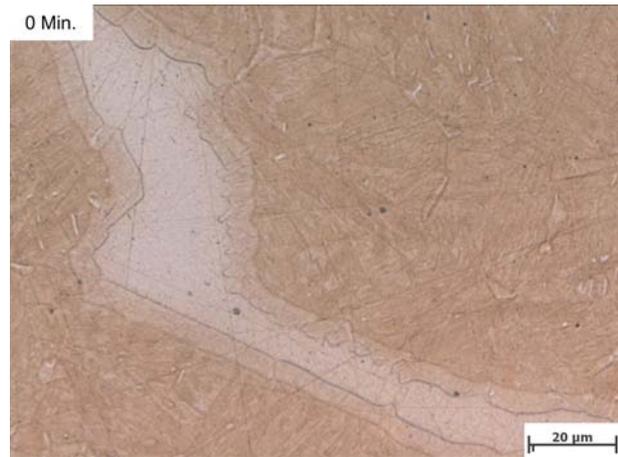
Abbildung 117 Temperaturverläufe und Probennummern des dritten Versuchszyklus

Die erste Probe wurde ohne Haltezeit sofort bei Erreichen der Spitztemperatur in Höhe von 1300°C abgeschreckt. Diese Probe entspricht Probe 7 des vorigen Versuchszyklus, weshalb für diesen Versuch keine neue Probe erzeugt wurde. Für die in diesem Kapitel folgenden Untersuchungen werden lediglich die bereits bekannten Ergebnisse herangezogen. Um das in diesem Versuch entstandene Gefüge mit dem der nachfolgenden Proben besser vergleichen zu können, sind die lichtmikroskopischen Aufnahmen von Probe 1 in Abbildung 118(a) und (b) dargestellt.

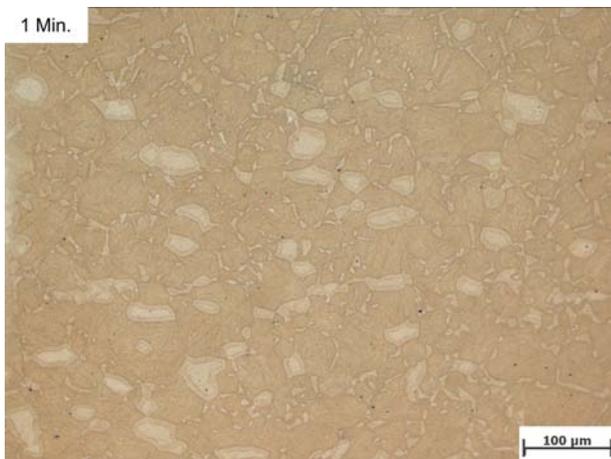
Abbildung 118(c) und (d) zeigen das Gefüge von Probe 2, welche nach einer Haltezeit von einer Minute bei 1300°C abgeschreckt wurde. Es ist einerseits erkennbar, dass sich die großen, ursprünglich länglichen Delta-Ferrit-Körner zu kompakten Körnern umgeformt haben, wobei der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge gegenüber der ersten Probe etwas zugenommen hat. Weiters zeigen die Aufnahmen auch, dass sich neben den großen Körnern vermehrt kleine Delta-Ferrit-Körner an den ehemaligen Austenitkorngrenzen gebildet haben, weshalb diese Korngrenzen besser erkennbar sind. Sowohl die großen als auch die kleinen Delta-Ferrit-Körner sind von Bereichen aus hellem Martensit umgeben, welche durch sichtbare Grenzen vom dunklen Martensit des Grundgefüges getrennt sind. In den Aufnahmen ist die bevorzugte Ausrichtung des Delta-Ferrits nicht eindeutig feststellbar.



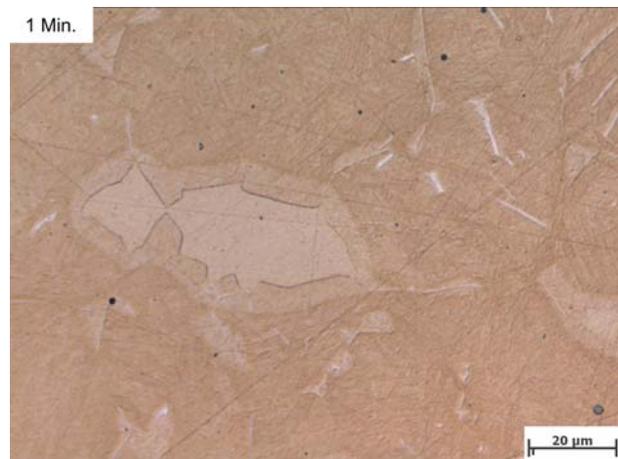
(a) Gefüge Probe 1



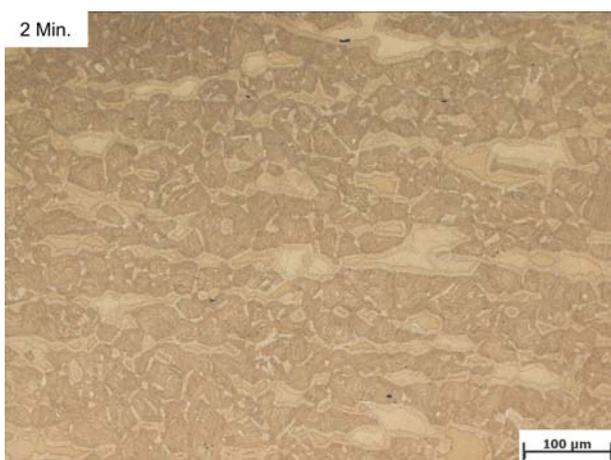
(b) Gefüge-Detail Probe 1



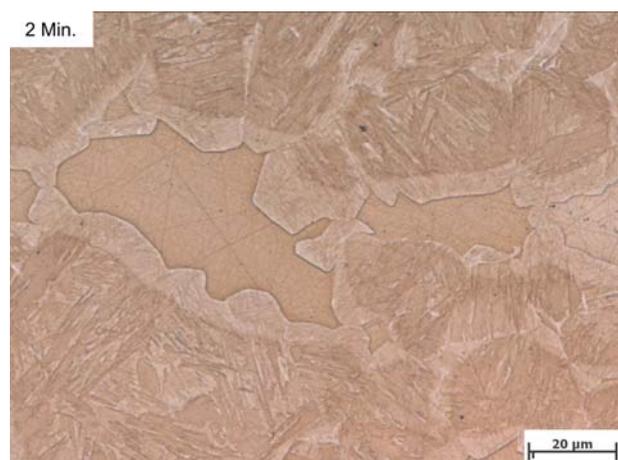
(c) Gefüge Probe 2



(d) Gefüge-Detail Probe 2

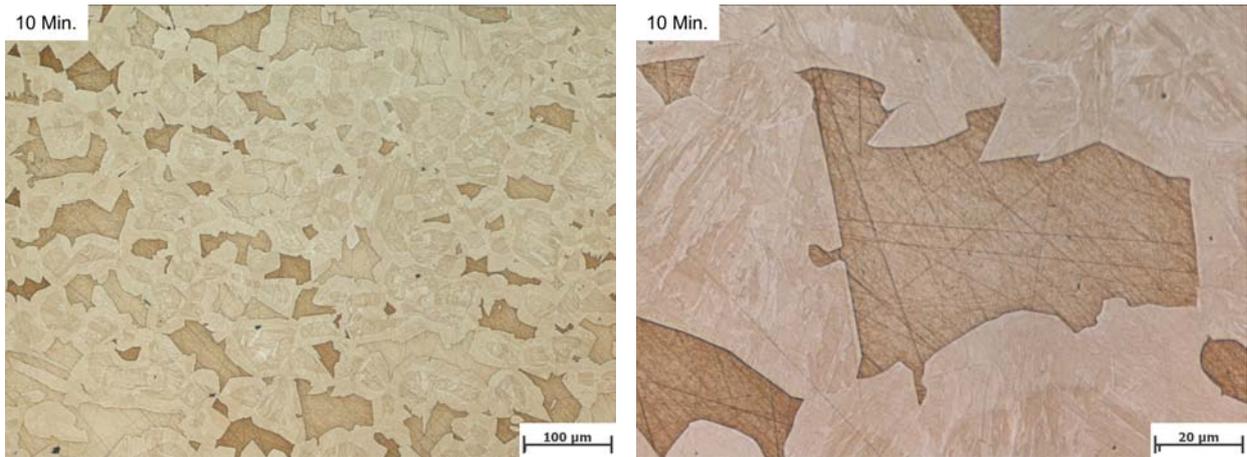


(e) Gefüge Probe 3



(f) Gefüge-Detail Probe 3

Abbildung 118 Gefüge von: (a), (b) Probe 1 (0 Minuten Haltezeit); (c), (d) Probe 2 (1 Minute Haltezeit); (e), (f) Probe 3 (2 Minuten Haltezeit)



(a) Gefüge Probe 4

(b) Gefüge-Detail Probe 4

Abbildung 119 Gefüge von Probe 4 (10 Minuten Haltezeit)

Probe 3 dieses Versuchszyklus wurde nach einer Haltezeit von zwei Minuten bei 1300°C abgeschreckt. Abbildung 118(e) und (f) zeigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen des dabei entstandenen Gefüges. Im Gegensatz zur vorigen Probe ist die bevorzugte Ausrichtung des Delta-Ferrits etwas deutlicher erkennbar. Der Anteil an Delta-Ferrit hat weiter zugenommen, wobei sich einige besonders große Körner gebildet haben, welche zum Teil mit benachbarten Körnern zusammengewachsen sind. Entsprechend dem Größenwachstum einzelner Delta-Ferrit-Körner ist auch der Bereich mit hellem Martensit, der diese umgibt, gewachsen. Es ist erkennbar, dass es nach zwei Minuten Haltezeit noch immer zu einer Zunahme des Anteils an Delta-Ferrit gekommen ist. Beim entsprechenden Versuchszyklus der Proben des NPM4 wurde auf eine Probe mit drei Minuten Haltezeit verzichtet, da sich kaum eine Veränderung des Anteils an Delta-Ferrit gezeigt hat. Um die Versuche in gleichem Umfang auch mit Proben des P92 durchzuführen, wird hier ebenso verfahren und auf eine derartige Probe verzichtet.

Nach einer Haltezeit von zehn Minuten bei 1300°C wurde Probe 4 abgeschreckt. Abbildung 119(a) und (b) zeigen das dabei entstandene Gefüge. Trotz mehrfacher Wiederholung der Probenpräparation konnte die Qualität der Aufnahmen nicht verbessert werden. Das martensitische Grundgefüge scheint derart hart zu sein, dass dieses beim Schleifen bzw. Polieren weniger stark abgetragen wird als der Delta-Ferrit. Der Delta-Ferrit ist wiederum seiner Natur gemäß vergleichsweise weich, weshalb dieser durch einzelne Partikel, die während der Bearbeitung entstehen, stark zerkratzt wird. Bei der Ätzung der Probenoberfläche resultiert dies in einer starken Verfärbung des Delta-Ferrits, weshalb dieser teilweise dunkler als das martensitische Gefüge erscheint. Der Martensit wird durch das Ätzmittel nur schwach angegriffen, was daran liegen könnte, dass sich durch das lange Halten bei hoher Temperatur ein Großteil der Ausscheidungen aufgelöst hat, welche maßgeblich für eine kontrastreiche Ätzung im Bereich der Korngrenzen bzw. Lattengrenzen des Martensits verantwortlich sind. Mit den zur Verfügung stehenden Untersuchungsgeräten ist es nicht möglich nachzuweisen, ob dies der Fall ist bzw. ob sich in diesen Bereichen feinste Ausscheidungen befinden.

Die Aufnahmen von Probe 4 zeigen, dass sich sehr große Delta-Ferrit-Körner gebildet haben, von denen manche eine Größe von annähernd $100\ \mu\text{m}$ erreichen. In Abbildung 119(a) ist erkennbar, dass der Delta-Ferrit nicht gleichmäßig über den Probenquerschnitt verteilt vorliegt, sondern in manchen Bereichen stärker konzentriert ist. Dies führt zu der Annahme, dass die Verteilung der Legierungselemente über den Querschnitt nicht gleichmäßig ist. Der Delta-Ferrit ist von einem breiten Bereich aus hellem Martensit umgeben, was einer Messung der Härte desselben zugute kommt. Wie bei den Aufnahmen von Probe 2 dieses Versuchszyklus (Abbildung 118(c)) ist eine bevorzugte Ausrichtung des Delta-Ferrits nicht erkennbar.

Abbildung 120 zeigt eine graphische Zusammenstellung der Mikrohärtewerte aller Proben dieses Versuchszyklus. Sofern die Größe des Bereichs aus hellem Martensit für eine Messung ausgereicht hat, wurde dessen Mikrohärtigkeit ebenso ermittelt. Diese Werte sind in der Grafik, den jeweiligen Proben zugeordnet, mit einem x markiert. Am linken Rand sind die Härtewerte des Ausgangsgefüges eingezeichnet. Der dunkle Martensit erreicht bei Probe 1, welche bei Erreichen von 1300°C sofort abgeschreckt wurde, einen Härtewert von 550 bis 600 HV 0,010, wohingegen dieser bei den darauffolgenden Proben mit längeren Haltezeiten bei 1300°C sogar Werte von etwa 650 HV 0,010 erreicht. Dies kann daran liegen, dass der wachsende Delta-Ferrit den überschüssigen Kohlenstoff aus den Körnern drängt, weshalb mehr Kohlenstoff im Austenit gelöst ist, der beim Abschrecken für eine größere Härte des dunklen Martensits sorgt. Bei den Proben 3 und 4 konnte die Mikrohärtigkeit des hellen Martensits gemessen werden und es ist erkennbar, dass dieser eine Härte von unter 500 HV 0,010 aufweist. Damit beträgt der Unterschied in der Härte zwischen hellem und dunklem Martensit etwa 100 bis 150 HV 0,010. Dieser Unterschied ist somit größer als jener, der bei den entsprechenden Proben des NPM4 beobachtet werden konnte. Dies könnte daran liegen, dass der helle Bereich des Martensits ursprünglich bei 1300°C noch aus Delta-Ferrit bestanden hat, welcher beim Abschrecken umgewandelt wurde. Da Delta-Ferrit ein geringeres Lösungsvermögen für Kohlenstoff hat, würde dies die geringere Härte des Martensits in diesem Bereich erklären. Eine EDX-Analyse der Probenoberflächen in Bezug auf deren Kohlenstoffgehalt bzw. -verteilung führte mit dem zur Verfügung stehenden REM bzw. EDX zu keinem brauchbaren Ergebnis, zumal ein Großteil der Proben zum Erzielen einer angemessenen Bildqualität mit Kohlenstoff bedampft werden musste. In Kapitel 7.4 wird diese Erscheinung genauer behandelt. Der Delta-Ferrit zeigt gewohnt niedrige Härtewerte, wobei diese mit Werten zwischen 200 und 250 HV 0,010 erneut höher liegen als jene, die bei den Proben des NPM4 ermittelt wurden.

Eine Zusammenstellung der Makrohärtewerte aller Proben dieses Versuchszyklus zeigt Abbildung 121. Es ist erkennbar, dass die Makrohärte bei Probe 2, welche nach einer Minute Haltezeit bei 1300°C abgeschreckt wurde, ihr Maximum in Höhe von etwa 480 HV 10 erreicht und bei den darauffolgenden Proben abfällt. Wie Abbildung 118(a) und (b) bzw. (c) und (d) zeigen, hat der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge von Probe 2 gegenüber Probe 1 nur in sehr geringem Ausmaß zugenommen. Gleichzeitig hat die Härte des dunklen Martensits in Probe 2 sehr stark zugenommen. Aus der Tatsache heraus, dass aufgrund der Größe eines Makrohärteeindrucks sämtliche Gefügebestandteile bei der Messung zum Tragen kommen, resultiert, dass der Härtewert des Gefüges durch die Zunahme der Härte des Martensit stärker

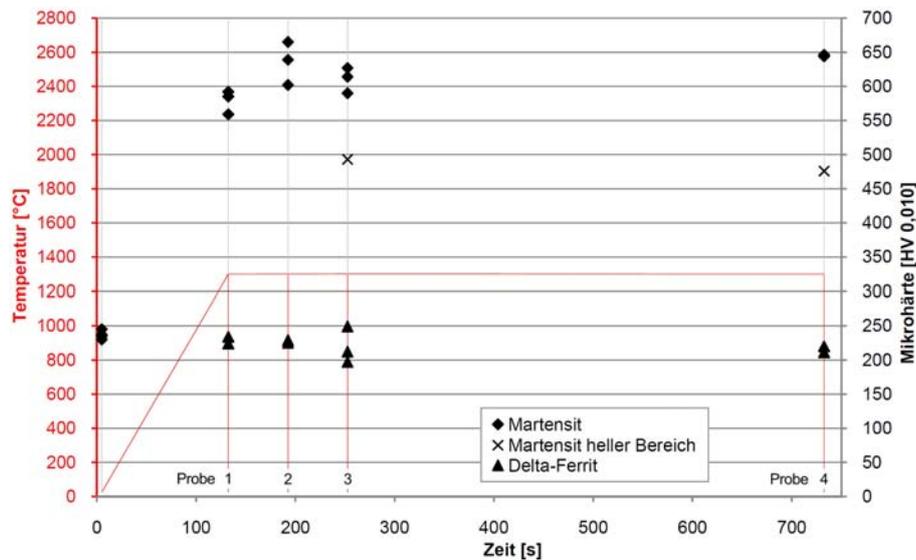


Abbildung 120 Ergebnis der Mikrohärtmessungen des dritten Versuchszyklus

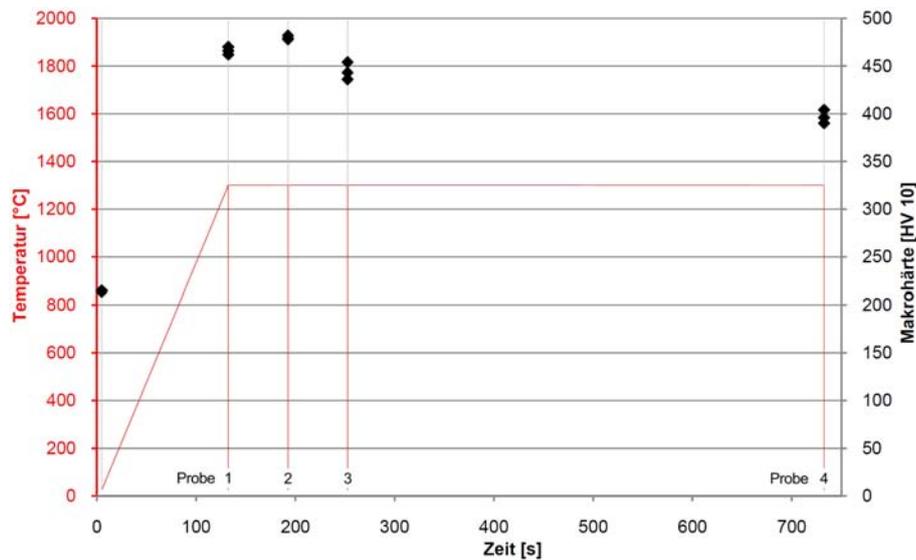


Abbildung 121 Ergebnis der Makrohärtemessungen des dritten Versuchszyklus

steigt, als dieser durch das minimale Wachstum des Anteils an weichem Delta-Ferrit abgeschwächt werden kann. Bei den Proben 3 und 4 ist der Anteil an Delta-Ferrit wesentlich gestiegen, weshalb dieser den Härtewert des Gefüges stärker abschwächt, was zur Abnahme der Makrohärte führt. Somit beträgt der Härtewert von Probe 3 etwa 450 HV 10 und jener von Probe 4 nach 10 Minuten Haltezeit bei 1300°C etwa 400 HV 10.

7.2.5 Ergebnisse des vierten Versuchszyklus

Dieser Versuchszyklus verfolgt das Ziel, die erforderliche Dauer einer Nachwärmung bei 1000°C, welche direkt aus dem Schweißprozess heraus erfolgt, zu bestimmen, um den während des Schweißprozesses entstandenen Delta-Ferrit vollständig aufzulösen. Bei diesen Versuchen wird die gleiche Nachwärmtemperatur wie schon bei den Versuchen des NPM4 verwendet. Die Temperaturverläufe und der Zweck dieses Versuchszyklus ist in Kapitel 5.3.6 erklärt. Abbildung 122 zeigt die Temperaturverläufe und Nummern der einzelnen Proben.

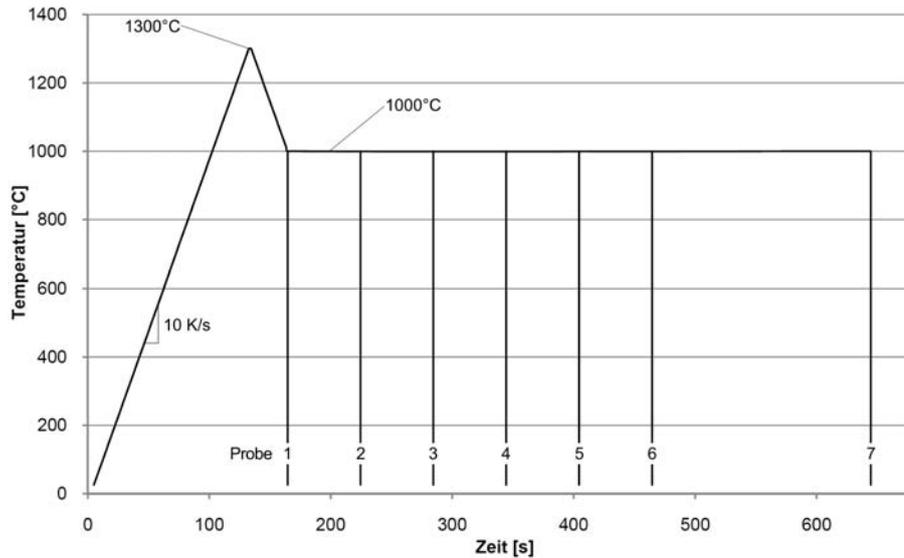
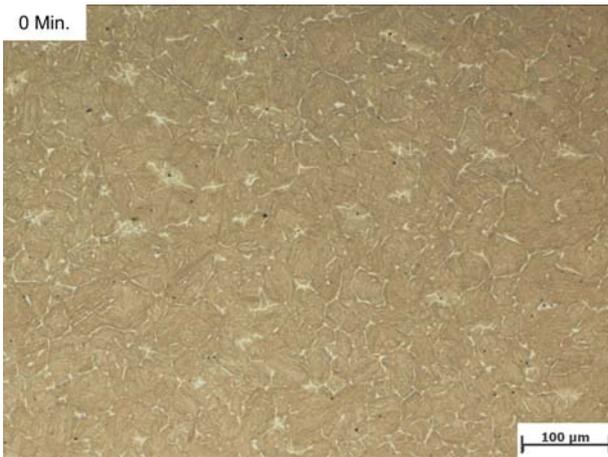


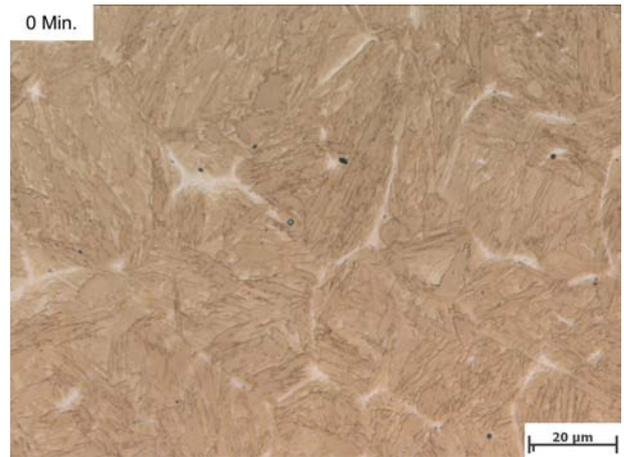
Abbildung 122 Temperaturverläufe und Probennummern des vierten Versuchszyklus

Abbildung 123(a) und (b) zeigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen des Gefüges von Probe 1. Diese wurde bereits bei Erreichen einer Temperatur von 1000°C ohne weitere Haltezeit abgeschreckt. Diese Probe stellt den Ausgangspunkt aller nachfolgenden Proben mit längeren Haltezeiten dar. Es ist erkennbar, dass der Delta-Ferrit eine netzartige Struktur aufweist, wobei, wie schon bei manchen der vorangegangenen Proben anderer Versuchszyklen beobachtet, keine bevorzugte Ausrichtung des Delta-Ferrits zu sehen ist.

