



Dipl.-Ing. Monika Schuler

# **Simulation der Mikrostrukturentwicklung von Verbindungsschweißungen warmfester 9% Cr Stähle zur Abschätzung der mechanischen Eigenschaften am Beispiel CB2**

DISSERTATION

Zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktor der technischen Wissenschaften**

Eingereicht am: 13.07.2017

Institut für Werkstoffkunde, Fügetechnik und Umformtechnik

Technische Universität Graz

Betreuer:

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Norbert Enzinger

Gutachter:

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Ronald Schnitzer

TECHNISCHE UNIVERSITÄT GRAZ

Vorstand: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Christof Sommitsch  
Fakultät für Maschinenbau

## EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

### *AFFIDAVIT*

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. Das in TUGRAZonline hochgeladene Textdokument ist mit der vorliegenden Dissertation identisch.

*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 indicated all material which has been quoted either literally or by content from the sources used. The text document uploaded to TUGRAZonline is identical to the present doctoral dissertation.*

---

Datum / Date

---

Unterschrift / Signature

## Kurzfassung

Titel: Simulation der Mikrostrukturentwicklung von Verbindungsschweißungen warmfester 9% Cr Stähle zur Abschätzung der mechanischen Eigenschaften am Beispiel CB2.

Inhalt: Vorliegende Arbeit wurde im Rahmen des Projektes KW50+ „Know How- und Prozessentwicklung zur Herstellung von Komponenten aus neuen Werkstoffen für CO<sub>2</sub>-arme Dampfkraftwerke“, mit der FFG Projektnummer 831995, verfasst. Das Gesamtprojekt wurde in Kooperation mit dem voestalpine Konzern abgewickelt. Die Untersuchungen für die Dissertation wurden in Zusammenarbeit mit der voestalpine Böhler Welding Austria GmbH und in deren Auftrag durchgeführt.

Für das Dissertationsvorhaben wurden artgleiche Verbindungsschweißungen mit zwei Fülldrahtvarianten ausgeführt und untersucht. Ausgangsbasis war der hochwarmfeste 9% Cr Stahl CB2. Bei den artgleichen Verbindungsschweißungen wurde der Nickelgehalt variiert. Schweißgut 1 enthielt 0,2% Nickel und Schweißgut 2 enthielt 0,7% Nickel.

Neben der Untersuchung der mechanischen Eigenschaften erfolgten auch umfangreiche Mikrostrukturuntersuchungen und Simulationen. Unterschiede konnten sowohl in den mechanischen Eigenschaften als auch bei den Mikrostrukturuntersuchungen festgestellt werden. Die Unterschiede in der Mikrostruktur wurden tendenziell in den Ausscheidungssimulationen bestätigt.

## **Abstract**

Title: Simulation of microstructure and modelling of mechanical properties of CB2 flux cored wires weld metal.

Content: This thesis was carried out within the scope of the project KW50 + "Know-how and process development for the production of components from new materials for low CO<sub>2</sub> efficient steam power plants", with the FFG project number 831995. The entire project was run in cooperation with the voestalpine Group. The studies for the dissertation were carried out in cooperation with voestalpine Böhler Welding Austria GmbH and on their behalf.

For the dissertation project, welding joints with two flux-cored-wire variants were examined. Starting point was the creep-resistant 9% Cr-steel CB2. The focus was on similar joint welds, where mainly the Ni content was varied. Welding material 1 contained 0.2% nickel and weld metal 2 contained 0.7% nickel.

In addition to the investigation of the mechanical properties, extensive microstructure investigations and simulations were carried out. Differences were found both in the mechanical properties and in the microstructure investigations. The differences in the microstructure were finally confirmed in the numerical simulations.

## Danksagung

Danke, allen die die Ausführung und Fertigstellung dieser Arbeit ermöglicht, gefördert und unterstützt haben.

Allen „Mitstreitern“ die von 2011 bis 2015 am damaligen IWS gearbeitet haben – ihr ward mehr als Kollegen und wir sind ein spannendes und wichtiges Stück unseres Lebensweges gemeinsam gegangen. Rudi, die philosophischen, wissenschaftlichen und weisen Gespräche beim Kebab und zwischendurch werden mir in Erinnerung bleiben. „Meinen“ Studenten, die mir durch ihre Fragen und durch ihr Mitdenken oft mehr gelernt haben als schlaue Bücher und Artikel.

Dem Labor und den Sekretärinnen: Eure Hilfe war phänomenal, ihr hattet immer ein offenes Ohr, viel Geduld. Ihr macht den ganzen wissenschaftlichen Betrieb, bei all dem Druck und Stress den ihr selber habt, menschlich und liebenswert. Den Assistenten und Kollegen: Eure Hilfe und Unterstützung war sehr wohltuend. Danke Bernhard, für das Wissen über Mikrostruktur und Simulation, das Du schon zu Beginn des Projektes ausgezeichnet vermittelt hast. Danke, Cecilia, dass Du zum Ende meines Projektes, meinen Einsatz in einem Deiner Projekte gebrauchen konntest und so meinen Absturz in eine Sinnkrise verhindert hast.

Meinem Betreuer, Norbert: Du warst immer für den offenen Dialog und Austausch und der eigentliche Faktor zum Gelingen der Arbeit. Es sind viele deiner Ideen und kreativen Geistesblitze welche, zu Papier gebracht, die tragenden Säulen dieser Arbeit sind. Zusätzlich hast Du jeden Gedanken, jede Überlegung durch wissenschaftlichen Diskurs und kritisches Hinterfragen veredelt und so ganz wesentlich die Qualität der Arbeit verbessert.

Meinen Firmenbetreuern Susi und Ronni: Ihr habt mich mit den Simulationsaufgaben herausgefordert und dabei dafür gesorgt, dass ich mehr als genug wissenschaftliche Veröffentlichungen für das Dissertationsvorhaben zusammenbringe. Susi, unsere kreativen Besprechungen und Treffen habe ich sehr genossen.

Vor allem meiner Familie: Stefan, mein Mann, der die Arbeit immer unterstützt und gefördert hat, der bei Motivationslücken, vor allem nach der Projektzeit, keine Ruhe gegeben hat und mich immer wieder angestachelt hat, die Dissertation zu vollenden. Meiner Mutter, die sich mehr als alle anderen darüber gefreut hat, dass ich so ein Vorhaben überhaupt angefangen habe. Auch meinen Geschwistern, meiner Schwiegerfamilie und meinen Kindern, die durch mein intensives Arbeiten wohl auch Entbehrungen auf sich zu nehmen hatten.

Über allen und allem: Gott der das Universum geschaffen hat und es zusammenhält. Der, der alles Leben gibt und die Baupläne aller Materialien erstellt hat und manchmal Weisheit gibt, Teile seines Planes zu begreifen.