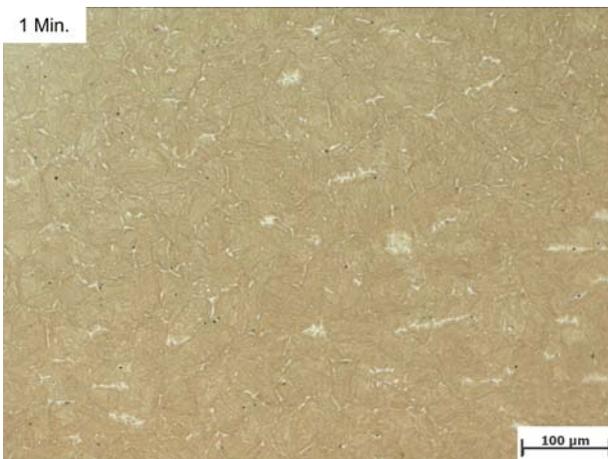
Das Gefüge von Probe 2 (Abbildung 123(c) und (d)), welche nach einer Minute Haltezeit bei 1000°C abgeschreckt wurde, entspricht weitestgehend jenem von Probe 1. Es ist keine Veränderung im Anteil an Delta-Ferrit erkennbar, dieser liegt im Gegensatz zu Probe 1 mit leicht erkennbarer bevorzugter Ausrichtung vor. Bei Betrachtung der lichtmikroskopischen Aufnahmen aller weiteren Proben dieses Versuchszyklus (Proben 3 bis 7 bzw. Abbildung 123(e) und (f), Abbildung 124 und Abbildung 125) fällt auf, dass der Anteil an Delta-Ferrit im Gefüge bei keiner der Proben eine Veränderung zeigt. Einziger Unterschied ist, dass dieser bei manchen Proben (Proben 4 bis 7) eindeutig eine bevorzugte Ausrichtung zeigt, wohingegen diese bei den ersten Proben nicht erkennbar ist, weshalb dies wahrscheinlich eher zufällig durch die Struktur des Ausgangswerkstoffs hervorgerufen wird. Die Tatsache, dass sich der Delta-Ferrit bei 1000°C nicht so wie jener im Gefüge des NPM4 auflöst, zeigt, dass im Gefüge des P92 lokal höhere Konzentrationen ferritbildender Legierungselemente vorliegen, weshalb bereits im Ausgangszustand Delta-Ferrit im Gefüge vorhanden ist. In Kapitel 7.4 werden im Zuge der Simulationen unter anderem Phasendiagramme der beiden Werkstoffe berechnet. Es ist zu erwarten, dass das Delta-Ferrit/Austenit-Mischgebiet bereits bei geringfügiger Erhöhung der Konzentration ferritbildender Legierungselemente hin zu niedrigeren Temperaturen vergrößert wird bzw. sich der Werkstoff lokal neben dem Austenitgebiet befindet, was der Grund dafür ist, dass dieser Versuchszyklus zu keinem erfolgreichen Ergebnis und somit nicht zur Auflösung des Delta-Ferrits geführt hat. Einziger Unterschied zwischen den einzelnen Aufnahmen ist eine etwas variierende Intensität des Ätzangriffs, was durch leicht schwankende Ätzzeiten bei der Probenpräparation verursacht worden sein kann.



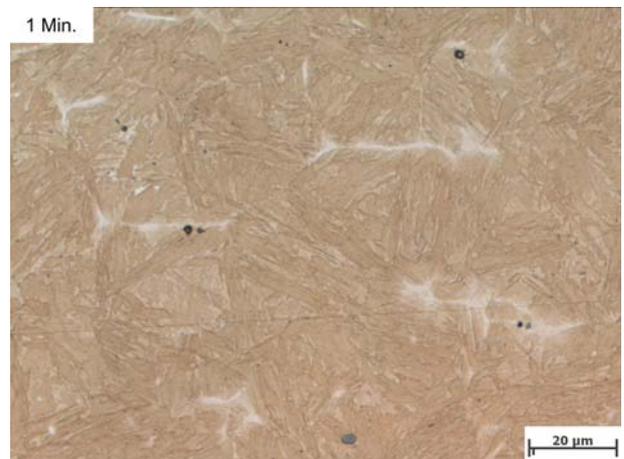
(a) Gefüge Probe 1



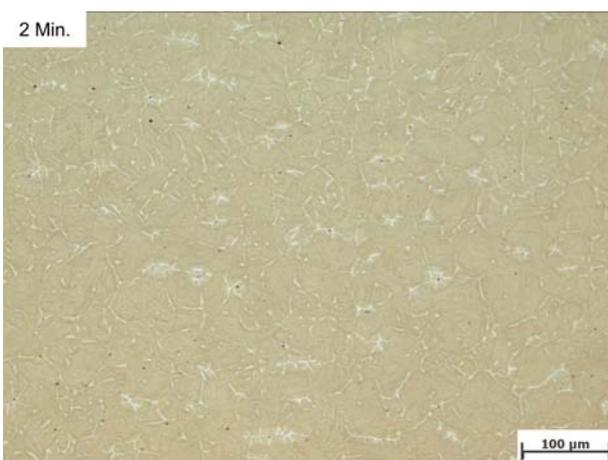
(b) Gefüge-Detail Probe 1



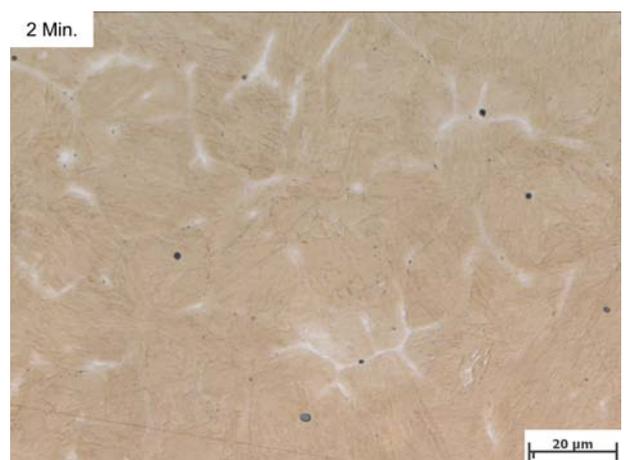
(c) Gefüge Probe 2



(d) Gefüge-Detail Probe 2

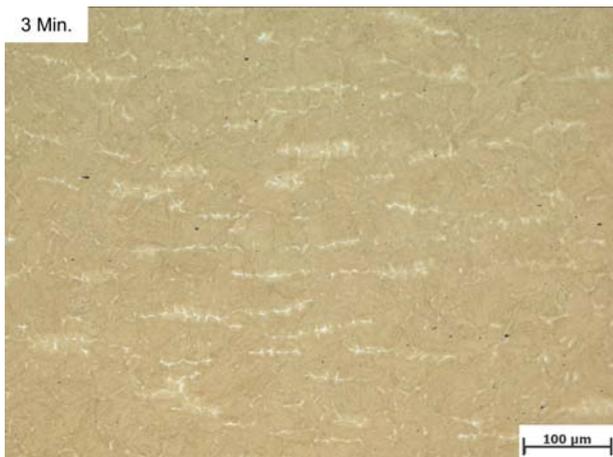


(e) Gefüge Probe 3

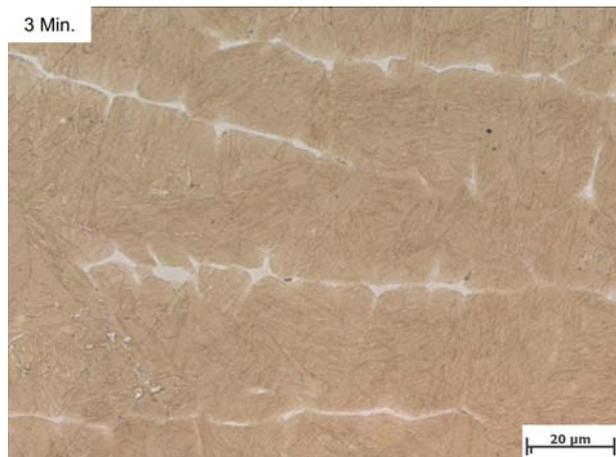


(f) Gefüge-Detail Probe 3

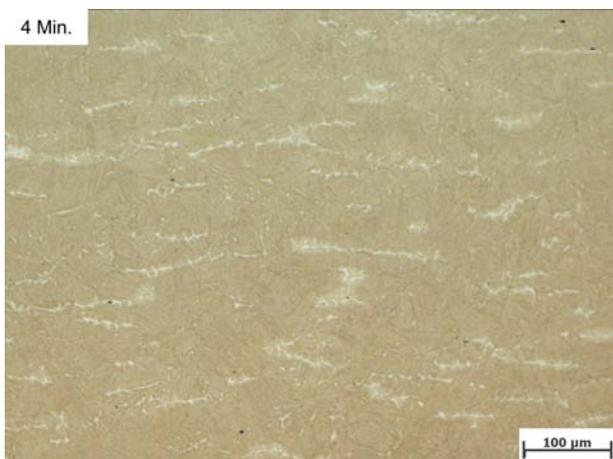
Abbildung 123 Gefüge von: (a), (b) Probe 1 (0 Minuten Haltezeit); (c), (d) Probe 2 (1 Minute Haltezeit); (e), (f) Probe 3 (2 Minuten Haltezeit)



(a) Gefüge Probe 4



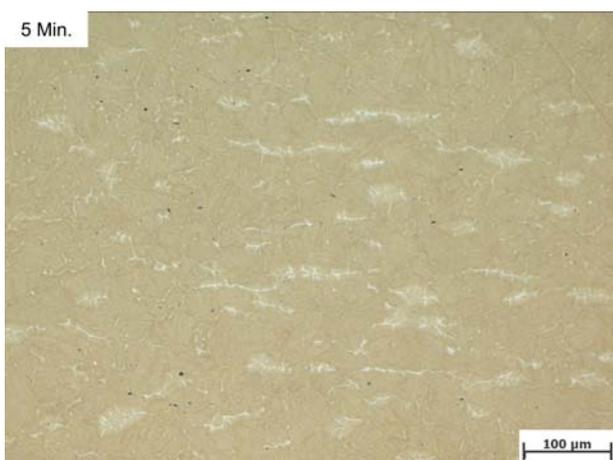
(b) Gefüge-Detail Probe 4



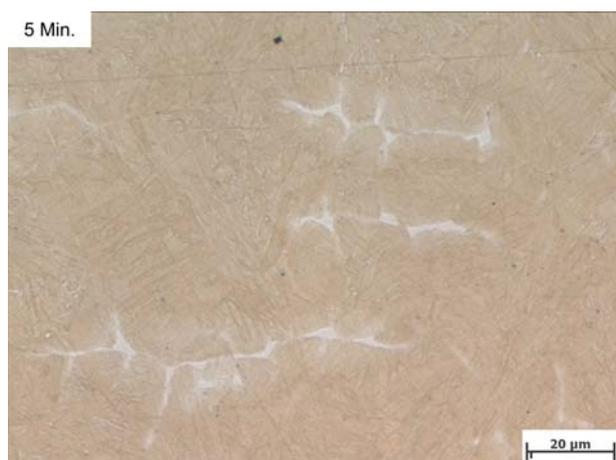
(c) Gefüge Probe 5



(d) Gefüge-Detail Probe 5

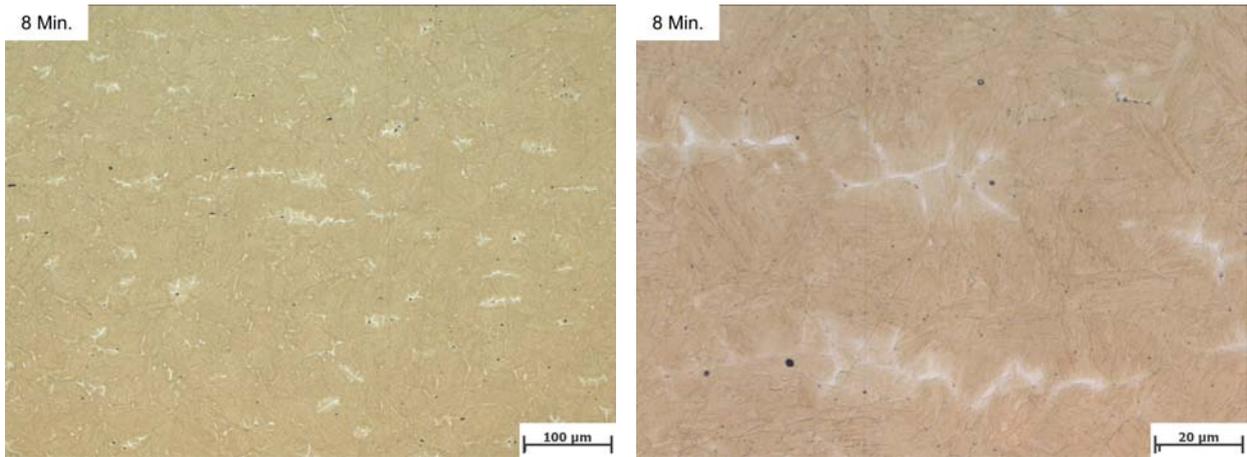


(e) Gefüge Probe 6



(f) Gefüge-Detail Probe 6

Abbildung 124 Gefüge von: (a), (b) Probe 4 (3 Minuten Haltezeit); (c), (d) Probe 5 (4 Minuten Haltezeit); (e), (f) Probe 6 (5 Minuten Haltezeit)



(a) Gefüge Probe 7

(b) Gefüge-Detail Probe 7

Abbildung 125 Gefüge von Probe 7 (8 Minuten Haltezeit)

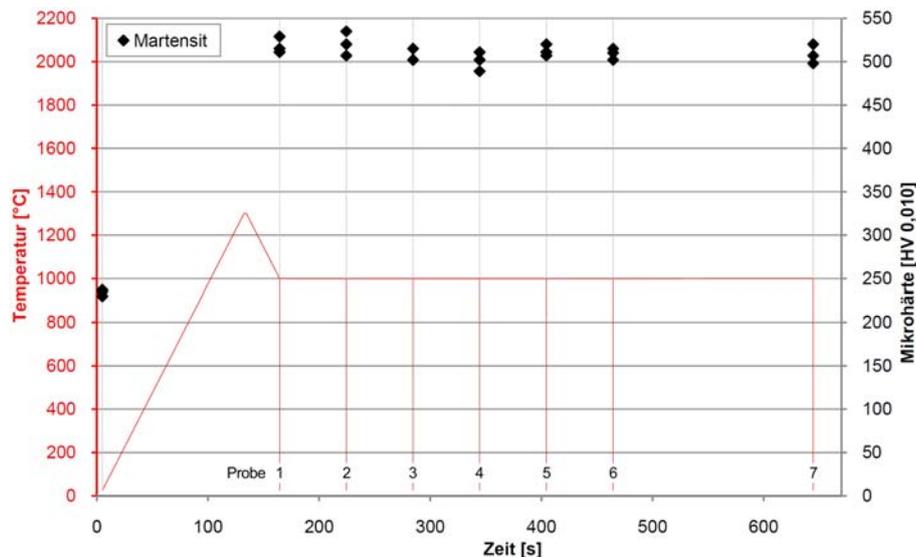


Abbildung 126 Ergebnis der Mikrohärtemessungen des vierten Versuchszyklus

Die Abbildungen 126 und 127 zeigen graphische Zusammenstellungen sämtlicher Mikro- und Makrohärteergebnisse dieses Versuchszyklus. Es ist erkennbar, dass die Werte der Mikrohärte des martensitischen Grundgefüges, abgesehen von leichten Schwankungen, bei allen Proben zu gleichen Werten von um bzw. etwas über 500 HV 0,010 kommen. Bei den Werten der Makrohärte sind die Schwankungen größer, bleiben jedoch immer im Bereich zwischen 450 und 500 HV 10.

Die Versuche, durchgeführt mit einer Nachwärmtemperatur von 1000°C, haben im Falle des P92 zu dem Ergebnis geführt, dass sich der Werkstoff bei dieser Temperatur lokal im Delta-Ferrit/Austenit Mischgebiet befindet. Da die Versuchszyklen so angelegt sind, dass die beiden Werkstoffe direkt miteinander verglichen werden können, wird dieser Versuchszyklus nicht mit einer niedrigeren Temperatur wiederholt, zumal die Zahl der zur Verfügung stehenden Proben für ein mehrmaliges Wiederholen nicht ausreicht. In Kapitel 7.4 soll das Phasendiagramm des P92 zeigen, welche Temperatur für eine Reduktion des Delta-Ferrits geeignet wäre.

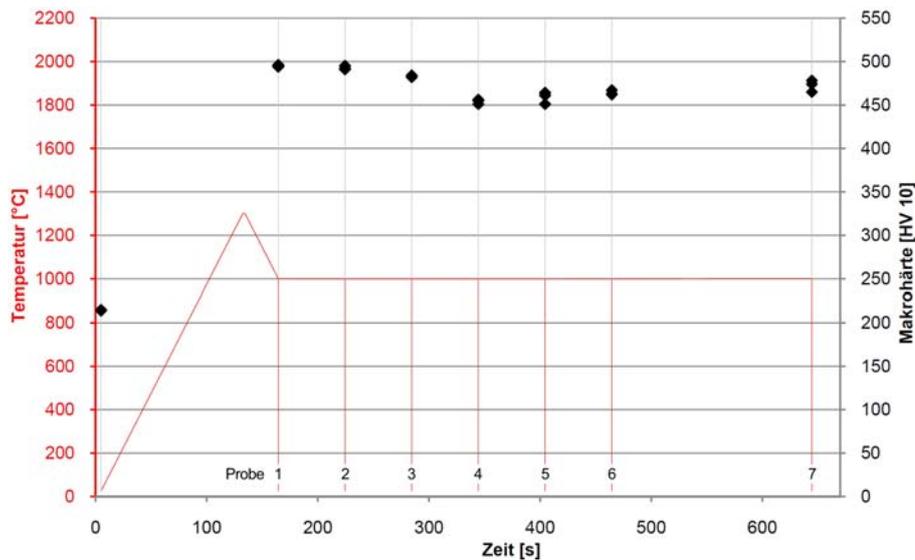


Abbildung 127 Ergebnis der Makrohärtemessungen des vierten Versuchszyklus

7.2.6 Ergebnisse des fünften Versuchszyklus

Wie schon der vorige vierte Versuchszyklus verfolgt dieser Versuchzyklus ebenfalls das Ziel, durch eine geeignete Wärmenachbehandlung den während des Schweißprozesses entstandenen Delta-Ferrit aufzulösen. Der einzige Unterschied zwischen den beiden Versuchszyklen besteht darin, dass die Wärmenachbehandlung im Falle dieses Versuchszyklus nicht wie zuvor direkt aus dem Schweißprozess heraus erfolgt, sondern dass dazwischen bis auf Raumtemperatur abgekühlt wird, um dann erneut mit 10 K/s bis zum Erreichen einer Temperatur von 1000°C aufzuheizen. Die Temperaturverläufe und der Zweck dieses Versuchszyklus sind in Kapitel 5.3.7 erläutert. Abbildung 128 zeigt die Temperaturverläufe und Nummern der einzelnen Proben.

Aufgrund des Aufbaus dieses Versuchszyklus ist ersichtlich, dass sich der Werkstoff längere Zeit in Bereichen niedriger Temperatur befindet. Dabei durchläuft dieser eine doppelte Um-

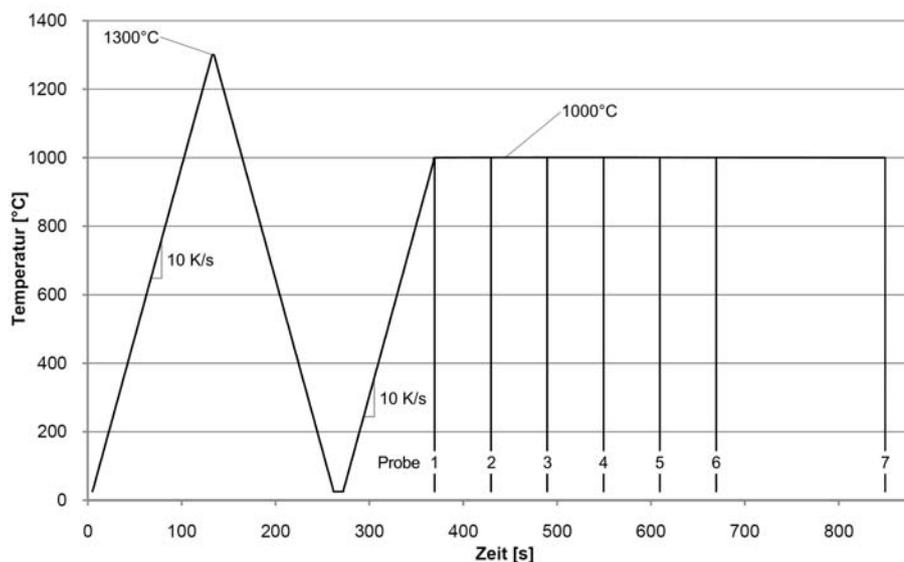
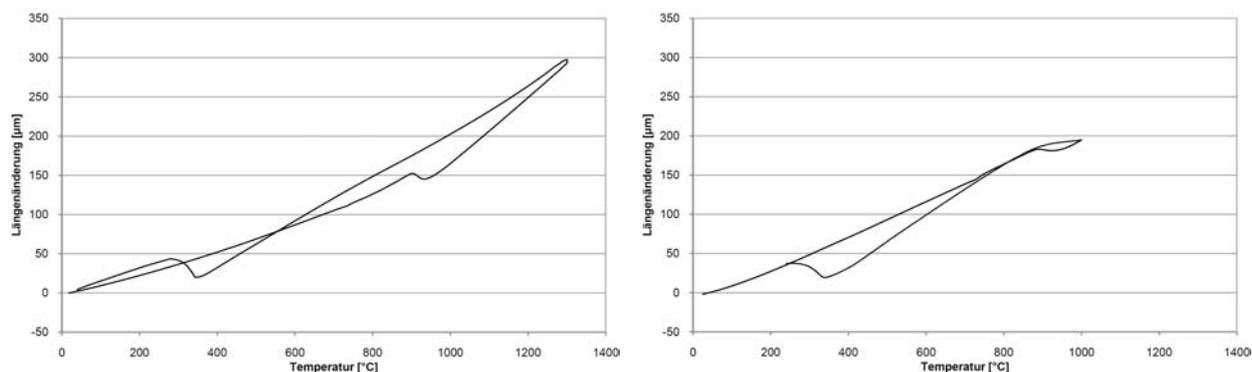


Abbildung 128 Temperaturverläufe und Probennummern des fünften Versuchszyklus

wandlung, und zwar einerseits bei der Abkühlung am Ende des ersten Teils des Zyklus, wobei der Austenit zu Martensit umwandelt, und andererseits bei der Erwärmung zu Beginn der Wärmenachbehandlung, bei der der Martensit erneut zu Austenit umwandelt. In Abbildung 129(a) ist die Dilatometerkurve des ersten Teils des Zyklus, in Abbildung 129(b) die Dilatometerkurve der Wärmenachbehandlung dargestellt. Anhand der Dilatometerkurven ist erkennbar, dass es in beiden Fällen zu einer vollständigen Umwandlung des Werkstoffs zu Austenit kommt, auf welche bei Abkühlung eine Umwandlung in Martensit folgt.



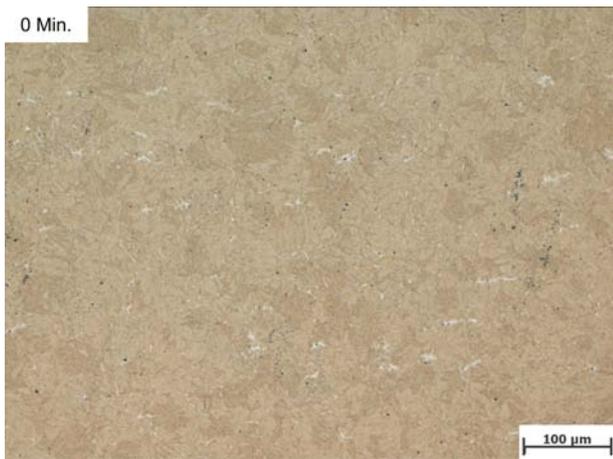
(a) Dilatometerkurve erster Teil

(b) Dilatometerkurve zweiter Teil

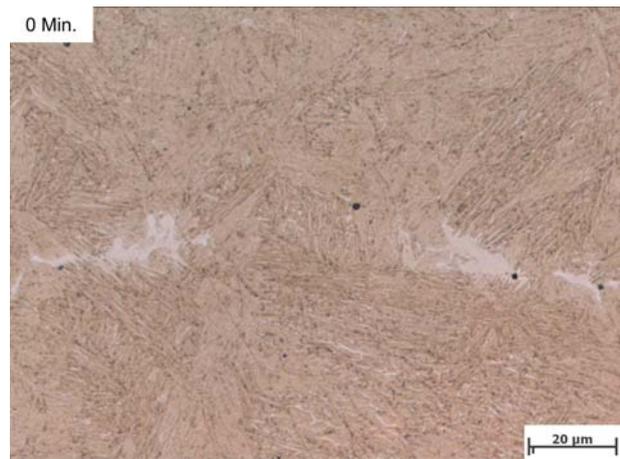
Abbildung 129 Dilatometerkurven der beiden Teile des fünften Versuchszyklus

Probe 1 dieses Versuchszyklus wurde bereits bei Erreichen der Temperatur der Wärmenachbehandlung in Höhe von 1000°C ohne Haltezeit abgeschreckt. Sie stellt den Ausgangszustand für die nachfolgenden Proben dar, um die Veränderungen des Anteils an Delta-Ferrit beobachten zu können. In den lichtmikroskopischen Aufnahmen des entstandenen Gefüges in Abbildung 130(a) und (b) ist erkennbar, dass der Anteil an Delta-Ferrit geringer ist als jener in allen Proben des vorigen Versuchszyklus. Dies liegt daran, dass es während der zwischenzeitlichen Abkühlung bis auf Raumtemperatur und der nachfolgenden Erwärmung zur Umwandlung eines Teils des Delta-Ferrits gekommen ist.

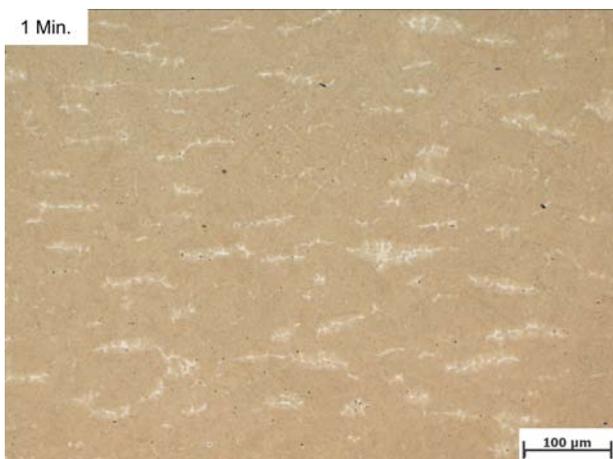
Die lichtmikroskopischen Aufnahmen von Probe 2 (Abbildung 130(c) und (d)) lassen erkennen, dass durch eine Wärmenachbehandlung des P92 bei einer Temperatur von 1000°C das Gegenteil des erwünschten Effekts eintritt. Der Anteil an Delta-Ferrit hat in Probe 2 gegenüber Probe 1 zugenommen und erreicht in dieser und allen folgenden Proben (Proben 3 bis 7 bzw. Abbildung 130(e) und (f), Abbildung 131 und Abbildung 132) ein Ausmaß, wie es sämtliche Proben des vorigen Versuchszyklus zeigen. Dies bestätigt die Annahme, dass sich der Werkstoff im Bereich der Delta-Ferrit-Körner bei 1000°C infolge lokaler Konzentrationsunterschiede im Delta-Ferrit/Austenit Mischgebiet befindet, weshalb der Anteil an Delta-Ferrit im vorigen Versuchszyklus nicht abgenommen, sondern ein konstantes Niveau beibehalten hat und in diesem Versuchszyklus von Probe 1 ausgehend bis zu diesem Niveau zugenommen hat. In Kapitel 7.4 wird dieser Zusammenhang im Zuge der Simulationen näher untersucht. Die einzig auffallenden Unterschiede in den Aufnahmen der Proben sind variierende Intensitäten der Ätzungen.



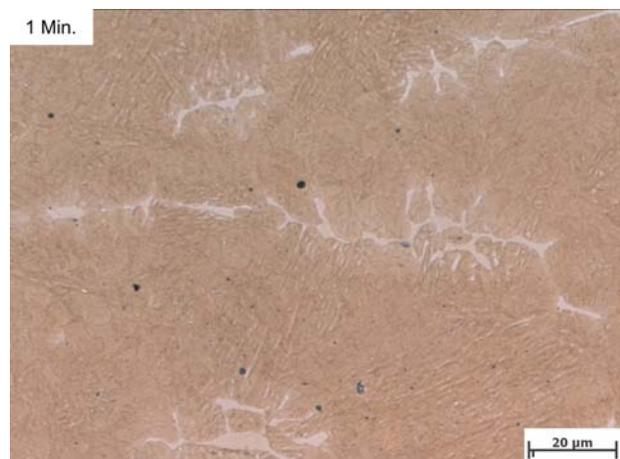
(a) Gefüge Probe 1



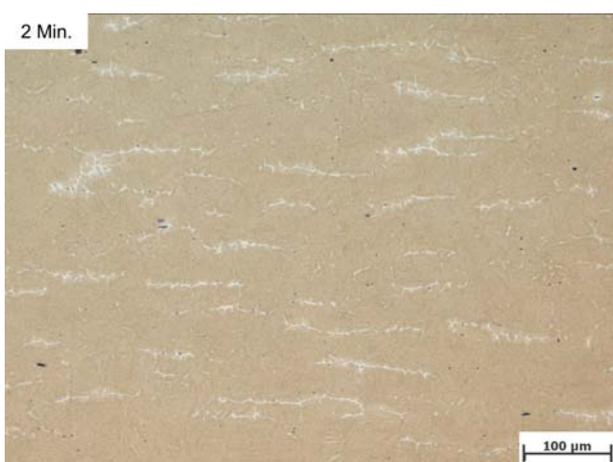
(b) Gefüge-Detail Probe 1



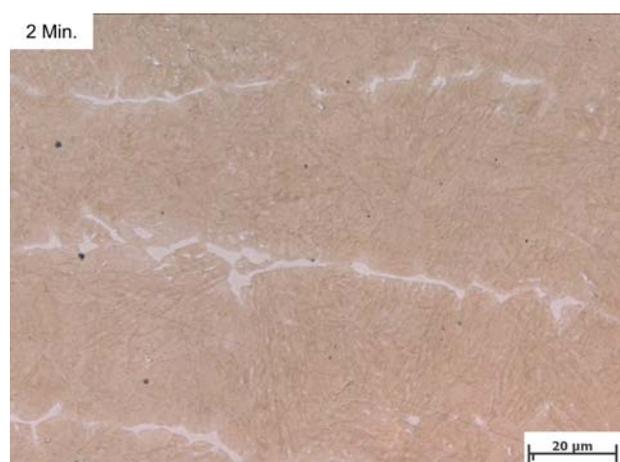
(c) Gefüge Probe 2



(d) Gefüge-Detail Probe 2

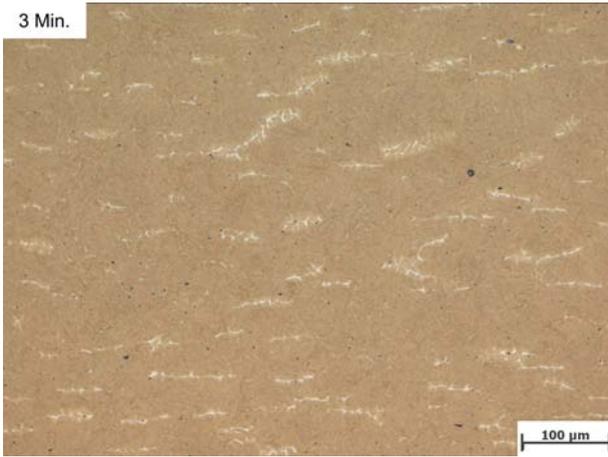


(e) Gefüge Probe 3

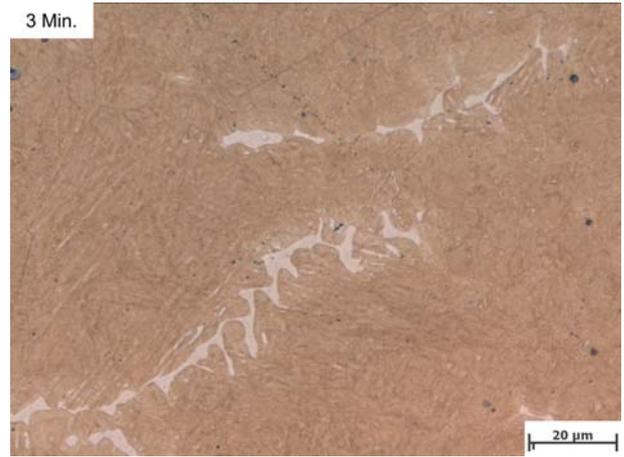


(f) Gefüge-Detail Probe 3

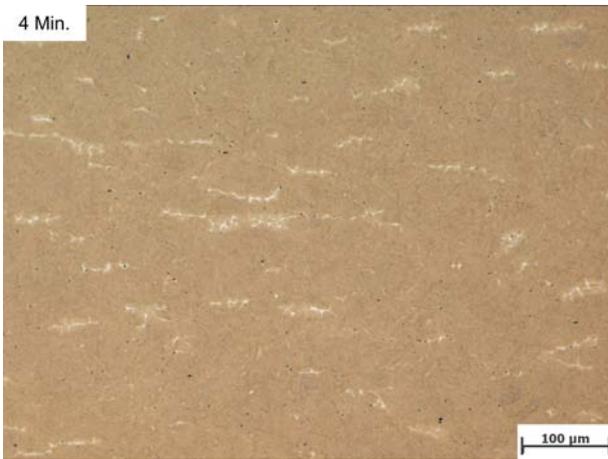
Abbildung 130 Gefüge von: (a), (b) Probe 1 (0 Minuten Haltezeit); (c), (d) Probe 2 (1 Minute Haltezeit); (e), (f) Probe 3 (2 Minuten Haltezeit)



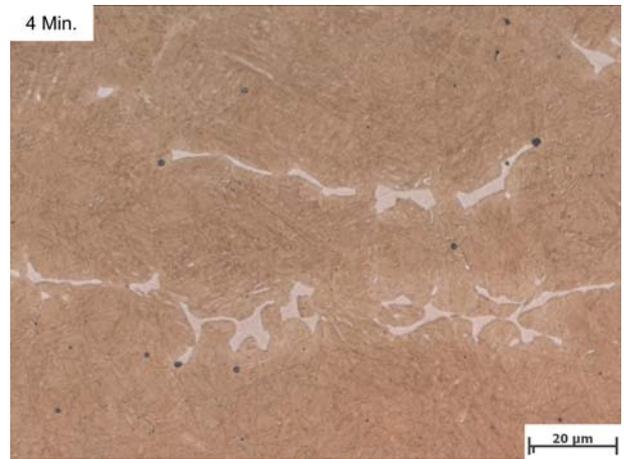
(a) Gefüge Probe 4



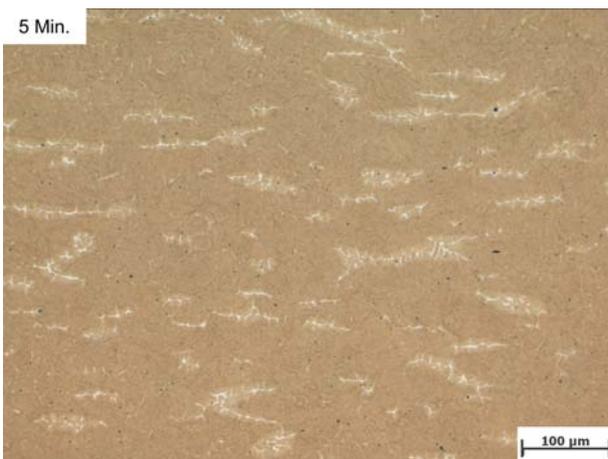
(b) Gefüge-Detail Probe 4



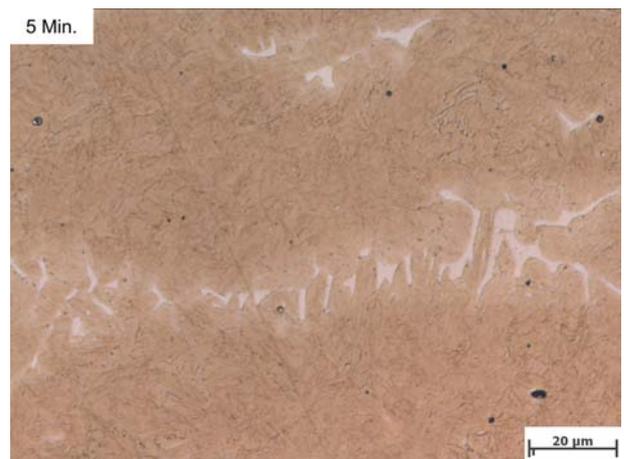
(c) Gefüge Probe 5



(d) Gefüge-Detail Probe 5

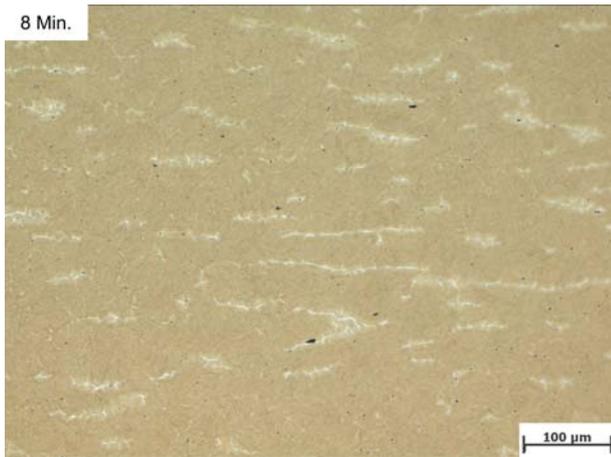


(e) Gefüge Probe 6

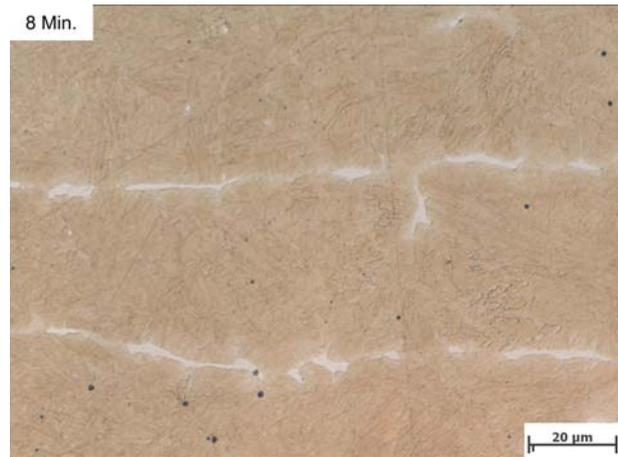


(f) Gefüge-Detail Probe 6

Abbildung 131 Gefüge von: (a), (b) Probe 4 (3 Minute Haltezeit); (c), (d) Probe 5 (4 Minuten Haltezeit); (e), (f) Probe 6 (5 Minuten Haltezeit)

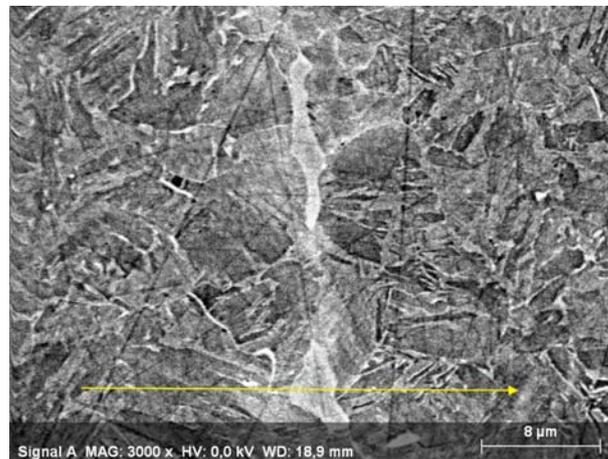


(a) Gefüge Probe 7

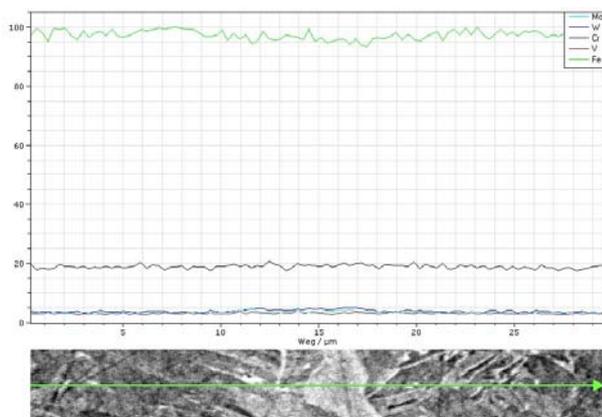


(b) Gefüge-Detail Probe 7

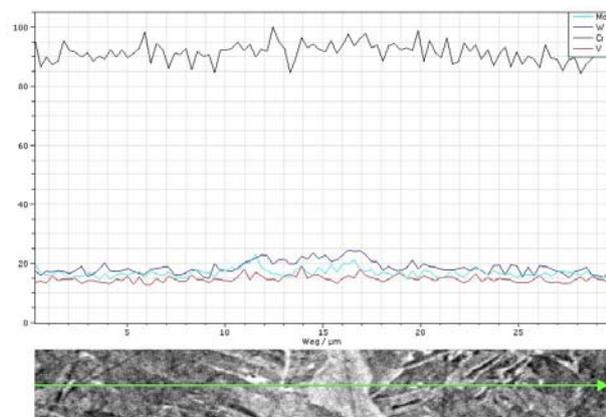
Abbildung 132 Gefüge von Probe 7 (8 Minuten Haltezeit)



(a) EDX-Linescan, Verlauf



(b) EDX-Linescan (Fe, Cr, W, Mo, V)



(c) EDX-Linescan (Cr, W, Mo, V)

Abbildung 133 REM- und EDX-Analyse von Delta-Ferrit in Probe 7 (8 Minuten Haltezeit)

Abbildung 133 zeigt das Ergebnis eines EDX-Linescans, dessen Verlauf quer über ein Delta-Ferrit-Korn im Gefüge von Probe 7 (8 Minuten Haltezeit) führt. Wie im Zuge des vierten und fünften Versuchszyklus gezeigt, muss die Konzentration Ferrit bildender bzw. stabilisierender Elemente im Bereich des Delta-Ferrits derart hoch sein, dass dieser selbst bei 1000°C im Gefüge stabil bleibt und sich nicht auflöst bzw. umwandelt. In Abbildung 133(a) ist der Verlauf des Linescans dargestellt, wobei das untersuchte Delta-Ferrit-Korn senkrecht zur Linie des Scans verläuft. Bei genauerer Betrachtung von Abbildung 133(b) fällt auf, dass die Verläufe der Elemente Chrom (Cr), Wolfram (W), Molybdän (Mo) und Vanadium (V) von außen beginnend zur Mitte des Delta-Ferrit-Korns hin leicht ansteigen. Einzig der Verlauf des Eisengehaltes (Fe) fällt im Bereich des Delta-Ferrit-Korns leicht ab. In Abbildung 133(c) ist das Ergebnis des Linescans ohne dem Eisengehalt angezeigt, weshalb die Verläufe der übrigen Elemente besser erkennbar sind. Darin zeigt sich deutlicher, dass die Konzentrationen von Chrom (Cr), Wolfram (W) und Molybdän (Mo) vom rechten bzw. linken Rand des Diagramms aus zur Mitte des Delta-Ferrit-Korns hin zunehmen. Der Vanadiumgehalt (V) ist im Bereich des Delta-Ferrit-Korns nur leicht erhöht.

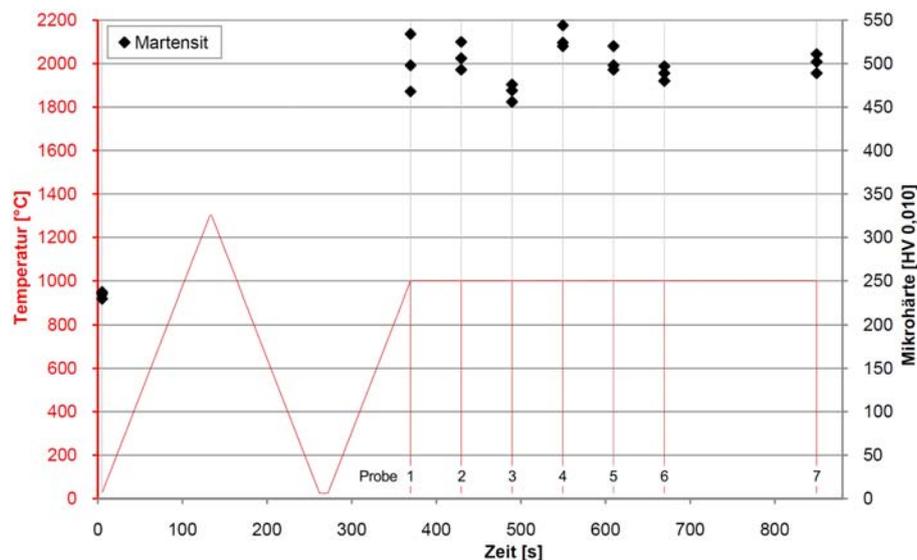


Abbildung 134 Ergebnis der Mikrohärtemessungen des fünften Versuchszyklus

Die Abbildungen 134 und 135 zeigen graphische Zusammenstellungen der Mikro- bzw. Makrohärtewerte aller Proben dieses Versuchszyklus. Die Mikrohärtewerte in Abbildung 134 zeigen bei diesem Versuchszyklus größere Schwankungen mit Werten zwischen 450 und 550 HV 0,010, wobei sich die Werte gegen Ende des Versuchszyklus auf einen Wert von etwa 500 HV 0,010 einpendeln, was in etwa dem Ergebnis des vierten Versuchszyklus entspricht. Die in Abbildung 135 dargestellten Ergebnisse der Makrohärtemessung zeigen hingegen kaum Schwankungen, sondern Werte von durchgehend knapp über 450 HV 10.

Somit haben der vierte und fünfte Versuchszyklus zum gleichen Werkstoffverhalten geführt und gezeigt, dass für den Werkstoff P92 eine Wärmenachbehandlung bei einer Temperatur unterhalb 1000°C durchgeführt werden muss, um den gewünschten Effekt einer Auflösung des Delta-Ferrits zu erzielen.

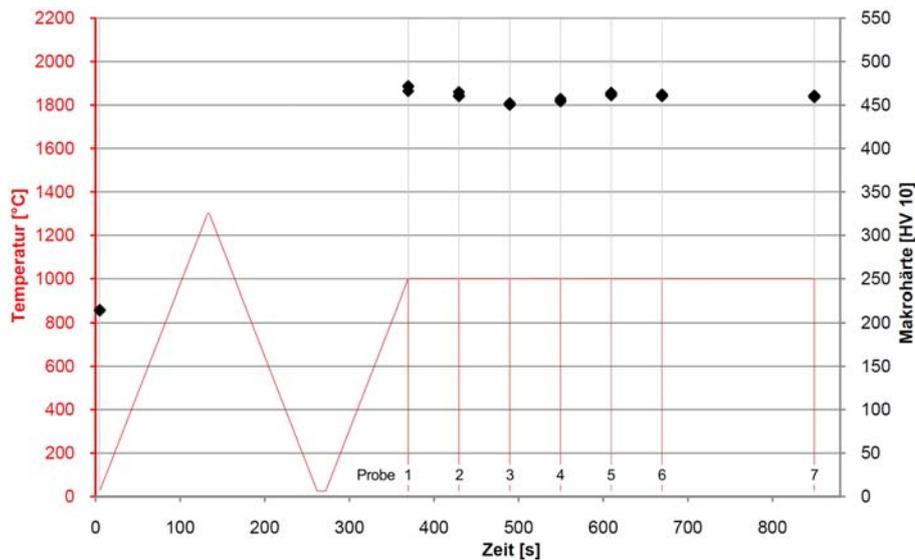


Abbildung 135 Ergebnis der Makrohärtemessungen des fünften Versuchszyklus

7.3 Gegenüberstellung der Versuchsergebnisse

Nachfolgend werden die Ergebnisse bzw. das Verhalten der beiden Werkstoffe NPM4 und P92, welches diese im Zuge der Versuchszyklen in den Kapiteln 7.1 und 7.2 gezeigt haben, gegenübergestellt. Dabei soll gezeigt werden, welche vorteilhaften bzw. weniger vorteilhaften Eigenschaften der NPM4 im Vergleich zum P92, der als Werkstoff für den Bau thermischer Kraftwerke bereits zur Anwendung kommt, aufweist.

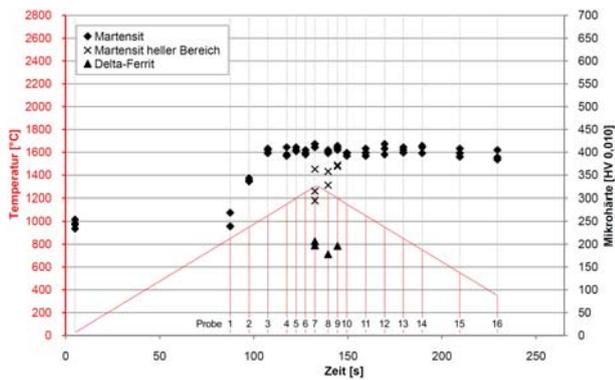
Bei Betrachtung der lichtmikroskopischen Aufnahmen der beiden Werkstoffe im Ausgangszustand (Abbildung 35 und 93) fällt auf, dass das martensitische Gefüge dieser aufgrund deren spezifischer chemischen Zusammensetzung durch das Ätzmittel unterschiedlich angegriffen wird. Während die Martensitlatten im Gefüge des NPM4 unterschiedliche Färbungen aufweisen, zeigen jene im Gefüge des P92 eine einheitliche Färbung. Weiters fällt auf, dass sich beim NPM4 im Gegensatz zum P92 im Bereich der ehemaligen Austenitkorngrenzen ein ausscheidungsfreier Bereich gebildet hat, weshalb diese deutlicher zum Vorschein kommen. Der Grund für die Bildung dieses ausscheidungsfreien Bereiches liegt darin, dass einige der Legierungselemente in der näheren Umgebung zu den ehemaligen Austenitkorngrenzen zur Bildung von Ausscheidungen zu diesen diffundiert sind, weshalb sich an den Lattengrenzen des Martensits lokal keine Ausscheidungen befinden. Demzufolge sind an den ehemaligen Austenitkorngrenzen im Gefüge des NPM4 zahlreiche, zum Teil große Ausscheidungen zu erkennen, wohingegen beim P92 nur wenige bzw. sehr kleine vorliegen. Aus diesem Grund können die ehemaligen Austenitkorngrenzen des P92 kaum ausgemacht und von Lattengrenzen des Martensits unterschieden werden. In Abbildung 94(a) ist erkennbar, dass im Ausgangszustand des P92 zahlreiche alte Delta-Ferrit-Körner vorliegen, wohingegen im Gefüge des NPM4 keine auftreten. Aufgrund der Tatsache, dass im Ausgangszustand des P92 trotz vorhergehenden Austenitisierens zwischen 1050 und 1100°C und anschließenden Anlassens bei einer Temperatur zwischen 740 und 800°C bereits Delta-Ferrit-Körner im Gefüge vorhanden sind, kann

angenommen werden, dass sich diese in Bereichen befinden, in denen eine hohe Konzentration an Ferrit bildenden bzw. stabilisierenden Legierungselementen vorherrscht, wodurch das Bestehen des Delta-Ferrits begünstigt wird. An den Korngrenzen zwischen alten Delta-Ferrit-Körnern und martensitischem Grundgefüge befinden sich im P92 zahlreiche Ausscheidungen, welche auf einen lokal hohen Gehalt an Legierungselementen hinweisen. Im Gefüge des NPM4 liegen linienförmig angeordnete Ansammlungen von Ausscheidungen gleicher Ausrichtung vor, welche infolge der Auflösung von während der Herstellprozesse gebildeten Delta-Ferrit-Körnern entstanden sind. Diese Ausscheidungen weisen große Anteile der Elemente Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) auf, welche, mit Ausnahme von Niob (Nb), zur Gruppe der Ferritbildner gehören.