Graz, 12.7.2017

## Abkürzungsverzeichnis

ppm	part per million
$Cr_{eq}$	Chrom Äquivalent
$Ni_{eq}$	Nickel Äquivalent
$f$	gebildeter Martensitanteil (Koistinen-Marburger Gleichung)
$f^{max}$	maximal möglicher Martensitanteil
$n$	Konstante (Umwandlungsrate bei Koistinen-Marburger)
$T$	Temperatur
kfz	kubisch flächenzentriert
krz	kubisch raumzentriert
$M_s$	Martensitstarttemperatur
$V_\gamma$	Volumen eines Austenitkorns
$N_V$	Anzahl von Martensitlatten pro Volumeneinheit
$m$	Formfaktor für Martensitlatten
$a$ und $b$	Fitparameter
$\gamma$	Grenzflächenenergie (Interfacial energy)
$\Delta H_{sol}$	Enthalpie (aus thermodynamischen System)
$n_s$	Anzahl der Atome pro Grenzflächeneinheit
$Z_{s,eff}$	effektive Anzahl der gebrochenen Bindungen über die Oberfläche
$Z_{L,eff}$	Koordinationszahl
$N_A$	Avogadro Konstante
$\alpha$ und $\beta$	Funktionen bei gekrümmten oder diffusen Phasengrenzen
$\alpha(r)$	Krümmung der Phasengrenze
$\beta\left(\frac{T}{T_c}\right)$	Faktor - Quotient von aktueller und kritischer Löslichkeitstemperatur
$n$	Zeitfaktor (Beck'sches Korngrößenwachstum)
$K$	Wachstumskonstante (temperaturabhängig)
$t$	isotherme Haltezeit
$\Delta F$	treibende Spannung (Verhältnis zwischen Grenzflächenenergie und Korngröße)
$M$	Korngrenzenmobilität
$M_0$	Mobilitätskonstante
$Q$	Aktivierungsenergie
$R$	Gaskonstante
$\frac{dD}{dt}$	Kornwachstumsrate
$m$	Exponent Kornwachstumsrate
$P_z$	Zener Pinning
$f$	Volumenanteil der Teilchen
$r$	Partikelradius
$D_k$	Austenitkorngröße
$\sigma_{SS}$	Spannung Kaltverfestigung
$k_i$	Verfestigungskoeffizient Element i
$c_i$	Konzentration des gelösten Elementes
$n_i$	Verfestigungsexponent Element i
$\sigma_y$	Streckgrenze
$d$	Korngröße
$\sigma_0$	Startspannung für Versetzungsbewegung
$k_y$	materialspezifischer Verfestigungskoeffizient

$\sigma_{sgb}$	Spannung Subkorn Grenzen
G	Schermodul
b	Burgersvektor
$\lambda_{sgb}$	Breite der verlängerten Subkörner bzw. der Martensitlatten
$\rho$	Versetzungsdichte
$\alpha$	Korrekturfaktor (Variation zwischen 0,25 und 1)
$\tau_{disl}$	Versetzungsverfestigung
T	Linienspannung der Versetzung
$\theta$	Winkel der Versetzung
$A_v$	Kerbschlagarbeit in Joule
m	Masse des Pendelhammers in kg
g	Fallbeschleunigung (Erde: 9,81 m/s <sup>2</sup> )
(h' - h)	Fallhöhe - Steighöhe des Pendelhammers
$\sigma_f$	Bruchspannung
$\gamma$	Oberflächenenergie
a	Rissgröße
$\nu$	Poissonzahl (Stahl: 0,3)
E	E-Modul (Stahl: 210 GPa)
DBT	ductile to brittle temperature
$P_f$	Bruchwahrscheinlichkeit
$\sigma_w$	Weibullspannung
$\sigma_u$ und m	Weibullparameter
u	Weibullreferenzspannung
m	Werkstoffspezifischer Exponent
$\tau_{PN}$	Peierls-Nabarro Spannung
W	Versetzungsbreite
$\rho_S$	statistisch zufallsverteilte Versetzungsdichte
$\rho_G$	geometrisch erforderliche Versetzungsdichte
$\eta^p$	plastischer Dehnungsgradienten
$\tilde{r}$	Nye-Faktor (berücksichtigt kristallografischen Einfluss)
M	Taylor-Faktor
$\sigma_{flow}$	Fließspannung
L	Gesamtlänge der erzeugten Bögen
V	Sphärisches Volumen
d	Eindringdurchmesser
$\theta$	Eindringwinkel
$\Phi$	Fließpotenzial des GTN Modells
GTN	Gurson-Tvergaard-Needleman
$\sigma_v$	Deviatorischer Spannungsanteil – von Mises Spannung
$\sigma_H$	Hydrostatischer Spannungsanteil
$\sigma_y$	mittlere einachsige Vergleichsspannung des Matrixmaterials
$q_1, q_2, q_3$	Fitparameter nach Tvergaard und Needleman
$f^*$	Modifiziertes spezifisches Hohlraumvolumen
$K_{IC}$	Bruchzähigkeit
MSG	mechanism-based strain gradient plasticity theorie
GND	geometrical necessary dislocations
SSD	statistically stored dislocations
$\Lambda(\sigma_{ij}, \varepsilon_{ij}, f_k)$	Beanspruchungsgröße

$\sigma_{ij}$	Spannungszustand
$\varepsilon_{ij}$	Dehnungszustand
$f_k$	innere Variable
$\Theta(\chi_i)$	materialabhängige Größe (unabhängig von Beanspr. und Probengeometrie)
$\chi_i$	externe Parametern (wie Temperatur)
$l$	Mikrorisslänge
$\sigma_c$	Griffith'sches Kriterium (kritische Spannung)
$C$	werkstoffabhängige Konstante
$\phi_e$	elastischer Anteil vom thermodynamischen Potential
$\phi_p$	plastischer Anteil vom thermodynamischen Potential
$\phi_d$	Schädigungsteil ( <u>d</u> amage)
$\varepsilon_e$	elastische Dehnung
$\varepsilon_{pM}$	plastischer Dehnung
$\beta$	Schadensparameter
$k$	Hall-Petch Fließkonstante
HV10	Härte nach Vickers (Prüfkraft 10 Kilopond $\triangleq$ 98N)
HV1	Härte nach Vickers (Prüfkraft 1 Kilopond $\triangleq$ 9,8N)
$f$	Hohlraumvolumen
$\dot{\varepsilon}_{SS}$	statische Kriechrate
$A_0$	Konstante
$n$	Spannungsexponent
$S_0$	Versetzungs-Ausgangsstruktur
$S_{(\sigma,T,\varepsilon)}$	verformte Struktur
$\dot{\varepsilon}$	Kriechrate
$\sigma_{ex}$	externe Spannung
$\sigma_i$	innere Spannung
$\sigma_{eff}$	effektive Spannung
$\tau_{prec}$	max. Back-Stress durch Ausscheidungen
$(r_a/r_i)$	Verhältnis zwischen größten und kleinsten Radien
$N_i$	Teilchendichten
$p_{s,d}$	Wahrscheinlichkeit für Spröd- oder Zähbruch
$s,d$	Index für spröd oder duktil
$T$	Prüftemperatur
$T_0$	Übergangstemperatur
$b^2$	Parameter entspricht der Varianz einer Normalverteilung
WEZ	Wärmeeinflusszone

# Inhalt

1.	Einleitung .....	12
1.1	Aufgabenstellung .....	15
1.2	Zielsetzung .....	15
1.3	Praktische Durchführung .....	15
2.	Literatur .....	17
2.1	Hochwarmfeste Werkstoffe .....	17
2.1.1	Übersicht .....	17
2.1.2	Entwicklung der 9-12% Cr Stähle .....	18
2.2	Gefüge von 9-12% Cr Stählen .....	19
2.2.1	Umwandlungsverhalten .....	22
2.2.2	Mikrostrukturmodellierung .....	24
2.2.3	Thermodynamisches Gleichgewicht .....	26
2.2.4	Unterkühlen einer Schmelze - Erstarrungsrechnung .....	26
2.2.5	Ausscheidungskinetik .....	28
2.2.6	Korngröße .....	29
2.2.7	Besonderheiten von rutilen Mehrlagen-Schweißgütern .....	32
2.3	Festigkeitsmodellierung .....	34
2.3.1	Mischkristallverfestigung .....	34
2.3.2	Ausscheidungsverfestigung .....	36
2.3.3	Korngrenzenverfestigung .....	37
2.3.4	Versetzungsverfestigung - Kaltverfestigung .....	37
2.3.5	Modellierung .....	38
2.4	Zähigkeitsmodellierung .....	43
2.4.1	Grundbegriffe .....	43
2.4.2	Grundlagenmodelle für Festigkeit und Zähigkeit .....	48
2.4.3	Zähigkeitsmodelle .....	51
2.4.4	Weiterentwicklungen und Kombinationen der Modelle .....	56
2.4.5	Weitere Modelle .....	59
2.5	Zeitstandfestigkeit - Kriechfestigkeit .....	60
2.5.1	Kriechmechanismen .....	60
2.5.2	Extrapolationsmethoden .....	63
2.5.3	Mikrostrukturentwicklung während des Kriechens .....	64
2.5.4	Abschätzung der Kriechfestigkeit .....	65
3.	Untersuchungen .....	69