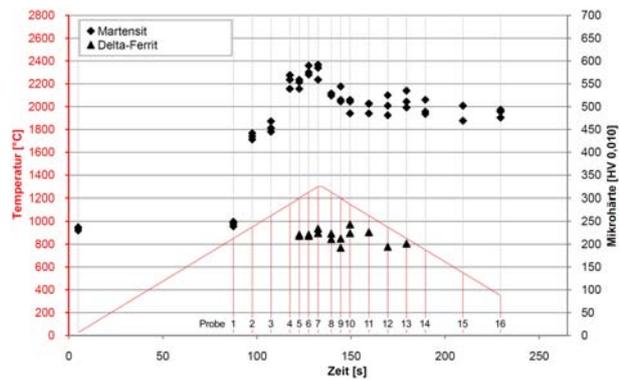
Nach Durchlaufen eines Temperaturzyklus, bestehend aus einem Aufheizen mit 10 K/s auf 1300°C, einem Halten dieser Temperatur für 2 Sekunden und einem anschließenden Abkühlen mit 10 K/s, im ersten Versuchszyklus liegt im Gefüge beider Werkstoffe ein Netz aus Delta-Ferrit in Form von weit verzweigten Körnern mit bevorzugter Ausrichtung, entsprechend der Verformungsrichtung bei deren Herstellung, vor. Bei allen Proben beider Werkstoffe zeigt sich, dass sich sämtliche Ausscheidungen, welche sich im Ausgangszustand an den Korn- bzw. Lattengrenzen befinden, beim Erhitzen über etwa 1000 bis 1050°C auflösen und durch die rasche Abkühlung nicht bzw. in Form besonders feiner Ausscheidungen wieder bilden, weshalb deren lichtmikroskopische Aufnahmen weniger Kontrast aufweisen. Die damit einhergehende Zunahme der Härte des Martensits weist darauf hin, dass ein großer Teil des Kohlenstoffs aus den aufgelösten Ausscheidungen im neuen Martensit zwangsgelöst ist und nicht mehr zur Bildung von Karbiden bzw. Ausscheidungen zur Verfügung steht.

Im Zuge des zweiten Versuchszyklus, bei welchem der Temperaturzyklus beim Erreichen vorgegebener Temperaturen unterbrochen und die Proben abgeschreckt wurden, zeigt sich, dass sich im Gefüge des P92 bereits bei einer Spitzentemperatur von 1050°C Delta-Ferrit-Körner von ausreichender Größe bilden, um diese lichtmikroskopisch als solche erkennen zu können, wohingegen diese sich im Gefüge des NPM4 erst bei einer Temperatur von 1150°C bilden und dabei nur geringere Abmessungen erreichen. Im Bereich von 1300°C bilden beide Werkstoffe große Anteile an Delta-Ferrit, welche in Form von kompakten, rundlichen Körnern vorliegen.

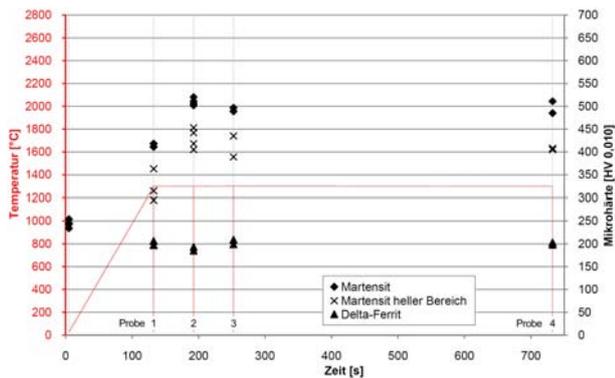
Nach mehrminütigem Halten einer Temperatur von 1300°C wachsen die Delta-Ferrit-Körner im Gefüge beider Werkstoffe zu Beginn rasch heran, wobei das Wachstum im Laufe der Zeit langsam abebbt. Die sich im Gefüge bildenden großen Delta-Ferrit-Körner sind im Falle beider Werkstoffe von einem breiten Bereich aus Martensit umgeben, der in den Ätzungen heller erscheint als das martensitische Grundgefüge. Dieser helle Martensit weist bei Messung seiner Mikrohärtete einen um etwa 100 bis maximal 150 HV 0,010 niedrigeren Mikrohärtewert auf als der dunkle Martensit des Grundgefüges. Getrennt werden die beiden Erscheinungsformen des Martensits durch eine markante, zumeist dunkel erscheinende Linie. An den Korngrenzen zwischen großen Delta-Ferrit-Körnern und hellem Martensit sind in den Proben des NPM4 dunkle Ausscheidungen deutlich erkennbar, wohingegen beim P92 keine solchen sichtbar sind bzw. zu klein sind, um diese mit dem Lichtmikroskop erkennen zu können.



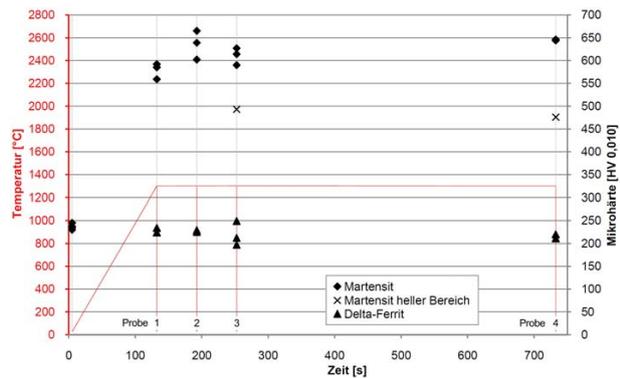
(a) Mikrohärte 2. Versuchszyklus, NPM4



(b) Mikrohärte 2. Versuchszyklus, P92



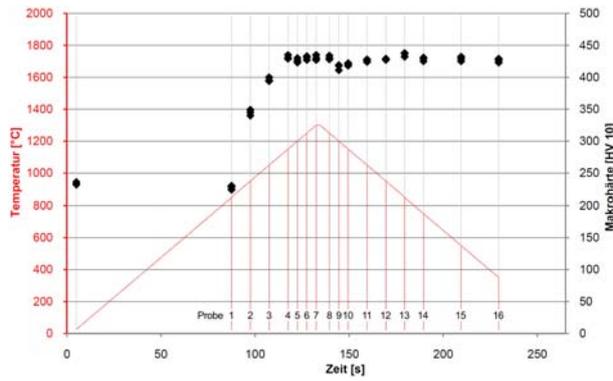
(c) Mikrohärte 3. Versuchszyklus, NPM4



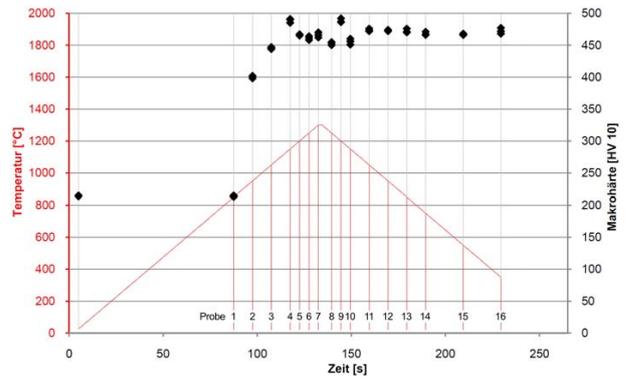
(d) Mikrohärte 3. Versuchszyklus, P92

Abbildung 136 Mikrohärtemessungen: (a) zweiter Versuchszyklus, NPM4; (b) zweiter Versuchszyklus, P92; (c) dritter Versuchszyklus, NPM4; (d) dritter Versuchszyklus, P92

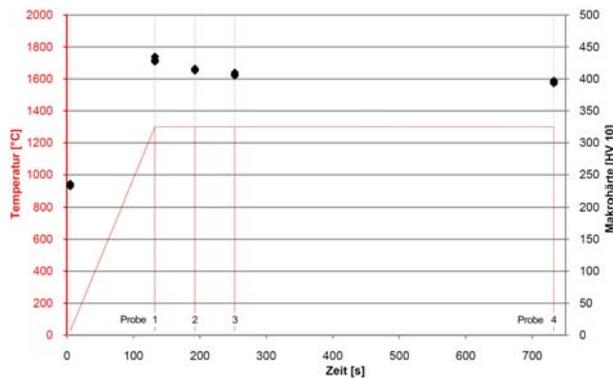
In Abbildung 136 sind die Ergebnisse der Mikrohärtemessungen beider Werkstoffe aus dem zweiten und dritten Versuchszyklus einander gegenübergestellt. Die linken Diagramme zeigen die Ergebnisse des NPM4, die rechten jene des P92. Beide Werkstoffe erreichen durch die doppelte Umwandlung beim Durchlaufen der Temperaturzyklen eine wesentliche Steigerung der Härtewerte des neuen Martensits gegenüber jenen im angelassenen Ausgangszustand. Dabei führt die Auflösung von Ausscheidungen, insbesondere von Karbiden, zu einer größeren Menge zwangsgelösten Kohlenstoffs im Martensit. Es ist erkennbar, dass der dunkle Martensit des Grundgefüges beim P92 tendenziell wesentlich höhere Mikrohärtewerte erreicht als in den Proben des NPM4. P92 hat in seiner Legierungszusammensetzung mit 0,11 Gew.-% einen höheren Kohlenstoffgehalt als NPM4 mit 0,09 Gew.-% C, worin der Grund für die größere Härte liegen kann. Darüber hinaus ist erkennbar, dass auch der Delta-Ferrit im Gefüge des P92 durchwegs höhere Mikrohärtewerte erreicht als jener im Gefüge des NPM4. Während die Werte beim NPM4 kaum 200 HV 0,010 überschreiten, erreichen diese beim P92 deutlich über 200 HV 0,010. Der Grund für eine größere Härte des Delta-Ferrits beim P92 ist nicht bekannt. Ähnlich verhält es sich mit der Härte des hellen Martensits. Auch dieser ist beim P92 härter als beim NPM4, wobei innerhalb einer Probe die Differenz der Mikrohärte zwischen hellem und dunklem Martensit immer relativ konstant bei 100 bis maximal 150 HV 0,010 liegt.



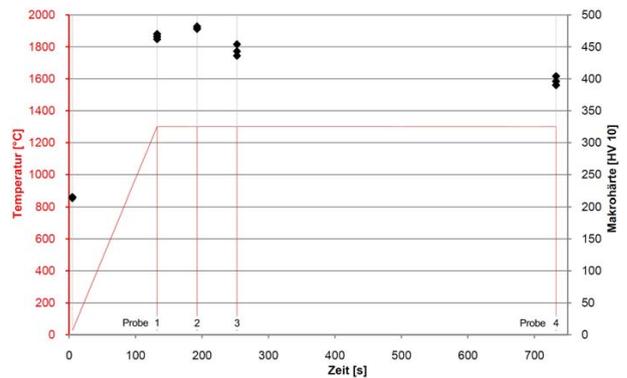
(a) Makrohärte 2. Versuchszyklus, NPM4



(b) Makrohärte 2. Versuchszyklus, P92



(c) Makrohärte 3. Versuchszyklus, NPM4



(d) Makrohärte 3. Versuchszyklus, P92

Abbildung 137 Makrohärtemessungen: (a) zweiter Versuchszyklus, NPM4; (b) zweiter Versuchszyklus, P92; (c) dritter Versuchszyklus, NPM4; (d) dritter Versuchszyklus, P92

Abbildung 137 zeigt eine Zusammenstellung aller Makrohärtewerte beider Werkstoffe aus dem zweiten und dritten Versuchszyklus. Erneut stellen die linken Diagramme die Ergebnisse des NPM4 und die rechten jene des P92 dar. Es zeigt sich, dass die Differenz der Härtewerte zwischen den Proben des NPM4 und denen des P92 bei der Makrohärte wesentlich geringer ausfällt als bei der Mikrohärtung. Bei der Makrohärtemessung wird in etwa ein Mittelwert aus allen im Gefüge befindlichen Phasen gebildet, wobei harte Phasen durch weiche kompensiert werden. Demnach müsste in den Proben des P92 tendenziell mehr weicher Delta-Ferrit vorhanden sein, welcher die Differenz der hohen Härte des dunklen Martensits kompensiert.

Im Zuge des vierten und fünften Versuchszyklus konnte gezeigt werden, dass durch eine Wärmenachbehandlung des NPM4 bei 1000°C innerhalb weniger Minuten ein Großteil des Delta-Ferrits aufgelöst werden kann. Nach Auflösung des Delta-Ferrits bleibt jedoch ein Netz, entsprechend der ehemaligen Delta-Ferrit-Körner, mit Ansammlungen an Ausscheidungen zurück, welche reich an Chrom, Wolfram, Vanadium und Niob sind. Im Falle des P92 hat eine solche Wärmenachbehandlung nicht zu dem erhofften Ergebnis geführt. Offensichtlich liegt in den Proben des P92 eine derart ungleichmäßige Verteilung Ferrit bildender bzw. stabilisierender Legierungselemente vor, wodurch lokale Konzentrationen groß genug sind, damit der Delta-Ferrit trotz der Wärmenachbehandlung bestehen bleiben kann.

7.4 Simulationen und Vergleich mit den Versuchsergebnissen

In diesem Kapitel wird das Verhalten der beiden Werkstoffe NPM4 und P92 mithilfe von Simulationsergebnissen, welche mit dem Softwareprogramm MatCalc ermittelt wurden, gezeigt und diese mit dem tatsächlichen Verhalten, welches die beiden Werkstoffe im Zuge der Experimente gezeigt haben, verglichen. Die Ergebnisse der Simulationen können jedoch nur in eingeschränktem Umfang mit dem realen Verhalten der Werkstoffe verglichen werden, da das Simulationsprogramm von Idealbedingungen ausgeht, was bedeutet, dass die Legierungselemente zu jedem Zeitpunkt homogen im Werkstoff verteilt vorliegen, was, wie die Experimente gezeigt haben, nicht der Fall ist. Weiters werden mithilfe der Simulationen ausschließlich Gleichgewichtszustände ermittelt, das heißt Phasengleichgewichte, welche sich nach unendlich langer Zeit einstellen, was bei den Experimenten ebenso nicht der Fall war, da beim Aufheizen und Abkühlen der Proben zumeist ein Temperaturgradient von 10 K/s verwendet wurde und die Proben nur begrenzte Zeit bei einer Temperatur (1300 bzw. 1000°C) gehalten wurden. Dennoch können Simulationen das grundsätzliche Verhalten eines Werkstoffes gut widerspiegeln und Anhaltspunkte liefern, um einige der bei den Experimenten aufgetretenen Erscheinungen begründen zu können.

Für die Simulationen wurde die Zusammensetzung der Werkstoffe entsprechend der Tabellen 2 und 4 in Kapitel 4 verwendet, wobei die Stahlbegleiter Schwefel (S) und Phosphor (P) nicht übernommen wurden.

7.4.1 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 (NPM4)

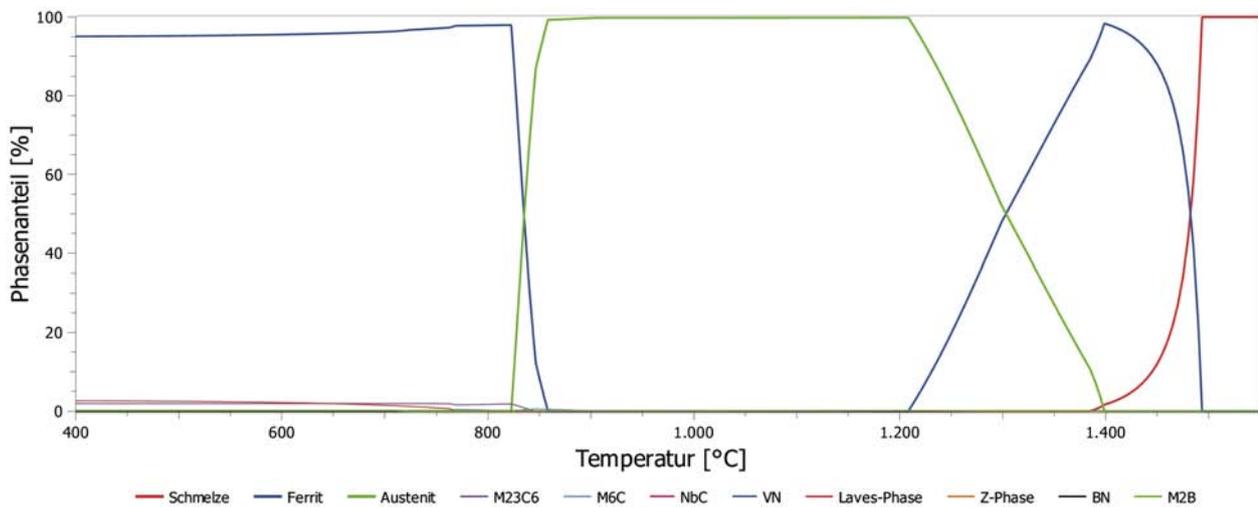


Abbildung 138 Equilibrium (Phasengleichgewichtsdiagramm) des NPM4

Abbildung 138 zeigt das Equilibrium (Phasengleichgewichtsdiagramm) des NPM4 für den Bereich zwischen 400 und 1550°C. Dem Equilibrium kann entnommen werden, welche Phasen bei einer Temperatur stabil sind und wie groß deren jeweiliger Anteil ist. Diese Ansicht zeigt die gefügebildenden Phasen und wie sich deren Anteil mit steigender Temperatur ändert. In Tabelle 10 sind die Temperaturbereiche, in welchen die gefügebildenden Phasen des NPM4 stabil sind eingetragen.

Tabelle 10 Temperaturbereiche in welchen die gefügebildenden Phasen des NPM4 stabil sind

| Phase | Temperaturbereich |
|-----------------------|-------------------|
| Ferrit (Alpha-Ferrit) | < 858°C |
| Austenit | 823 - 1399°C |
| Ferrit (Delta-Ferrit) | 1208 - 1494°C |
| Schmelze | > 1385°C |

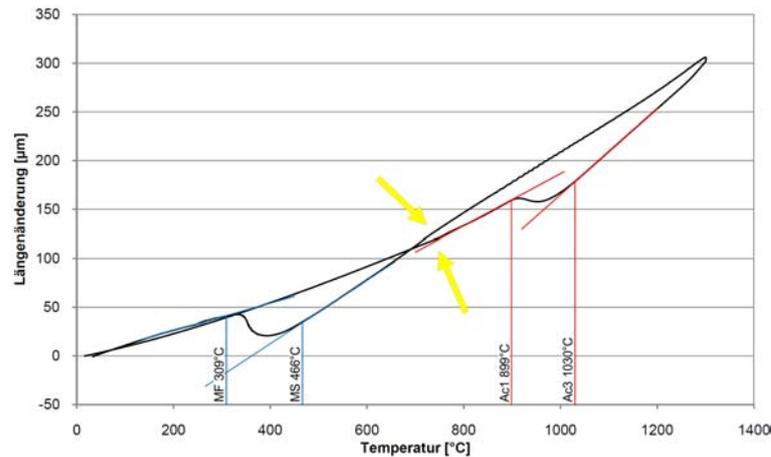


Abbildung 139 Dilatometerkurve des NPM4 mit Tangenten zur Ermittlung der Umwandlungspunkte beim Aufheizen und Abkühlen mit 10 K/s

Ferrit (Alpha-Ferrit) ist im NPM4 von Raumtemperatur beginnend bis zu einer Temperatur von 858°C (A3) stabil, wobei ab 823°C (A1) Austenit ebenfalls stabil ist. Demnach liegen zwischen 823 und 858°C Ferrit und Austenit gleichzeitig vor. Mit steigender Temperatur nimmt der stabile Anteil des Ferrits ab und jener des Austenits zu. Austenit ist bis zu einer Temperatur von 1399°C stabil, wobei bei 1208°C Ferrit, in diesem Fall Delta-Ferrit, stabil wird. Dieser liegt bis zu einer Temperatur von 1494°C vor. Ab 1385°C wird die Schmelze stabil, deren Anteil bis 1494°C zunimmt. Ab dieser Temperatur liegt reine Schmelze vor. Daraus folgt, dass zwischen 1208 und 1399°C Austenit und Delta-Ferrit gleichzeitig als stabile Phasen vorliegen und ab 1385°C die Schmelze als dritte stabile Phase hinzu kommt. Ab 1399°C bis zum Erreichen der Temperatur ab der reine Schmelze vorliegt, sind sowohl Delta-Ferrit als auch Schmelze stabil.

Die mit Hilfe der Simulationen ermittelten Temperaturen werden auch als Umwandlungspunkte bezeichnet, da bei diesen Temperaturen Phasengrenzen liegen und beim Erhitzen bzw. Abkühlen des Werkstoffes unter idealisierten Bedingungen eine Umwandlung des Gefüges, also das Stabilwerden einer anderen Phase beginnen würde. Dass in der Realität bei diesen Temperaturen noch keine Umwandlung stattfindet zeigt Abbildung 139. In dieser Dilatometerkurve, welche die Längenänderung einer Probe des NPM4 beim Aufheizen und Abkühlen mit einem Temperaturgradienten von 10 K/s darstellt, ist erkennbar, dass das martensitische Gefüge beim Aufheizen zwischen 899°C (Ac1) und 1030°C (Ac3) in ein austenitisches Gefüge umwandelt. Diese Temperaturen liegen wesentlich höher als jene, welche mithilfe der Simulation ermittelt wurden. Dies liegt an der Trägheit der Umwandlung,

weshalb mit steigendem Temperaturgradienten die Umwandlungspunkte beim Aufheizen zu höheren Temperaturen verschoben werden. Beim Abkühlen wandelt das austenitische Gefüge im Bereich zwischen 466 und 309°C in Martensit um, weshalb diese Temperaturen auch als Martensit-Start (MS) und Martensit-Finish Temperatur (MF) bezeichnet werden. Die Bildung von Delta-Ferrit ist in der Dilatometerkurve nicht erkennbar, da der Unterschied der Kristallstruktur von Austenit und Delta-Ferrit bei hohen Temperaturen zu gering ist, um signifikante Unterschiede in der Dilatometerkurve zu bewirken.

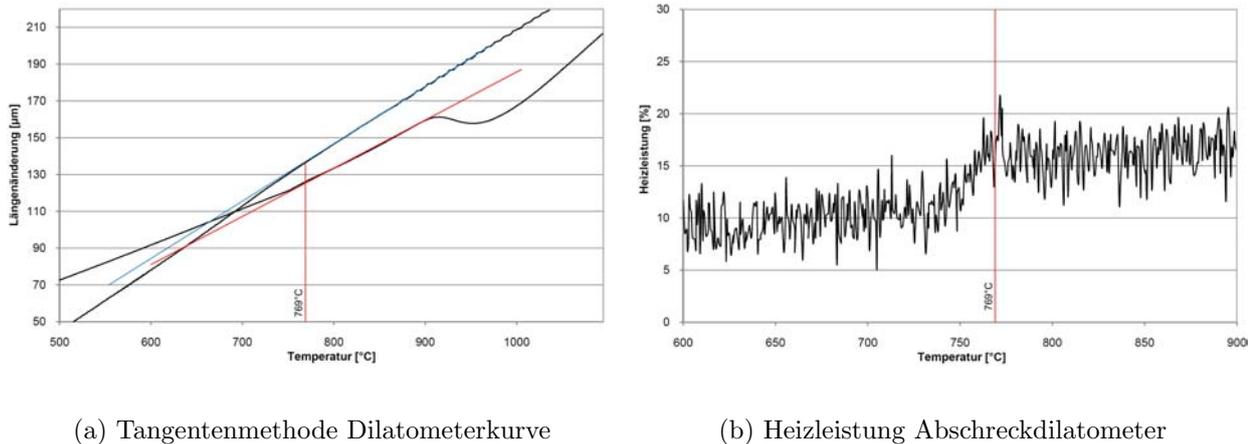


Abbildung 140 (a) Tangentenmethode am Knick der Dilatometerkurve; (b) Heizleistung des Abschreckdilatometers

In Abbildung 139 ist eine weitere Unstetigkeit im Verlauf der Kurve erkennbar. Im Bereich zwischen 700 und 800°C zeichnet sich sowohl beim Aufheizen als auch beim Abkühlen ein Knick ab (gelbe Pfeile). In Abbildung 140(a) ist dieser Bereich der Kurve vergrößert dargestellt und mit entsprechenden, an die Kurve gelegten Tangenten versehen. Es ist erkennbar, dass der Knick in der Dilatometerkurve beim Aufheizen und Abkühlen etwa bei derselben Temperatur liegt. Diese Abweichung könnte dadurch verursacht werden, dass im Bereich dieser Temperatur der Curie-Punkt durchlaufen wird, also der Werkstoff vom ferromagnetischen in den paramagnetischen Zustand wechselt. Abbildung 140(b) zeigt den Verlauf der Heizleistung des Abschreckdilatometers in diesem Bereich, wobei ein deutlicher Anstieg der Heizleistung zu erkennen ist. Für reines Eisen liegt der Curie-Punkt bei einer Temperatur von 769°C. In den beiden Diagrammen in Abbildung 140 ist diese Temperatur durch eine rote Linie markiert. Es ist erkennbar, dass die Heizleistung nach dem Ausschlag bei 769°C auf einem höheren Niveau weiterverläuft als zuvor. Da das Überschreiten des Curie-Punktes beim Aufheizen eine endotherme Reaktion darstellt, stimmt dies mit dem Ausschlag der Heizleistung nach oben überein. Durch den Verlust der magnetischen Eigenschaften sinkt die magnetische Permeabilität (magnetische Leitfähigkeit) des Werkstoffes, weshalb es, begründet durch das berührungslöse Aufheizen der Probe mit einer Hochfrequenz-Induktionsspule, zu größeren Hystereseverlusten kommt, da keine Umkehr der magnetischen Dipole mehr stattfindet und daher die Heizleistung erhöht werden muss, um die Probe weiter aufzuheizen [20]. Durch die Magnetostriktion, also die Deformation eines Körpers infolge eines angelegten magnetischen Hochfrequenzfeldes, wird ein Körper parallel zum Feld gedehnt [21]. Verliert also die Probe

ihre magnetischen Eigenschaften, muss aufgrund der geringeren magnetischen Permeabilität die Heizleistung erhöht werden, wobei durch die gesteigerte Intensität des Hochfrequenzfeldes die Probe in Längsrichtung stärker gedehnt wird. Dadurch verläuft die Dilatometerkurve oberhalb des Curie-Punktes steiler. Dies trifft auch auf jenen Teil der Dilatometerkurve zu, in welchem die Temperatur abnimmt. Weil die vorgegebene Abkühlgeschwindigkeit kleiner ist, als die Probe durch Abstrahlung abkühlen würde, muss beim Abkühlen ebenso geheizt werden. Beim Überschreiten des Curie-Punktes erhält der Werkstoff seine magnetische Permeabilität zurück, weshalb die Heizleistung reduziert wird und damit die durch die Magnetostriktion verursachte Dehnung ebenso abnimmt. Dadurch wird die Dilatometerkurve an dieser Stelle bei abnehmender Temperatur steiler.