3.1	Übersicht .....	69
3.1.1	Schweißnahtvorbereitung und Ausführung .....	69
3.1.2	Temperaturführung .....	70
3.1.3	Probenentnahme.....	70
3.1.4	Probenmatrix.....	71
3.2	Chemische Zusammensetzung .....	73
3.3	Mikrostruktur.....	73
3.3.1	Umwandlungsverhalten - Dilatometerversuche.....	73
3.3.2	Gefüge - Metallografie.....	74
3.3.3	TEM Untersuchungen .....	74
3.4	Mechanische und technologische Eigenschaften .....	76
3.4.1	Härtemessungen.....	76
3.4.2	Zugversuche .....	76
3.4.3	Kerbschlagbiegeversuche .....	77
3.4.4	Bruchmechanik .....	79
4.	Ergebnisse Mikrostruktur .....	82
4.1	Chemische Zusammensetzung .....	82
4.2	Umwandlungsverhalten - Dilatometerversuche .....	84
4.3	Gefüge.....	86
4.3.1	Lichtmikroskopie .....	86
4.3.2	Korngröße des Schweißgutes.....	88
4.4	Elektronenmikroskopie .....	89
4.4.1	EFTEM (Energy filtered transmission elektron microscopy).....	89
4.4.2	EELS.....	90
4.4.3	EDXS .....	91
4.4.4	Auswertungsprocedere .....	92
4.4.5	Grafische Darstellung.....	93
4.4.6	Quantifizierung und Vergleich SG1 zu SG2 .....	94
4.4.7	FEG-SEM Untersuchungen .....	95
5.	Ergebnisse mechanische Eigenschaften .....	96
5.1	Härtemessungen .....	96
5.1.1	Härtemappings.....	97
5.2	Festigkeit - Zugversuche .....	99
5.3	Kerbschlagbiegeversuche .....	102
5.3.1	Grundwerkstoff.....	102
5.3.2	Wärmebehandlungen und Schweißgüter im Vergleich .....	104
5.3.3	Diskussion SG1 und SG2 .....	110
		10

5.4	Instrumentierter Kerbschlagbiegeversuch .....	112
5.4.1	Software .....	112
5.4.2	Auswertung .....	112
5.4.3	Diskussion.....	117
5.5	REM und EDX Analysen von Bruchflächen .....	117
5.5.1	Grundwerkstoff.....	117
5.5.2	Schweißgut 1 .....	119
5.5.3	Schweißgut 2 .....	121
5.6	Bruchmechanik.....	124
5.6.1	Vergleich der schlechtesten Bruchzähigkeitswerte .....	125
5.6.2	Vergleich der besten Bruchzähigkeitswerte .....	129
5.6.3	Diskussion.....	131
6.	Modellbildung und Simulation .....	134
6.1	Mikrostruktursimulation.....	134
6.1.1	Abschätzung des Gefüges .....	134
6.1.2	Abschätzung von physikalischen Eigenschaften mittels J-MatPro® .....	135
6.1.3	Gleichgewichtsrechnungen mittels MatCalc.....	136
6.1.4	Erstarrungssimulation .....	139
6.1.5	Ausscheidungskinetik.....	140
6.2	Festigkeit .....	146
6.2.1	Dehngrenze .....	146
6.2.2	Zeitstandfestigkeit .....	148
6.3	Zähigkeit.....	149
7.	Zusammenfassung.....	150
7.1	Mikrostruktur in Abhängigkeit von Nickelgehalt und Wärmebehandlung .....	150
7.2	Mechanische Eigenschaften in Abhängigkeit von Ni-Gehalt und Wärmebehandlung ..	151
7.3	Simulationen und Zusammenhang zw. Mikrostruktur und mech. Eigenschaften.....	151
8.	Ausblick.....	153
8.1	Festigkeitsbetrachtungen.....	153
8.2	Zähigkeitsbetrachtungen .....	153
9.	Literaturverzeichnis .....	155

## Anhang

# 1. Einleitung

Der weltweit steigende Energiebedarf erfordert auch in den nächsten Jahrzehnten Kraftwerke, welche mit fossilen Brennstoffen betrieben werden. In der Publikation „World Energy Outlook 2013“ von der International Energy Agency – IEA [1] ist unter anderem beschrieben, wie sich der Energiebedarf und der erwartete CO<sub>2</sub> Ausstoß in den nächsten 20 Jahren entwickeln wird. Im Wesentlichen zeigt der obere Graph von Abbildung 1-1 den Bedarf an Primärenergie in Megatonnen Öläquivalent und der untere, strichlierte Graph die resultierenden CO<sub>2</sub> Emissionen in Gigatonnen (rechte y-Achse).

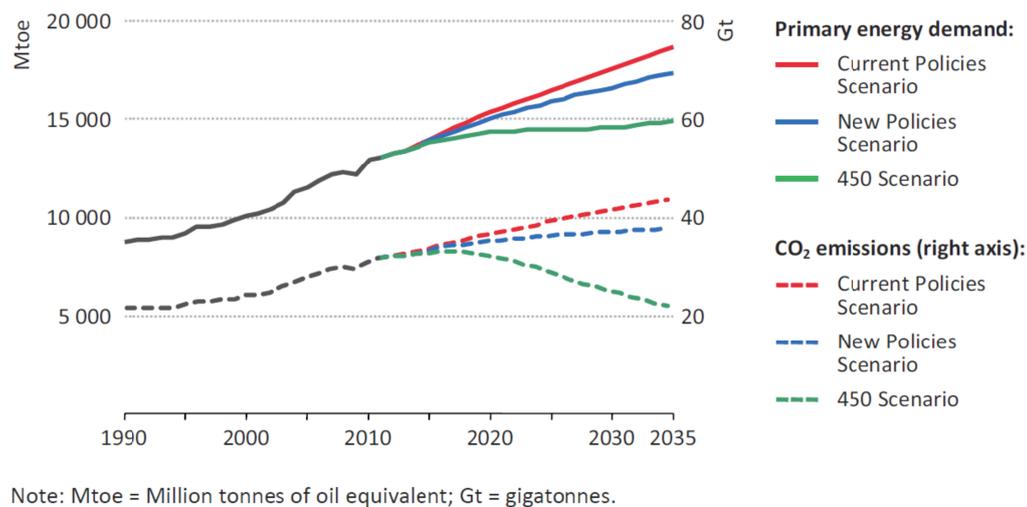
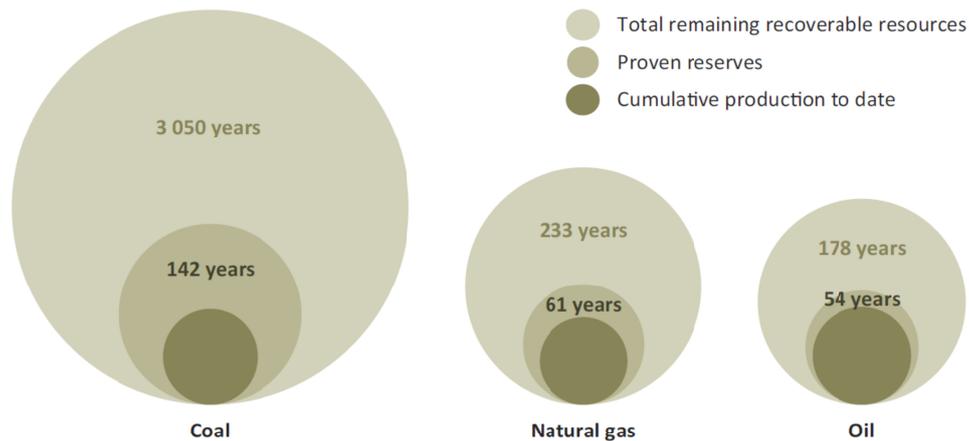


Abbildung 1-1: Weltweiter Bedarf an Primärenergie und vorhersehbarer Ausstoß von CO<sub>2</sub> bis zum Jahr 2035 gemäß drei verschiedener Szenarien [1] – Seite 57.

Drei Szenarien wurden skizziert. Im ersten Fall (Current Policies Scenario) bleibt alles, auch in den Gesetzgebungen weltweit, wie es im Jahr 2013 war, ein Anstieg des jährlichen CO<sub>2</sub> Ausstoßes bis zu etwa 45 Gt (Gigatonnen) wäre bis 2035 zu erwarten. Der zweite Fall (New Policies Scenario) wird vorhergesagt, falls sich entscheidende Randparameter wie Gesetzgebung, Technologien und Energiepreise ändern. Hier bliebe der jährlichen CO<sub>2</sub> Ausstoß knapp unter 40 Gt, für Details wird auf den IEA Bericht [1] verwiesen. Im dritten Fall (450 Scenario) würde sich der Energiebedarf etwa ab 2020 stabilisieren. Die Randparameter von Fall zwei und weitere Voraussetzungen würden den CO<sub>2</sub> Ausstoß bis zum Jahr 2035 auf etwa 20 Gt senken. Diese Voraussetzungen sind, dass weltweit alle Vereinbarungen, welche 2010 bei der United Nations Climate Change Conference in Mexico unterzeichnet wurden, eingehalten werden. Die Langzeitentwicklung der Treibhausgase sollte sich hierbei im Jahr 2100 bei maximal 450 ppm stabilisieren und die globale Klimaerwärmung sollte 2°C nicht übersteigen.

Auch Ressourcenknappheit bei fossilen Brennstoffen wird in den nächsten Jahrzehnten zum Thema. Hier veröffentlicht der zitierte Bericht der International Energy Agency, dass Öl- und Gasreserven in Zukunft knapp werden. Kohle sollte nach Einschätzung der IEA noch für etwa 3000 Jahre verfügbar sein, siehe Abbildung 1-2. Dies gilt bei einem weltweiten Verbrauch auf dem Jahresniveau von 2013.



Notes: All bubbles are expressed as a number of years of production based on estimated production in 2013. The size of the bubble for total remaining recoverable resources of coal is illustrative and is not proportional to the others. The figure specifies the status of reserves for coal as of end-2011, and gas and oil as of end-2012. Sources: BGR (2012); O&GJ (2012); USGS (2000, 2012a and 2012b); IEA estimates and analysis.

Abbildung 1-2. Fossile Energie-Ressourcen – mögliche Nutzung in Jahren [1] – Seite 72.

Die zwei wesentlichsten Punkte im Hinblick auf die Zukunft des weltweiten Energiebedarfs und der Klimaänderung sind zusammengefasst diese:

- Der Energiebedarf wird auch die nächsten Jahre noch steigen. Wenn auf fossile Energieträger zurückgegriffen werden muss, sollte dies ressourcentechnisch der Rohstoff Kohle sein.
- Um den Klimawandel hintanzuhalten ist es unumgänglich, CO<sub>2</sub> Ausstoß und Treibhausgase zu reduzieren, zumindest deren jährlicher Anstieg muss unterbunden werden.

Daraus resultiert die politische Diskussion: Wer kann den Entwicklungsländern aus zweiter und dritter Welt denn verbieten, ineffiziente Kraftwerke ohne Abgasreinigung zu betreiben? Klar ist, dass alle „industriell aktiven“ Länder, egal auf welchem Kontinent, bei Fragen des Klimaschutzes und der Emissionsminderung an einem Strang ziehen müssen. Dies geschieht offiziell bei den Klimaschutzkonferenzen, wo auch politische „Agreements“ unterzeichnet werden. Das Einverständnis und das Wissen um die Notwendigkeit von Emissionsminderungen müssen jedoch auf breiterer Ebene vorhanden sein. Dazu ist ein umfassendes technisches und werkstoffwissenschaftliches Know-How auf Ebene der Anlagenbauer- und -betreiber und auf Ebene der produzierenden Industrie kritischer Anlagenteile notwendig.

Eine Möglichkeit zur Reduktion des CO<sub>2</sub> Ausstoßes bietet die Effizienzsteigerung von thermischen Kraftwerken. Eine Effizienzsteigerung führt zu einer Reduktion von Schadstoffemissionen, wie Abbildung 1-3 illustriert. Zudem werden weniger Primärenergieträger also Ressourcen verbraucht. Ein höherer Wirkungsgrad kann durch eine Erhöhung der Parameter Dampfdruck und Betriebstemperatur erreicht werden. Dies erfordert jedoch den Einsatz von kriebeständigeren Werkstoffen und auch Schweißzusätzen.

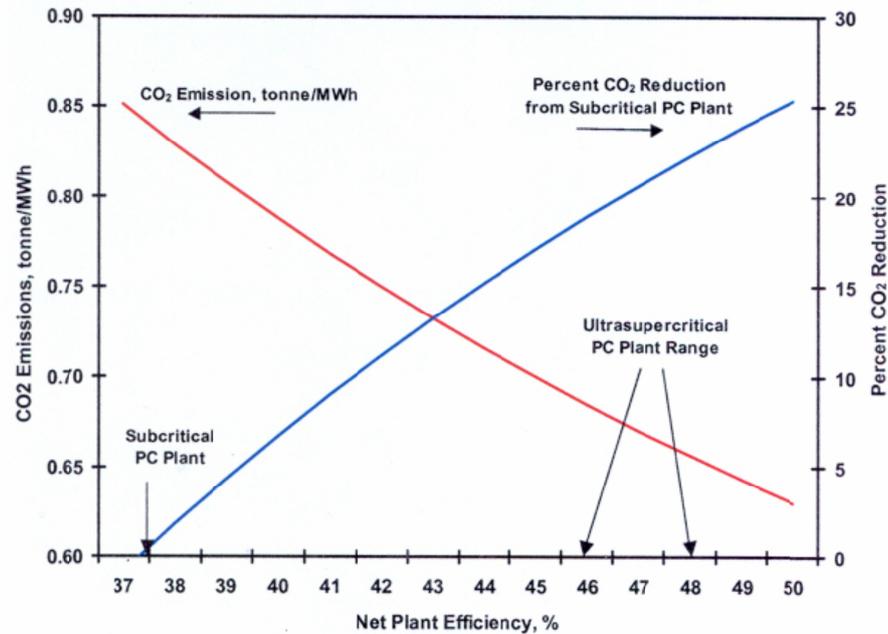


Abbildung 1-3: Reduktion von CO<sub>2</sub> Emissionen durch Erhöhung des Wirkungsgrades [2]

Der Gusswerkstoff CB2 (GX13CrMoCoVNbNB10-1-1), welcher beispielsweise für Mitteldruckkinnengehäuse von Dampfturbinen eingesetzt wird, erwies sich im Rahmen der europäischen COST-Projekte [3] als sehr aussichtsreicher und kriechbeständiger Werkstoff für Einsatztemperaturen bis 625°C.