Abbildung 141 zeigt das gleiche Equilibrium wie Abbildung 138, jedoch mit anderer Skalierung. Hierbei ist die vertikale Achse logarithmisch aufgetragen. Durch diese Art der Darstellung werden jene Gefügebestandteile hervorgehoben, welche lediglich einen kleinen Prozentsatz des Gefüges ausmachen, jedoch einen großen Teil der Legierungselemente enthalten.

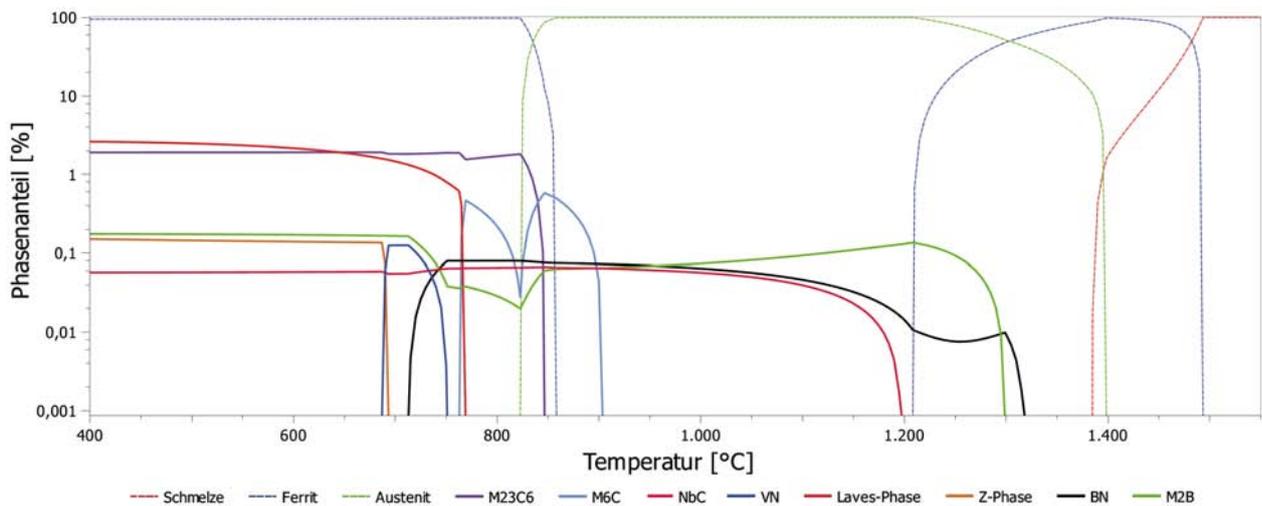


Abbildung 141 Equilibrium des NPM4 mit logarithmischer Skalierung

Tabelle 11 Ausscheidungspopulationen, die im Gleichgewichtszustand des NPM4 auftreten

| Ausscheidungsart | Temperaturbereich | Zusammensetzung |
|------------------|-------------------|--------------------------|
| $M_{23}C_6$ | < 847°C | Cr, C, Fe, (W, V, Mn, B) |
| M_6C | 763 - 904°C | W, Fe, C, Cr, (Co) |
| NbC | < 1198°C | Nb, C, (Cr, V, W, N) |
| VN | 687 - 751°C | V, N, C, Nb, (Cr) |
| Laves-Phase | < 769°C | Fe, W, Cr |
| Z-Phase | < 693°C | V, Cr, N, Fe, Nb |
| BN | 737 - 1319°C | B, N |
| M_2B | < 1299°C | Cr, B, Fe |

Es handelt sich dabei um Ausscheidungen, welche in unterschiedlicher Form und Zusammensetzung temperaturabhängig auftreten. Die in Abbildung 141 hervorgehobenen Phasen bilden Ausscheidungen in Form von Karbiden (bzw. Mischkarbiden), Nitriden, Karbonitriden und Boriden. In Tabelle 11 sind die entsprechend den Simulationsergebnissen im NPM4 auftretenden Ausscheidungen mit den wesentlichen Legierungselementen die sie enthalten und den Temperaturbereichen in denen sie auftreten, aufgelistet. Die Legierungselemente sind dabei entsprechend ihres Anteils in den Ausscheidungen absteigend geordnet. Jene Legierungselemente die in Klammern stehen treten nur in Spuren auf. Da es sich um Simulationsergebnisse handelt ist nicht gesichert, dass die in Tabelle 11 aufgelisteten Ausscheidungen im realen Werkstoff tatsächlich auftreten.

Die zuvor genannten Ausscheidungen treten im Gleichgewichtszustand des Werkstoffes auf. Da sich die Laves-Phase und die Z-Phase erst nach längerer Zeit bei hohen Betriebstemperaturen zu bilden beginnen, ist es unwahrscheinlich, dass diese aufgrund der Bedingungen, welche bei den Experimenten geherrscht haben, in den untersuchten Proben auftreten. Aus diesem Grund wurde bei einer weiteren Simulation die Bildung dieser beiden Phasen unterdrückt. Abbildung 142 und Tabelle 12 und 13 zeigen, welche Auswirkungen das Wegfallen der Laves- und Z-Phase auf das Equilibrium des NPM4 hat. Erneut gilt, dass es sich dabei um Simulationsergebnisse handelt, welche lediglich zeigen sollen, dass sich ein großer Teil, der Ausscheidungen, welche reich an Ferrit bildenden Elementen sind, bereits bei Temperaturen unter 1000°C auflösen.

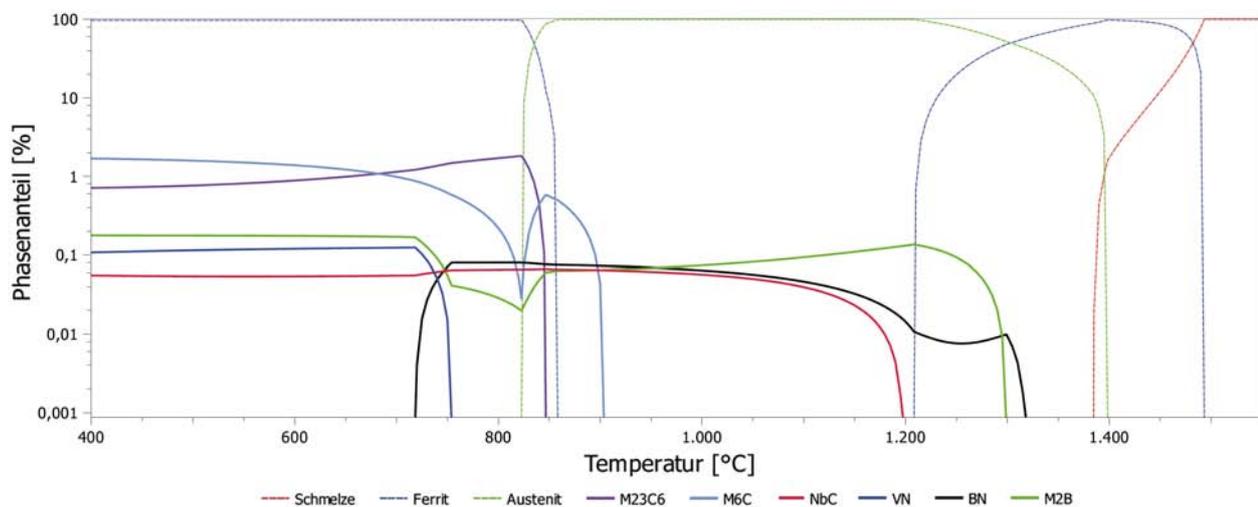


Abbildung 142 Equilibrium des NPM4 bei unterdrückter Laves- und Z-Phase

Tabelle 12 Temperaturbereiche der gefügebildenden Phasen

| Phase | Temperaturbereich |
|-----------------------|-------------------|
| Ferrit (Alpha-Ferrit) | < 858°C |
| Austenit | 823 - 1399°C |
| Ferrit (Delta-Ferrit) | 1208 - 1494°C |
| Schmelze | > 1385°C |

Tabelle 13 Ausscheidungsarten, welche im Gleichgewichtszustand des NPM4 bei unterdrückter Laves- und Z-Phase auftreten

| Ausscheidungsart | Temperaturbereich | Zusammensetzung |
|------------------|------------------------|--------------------------|
| $M_{23}C_6$ | $< 847^\circ\text{C}$ | Cr, C, Fe, (W, V, Mn, B) |
| M_6C | $< 904^\circ\text{C}$ | W, Fe, C, Cr, (Co) |
| NbC | $< 1198^\circ\text{C}$ | Nb, C, (Cr, V, W, N) |
| VN | $< 754^\circ\text{C}$ | V, N, C, Nb, (Cr) |
| BN | 741 - 1319°C | B, N |
| M_2B | $< 1299^\circ\text{C}$ | Cr, B, Fe |

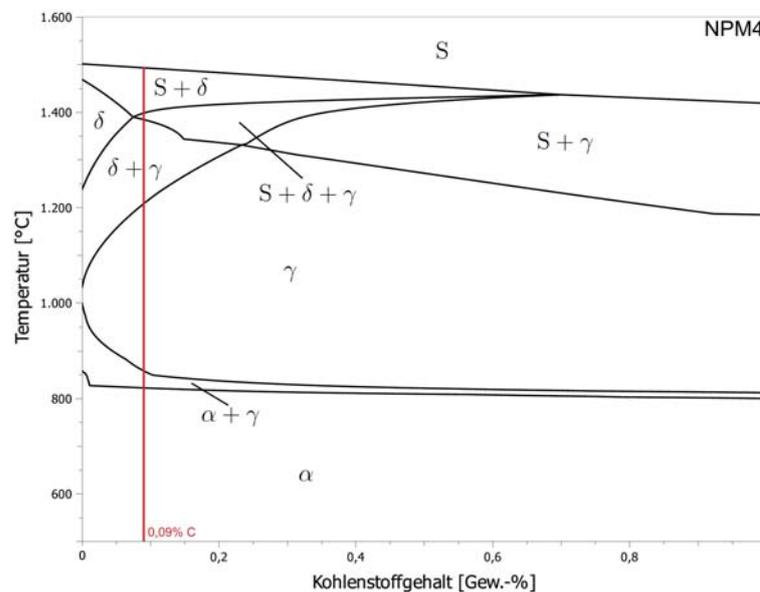


Abbildung 143 Phasendiagramm des NPM4 als Funktion des Kohlenstoffgehaltes

Aufgrund der Bildung und Auflösung von Ausscheidungen ist ein mehr oder weniger großer Teil der Legierungselemente im ferritischen (delta- bzw. alpha-) bzw. martensitischen und austenitischen Gefüge gelöst, weshalb deren Umwandlungspunkte bei anderen Temperaturen liegen, als diese in Kapitel 3.3 für reines Eisen angegeben sind. Weiters beeinflussen diese gelösten Legierungselemente die Diffusionsgeschwindigkeit entsprechend Abbildung 13 in Kapitel 3.3, weshalb für das Ablaufen diffusionsgesteuerter Prozesse wesentlich mehr Zeit erforderlich wäre, um einen Gleichgewichtszustand erreichen zu können.

Der Einfluss der Legierungszusammensetzung auf die Umwandlungspunkte kann mithilfe von Phasendiagrammen sehr anschaulich dargestellt werden. Abbildung 143 zeigt ein Phasendiagramm des Werkstoffs NPM4 als Funktion des Kohlenstoffgehaltes für den Bereich von 0 bis 1 Gew.-% C, welches mit MatCalc erstellt wurde. Die vertikale rote Linie markiert die Lage des NPM4 mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,09 Gew.-%. Sämtliche Umwandlungspunkte entlang dieser Linie entsprechen jenen im Equilibrium in Abbildung 138. Durch den Einfluss der Legierungselemente wird das Austenitgebiet zurückgedrängt, sodass es am linken

Rand beinahe vom Delta-Ferrit/Austenit-Mischgebiet umschlossen wird. In diesem Phasendiagramm ist die austenitbildende Wirkung von Kohlenstoff deutlich zu erkennen.

In Abbildung 144 sind in dieses Phasendiagramm jene Temperaturen eingetragen (grün), bei welchen die Proben bei den unterschiedlichen Versuchszyklen gehalten wurden. Dies sind einerseits 1300°C als Spitztemperatur aller Versuchszyklen und im zweiten Versuchszyklus zur Erzeugung eines möglichst großen Anteils an Delta-Ferrit, und andererseits 1000°C als Temperatur, bei der der Delta-Ferrit im vierten und fünften Versuchszyklus aufgelöst werden sollte. Es ist erkennbar, dass sich der Werkstoff bei einer Temperatur von 1300°C weit im Delta-Ferrit/Austenit-Mischgebiet befindet. Bei Betrachtung der grünen horizontalen Linie bei 1300°C ist erkennbar, dass das Gefüge bei dieser Temperatur zu einem großen Anteil aus Delta-Ferrit besteht. Bei 1000°C befindet sich der Werkstoff zentral im Austenitgebiet, weshalb der zuvor gebildete Delta-Ferrit vollständig in Austenit umgewandelt wird. Dies gilt wiederum nur für den Gleichgewichtszustand. Durch rasche Abkühlung, wie dies bei den Versuchen der Fall war, kann der Delta-Ferrit aufgrund der verringerten Diffusionsgeschwindigkeit nicht vollständig umwandeln.

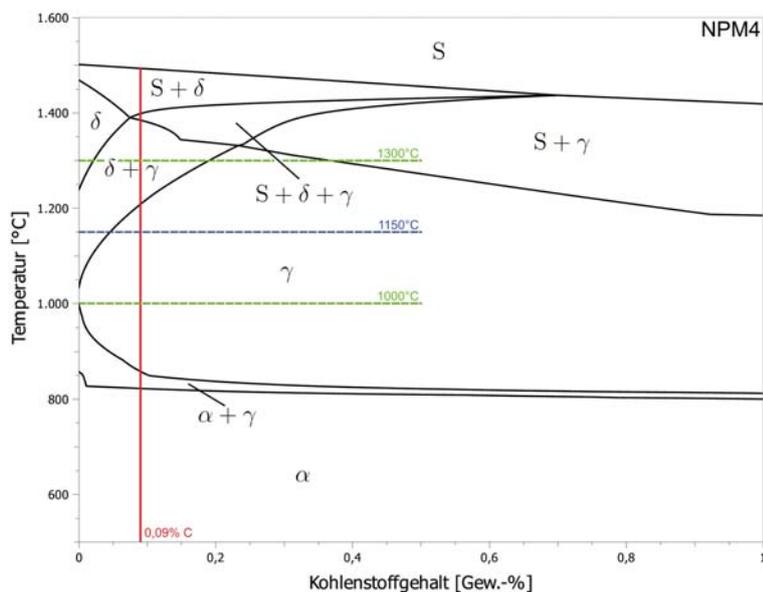
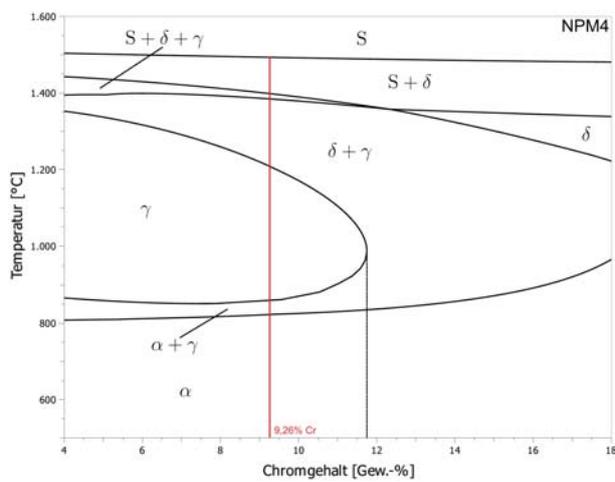


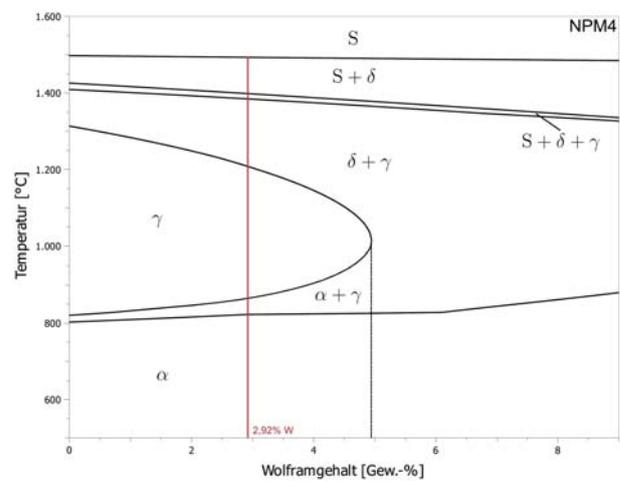
Abbildung 144 Phasendiagramm des NPM4 als Funktion des Kohlenstoffgehaltes mit den Temperaturen der Versuchszyklen

Im Zuge des zweiten Versuchszyklus (Kapitel 7.1.4), bei welchem die Proben mit steigenden Endtemperaturen abgeschreckt wurden, sind in den lichtmikroskopischen Aufnahmen von Probe 4 des NPM4 (abgeschreckt bei 1150°C, Abbildung 64(a) und (b)) erstmals kleine Delta-Ferrit-Körner deutlich zu erkennen. Die bei diesem Versuch erreichte Temperatur (1150°C) ist ebenfalls in dem Phasendiagramm (Abbildung 144, blau) eingezeichnet. Es zeigt sich, dass bei dieser Temperatur im Gleichgewichtszustand und bei gleichmäßiger Verteilung der Legierungselemente kein Delta-Ferrit entstehen würde. Entsprechend dem Equilibrium in Abbildung 138 würde dieser erst ab einer Temperatur von 1208°C auftreten. Da die Probe jedoch nicht aus dem Delta-Ferrit/Austenit-Mischgebiet kommend abgeschreckt wurde, sondern vom martensitischen Ausgangszustand aus in das Austenitgebiet erwärmt und dann abgeschreckt wurde,

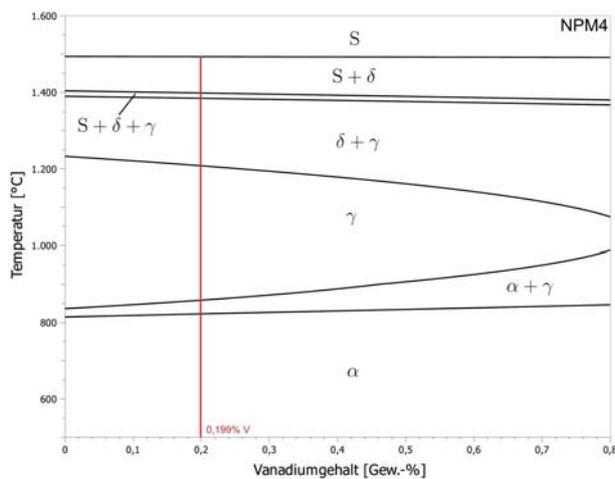
ist das Verbleiben von Resten an Delta-Ferrit aufgrund verringerter Diffusionsgeschwindigkeit ausgeschlossen. Dies legt nahe, dass die Legierungselemente im Probenmaterial nicht gleichmäßig verteilt vorliegen und dass sich der erste Delta-Ferrit an einer Stelle im Gefüge gebildet hat, an der eine erhöhte Konzentration an Ferrit bildenden Elementen vorhanden war. Bei der Aufzählung der Legierungselemente, welche in den diversen Ausscheidungen des Equilibriums enthalten sind (Tabelle 13), handelt es sich zu einem großen Teil um Ferrit bildende Elemente (Cr, W und V). Des Weiteren lösen sich entsprechend dem Equilibrium in Abbildung 142 zahlreiche Ausscheidungen, welche besonders reich an diesen Elementen sind, bereits bei Temperaturen unter 900°C auf, weshalb diese Legierungselemente im Gefüge gelöst sind und aufgrund der niedrigen Diffusionsgeschwindigkeit lokale Anreicherungen erzeugen. Der Einfluss unterschiedlicher Legierungselemente auf das Umwandlungsverhalten des Werkstoffes soll anhand von Phasendiagrammen gezeigt werden, worin jeweils eines der Elemente



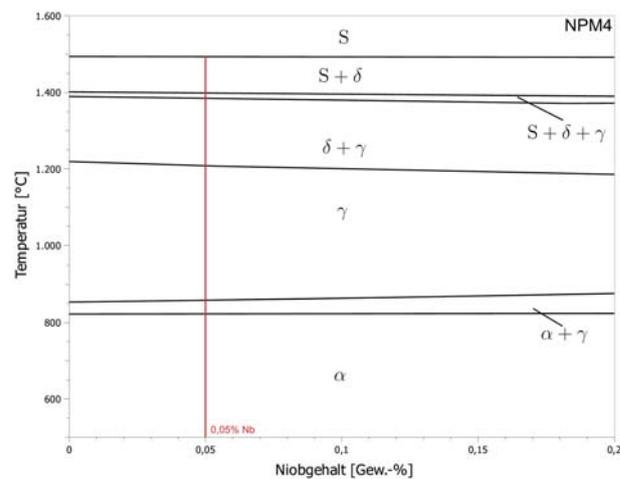
(a) Phasendiagramm NPM4, Chromgehalt



(b) Phasendiagramm NPM4, Wolframgehalt



(c) Phasendiagramm NPM4, Vanadiumgehalt



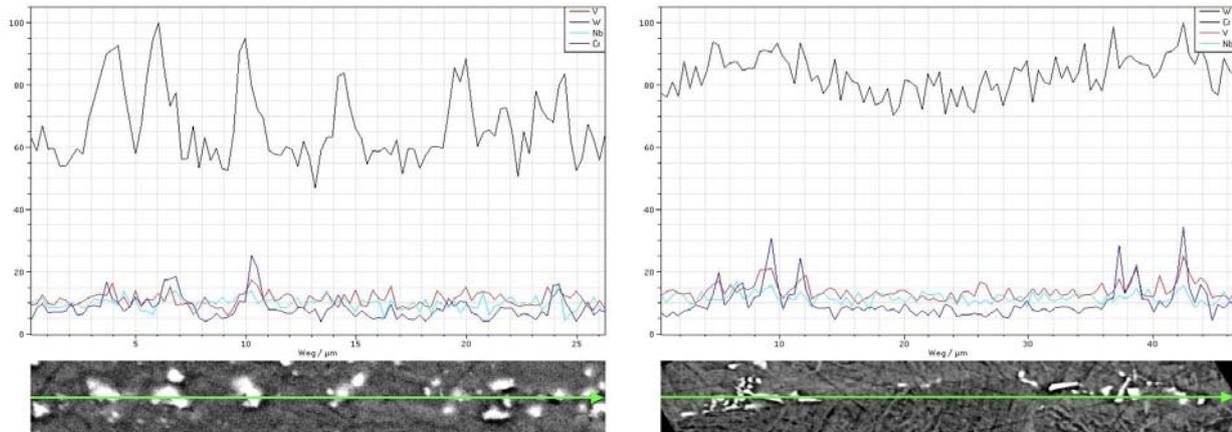
(d) Phasendiagramm NPM4, Niobgehalt

Abbildung 145 Phasendiagramm des NPM4 als Funktion des: (a) Chromgehaltes; (b) Wolframgehaltes; (c) Vanadiumgehaltes; (d) Niobgehaltes

variabel aufgetragen ist. Abbildung 145 zeigt diese Phasendiagramme für den NPM4 als Funktion des Gehaltes an Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb). Die vertikale rote Linie markiert jeweils die Zusammensetzung des NPM4.

In Abbildung 145(a) ist erkennbar, dass Chrom (Cr) eine stark ferritbildende Wirkung hat und, dass die Temperatur ab der sich Delta-Ferrit zu bilden beginnt bereits bei leichter Erhöhung des Chromgehaltes beträchtlich abnimmt. Daraus kann gefolgert werden, wie stark sich ein lokal erhöhter Chromgehalt auf die Bildung von Delta-Ferrit auswirkt. Abbildung 145(b) zeigt, dass Wolfram (W) eine ähnlich stark Ferrit bildende Wirkung auf das Gefüge hat wie Chrom. Der Vanadiumgehalt (V) im NPM4 beträgt lediglich 0,199 Gewichts-%, weshalb, wie Abbildung 145(c) zeigt, ein lokal erhöhter Gehalt eine weniger starke Wirkung hätte. Niob (Nb) gehört nicht zur Gruppe der Ferritbildner, zeigt aber dennoch in Abbildung 145(d) eine schwach Ferrit bildende Wirkung.

Die Phasendiagramme in Abbildung 145 stellen lediglich die Auswirkungen der Änderung des Gehaltes eines isoliert betrachteten Legierungselementes dar. Die zuvor genannten Ausscheidungen setzen sich jedoch aus einer Kombination mehrerer dieser Elemente zusammen, welche in ihrem Zusammenwirken für die Entstehung des Delta-Ferrits bei tieferen als den Umwandlungstemperaturen des Equilibriums verantwortlich sind. Bei der Untersuchung des Ausgangszustandes des NPM4 und beim fünften Versuchszyklus wurden die im Gefüge vorhandenen Ausscheidungen mittels EDX-Linescans analysiert. Zwei dieser Untersuchungsergebnisse des NPM4 sind in Abbildung 146 dargestellt.