Parallel zur Grundwerkstoffentwicklung wurde mit der Entwicklung von artgleichen Schweißzusätzen begonnen [4]. Von der voestalpine Böhler Welding Austria GmbH wurde im Rahmen des FFG Projektes KW50+ „Know-How- und Prozessentwicklung zur Herstellung von Komponenten aus neuen Werkstoffen für CO<sub>2</sub>-arme Dampfkraftwerke“, mit der FFG Projektnummer 831995, ein schlackeführender Fülldraht zur Fertigungsschweißung von Gussteilen entwickelt und schon in der Praxis eingesetzt. Die Eigenschaften des Schweißgutes bei Raumtemperatur entsprechen im Wesentlichen denen des Grundwerkstoffes. Dass das zu erforschende Schweißgut aus schlackeführendem Fülldraht gefertigt war, ist vor allem der Praxisrelevanz dieses Schweißzusatzes im industriellen Einsatz geschuldet.

Vorliegende Arbeit wurde im Rahmen des Projektes KW50+ verfasst, und das Gesamtprojekt wurde in Kooperation mit dem voestalpine Konzern abgewickelt. Die Untersuchungen für die Dissertation wurden in Zusammenarbeit mit der voestalpine Böhler Welding Austria GmbH und in deren Auftrag durchgeführt. Für das Dissertationsvorhaben mit einer Laufzeit von drei Jahren wurden artgleiche Verbindungsschweißungen mit zwei Fülldrahtvarianten mit unterschiedlichem Nickelgehalt angefertigt und untersucht.

## 1.1 Aufgabenstellung

Im Rahmen der Dissertation soll die Mikrostruktur des Schweißgutes aus einer CB2 Verbindungsschweißung erforscht und anschließend simuliert werden. Ausgangsbasis ist die chemische Analyse von zwei Schweißgutvariationen, welche sich im Nickelgehalt unterscheiden. Die dem Schweißprozess nachfolgende Wärmebehandlung hat einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften, deshalb sollen neben der Verwendung von zwei verschiedenen chemischen Analysen (Nickelvariation) noch zwei verschiedene Wärmebehandlungen durchgeführt werden. Daraus entsteht eine abzuarbeitende Versuchs- und Simulationsmatrix.

## 1.2 Zielsetzung

Anhand der Mikrostruktursimulationen sollen die mechanischen Eigenschaften modelliert bzw. abgeschätzt werden. Neben der Zugfestigkeit liegt hier der besondere Fokus auf der Zähigkeit. Hier werden sowohl Kerbschlagzähigkeit als auch Bruchzähigkeit untersucht. Im Hinblick auf die Eigenschaft Zeitstandfestigkeit werden die Temperaturbelastungen im Betrieb numerisch simuliert, die Kriechfestigkeit wird anhand von Mikrostruktursimulationen vergleichend abgeschätzt. Die Ergebnisse der Dissertation sollen die Entwicklungszeit für Schweißzusätze aus der Gruppe der 9% Chromstähle in Zukunft verkürzen.

Folgende Fragen stellten sich zu Beginn des Dissertationsvorhabens:

- 1) Inwiefern wird die Mikrostruktur von einer optimierten, chemischen Zusammensetzung<sup>1</sup> und von der Wärmebehandlung beeinflusst?
- 2) Wie verändern sich die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit von optimierter, chemischer Zusammensetzung und Wärmebehandlung?
- 3) Welcher Zusammenhang zwischen Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften ist aus den Untersuchungen und Simulationen ableitbar?

## 1.3 Praktische Durchführung

Für das Dissertationsprojekt wurden MAG (Metall Aktiv Gas) Schweißnähte aus CB2 Fülldraht gefertigt. Nach den Schweißversuchen erfolgten umfangreiche Untersuchungen der Verbindungsschweißungen. Ausgehend von zwei unterschiedlichen chemischen Analysen und zwei unterschiedlichen Wärmebehandlungen wurden die Gefüge untersucht, Härteprofile gemessen und mechanische Eigenschaften sowohl von der Schweißverbindung als auch vom Schweißgut ermittelt. Da der besondere Fokus auf der Mikrostruktur lag, wurden die Korngrößen von Grundwerkstoff, Wärmeeinflusszone und Schweißgut bestimmt.

Der Ausscheidungszustand in ausgewählten Bereichen des Schweißgutes wurde elektronenmikroskopisch untersucht. Der Parameter Versetzungsdichte konnte im vorliegenden Fall nur vergleichend über Röntgenmethoden und nicht absolut bestimmt werden.

---

<sup>1</sup> Die optimierte, chemische Zusammensetzung bezieht sich auf den Nickelgehalt.

Eine eingehende Literaturstudie soll zu brauchbaren Ansätzen für die Modellierung von Festigkeit und Zähigkeit als Funktion der Mikrostruktur führen. Mit der Literaturarbeit zu Beginn des Projektes wurden die generellen und neueren Erkenntnisse auf dem Gebiet der 9–12% Chromstähle überblicksmäßig aufbereitet. Auch im Bereich Modellierung der mechanischen Eigenschaften, gibt es eine Reihe von Veröffentlichungen welche teilweise in vorliegende Arbeit eingeflossen sind.

In weiterer Folge wurde die Mikrostruktur mittels der Software MatCalc [5] simuliert. Vor allem die Ausscheidungen und die Entwicklung des Ausscheidungszustandes charakterisieren die mechanischen Eigenschaften der kriechbeständigen Stähle. Die erzielten Simulationsergebnisse wurden mit den experimentellen Befunden verglichen. Weil Ausscheidungen in dieser Stahlgruppe die Festigkeit wesentlich mitbestimmen, wurden Zugfestigkeit und Kriechfestigkeit über die Ausscheidungssimulationen abgeschätzt.

Auch in Bezug auf die Zähigkeit spielen Ausscheidungen eine Rolle, da sowohl Versetzungsbewegungen als auch Grenzflächenenergien vom Ausscheidungsverhalten beeinflusst werden. Die Grenzflächenenergien und Versetzungen bzw. Versetzungsbewegungen sind die wesentlichsten Einflussparameter auf die Zähigkeit eines Materials.



Die 2,25% Cr Werkstoffe besitzen eine bainitische Mikrostruktur und werden in einem Temperaturbereich bis max. 550 °C eingesetzt, in vorliegender Arbeit wird nicht weiter auf diese Stahlgruppe eingegangen, ebenso werden hier die 12% Cr Stähle nicht im Detail betrachtet. Die vorliegende Arbeit legt den Fokus auf den Bor legierten 9% Cr Stahl CB2, in Abbildung 2-1 blau markiert.

## 2.1.2 Entwicklung der 9-12% Cr Stähle

Die Gruppe der 9-12% Cr Stähle wurde vor allem im Rahmen der europäischen COST Programme (Abkürzung für *Coopération européenne dans le domaine de la recherche scientifique et technique*; zu Deutsch: *Europäische Zusammenarbeit auf dem Gebiet der Wissenschaft und Technologie*) weiterentwickelt. Während der letzten 30 Jahre wurde diese Stahlgruppe auch am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik (IWS)<sup>2</sup> intensiv erforscht und dokumentiert [8]. Diese Stähle vereinen hohe Kriechfestigkeit und Oxidationsbeständigkeit mit verhältnismäßig niedrigen Preisen und werden seit den 1960er Jahren im Kraftwerksbau eingesetzt [9].

Im Programm COST 501 [10,11] wurden ursprünglich fünf Gruppen von 9-12% CrMoVNb Stählen untersucht:

- 1) Stahlgruppe A mit Stickstoffgehalten bis zu 0,22 Gew. %.
- 2) Stahlgruppe B mit Borgehalten bis zu 100 ppm.
- 3) Stahlgruppe D mit Wolframgehalten bis zu 2 Gew. %.
- 4) Stahlgruppe E mit Wolfram bis zu 0,5-1 Gew. % und Molybdän bis 1 Gew. %.
- 5) Stahlgruppe F mit Molybdängehalten von 1,1-1,9 Gew. %.

Die Entwicklungen führten zu Großschmelzen von Legierungen der Gruppen **B** (9,3Cr 1,5Mo 0,1Ni 0,27V 0,06Nb 0,01B 0,18C), **E** (10Cr 1Mo 1W 0,7Ni 0,2V 0,06Nb 0,12C 0,05N) und **F** (10Cr 1,5Mo 0,6Ni 0,2V 0,06Nb 0,12C 0,05N) mit Chargengewichten bis 45 Tonnen [12].

Im Rahmen der Programme COST 501 bis COST 536 [3] wurden in zwei Phasen elf verschiedene Testschmelzen von 9-12% Chromstählen mit variierenden Chrom-, Kobalt-, Mangan-, Wolfram-, Molybdän-, Niob-, und Boranteilen gegossen, untersucht und vor allem in Bezug auf die Kriechigenschaften verglichen.

In der mit Bor legierten Stahlgruppe **B** zeigte sich die Schmelze CB2 dabei als vielversprechendste Zusammensetzung. Der Buchstabe **C** steht dabei für *cast* und bezieht sich auf den Gusswerkstoff. Diese Legierung verzichtet gänzlich auf Wolfram und hat einen Kobaltanteil von etwa einem Gew% [13].

Tabelle 2-1 zeigt eine Auflistung von chemischen Zusammensetzungen von Gusswerkstoffen der Bor-legierten COST-Stähle. Diese Zusammenstellung stammt aus der Dissertation Sonderegger [14], in welcher der Werkstoff CB8 genau analysiert wurde. Die Charakterisierung von Ausscheidungen vor und nach einer Wärmebehandlung war Ziel von Sonderegger's Untersuchungen.

Zahlreiche andere Dissertationen am Institut haben sich mit den hochwarmfesten COST Stählen beschäftigt, so zum Beispiel die Dissertation Schaffernak [15] in welcher die 9-12% Cr Stähle mittels thermodynamischer Modellrechnung charakterisiert werden und die Dissertation Hofer [16], in welcher umfangreiche mikrostrukturelle Analysen am Beispiel des E911 durchgeführt wurden.

<sup>2</sup> Umbenennung 2017 in Institut für Werkstoffkunde, Fügetechnik und Umformtechnik (IMAT).

Tabelle 2-1: Gussvarianten des COST 522 Programms, Angaben in wt% [15]. Hervorgehoben sind die im Projekt untersuchte Gussvariante CB2 und die Gussvariante CB8, die in der Dissertation Sonderegger analysiert wurde.

	C	Mn	Cr	Ni	Mo	V	Nb	Co	W	B	N	Si	P	S	Al	Ti
<b>CB2</b>	0,12	0,88	9,2	0,17	1,49	0,21	0,06	0,98	-	0,011	0,02	0,2	0,012	0,005	0,009	0,002
CB5	0,129	0,21	10,15	0,15	1,45	0,2	0,059	2,98	-	0,011	0,032	0,3	0,009	0,007	0,025	0,001
CB6	0,13	0,2	10,89	0,15	1,44	0,2	0,061	2,95	-	0,011	0,023	0,25	0,008	0,007	0,024	0,001
<b>CB8</b>	0,17	0,2	10,86	0,15	1,42	0,21	0,061	2,94	-	0,011	0,024	0,27	0,009	0,006	0,026	0,001
CB9	0,17	0,2	10,9	0,16	1,47	0,2	0,06	5,91	-	0,011	0,021	0,27	0,009	0,007	0,029	0,001
CB10	0,13	0,25	10,24	0,16	0,91	0,22	0,058	3,14	0,41	0,008	0,023	0,24	0,012	0,006	0,018	0,003
CB11	0,17	0,17	10,71	0,2	0,84	0,22	0,054	2,85	0,38	0,012	0,031	0,11	0,012	0,005	0,017	0,003

In den Dissertationen von Weinert [17] und von Dimmler [18] wird die Kriech- bzw. Zeitstandfestigkeit von hochwarmfesten Stählen modelliert und charakterisiert, in der Dissertation von Rajek [19] wird die Ausscheidungskinetik eines CB8 simuliert. Die Mikrostrukturentwicklung in der Wärmeeinflusszone von Wolfram- und Bor-haltigen 9% Cr Stählen wird in der Dissertation Mayr [20] aufgezeigt, und in der Dissertation Letofsky [13] wird das Verhalten von Schweißverbindungen dieser Kraftwerkstähle untersucht. Diese Aufzählung von Dissertationen ist nicht vollständig, sondern nur beispielhaft; zusätzlich sind noch zahlreiche Diplomarbeiten zu diesem Themenkreis am Institut ausgearbeitet worden.

## 2.2 Gefüge von 9-12% Cr Stählen

Das Gefüge der Stahlgruppe der hochwarmfesten 9-12% Cr Stähle ist vollmartensitisch, besteht also nach der üblichen Wärmebehandlung vollständig aus hoch angelassenem Martensit. Die Umwandlung des Gefüges, die daraus resultierenden Korngrößen und entstehende Ausscheidungen sind bei Werkstoffen auf Eisenbasis entscheidend für sämtliche physikalische und mechanische Eigenschaften. Das entstehende Gefüge hängt zum einen vom Produktionsprozess (Abkühlgeschwindigkeit) und zum anderen von den Legierungselementen ab. Da die Legierungstypen der betrachteten Stahlgruppe sehr umwandlungsträge sind, wandeln sie schon bei freier Luftabkühlung oder gar Ofenabkühlung in Martensit um [16].

Eine Möglichkeit, das Gefüge anhand der chemischen Zusammensetzung abzuschätzen, sind Gefügediagramme, bei welchen das Nickel-Äquivalent (Austenitbildner) und das Chrom-Äquivalent (Ferritbildner) gegeneinander aufgetragen werden. Bei einem Diagramm nach Schäffler [21] kann man die jeweils auftretenden Gefügeanteile an Martensit, Austenit und Ferrit ablesen.

Anhand ihrer Zusammensetzung lassen sich Stähle und Schweißgüter als Punkte im Diagramm einzeichnen, danach ist feststellbar, welches Gefüge in den Werkstoffen zu erwarten ist. Weiters können auch zu erwartende Probleme, wie Heißrisse, Kaltrisse, Kornwachstum und Sigma-Versprödung nach Bystram [22] abgeschätzt werden, dies ist in Abbildung 2-2 dargestellt.

Die Grenzlinien nach Bystram lassen in der Mitte einen kleinen s-förmigen Bereich frei, in welchem das Schweißgut unempfindlich ist. Jedoch sind diese Grenzlinien nur als ungefähre Hinweis zu verstehen, bei Zulegierung anderer Elemente verschieben sich diese Grenzen.