(a) EDX-Linescan Ausgangszustand

(b) EDX-Linescan nach Wärmenachbehandlung

Abbildung 146 EDX-Linescans über Ausscheidungen im Gefüge des NPM4: (a) im Ausgangszustand; (b) nach der Wärmenachbehandlung bei 1000°C

Abbildung 146(a) zeigt das Ergebnis eines Linescans durch eine Ansammlung linienförmig angeordneter Ausscheidungen im Gefüge des Ausgangszustandes. Die Elemente Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) zeigen darin deutliche Ausschläge. In Abbildung 146(b) ist das Ergebnis eines Linescans durch eine Gruppe von Ausscheidungen dargestellt, welche nach der Auflösung des Delta-Ferrits in Probe 7 des fünften Versuchszyklus (8 Minuten Haltezeit bei 1000°C) zurückgeblieben ist. Auch hierin zeigen alle vier Elementen

te deutliche Ausschläge, wobei Chrom (Cr) nicht auf die Ausscheidungen konzentriert ist, sondern in der Umgebung dieser, in jenem Bereich, in dem sich zuvor noch Delta-Ferrit befunden hat, verteilt vorliegt. Der Chromgehalt nimmt mit größer werdendem Abstand zu den Ausscheidungen ab. Bei Erhöhung der Temperatur über 900°C löst sich, entsprechend dem Equilibrium in Abbildung 142, ein Großteil der Ausscheidungen, welche diese Elemente enthalten, auf. Dadurch liegen die dabei freigesetzten Elemente im Bereich der vormals vorhandenen Ausscheidungen gelöst vor. Mit Hilfe einer Simulation soll gezeigt werden, wie sich ein lokal erhöhter Gehalt der zuvor genannten vier Legierungselemente auf die Lage der Umwandlungspunkte auswirkt und inwieweit die Temperatur, ab welcher sich Delta-Ferrit zu bilden beginnt, abnimmt. Hierfür wird im Simulationprogramm bei der Zusammensetzung des Werkstoffes der Gehalt von Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) um einen angenommenen Wert erhöht. Da keine ausreichend gut verwertbaren Messwerte vorlagen, wurden die Anteile der vier genannten Legierungselemente so lange erhöht, bis die Temperatur ab der sich Delta-Ferrit zu bilden beginnt unter 1150°C lag. Diese Temperatur entspricht der Spitztemperatur jener Probe, in der beim zweiten Versuchszyklus erstmals Delta-Ferrit erkennbar ist (Probe 4). Bei dieser Simulation wurde erneut die Bildung von Laves-Phase und Z-Phase unterdrückt, da diese nicht zu erwarten sind. Durch Anpassung des Wertes hat sich ergeben, dass Delta-Ferrit bei einer Erhöhung der Anteile von Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) um den Faktor 0,09 (9%) des jeweiligen Ausgangswertes knapp unter 1150°C stabil wird.

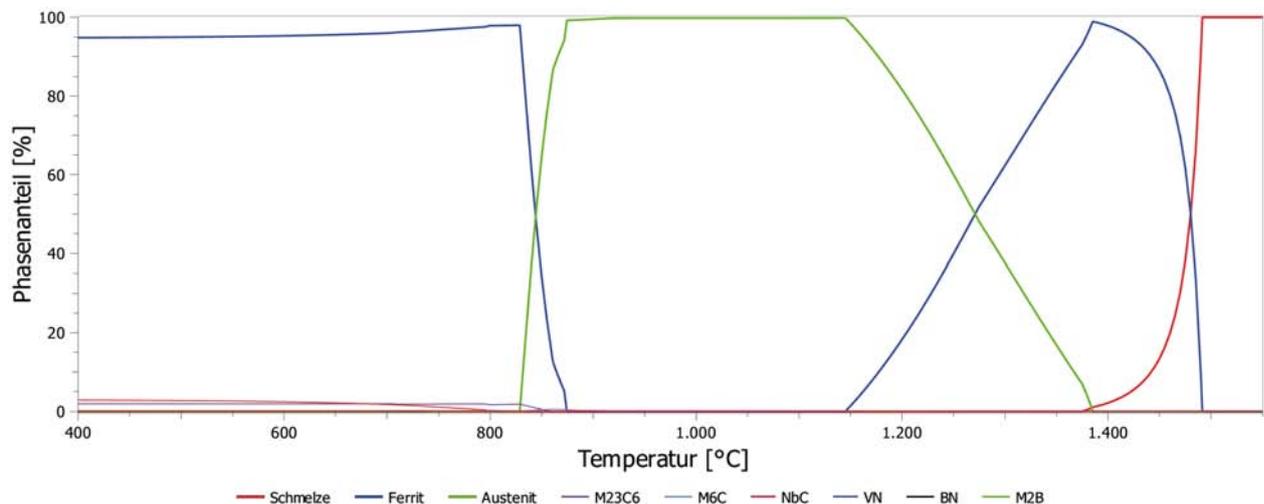


Abbildung 147 Equilibrium des NPM4 bei Erhöhung der Anteile von Cr, W, V und Nb

Abbildung 147 zeigt das sich bei dieser Legierungszusammensetzung ergebende Equilibrium. Die Temperaturbereiche, in denen die gefügebildenden Phasen stabil sind, sind in Tabelle 14 aufgelistet. Demnach ist Delta-Ferrit durch eine Erhöhung der Anteile von Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb) um 9% ihres jeweiligen Ausgangswertes bereits ab 1145°C stabil. Das bedeutet, dass sich in diesem Fall beim Erwärmen einer Probe mit einer dementsprechenden lokalen Anreicherung an Legierungselementen bereits bei Überschreiten einer Temperatur von 1145°C Delta-Ferrit bildet, wenngleich dabei nur kleinste, auf diesen Bereich begrenzte Körner entstehen würden. Das Ergebnis dieser Simulation zeigt deutlich,

Tabelle 14 Temperaturbereiche der gefügebildenden Phasen

| Phase | Temperaturbereich |
|-----------------------|-------------------------------|
| Ferrit (Alpha-Ferrit) | $< 882^{\circ}\text{C}$ |
| Austenit | $829 - 1385^{\circ}\text{C}$ |
| Ferrit (Delta-Ferrit) | $1145 - 1492^{\circ}\text{C}$ |
| Schmelze | $> 1375^{\circ}\text{C}$ |

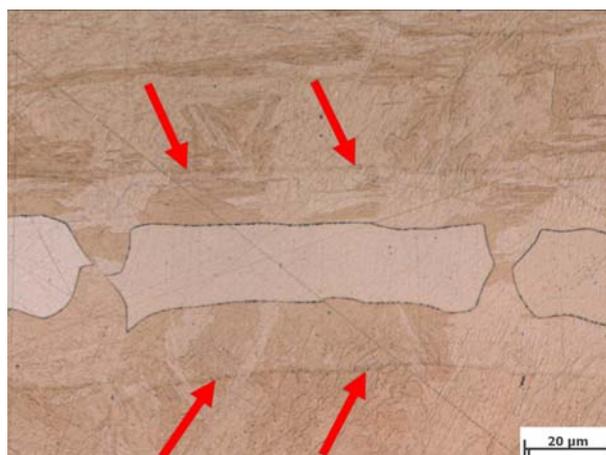
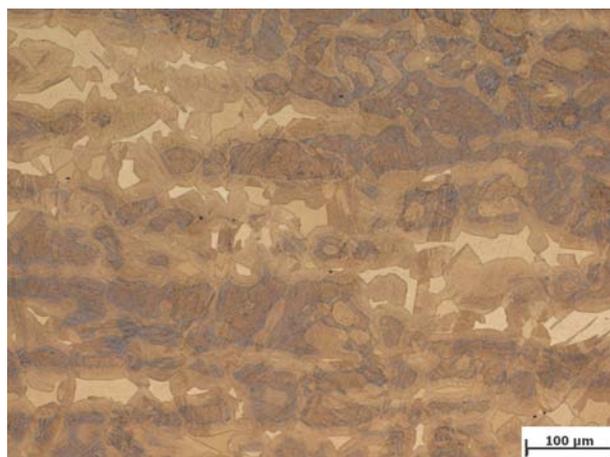
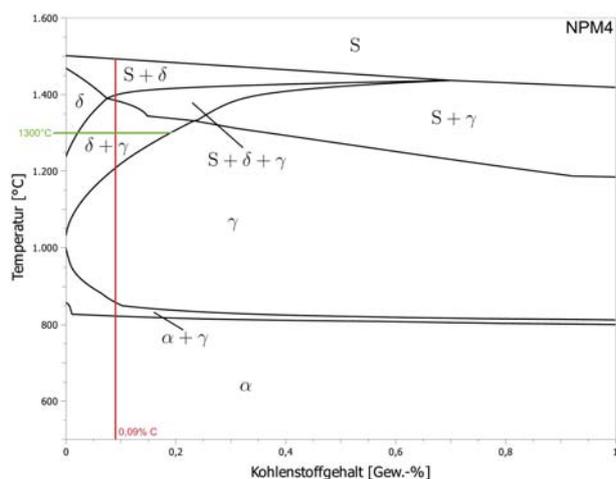


Abbildung 148 Delta-Ferrit-Korn umgeben von hellem Martensit, welcher durch eine dunkle Linie (rote Pfeile) vom dunklen Martensit des Grundgefüges abgegrenzt wird

dass lokal erhöhte Konzentrationen Ferrit bildender bzw. stabilisierender Legierungselemente für die Entstehung von Delta-Ferrit bei niedrigeren Temperaturen verantwortlich sind. Bei weiterer Erhöhung der Anteile würde die Temperatur, ab welcher sich Delta-Ferrit bildet, weiter abnehmen, weshalb dies der Grund dafür ist, dass sich im Gefüge des NPM4 in Probe 4 beim zweiten Versuchszyklus (abgeschreckt bei 1150°C) bereits Delta-Ferrit bilden konnte.

Zwei Erscheinungen, welche bei den Versuchen aufgetreten sind, konnten bisher noch nicht erklärt werden. Dabei handelt es sich einerseits um den Bereich aus hellem Martensit mit verringerter Härte, welcher große Delta-Ferrit-Körner umgibt, und andererseits um die dunkle Linie, die den hellen vom dunklen Martensit trennt (siehe Abbildung 148). Eine mögliche Theorie, wie es zu diesen Erscheinungen gekommen sein könnte, wird im Folgenden vorgestellt.

Bei Betrachtung des Phasendiagramms in Abbildung 149(a) ist ersichtlich, dass das Gefüge bei 1300°C zu einem relativ großen Anteil aus Delta-Ferrit bestehen müsste. Da es sich um ein Mehrstoffsystem handelt, kann das Hebelgesetz nicht angewendet werden, da sich dieses auf Zweistoffsysteme beschränkt. Die lichtmikroskopische Aufnahme in Abbildung 149(b) zeigt das Gefüge einer Probe des NPM4, welche mehrere Minuten bei 1300°C gehalten und anschließend abgeschreckt wurde. Darin ist erkennbar, dass ein weitaus kleinerer Anteil des Gefüges aus Delta-Ferrit besteht, als dies entsprechend dem Phasendiagramm anzunehmen wäre. Die großen Delta-Ferrit-Körner in dieser Aufnahme sind von einem breiten Bereich aus hellem Martensit umgeben, der, wie bei den Versuchen gezeigt, eine geringere Härte als der übrige dunkle Martensit aufweist. Die geringere Härte kann auf einen niedrigeren Kohlenstoffgehalt



(a) Phasendiagramm NPM4, Kohlenstoffgehalt

(b) Gefüge nach Glühen bei 1300°C

Abbildung 149 (a) Phasendiagramm des NPM4 mit Glüh­temperatur bei 1300°C; (b) licht­mikroskopische Aufnahme einer Probe, die nach Glühen bei 1300°C abgeschreckt wurde

in diesem Bereich zurückgeführt werden. Wird nun angenommen, dass der Bereich des hellen Martensits bei einer Temperatur von 1300°C vor dem Abschrecken noch aus Delta-Ferrit bestanden hat, so bestünde das Gefüge zu einem wesentlich größeren Anteil aus Delta-Ferrit, was der Lage der Linien im Phasendiagramm eher entspräche. Für diese Theorie sprechen mehrere Dinge. Zum einen würde dies die dunkle Linie, die den dunklen vom hellen Martensit trennt, erklären. Delta-Ferrit hat ein geringes Lösungsvermögen für Kohlenstoff, weshalb der über das Lösungsvermögen hinausgehende Kohlenstoff beim Wachstum eines Delta-Ferrit-Korns aus diesem hinausgedrängt und vor der sich ausbreitenden Korngrenze hergeschoben wird, bis das Delta-Ferrit-Korn eine Ausdehnung entsprechend der dunklen Linien in Abbildung 148 bzw. des hellen Bereichs in Abbildung 149(b) erreicht. Da die Ferrit bildenden Legierungselemente, im Speziellen Chrom (Cr), eine geringe Diffusionsgeschwindigkeit haben, fällt der Gehalt dieser vom Ursprung, wo sich das Delta-Ferrit-Korn zu bilden begonnen hat, ausgehend nach außen hin ab. Dies ist im Ergebnis des EDX-Linescans in Abbildung 146(b) erkennbar. Nach Auflösung des Delta-Ferrits bei 1000°C liegt dabei Chrom nicht auf die Ausscheidungen konzentriert, sondern mit nach außen hin abnehmendem Gehalt vor. Aus diesem Grund ist der Delta-Ferrit in größerem Abstand zu dessen Ursprung weniger stabil wie jener im Zentrum des Korns. Beim Abschrecken wandelt der weniger stabile Teil des Delta-Ferrit-Korns zu Austenit und weiter zu Martensit um, weshalb sich eine neue Korngrenze bildet, welche den durch Legierungselemente stabileren Teil des Delta-Ferrits vom weniger stabilen trennt. Diese Korngrenze entspricht jener, die der Delta-Ferrit in den Abbildungen 148 und 149(b) aufweist. Der Kohlenstoffgehalt, der das Lösungsvermögen des Delta-Ferrits überschreitet, wird nach außen zur alten Korngrenze des Delta-Ferrits gedrängt. Die alte Korngrenze hatte der Delta-Ferrit noch bei 1300°C vor dem Abschrecken, weshalb in dem Teil des Delta-Ferrits, der beim Abschrecken umgewandelt wurde, weniger Kohlenstoff vorliegt. Aus diesem Grund weist der helle Martensit eine geringere Härte auf. Der Kohlenstoff, der im Bereich der alten Korngrenze verblieben ist, bildet die dunkle Linie, die den

hellen vom dunklen bzw. den kohlenstoffärmeren vom kohlenstoffreicheren Martensit trennt. Bei den Versuchen ist zu beobachten, dass die dunkle Linie mit länger werdenden Haltezeiten bei 1300°C mehr und mehr verschwindet. Dies kann daran liegen, dass die hohe Kohlenstoffkonzentration durch Abdiffundieren desselben abgebaut wird. Das kann auch der Grund dafür sein, dass die Härte des dunklen Martensits bei langen Haltezeiten weiter ansteigt.

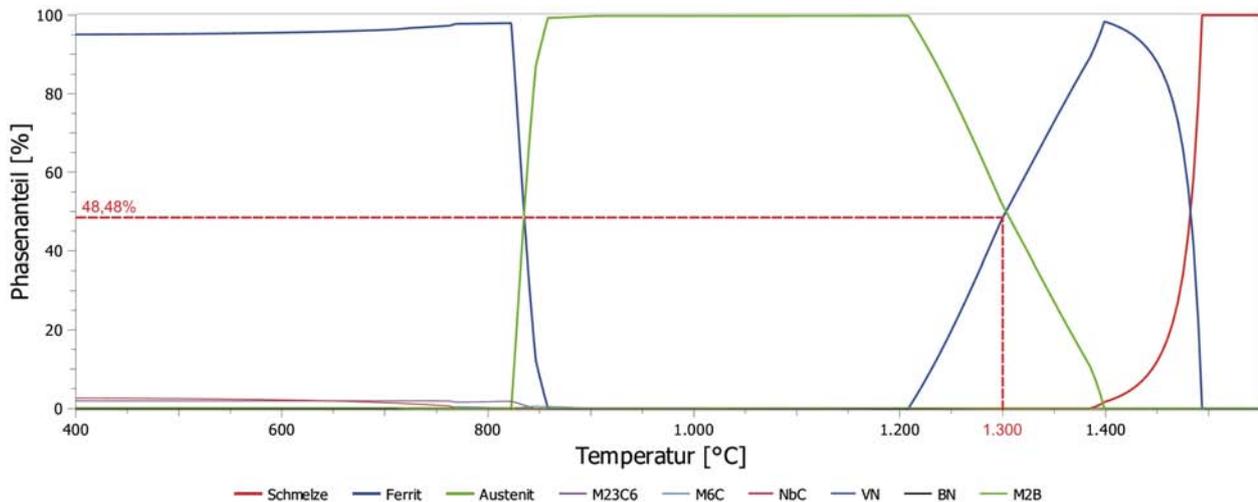


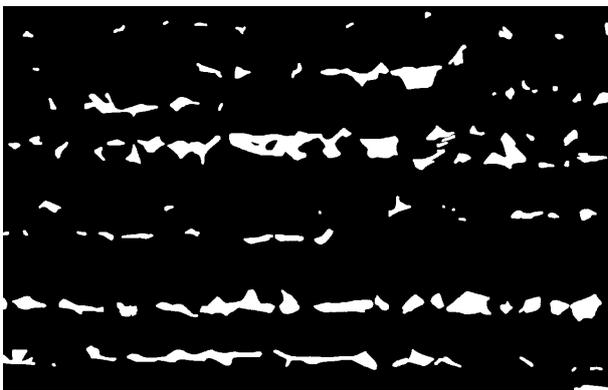
Abbildung 150 Equilibrium des NPM4 mit Delta-Ferrit-Anteil bei 1300°C

Das Equilibrium in Abbildung 150 zeigt den Anteil an Delta-Ferrit bei einer Temperatur von 1300°C. Demnach besteht das Gefüge im Gleichgewichtszustand bei 1300°C zu 48,48% aus Delta-Ferrit. Im dritten Versuchszyklus wurde gezeigt, dass der Anteil an Delta-Ferrit in den Proben bereits nach zwei Minuten keine weitere erkennbare Zunahme zeigt. Demnach kann angenommen werden, dass sich der Werkstoff nach mehrminütigem Glühen annähernd im Gleichgewichtszustand befindet. Abbildung 151(a) zeigt das Gefüge einer Probe des NPM4, welche 2 Minuten bei einer Temperatur von 1300°C geätzt wurde, wobei der Anteil an Delta-Ferrit wesentlich geringer als 48,48% erscheint. Sämtliche Bilder in Abbildung 151 haben eine Auflösung von 1292 mal 816 Bildpunkten und bestehen demnach aus 1.054.272 Bildpunkten. Abbildung 151(b) zeigt eine monochrome Darstellung des Gefüges, wobei sämtliche Delta-Ferrit-Körner entfernt wurden. Eine Auswertung dieser Bitmap hat ergeben, dass diese 82.099 weiße Bildpunkte enthält. Dies entspricht einem Delta-Ferrit-Anteil von 7,79%, also um 40,69% weniger, als sich aus dem Equilibrium ergibt. Bei der Erstellung der Bitmap in Abbildung 151(c) wurde neben dem Delta-Ferrit auch der helle Martensit bis zur Grenze die diesen vom dunklen Martensit trennt entfernt. Eine Auswertung dieser Bitmap hat ergeben, dass diese 501.570 weiße Bildpunkte enthält. Dies entspricht einem Anteil von 47,58%, also um lediglich 0,9% weniger, als sich aus dem Equilibrium ergibt.

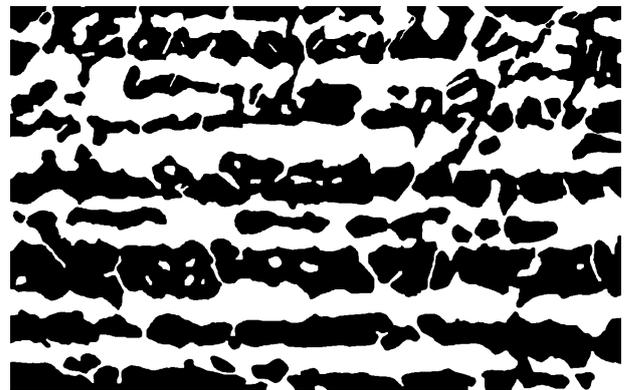
Diese Untersuchung bekräftigt die Theorie, wonach der helle Martensit bei 1300°C vor dem Abschrecken aus Delta-Ferrit bestanden hat, womit die beiden Erscheinungen zu erklären wären. Zum einen der helle Martensit, welcher aufgrund des begrenzten Lösungsvermögens des Delta-Ferrits für Kohlenstoff eine geringere Härte aufweist und zum anderen die dunkle Linie, welche durch den hinausgedrängten, über das Lösungsvermögen des Delta-Ferrits hinausgehenden Kohlenstoff an der alten Korngrenze des Delta-Ferrits bei 1300°C entsteht.



(a) Gefüge nach Glühen bei 1300°C



(b) Bitmap Delta-Ferrit



(c) Bitmap Delta-Ferrit und heller Martensit

Abbildung 151 Gefüge einer Probe, die nach Glühen bei 1300°C abgeschreckt wurde: (a) lichtmikroskopische Aufnahme; (b) Bitmap ohne Delta-Ferrit; (c) Bitmap ohne Delta-Ferrit und hellen Martensit

Eine weitere Theorie wäre, dass der Kohlenstoff des umgebenden Gefüges bei längerem Halten bei 1300°C zur Korngrenze zwischen Delta-Ferrit und Austenit diffundiert, weshalb dieser Bereich an Kohlenstoff verarmt und die Härte des Martensits geringer ist. Gegen diese Theorie sprechen mehrere Dinge. Es gibt keinen ersichtlichen Grund, weshalb Kohlenstoff bei einer Temperatur von 1300°C zur Korngrenze diffundieren sollte, zumal sich, entsprechend dem Equilibrium in Abbildung 142, bei dieser Temperatur keinerlei Ausscheidungen bilden und Austenit ein höheres Lösungsvermögen für Kohlenstoff hat als Delta-Ferrit. Im Falle dieser Theorie müsste die Kohlenstoffkonzentration, ausgehend von der Korngrenze zwischen Delta-Ferrit und Austenit, nach außen hin kontinuierlich bis zum Niveau des Grundgefüges zunehmen und nicht bis zu einer markanten Linie das gleiche Niveau aufweisen und bei dieser Linie sprunghaft ansteigen. Diesbezüglich liegen, aufgrund der Einschränkungen bei den zur Verfügung stehenden Untersuchungsgeräten, keine Messwerte über die Verteilung des Kohlenstoffgehaltes vor, jedoch weist die markant unterschiedliche Färbung des geätzten Gefüges auf eine sprunghafte Änderung der chemischen Zusammensetzung hin. Weiters ergibt sich bei dieser Theorie kein Grund, weshalb es zur Bildung der Linie zwischen hellem und dunklem

Martensit kommen sollte, da der Verlauf des Kohlenstoffgehaltes fließend bis auf Umgebungsniveau zunimmt. Ein weiteres Indiz ist, dass für die Diffusion des Kohlenstoffes Zeit benötigt wird, was entsprechend dieser Theorie zur Folge hätte, dass mit länger werdenden Haltezeiten der Kohlenstoffgehalt immer weiter abnehmen müsste. Die Messung der Mikrohärtigkeit des hellen Martensits bei den Versuchen, sofern eine Messung möglich war, hat bei allen Versuchen zu ähnlichen Härtewerten geführt. Demnach müsste bei allen Proben der Kohlenstoffgehalt in diesem Bereich trotz unterschiedlicher Haltezeiten ähnlich sein.

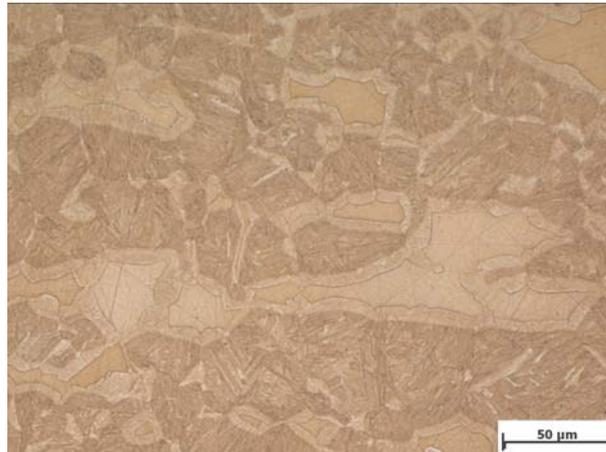


Abbildung 152 Delta-Ferrit mit hellem Martensit in einer Probe des P92, welche nach Glühen bei 1300°C abgeschreckt wurde

Diese Erscheinungen treten sowohl beim NPM4 als auch beim P92 auf, wobei in den Aufnahmen des P92 (Abbildung 152) die erste Theorie ebenso deutlich als plausibler erscheint. Es kann somit festgehalten werden, dass die erste Theorie als wahrscheinlicher erscheint, jedoch keine eindeutige Aussage getroffen werden kann. Im Zuge weiterführender Arbeiten könnte dieses Phänomen genauer untersucht werden.

7.4.2 X10CrWMoVNB9-2 (P92)

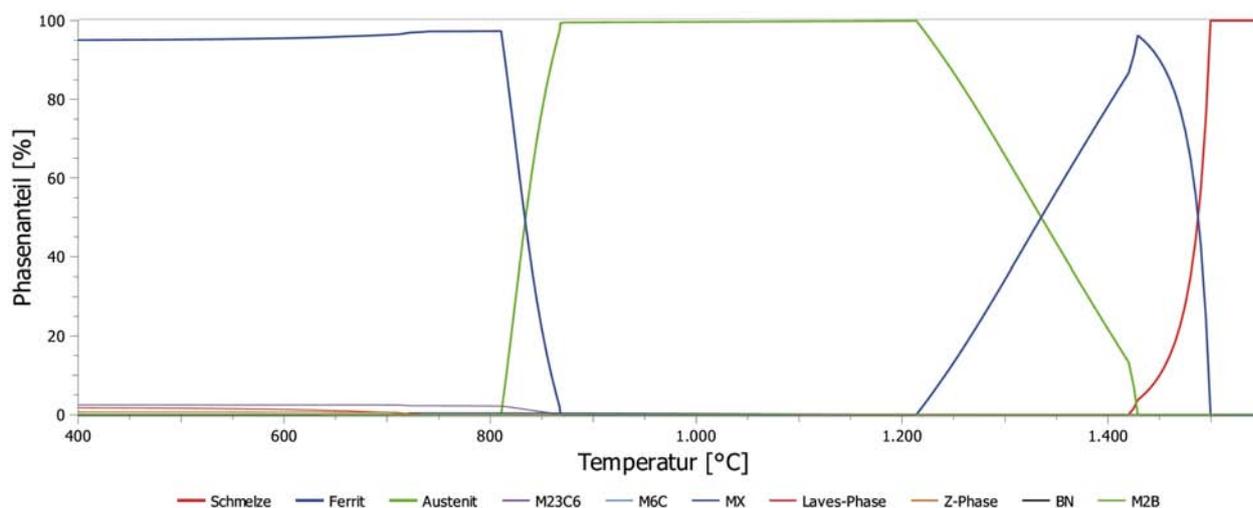


Abbildung 153 Equilibrium des P92

Tabelle 15 Temperaturbereiche in welchen die gefügebildenden Phasen des P92 stabil sind

| Phase | Temperaturbereich |
|-----------------------|-------------------|
| Ferrit (Alpha-Ferrit) | < 868°C |
| Austenit | 811 - 1429°C |
| Ferrit (Delta-Ferrit) | 1214 - 1499°C |
| Schmelze | > 1420°C |

Das Equilibrium des P92 ist in Abbildung 153 dargestellt und in Tabelle 15 sind die Temperaturbereiche, in welchen die gefügebildenden Phasen des P92 stabil sind eingetragen. Die sich aus den Temperaturen ergeben Umwandlungspunkte gelten nur für den Gleichgewichtszustand des Werkstoffes.

Um die Umwandlungspunkte, welche sich in einem realen Versuch ergeben, bestimmen zu können, zeigt Abbildung 154 die Dilatometerkurve des P92, welche beim Aufheizen und Abkühlen mit jeweils 10 K/s entstanden ist. Die mithilfe der Tangentenmethode ermittelten Umwandlungspunkte zeigen, dass das martensitische Gefüge zwischen 901 (Ac1) und 1014°C (Ac3) in ein austenitisches Gefüge umwandelt. Bei der Abkühlung erfolgt die Rückumwandlung zu Martensit zwischen 420°C (MS) und 256°C (MF). Die Bildung von Delta-Ferrit ist in der Dilatometerkurve nicht erkennbar, da Austenit und Delta-Ferrit bei hohen Temperaturen eine zu ähnliche Kristallstruktur aufweisen. Wie schon bei der Dilatometerkurve des NPM4 ist auch bei jener des P92 ein Knick in deren Verlauf in einem Temperaturbereich zwischen 700 und 800°C erkennbar (gelbe Pfeile), wobei dieser erneut sowohl beim Aufheizen als auch beim Abkühlen etwa auf gleicher Höhe auftritt. Abbildung 155(a) zeigt diesen Bereich der Kurve mit entsprechend angelegten Tangenten in vergrößerter Darstellung, wobei auffällt, dass der Knick geringfügig links neben der eingezeichneten Temperatur in Höhe von 769°C (rote Linie) liegt, welche den Curie-Punkt reinen Eisens anzeigen soll. Der Verlauf der

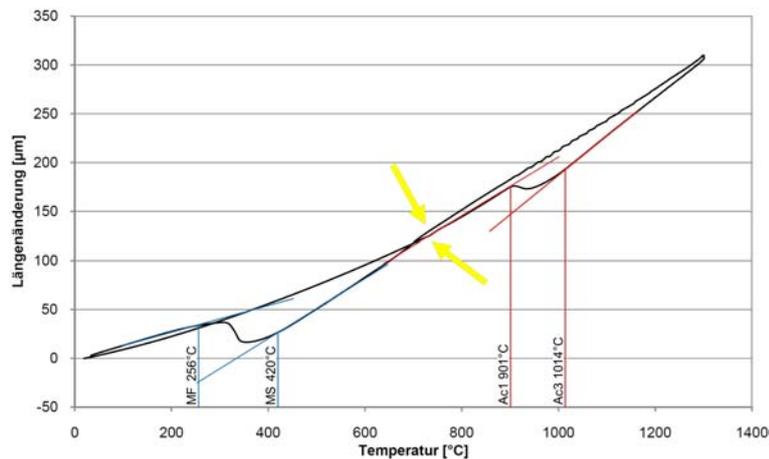
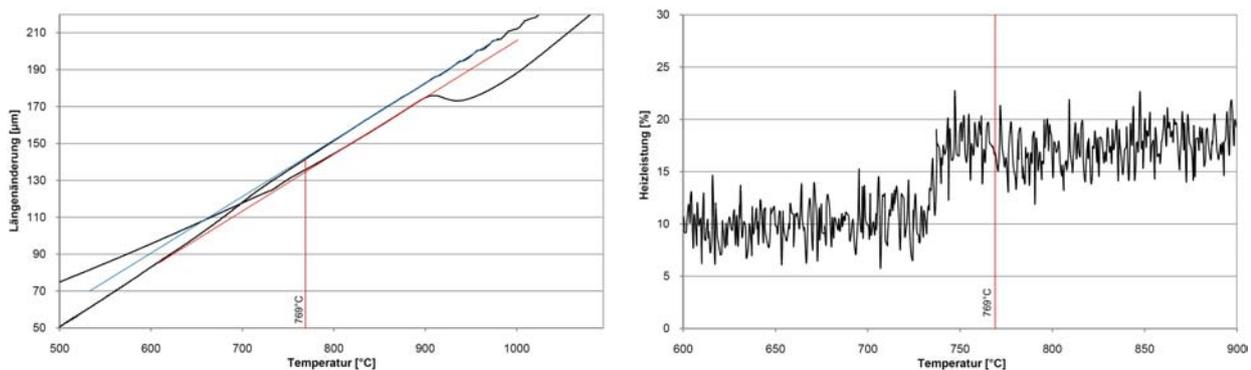


Abbildung 154 Dilatometerkurve mit Tangenten zur Ermittlung der Umwandlungspunkte beim Aufheizen und Abkühlen mit 10 K/s, P92



(a) Tangentenmethode Dilatometerkurve

(b) Heizleistung Abschreckdilatometer

Abbildung 155 (a) Tangentenmethode am Knick der Dilatometerkurve; (b) Heizleistung des Abschreckdilatometers, P92

Heizleistung in Abbildung 155(b) zeigt ein ähnliches Verhalten wie schon beim NPM4, jedoch ebenfalls geringfügig zu niedrigeren Temperaturen hin verschoben. Wie schon bei der Dilatometerkurve des NPM4 handelt es sich auch hierbei um eine Erscheinung, welche mit dem Durchlaufen des Curie-Punktes und dem damit verbundenen Verlust bzw. Erhalt magnetischer Eigenschaften zusammenhängt. Wie es dazu kommt, ist im vorigen Kapitel ausführlich erläutert.

In Abbildung 156 ist das Equilibrium des P92 mit logarithmischer Skalierung dargestellt. Im Vergleich zum Equilibrium des NPM4 ist erkennbar, dass sich ähnliche Ausscheidungen bilden, diese jedoch bei anderen Temperaturen auftreten. Die sich aus der Simulation ergebenden Ausscheidungsarten des P92, die Temperaturbereiche in denen diese stabil sind und die Legierungselemente aus denen sie sich zusammensetzen sind in Tabelle 16 aufgelistet. Die Legierungselemente sind darin entsprechend ihres Anteils in den jeweiligen Ausscheidungen in absteigender Reihenfolge geordnet. Jene in Klammern treten nur in Spuren auf.

Diese Ausscheidungen treten im Gleichgewichtszustand des Werkstoffes auf. Die Laves-Phase und die Z-Phase beginnen sich erst nach längerer Zeit bei hohen Temperaturen zu

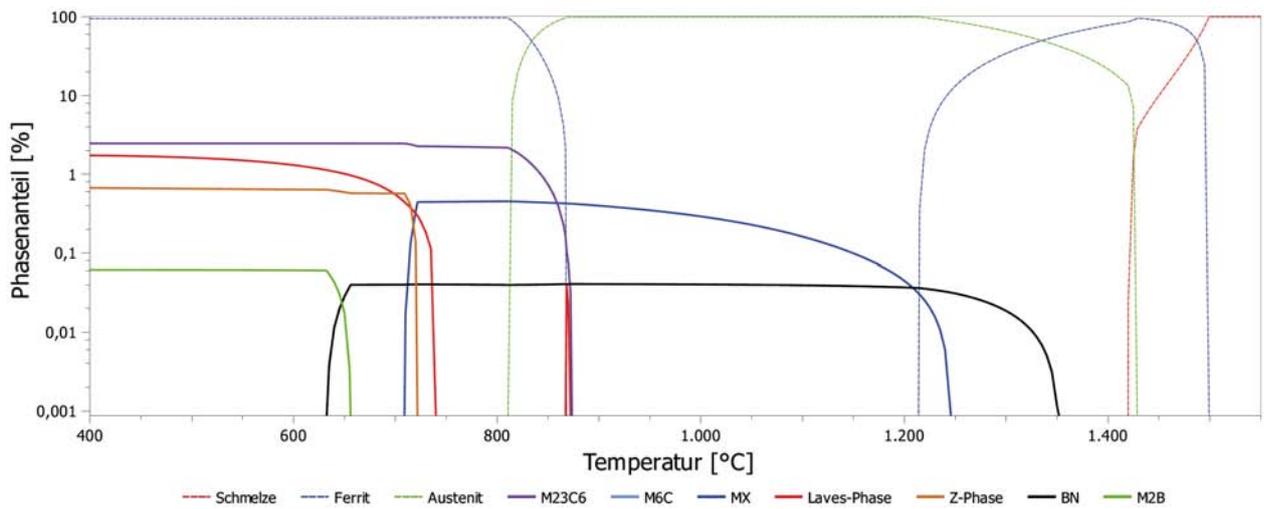


Abbildung 156 Equilibrium des P92 mit logarithmischer Skalierung

Tabelle 16 Ausscheidungsarten, welche im Gleichgewichtszustand des P92 auftreten

| Ausscheidungsart | Temperaturbereich | Zusammensetzung |
|------------------|-----------------------|-------------------|
| $M_{23}C_6$ | $< 874^{\circ}C$ | Cr, C, Fe, (W, V) |
| MX | $709 - 1246^{\circ}C$ | V, N, C, Nb, Cr |
| Laves-Phase | $< 743^{\circ}C$ | Fe, W, Cr, Mo |
| Z-Phase | $< 722^{\circ}C$ | Cr, N, V, Nb, Fe |
| BN | $634 - 1353^{\circ}C$ | B, N |
| M_2B | $< 658^{\circ}C$ | Cr, B, Fe |

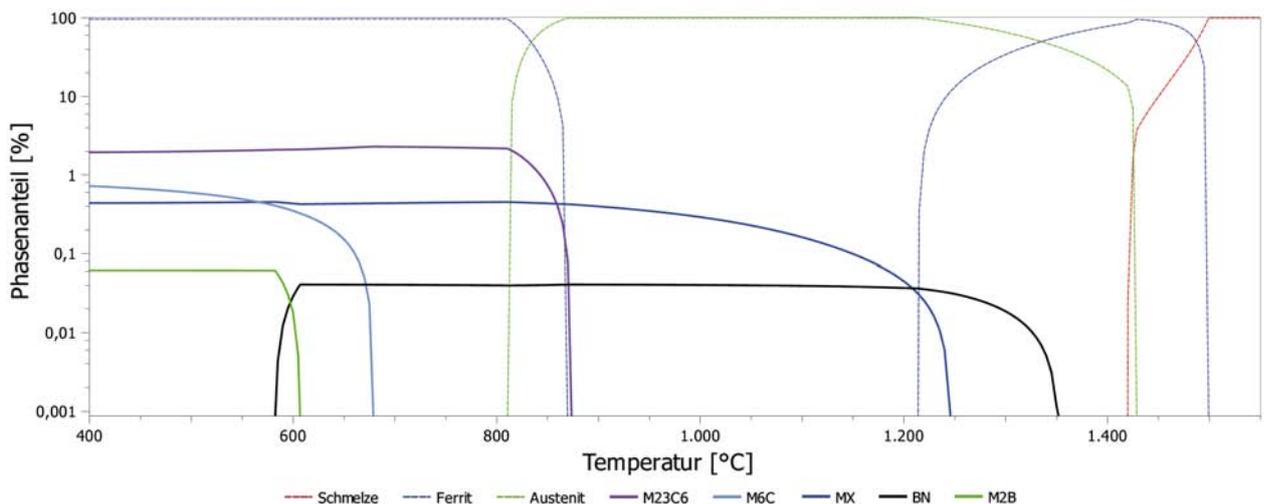


Abbildung 157 Equilibrium des P92 bei unterdrückter Laves- und Z-Phase

bilden, weshalb diese aufgrund der Bedingungen, welche bei den Experimenten geherrscht haben, nicht zu erwarten sind. Aus diesem Grund wurde bei einer weiteren Simulation die Bildung dieser beiden Phasen unterdrückt. Abbildung 157 und Tabelle 17 und 18 zeigen, welche Auswirkungen eine Unterdrückung der Laves- und Z-Phase auf das Equilibrium des P92 hat.

Tabelle 17 Temperaturbereiche der gefügebildenden Phasen

| Phase | Temperaturbereich |
|-----------------------|-------------------|
| Ferrit (Alpha-Ferrit) | < 870°C |
| Austenit | 811 - 1429°C |
| Ferrit (Delta-Ferrit) | 1214 - 1499°C |
| Schmelze | > 1420°C |

Tabelle 18 Ausscheidungsarten, welche im Gleichgewichtszustand des P92 bei unterdrückter Laves- und Z-Phase auftreten

| Ausscheidungsart | Temperaturbereich | Zusammensetzung |
|------------------|-------------------|-----------------------|
| $M_{23}C_6$ | < 874°C | Cr, C, Fe, Mo, (W, V) |
| M_6C | < 679°C | W, Fe, C, Cr, Mo |
| MX | < 1246°C | V, N, C, Nb, Cr |
| BN | 582 - 1353°C | B, N |
| M_2B | < 607°C | Cr, B, Fe |

Die Wirkung einzelner Legierungselemente auf die Umwandlungspunkte des P92 kann mithilfe von Phasendiagrammen, welche die Verläufe der Phasengrenzen als Funktion des Gehaltes eines Elementes zeigen, anschaulich dargestellt werden. Abbildung 158 zeigt das Phasendiagramm des P92 als Funktion des Kohlenstoffgehaltes für den Bereich von 0 bis 1 Gew.-% C. Die vertikale rote Linie markiert die Lage des P92 mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,11 Gew.-% C. Es ist erkennbar, dass das Austenitgebiet durch die Zusammensetzung dieser Legierung so weit zurückgedrängt wird, dass es im Bereich niedrigerer Kohlenstoffgehalte bereits vollständig vom Delta-Ferrit/Austenit-Mischgebiet umschlossen wird. Weiters sind in dem Phasendiagramm die Temperaturen der Versuchszyklen eingezeichnet. Diese Temperaturen sind einerseits 1300°C als Spitzentemperatur aller Versuchszyklen und als Glühtemperatur im zweiten Versuchszyklus zur Erzeugung eines möglichst großen Anteils an Delta-Ferrit im Gefüge und andererseits 1000°C, bei welcher im Zuge von Wärmenachbehandlungen im vierten und fünften Versuchszyklus der zuvor entstandene Delta-Ferrit aufgelöst werden sollte. Bei diesen Temperaturen befindet sich der Werkstoff einmal deutlich im Delta-Ferrit/Austenit-Mischgebiet und einmal in der unteren Hälfte des Austenitgebietes.

Im Zuge des zweiten Versuchszyklus, bei welchem die Proben nach dem Erwärmen bei fortlaufend steigenden Temperaturen abgeschreckt wurden, ist in Probe 2 (abgeschreckt bei 950°C; Abbildung 101(c) und (d)) erstmals eine Veränderung im Gefüge aufgetreten, wobei nicht eindeutig feststeht, ob es sich dabei tatsächlich bereits um Delta-Ferrit handelt. In Probe 3 (abgeschreckt bei 1050°C; Abbildung 103) ist eindeutig erkennbar, dass sich an den Korngrenzen zwischen altem Delta-Ferrit und martensitischem Grundgefüge neuer Delta-Ferrit gebildet hat. Diese Temperatur (1050°C) ist ebenfalls im Phasendiagramm in Abbildung 158 markiert (blau). Dabei ist erkennbar, dass diese Temperatur deutlich unter jener liegt, bei

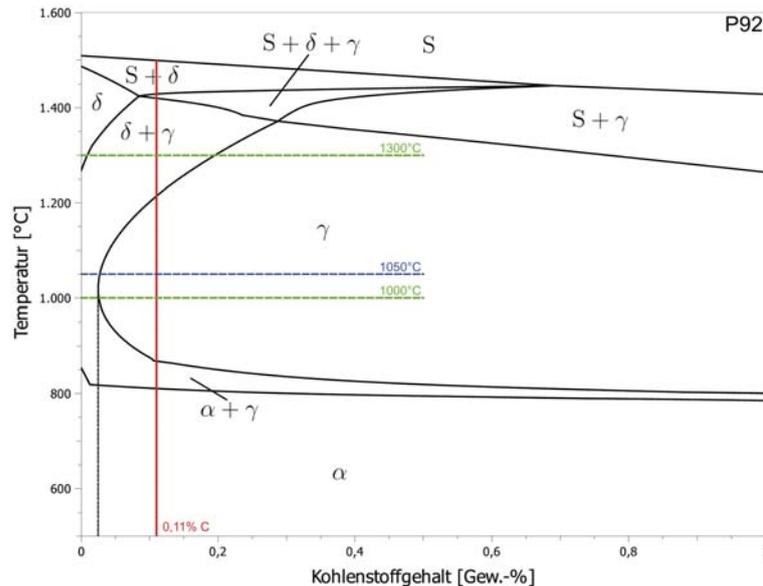
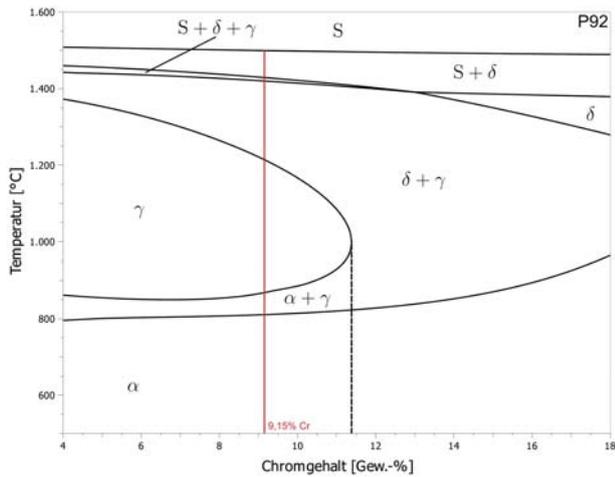


Abbildung 158 Phasendiagramm des P92 als Funktion des Kohlenstoffgehaltes mit den Temperaturen der Versuchszyklen

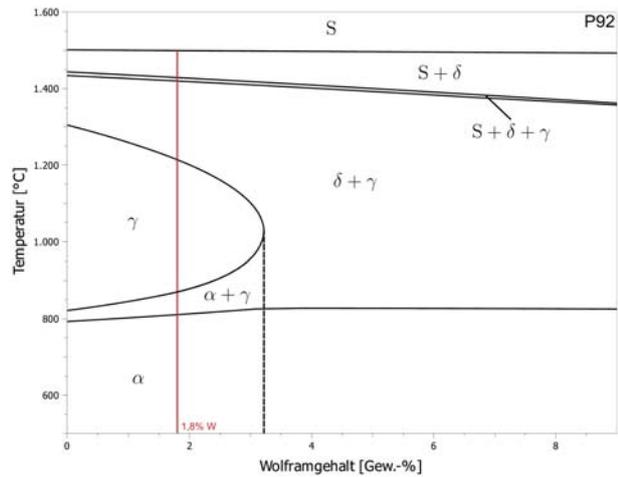
welcher sich entsprechend dem Equilibrium in Abbildung 153 im Gleichgewichtszustand erstmals Delta-Ferrit bildet. Daran zeigt sich, dass die Legierungselemente nicht gleichmäßig über den Probenquerschnitt verteilt vorliegen und dass sich aufgrund der Auflösung von Ausscheidungen lokal erhöhte Konzentrationen Ferrit bildender Legierungselemente gebildet haben. Einen besonders großen Beitrag zur Bildung und Stabilisierung von Delta-Ferrit leisten dabei, wie bei den Versuchszyklen und im Ausgangszustand des P92 gezeigt, die Elemente Chrom (Cr), Wolfram (W), Molybdän (Mo) und Vanadium (V). Mithilfe von Phasendiagrammen soll deren Wirkung auf das Umwandlungsverhalten des P92 gezeigt werden.

In Abbildung 159(a) und (b) ist erkennbar, dass schon geringe Schwankungen der Gehalte an Chrom (Cr) und Wolfram (W) einen großen Einfluss auf die Umwandlungspunkte des Werkstoffes ausüben, weshalb schon um wenige Prozent erhöhte Konzentrationen dieser Elemente die Entstehung und Stabilität von Delta-Ferrit begünstigen. Abbildung 159(c) zeigt, dass sich Schwankungen des Gehaltes an Molybdän (Mo) weniger stark auf die Lage der Umwandlungspunkte auswirken und Abbildung 159(d) zeigt, dass sich Schwankungen des Gehaltes an Vanadium (V), aufgrund des geringen Anteils dessen im P92 in Höhe von 0,2 Gew.-% V, ebenso weniger stark auf das Umwandlungsverhalten auswirken.

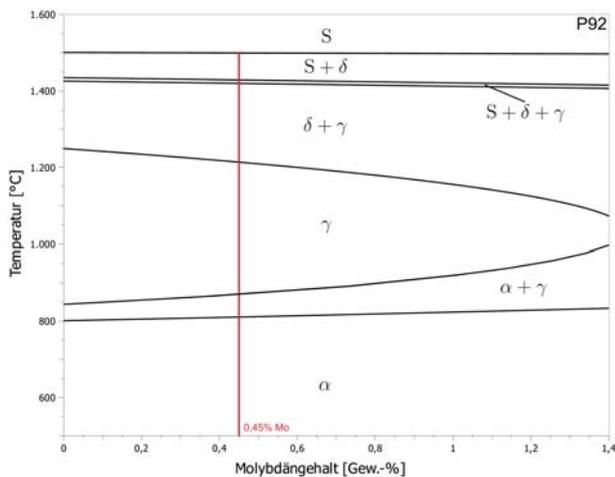
Da sich im Ausgangszustand des P92 bereits alter Delta-Ferrit befindet (siehe Kapitel 7.2.1), welcher sich trotz einer vorhergehenden Austenitisierung bei etwa 1050 bis 1100°C mit anschließendem Anlassen bei einer Temperatur zwischen 740 und 800°C nicht aufgelöst hat, liegt nahe, dass sich diese Delta-Ferrit-Körner in Bereichen mit hoher Konzentration an Ferrit bildenden bzw. stabilisierenden Elementen befinden. Möglicherweise herrscht dort eine derart hohe Konzentration Ferrit bildender Elemente, dass das Austenitgebiet lokal so weit zurückgedrängt wird, dass der Werkstoff dieses von Glüh- bis Raumtemperatur nicht durchläuft, weshalb der Delta-Ferrit trotz einer lange andauernden Anlassbehandlung stabil geblieben ist. Bei dem Ergebnis des Linescans in Abbildung 96 ist erkennbar, dass die Ausscheidungen an den Korngrenzen zwischen altem Delta-Ferrit und martensitischem



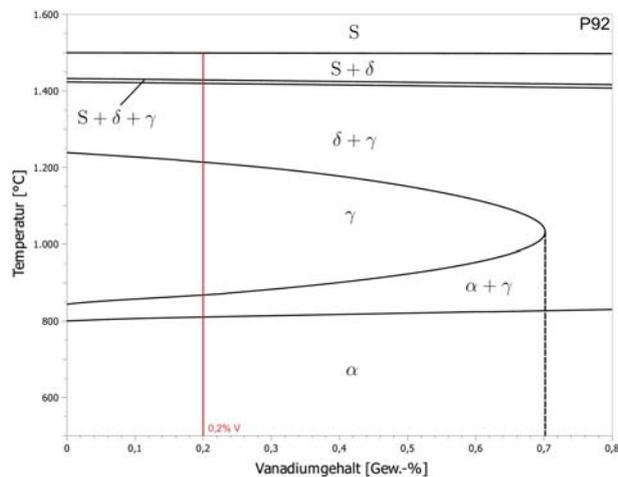
(a) Phasendiagramm P92, Chromgehalt



(b) Phasendiagramm P92, Wolframgehalt



(c) Phasendiagramm P92, Molybdängehalt



(d) Phasendiagramm P92, Vanadiumgehalt

Abbildung 159 Phasendiagramm des P92 in Abhängigkeit vom: (a) Chromgehalt; (b) Wolframgehalt; (c) Molybdängehalt; (d) Vanadiumgehalt

Grundgefüge hohe Konzentrationen Ferrit bildender Elemente enthalten. Diese Korngrenzen stellen den Ursprung des ersten Delta-Ferrits dar (siehe Abbildung 103 und 105). Entsprechend dem Equilibrium in Abbildung 156 löst sich ein Großteil der Ausscheidungen, welche reich an Ferrit bildenden Legierungselementen sind, bereits bei Temperaturen unter 900°C auf, weshalb diese Elemente im Gefüge gelöst vorliegen und dadurch das Entstehen des Delta-Ferrits begünstigen. Wie schon beim NPM4 soll auch beim P92 mithilfe einer Simulation gezeigt werden, wie sich eine lokale Erhöhung der Anteile an Chrom (Cr), Wolfram (W), Molybdän (Mo) und Vanadium (V) um einen angenommenen Wert auf die Umwandlungstemperaturen auswirkt. Da keine verwertbaren Messwerte vorlagen, wurden die Anteile der vier Legierungselemente so lange erhöht, bis die Temperatur ab der sich Delta-Ferrit zu bilden beginnt unter 1050°C lag. Diese Temperatur entspricht der Spitztemperatur jener Probe, in der beim zweiten Versuchszyklus erstmals Delta-Ferrit erkennbar ist (Probe 3). Bei dieser Simulation wurde erneut die Bildung von Laves-Phase und Z-Phase unterdrückt, da diese