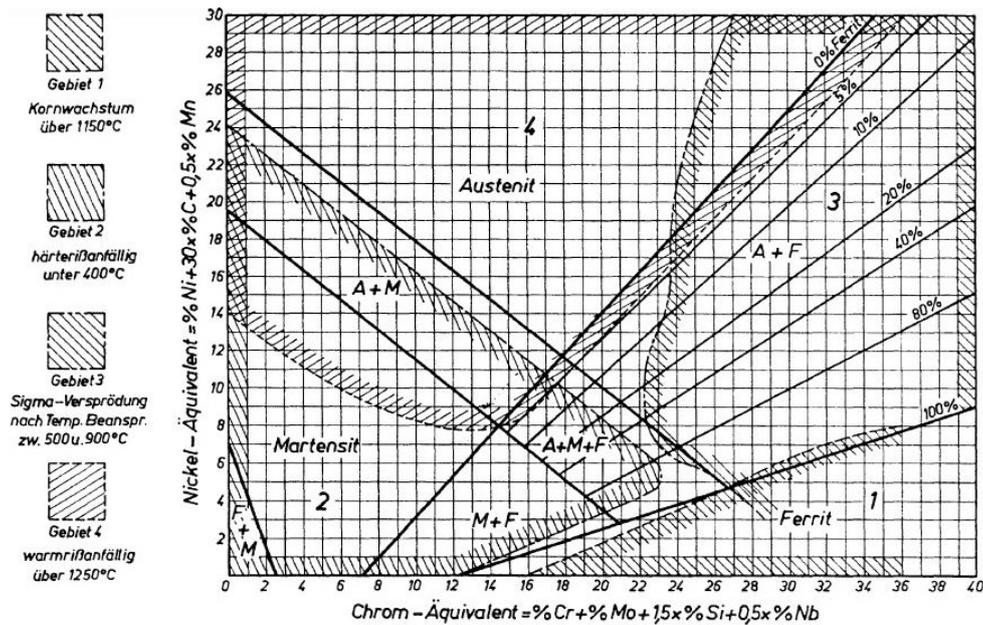


Abbildung 2-2: Gefügediagramm nach Schöffler, zusätzlich Grenzlinien für die Gefährdung des Schweißgutes durch Kornwachstum (Gebiet 1), Kaltbrissanfälligkeit (Gebiet 2),  $\sigma$ -Versprödung bei Wärmebehandlung (Gebiet 3) und Heißbrissanfälligkeit (Gebiet 4) [23].

Für stickstoffhaltige Stähle [24] wurde das Schöffler Diagramm modifiziert und um N erweitert. Für höhere Chrom und Nickelgehalte im Bereich der austenitischen Stähle waren die Ferritangaben aus dem Schöffler Diagramm zu wenig genau, hier wurde von De-Long [25] ein eigenes Diagramm mit Ferritnummern geschaffen.

Ein in der Schweißtechnik häufig angewendetes und sehr bekanntes Modell ist das von Schneider [26] modifizierte Schöffler-Schneider Diagramm. Gefügediagramme werden vor allem auch in der Schweißtechnik als schnelle Methode für eine erste Vorhersage der Gefügematrix verwendet. Die Bildung von  $\delta$ -Ferrit, welcher sich in den Werkstoffen sehr nachteilig verhält (Zeitstandfestigkeit und Zähigkeit), kann ebenfalls mit Hilfe von solchen Diagrammen abgeschätzt werden.

In einer Veröffentlichung von Oñoro [27] findet sich der Vergleich zwischen einem E911 Grundwerkstoff und 16 verschiedenen, artgleichen Schweißzusätzen mit Chromanteilen von 8,4 bis 12,1%. Von jedem Werkstoff wurden Chrom und Nickel Äquivalente mit verschiedenen Formeln (siehe Tabelle 2-2) errechnet und daraus die Ferritanteile abgeschätzt. Mittels Metallografie wurde  $\delta$ -Ferrit in allen Werkstoffen gemessen. Durch die hohe Wärmeeinbringung während des Schweißprozesses bis zur Schmelze ist die Wahrscheinlichkeit für die Ausbildung von  $\delta$ -Ferrit im Bereich der Fusionsgrenzen recht hoch. Bis zu einem Chromanteil von 9% oder einem Chromäquivalent nach Schneider von 13,5 wurde in der Veröffentlichung kein bzw. kaum  $\delta$ -Ferrit nachgewiesen. Bei darüber liegenden Werten wurden mit steigendem Chromgehalt auch steigende  $\delta$ -Ferrit Werte registriert, bei etwa 12% Cr waren dies bis zu 10% Ferritgehalt [27]. Tabelle 2-2 zeigt verschiedene, empirische Formeln zur Ermittlung von Chrom- und Nickeläquivalenten.

Die letzte Zeile aus Tabelle 2-2 stammt aus einer Veröffentlichung von Ryu [28] wo ebenfalls verschiedene Formeln für Chrom- und Nickeläquivalente für insgesamt 29 verschiedene Legierungsvarianten angewendet und verglichen werden.

Tabelle 2-2: Modelle zur Gefüge- und  $\delta$ -Ferritabschätzung von Chromstählen; Bestimmung des Cr Äquivalents durch Addition der Ferritbildner; das Ni Äquivalent errechnet sich aus Austenitbildnern.

Benennung	Formeln Chrom- und Nickeläquivalente [%]	Literatur
Schäffler	$Cr_{eq} = Cr + 1,5Si + Mo + 0,5Nb + 2Ti$ $Ni_{eq} = Ni + 0,5Mn + 30C$	[29] in [21]
Schäffler mod. Oñoro	$Cr_{eq} = Cr + 1,5Si + Mo + 5V + 0,5Nb + 0,75W$ $Ni_{eq} = Ni + 0,5Mn + 30C + 30N + 0,3Cu + Co$	[27]
DeLong	$Cr_{eq} = Cr + 1,5Si + Mo + 0,5Nb$ $Ni_{eq} = Ni + 0,5Mn + 30C + 30N$	[30] in [25]
Schneider	$Cr_{eq} = Cr + 2Si + 1,5Mo + 5V + 1,75Nb + 0,75W$ $Ni_{eq} = Ni + 0,5Mn + 30C + 25N + 0,3Cu$	[26] in [27]
Newhouse	$Cr_{eq} = Cr + 6Si + 4Mo + 11V + 5Nb + 1,5W$ $Ni_{eq} = 2Mn + 4Ni + 40C + 30N + 2Cu$	[31] in [27]
Kaltenhauser	$Cr_{eq} = Cr + 6Si + 4Mo + 8Ti + 2Al + 4Nb$ $Ni_{eq} = 2Mn + 4Ni + 40(N + C)$	[32] in [27]
Coudreuse	$Cr_{eq} = Cr + 6Si + 4Mo + 1,5W + 11V + 5Nb + 12Al + 8Ti$ $Ni_{eq} = 4Ni + 2Mn + 2Co + Cu + 40C + 30N$	[33] in [13]
Ryu	$Cr_{eq} = Cr + 0,8Si + 2Mo + 1W + 4V + 2Nb + 1,7Al + 60B + 2Ti + Ta$ $Ni_{eq} = 2Ni + 0,4Mn + 0,6Co + 0,6Cu + 20C + 20N$	[28]

In einer Veröffentlichung zu Schweißgütern aus 9–12% Cr Stählen fasst Oñoro zusammen [34],

1. dass eine Reduktion der ferritbildenden Elemente ein voll martensitisches Gefüge, ohne  $\delta$ -Ferrit, begünstigt,
2. dass die Substitution von W durch Mo ebenfalls die Bildung von  $\delta$ -Ferrit unterbindet und
3. dass Co als Austenitbildner empfohlen wird. Kobalt verbessert die Kriechfestigkeit und die Zähigkeit.