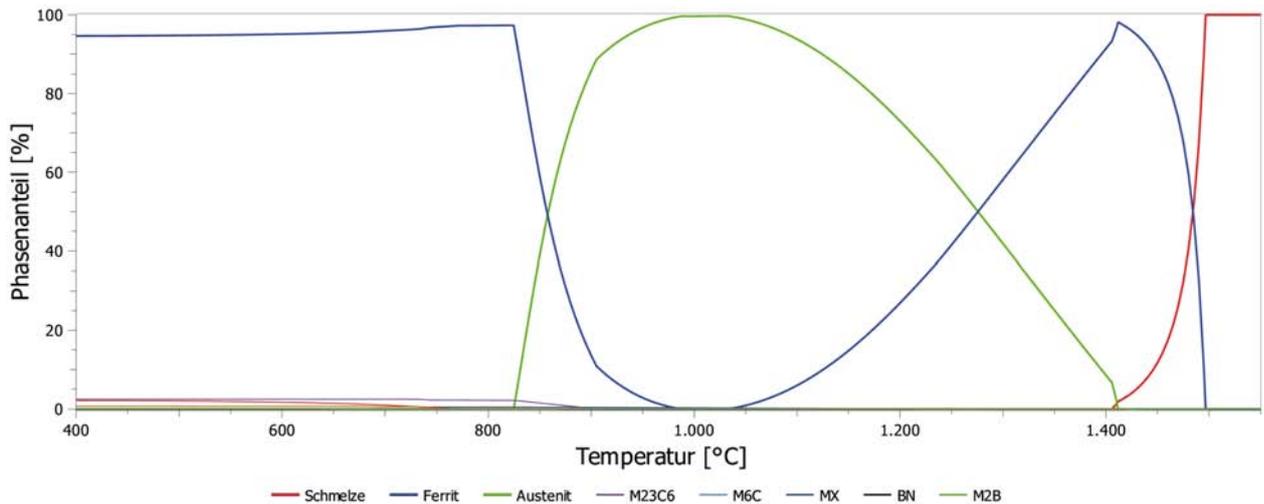


Abbildung 160 Equilibrium des P92 bei Erhöhung der Anteile an Cr, W, Mo, V um 16%

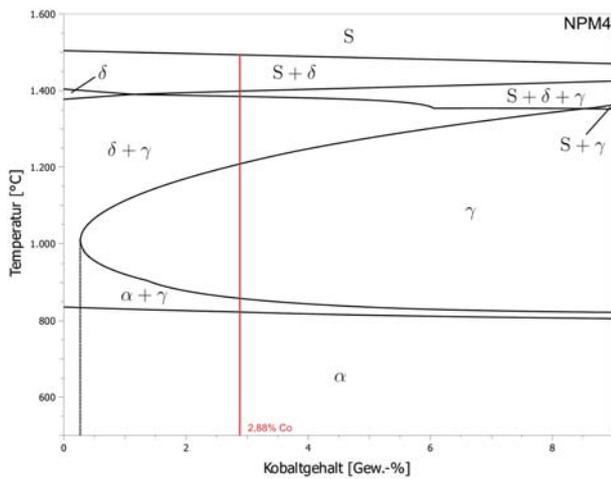
Tabelle 19 Temperaturbereiche der gefügebildenden Phasen

| Phase | Temperaturbereich |
|-----------------------|-------------------|
| Ferrit (Alpha-Ferrit) | < 987°C |
| Austenit | 825 - 1412°C |
| Ferrit (Delta-Ferrit) | 1033 - 1497°C |
| Schmelze | > 1406°C |

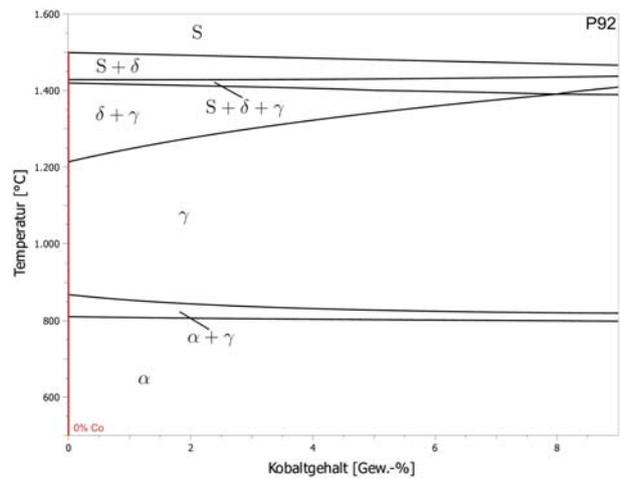
nicht zu erwarten sind. Durch Anpassung des Wertes hat sich ergeben, dass Delta-Ferrit bei einer Erhöhung der Anteile von Chrom (Cr), Wolfram (W), Molybdän (Mo) und Vanadium (V) um den Faktor 0,16 (16%) ihres jeweiligen Ausgangswertes knapp unter 1050°C stabil wird.

Das sich aus der Erhöhung der Anteile von Chrom (Cr), Wolfram (W), Molybdän (Mo) und Vanadium (V) um jeweils 16% ergebende Equilibrium ist in Abbildung 160 dargestellt. Die Temperaturbereiche, in denen die gefügebildenden Phasen stabil sind, sind in Tabelle 19 aufgelistet. Demnach ist Delta-Ferrit durch eine Erhöhung der Anteile der vier Legierungselemente um 16% bereits ab 1033°C stabil. Daraus folgt, dass sich bei einer derartigen lokalen Anreicherung dieser vier Elemente beim Aufheizen der Probe bereits bei einer Temperatur von 1033°C der erste Delta-Ferrit bilden würde. Da diese Temperatur bereits relativ niedrig ist, würde eine weitere Erhöhung der Gehalte Ferrit bildender Elemente dazu führen, dass sich der Werkstoff bei allen Temperaturen außerhalb des Austenitgebietes befindet, wodurch ein Anteil an Delta-Ferrit bis zum Erreichen von Raumtemperatur stabil wäre.

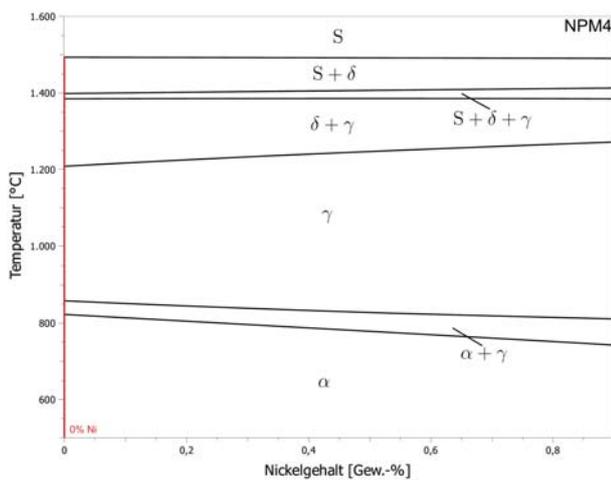
Diese Simulation zeigt, dass lokal erhöhte Konzentrationen an Ferrit bildenden Legierungselementen für die Entstehung von Delta-Ferrit bei tieferen Temperaturen verantwortlich sind, wodurch sich bereits in Probe 3 (abgeschreckt bei 1050°C; Abbildung 103) Delta-Ferrit von erheblichem Ausmaß bilden konnte. Es ist ebenso wahrscheinlich, dass Bereiche, in welchen sich im Ausgangszustand alte Delta-Ferrit-Körner befinden, eine derart hohe Konzentration Ferrit bildender Elemente aufweisen, dass sich diese bei allen Temperaturen außerhalb des Austenitgebietes im Delta-Ferrit/Austenit-Mischgebiet befinden.



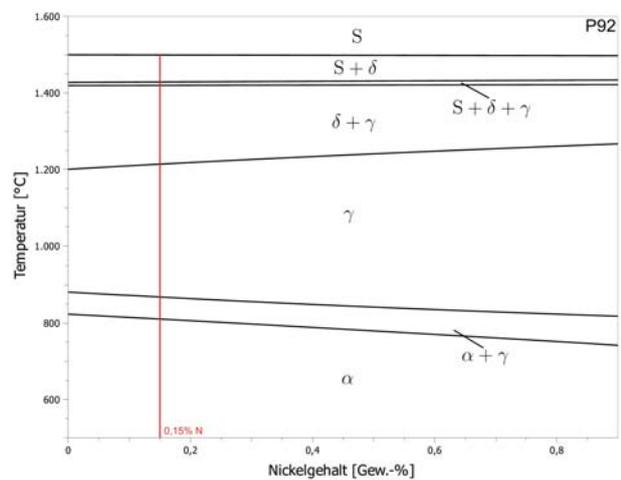
(a) Phasendiagramm NPM4, Kobaltgehalt



(b) Phasendiagramm P92, Kobaltgehalt



(c) Phasendiagramm NPM4, Nickelgehalt



(d) Phasendiagramm P92, Nickelgehalt

Abbildung 161 Phasendiagramm: (a) des NPM4 in Abhängigkeit vom Kobaltgehalt; (b) des P92 in Abhängigkeit vom Kobaltgehalt; (c) des NPM4 in Abhängigkeit vom Nickelgehalt; (d) des P92 in Abhängigkeit vom Nickelgehalt

Ein weiterer Unterschied zwischen den beiden untersuchten Werkstoffen ergibt sich aus dem jeweiligen Gehalt an Kobalt (Co) und Nickel (Ni) in der Legierungszusammensetzung. Kobalt (Co) und Nickel (Ni) gehören zur Gruppe der Austenit stabilisierenden Elemente. Im Gegensatz zum NPM4 (2,88 Gew.-% Co) enthält P92 kein Kobalt (Co), jedoch enthält P92 (0,15 Gew.-% Ni) Nickel (Ni), welches in der Legierungszusammensetzung des NPM4 nicht enthalten ist. Die Wirkung von Kobalt (Co) auf die Umwandlungspunkte der beiden Werkstoffe ist in Abbildung 161(a) und (b) in jeweils einem Phasendiagramm dargestellt, wobei die roten Linien die Lage des jeweiligen Werkstoffes markieren. Jene von Nickel (Ni) zeigen Abbildung 161(c) und (d).

8 Zusammenfassung

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung einiger Aspekte der Entstehung und Stabilität von Delta-Ferrit in 9% Chromstählen, wie dieser etwa am Beispiel von Schweißprozessen entsteht und für eine negative Beeinflussung des Werkstoffes in Bezug auf Zähigkeit, Festigkeit, Dauerfestigkeit, Kriechbeständigkeit und Oxidationsbeständigkeit verantwortlich ist, um das Wissen um diesen Sachverhalt zu vergrößern und Informationen für weiterführende Arbeiten zu liefern.

Im Rahmen der Literaturrecherche werden grundlegende Inhalte und werkstoffkundliche Erkenntnisse erläutert, um das Verständnis für die nachfolgenden Experimente, Untersuchungen und Simulationen zu unterstützen. Hierfür wird eingangs das Auftreten unterschiedlicher Phasen in Werkstoffen anhand eines mathematischen Modells erklärt und damit verbunden werden die Diffusion in kristallinen Werkstoffen bzw. unterschiedliche Diffusionsmechanismen gezeigt. Im Anschluss daran wird auf die Temperaturverhältnisse beim Schweißen sowie auf den Einfluss der eingebrachten Wärmemenge auf das Gefüge von umwandlungsfähigen Eisenwerkstoffen im Bereich der Wärmeeinflusszone eingegangen. Ein weiteres Kapitel der Literaturrecherche widmet sich der Allotropie von Eisen mit dem Ziel, die Entstehung und den Temperaturbereich von Delta-Ferrit in Eisen-Kohlenstoff-Legierungen zu erläutern. Dabei werden unter anderem die vielfältigen Einflüsse unterschiedlicher Legierungselemente auf die Ausbildung der Phasengebiete und deren hemmende Wirkung auf Diffusionsvorgänge umrissen, um den Bogen hin zu komplexeren Legierungszusammensetzungen zu spannen. Das abschließende Kapitel im Literaturteil beschreibt den Bedarf für die Weiterentwicklung von 9% Chromstählen für deren Einsatz in thermischen Kraftwerken, um diese mit höheren Betriebsparametern und somit besseren Wirkungsgraden betreiben zu können.

Im Kapitel „Untersuchte Werkstoffe“ werden die für die nachfolgenden Untersuchungen verwendeten Werkstoffe 9Cr3W3CoVNbBN Schmelze 4 (NPM4) und X10CrWMoVNb9-2 (P92) vorgestellt und deren chemische Zusammensetzung, thermische Vorgeschichte und einige ausgewählte mechanische Eigenschaften dargelegt. Dabei wird gezeigt, dass es sich beim P92 um einen bereits im thermischen Kraftwerksbau verwendeten Werkstoff handelt, wohingegen sich der NPM4 noch in der Entwicklungsphase befindet, weshalb die beiden Werkstoffe im Zuge der nachfolgenden Untersuchungen gegenübergestellt werden sollen.

Im Anschluss daran werden sämtliche Aspekte, welche Art, Umfang und Durchführung der Experimente, Untersuchungen und Simulationen betreffen, erläutert und das mathematische Modell, welches der Simulationssoftware MatCalc zugrunde liegt, wird beschrieben.

Im Kapitel „Ergebnisse und Diskussion“ folgen sämtliche Ergebnisse aus den Experimenten und Simulationen, welche jeweils zuerst am NPM4 und anschließend am P92 durchgeführt wurden. Diese Untersuchungen umfassen in den beiden ersten Unterkapiteln Dilatometerversuche an Proben beider Werkstoffe, welche in insgesamt 5 unterschiedliche Versuchszyklen mit jeweils mehreren Variationen der Temperaturverläufe bzw. Haltezeiten gegliedert werden. Ebenso wurden die beiden Werkstoffe in ihrem jeweiligen Ausgangszustand genaueren Untersuchungen unterzogen. Lichtmikroskopische Auswertungen zeigen Veränderungen im Gefüge der

Werkstoffe und den Verlauf der Entstehung und Auflösung von Delta-Ferrit. REM- bzw. EDX-Untersuchungen an ausgewählten Proben sollen Unregelmäßigkeiten und Art der chemischen Zusammensetzung von Phasen und Ausscheidungen im Gefüge aufzeigen. Unterstützt wurden diese Untersuchungen durch Mikro- und Makrohärtemessungen.

Im Einzelnen zeigen die Versuchszyklen die Veränderung des Gefüges und die Entstehung von Delta-Ferrit im Verlauf eines nachempfundenen Schweißzyklus, das Wachstum von Delta-Ferrit bei hohen Temperaturen und die Auflösung desselbigen bei einer direkt angeschlossenen Wärmenachbehandlung und einer separat durchgeführten Wärmenachbehandlung. Auf Basis der experimentell ermittelten Untersuchungsergebnisse werden Unterschiede zwischen den beiden Werkstoffen aufgezeigt, welche im Zusammenhang mit der Entstehung und Auflösung von Delta-Ferrit stehen. Dabei werden auch Unterschiede im Gefüge der Werkstoffe diskutiert, welche sich aus der unterschiedlichen und teilweise ungleichmäßigen chemischen Zusammensetzung ergeben.

Im Anschluss an die Diskussion der experimentell ermittelten Ergebnisse folgen abschließend die Ergebnisse von Simulationen, welche mithilfe der Simulationssoftware MatCalc ermittelt wurden. Dabei wird anhand von Equilibrien und Phasendiagrammen das Umwandlungsverhalten der Werkstoffe in deren Gleichgewichtszustand gezeigt, wobei auch auf das Auftreten von Ausscheidungen unterschiedlicher Zusammensetzung eingegangen wird. Bei der Gegenüberstellung der Simulationsergebnisse und der Ergebnisse aus den Experimenten wird ersichtlich, dass es bereits bei wesentlich niedrigeren Temperaturen als den Umwandlungstemperaturen des Gleichgewichtszustandes, welche in den Phasendiagrammen ablesbar sind, zur Bildung von Delta-Ferrit kommt, wobei die Temperaturdifferenz der beiden Werkstoffe unterschiedlich hoch ausfällt. Mithilfe der Ergebnisse von EDX-Analysen und weiteren Simulationen wird gezeigt, dass die Bildung von Delta-Ferrit bei niedrigeren Temperaturen durch die Auflösung von Ausscheidungen und damit durch lokal erhöhte Konzentrationen an Ferrit bildenden bzw. stabilisierenden Legierungselementen, insbesondere Chrom (Cr), Wolfram (W), Vanadium (V) und Niob (Nb), hervorgerufen wird, weshalb es auch teilweise nicht zur vorgesehenen Auflösung von Delta-Ferrit im Zuge von Wärmenachbehandlungen kommt und stets Reste an Delta-Ferrit im Werkstoff verbleiben. Es wird diesbezüglich auch der Einfluss bestimmter Legierungselemente auf die Lage der Umwandlungspunkte erörtert.

9 Schlussfolgerungen

Die wichtigste Erkenntnis dieser Arbeit ist, dass die Entstehung und Stabilität von Delta-Ferrit in 9% Chromstählen in wesentlichem Maße durch die ungleichmäßige Verteilung der Legierungselemente und dabei vorallem der Ferrit bildenden bzw. stabilisierenden Legierungselemente begünstigt wird. Es konnte gezeigt werden, dass nach der Umwandlung von Delta-Ferrit in Bereichen in denen sich dieser befunden hat Ansammlungen von Ausscheidungen zurück bleiben. Im Falle des NPM4 enthalten diese Ausscheidungen neben großen Anteilen an Chrom auch Wolfram, Vanadium und Niob, welche mit Ausnahme von Niob zur Gruppe der Ferritbildner gehören. Beim P92 konnte lediglich gezeigt werden, dass Ausscheidungen im Bereich alter Delta-Ferrit-Körner, welche neben Chrom auch Wolfram, Molybdän und Vanadium enthalten, Ausgangspunkt der Endstehung von neuem Delta-Ferrit sind. Dadurch, dass sich Ausscheidungen dieser Art schon bei Temperaturen unter 1000°C auflösen, liegen bei höheren Temperaturen lokal hohe Konzentrationen der gelösten Elemente im Gefüge vor. Aufgrund der herabgesetzten Diffusionsgeschwindigkeit der Legierungselemente kommt es nicht zu einem Ausgleich dieser Konzentrationsunterschiede.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass besonders in Bereichen in denen sich Delta-Ferrit im Gefüge befunden hat lokal die Entstehung und Stabilität von neuem Delta-Ferrit begünstigt wird. Im Ausgangszustand des NPM4 sind dies Bereiche in denen durch die vorhergehende Wärmebehandlung Delta-Ferrit umgewandelt wurde und im Ausgangszustand des P92 sind dies Bereiche in denen trotz der vorhergehenden Wärmebehandlung Reste an Delta-Ferrit zurückgeblieben sind. Dabei tritt dieser, wie gezeigt werden konnte, schon bei niedrigeren Temperaturen auf, als dies entsprechend der Phasengleichgewichte zu erwarten wäre. Dies liegt daran, dass durch die lokal erhöhte Konzentration Ferrit bildender bzw. stabilisierender Elemente das Phasengebiet des Delta-Ferrits erweitert wird.

Aufgrund der durchgeführten Untersuchungen scheint es, als wären die Konzentrationsunterschiede Ferrit bildender Legierungselemente im Gefüge des P92 größer als in jenem des NPM4. Dafür spricht zum einen, dass sich im Ausgangszustand des P92 alte Delta-Ferrit-Körner befinden, welche trotz vorhergehender Wärmebehandlung nicht umgewandelt wurden. Daher liegt nahe, dass lokale Konzentrationen Ferrit bildender Elemente im Gefüge des P92 hoch genug sind, dass der Werkstoff beim Abkühlen das reine Austenitgebiet nicht durchläuft, sondern einen stabilen Anteil an Delta-Ferrit behält. Zum anderen spricht dafür, dass es im Zuge einer Wärmebehandlung bei 1000°C nach einem Temperaturzyklus mit 1300°C Spitztemperatur nicht zur erwünschten Umwandlung des verbliebenen Delta-Ferrits gekommen ist. Im Falle einer getrennt durchgeführten Wärmenachbehandlung ist es sogar zu einer leichten Zunahme des Anteils an Delta-Ferrit gekommen, bis dieser ein scheinbar stabiles Niveau erreicht hat. Da sich die Phasengrenze des Austenitgebietes in etwa auf Höhe von 1000°C befindet, muss in diesem Fall die lokale Konzentration Ferrit bildender Elemente groß genug sein, dass sich der Werkstoff in ausreichendem Abstand zur Phasengrenze des Austenitgebietes befindet, wodurch ein Anteil an Delta-Ferrit stabil ist. Weiters hat sich beim Erwärmen der Proben des P92 bereits knapp über 1000°C neuer Delta-Ferrit zu bilden begonnen.

Im Gegensatz dazu zeigt der NPM4 ein günstigeres Verhalten im Bezug auf die Stabilität von Delta-Ferrit. Dieser enthält im Ausgangszustand nach vorhergehender Wärmebehandlung keinerlei Restanteile an Delta-Ferrit. Ebenso verhält es sich mit dem während eines Versuchzyklus gebildeten Delta-Ferrit. Mit Hilfe einer Wärmebehandlung bei 1000°C kann der Delta-Ferrit erfolgreich umgewandelt werden. Dies zeigt, dass die Verteilung der Legierungselemente im Gefüge des NPM4 weniger starke Schwankungen aufweist, wofür auch spricht, dass sich beim Erwärmen der Proben des NPM4 bei einer Temperatur von etwa 1150°C der erste Delta-Ferrit gebildet hat.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass es im Falle des NPM4 einfacher ist durch gesteuerte Glühvorgänge Reste an Delta-Ferrit zu eliminieren.

10 Literaturverzeichnis

- [1] CRASTAN V.: Weltweite Energiewirtschaft und Klimaschutz 2009, Springer-Verlag, 2009, S. 1-56.
- [2] EFFENBERGER H.: Dampferzeugung, VDI-Buch, Springer-Verlag, 2000, S. 611-793.
- [3] BAUER M., KRÜGER H., MEIER H.-J., MÜLLER L., STOLZENBERGER C.: Bewertung der Feuerungsanlage für das Neubauprojekt KWS 6, VGB-Gutachten, 2008, S. 4-37.
- [4] BAEHR H.D., KABELAC S.: Thermodynamik - Grundlagen und technische Anwendungen, 15. Auflage, Springer-Verlag, 2012, S. 2-116.
- [5] LETOFSKY E.: Das Verhalten von Schweißverbindungen moderner Kraftwerkswerkstoffe, Dissertation, Technische Universität Graz, 2001.
- [6] MAYR P.: Evolution of microstructure and mechanical properties of the heat affected zone in B-containing 9% chromium steels, Dissertation, Technische Universität Graz, 2007.
- [7] SCARLIN B., STAMATELOPOULOS G.N.: New Boiler Materials for Advanced Steam Conditions, Materials for Advanced Power Engineering, Proceedings Part II, 2002, S. 1091-1108.
- [8] GOTTSTEIN G.: Physikalische Grundlagen der Materialkunde, 3. Auflage, Springer-Verlag, 2007, S. 107-177.
- [9] BARGEL H.-J., SCHULZE G.: Werkstoffkunde, 8. überarbeitete Auflage, Springer-Verlag, 2004, S. 36-145.
- [10] KOZESCHNIK E.: Thermodynamic and kinetic simulations with MatCalc, Lecture notes from August 11-14 2009, Technische Universität Wien, 2009, S. 13-61.
- [11] SCHULZE G.: Die Metallurgie des Schweißens, 4. neu bearbeitete Auflage, VDI-Buch, Springer-Verlag, 2010, S. 1-385.
- [12] BÜRCEL R., MAIER H.J., NIENDORF T.: Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik, 4. überarbeitete Auflage, Vieweg+Teubner Verlag, 2011, S. 340-482.
- [13] CHEN Q., SCHEFFKNECHT G.: Boiler Design and Materials Aspects for Advanced Steam Power Plants, Materials for Advanced Power Engineering, Proceedings Part II, 2002, S. 1019-1033.
- [14] MAYR P.: Evolution of microstructure and mechanical properties of the heat affected zone in B-containing 9% chromium steels - Appendix, Dissertation - Appendix A, Technische Universität Graz, 2007, S. 1-12.
- [15] VANSTONE R.W.: Alloy Design and Microstructural Control for Improved 9-12%Cr Power Plant Steels, Materials for Advanced Power Engineering, Proceedings Part II, 2002, S. 1035-1047.
- [16] MENDEZ MARTIN F.: Microstructural characterisation of the HAZ of new creep resistant 9% chromium steels using weld simulation technique, Master Thesis, Technische Universität Graz, 2006.

- [17] SONDEREGGER B.: Charakterisierung der Substruktur in modernen Kraftwerkswerkstoffen mittels der EBSD Methode, Dissertation, Technische Universität Graz, 2005.
- [18] QIANG L.: Precipitation of Fe_2W Laves Phase and Modeling of Its Direct Influence on the Strength of a 12Cr-2W Steel, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 37A, Jänner 2006, S. 89-97.
- [19] BAEK J.W., NAM S.W., KONG B.O., RYU S.H.: The Effect of Delta-ferrite in P92 Steel on the Formation of Laves Phase and Cavities for the Reduction of Low Cycle Fatigue and Creep-Fatigue Life, Key Engineering Materials, Vols. 297-300, Trans Tech Publications Switzerland, November 2005, S. 463-468.
- [20] HAIMBAUGH R. E.: Practical Induction Heat Treating, ASM International, first printing, 2001, S. 5-18.
- [21] DAPINO M. J.: On magnetostrictive materials and their use in adaptive structures, Structural Engineering and Mechanics 17, Vols. 3-4, 2004, S. 303329