In der Dissertation von Letofsky [13] wird die Formel von Coudreuse [33] zur Berechnung des  $Cr_{eq}$  (Chromäquivalents) verwendet. Hier konnte  $\delta$ -Ferrit im Schweißgut bereits bei einem relativ niedrigen  $Cr_{eq}$  von 6,5 festgestellt werden. Allerdings werden in der Formel von Coudreuse für jedes Element vergleichsweise hohe Multiplikatoren verwendet, deshalb ergeben sich schon bei geringen Legierungsvariationen große Unterschiede im Chromäquivalent.

Die Bildung von  $\delta$ -Ferrit in Abhängigkeit von Wolfram wird in Letofsky's Arbeit diskutiert, es wird festgestellt, dass der Wolframanteil im Schweißgut mehr Einfluss auf die  $\delta$ -Ferritbildung hat als im Grundwerkstoff. Ab etwa 2% Wolfram steigt der Anteil von  $\delta$ -Ferrit im Schweißgut stark an (von unter 10% bis auf 45% bei 2,5 wt% W), auch beim Grundwerkstoff kommt es zu einem Anstieg, hier ist der  $\delta$ -Ferrit-Anteil bei etwa 20% bei 2,5% W [35].

Nach Ryu [28] werden die  $Cr_{eq}$  Werte (errechnet aus Chromäquivalent abzüglich Nickeläquivalent) mit den gemessenen  $\delta$ -Ferrit Anteilen korreliert. Ergebnis einer konservativen Abschätzung ist, dass bei einem  $Cr_{eq} < 10$ , mit der Formel von Ryu, kein  $\delta$ -Ferrit zu erwarten ist. Diese Formel ist auf 9-12% Chromstähle abgestimmt und beinhaltet insbesondere auch Bor und Tantal als Ferritbildner.

Für die  $\delta$ -Ferrit Abschätzung für ein  $Cr_{eq} > 10$  werden in der Veröffentlichung folgende Formeln aus Regressionsanalysen angeboten:

$$\delta\text{-Ferrit} = 340,43 - 71,75 \cdot Cr_{eq} - 3,77 \cdot (Cr_{eq})^2 \quad \text{für } Cr_{eq} \text{ zw. } 10 \text{ u. } 12 \quad \text{Formel 1}$$

$$\delta\text{-Ferrit} = -146,32 + 13,94 \cdot Cr_{eq} \quad \text{für } Cr_{eq} > 12 \quad \text{Formel 2}$$

Die Genauigkeit dieser Formel liegt in der Veröffentlichung von Ryu bei  $\pm 8\%$ .

## 2.2.1 Umwandlungsverhalten

Das Eisen-Kohlenstoffdiagramm gibt die bei den jeweiligen Temperaturen miteinander im Gleichgewicht stehenden Gefügebestandteile an. Durch Zulegieren von weiteren Elementen verändert sich das Gleichgewichts-Phasendiagramm nicht wesentlich, es kommen nur einige Ausscheidungsphasen hinzu.

In Abbildung 2-3 ist das Gleichgewichtsphasendiagramm des Grundwerkstoffes CB8, aus der Dissertation Sonderegger [14] und aus der Dissertation Rajek [19] dargestellt. Eine Vielzahl von Ausscheidungsphasen können über das Programm MatCalc errechnet werden, die chemische Zusammensetzung des CB8 ist in Tabelle 2-1 auf Seite 19 aufgelistet.

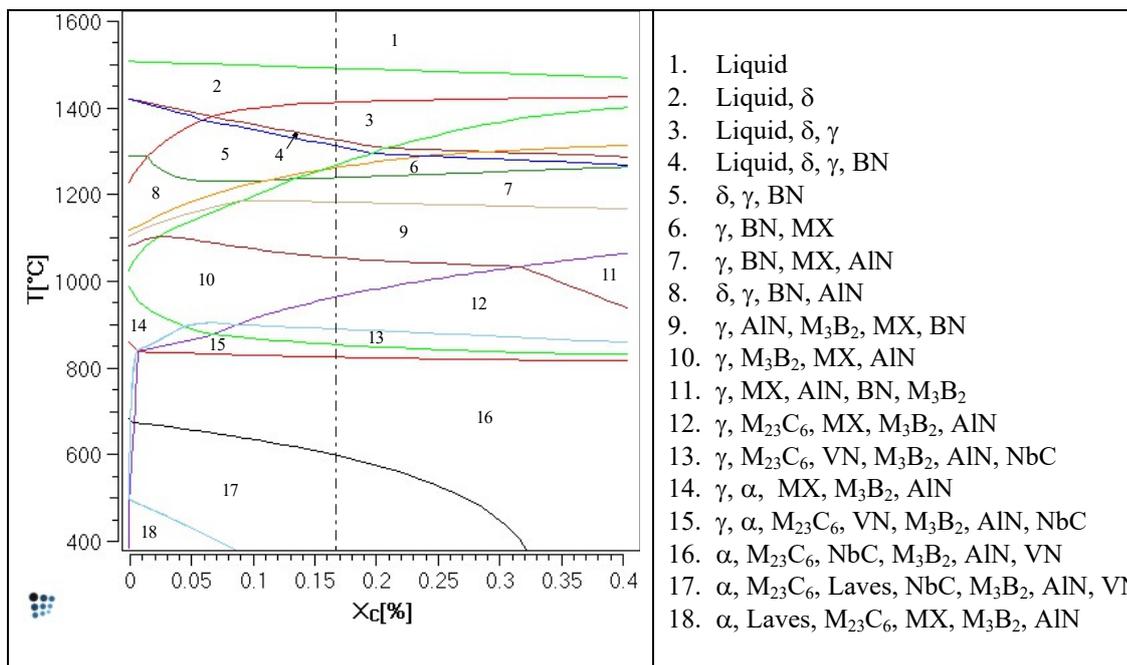


Abbildung 2-3: Gleichgewichtsphasendiagramm CB8, berechnet mit MatCalc (Datenbank: Fe-data), Kohlenstoffgehalt von 0 bis 0,4 %; Markierungslinie bei C Gehalt des CB8 [14, 19].

Das Umwandlungsverhalten in Abhängigkeit von Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeiten kann jedoch nicht aus Gleichgewichtsphasendiagrammen abgelesen werden, hierzu sind ZTU (Zeit-Temperatur-Umwandlungs-) Diagramme nötig, die mithilfe von Dilatometerversuchen ermittelt werden. ZTU Diagramme können als kontinuierliche oder als isotherme Schaubilder ausgeführt werden.

In der Aufheizphase erfolgt zunächst die  $\alpha$ - $\gamma$ -Umwandlung am  $A_{c1}$  Punkt (Arrêt-chauffage = Haltepunkt bei Aufheizen). Bei legierten Stählen spaltet sich dieser Punkt auf und wird mit  $A_{c1}$  und  $A_{c3}$  bezeichnet, bei hochlegierten Stählen findet man auch die Bezeichnungen  $A_{c1b}$  (Beginn) und  $A_{c1e}$  (Ende).

Nach Erreichen der Austenitisierungstemperatur werden beim Abkühlen die Martensitstarttemperatur ( $M_s$ ) und die Temperatur bei vollständiger Martensitbildung  $M_f$  (fin) bestimmt [36].

Die Abkühlgeschwindigkeit hat bei niedriglegierten Stählen einen sehr großen Einfluss auf das entstehende Gefüge. Je nach Abkühlrate entstehen in C-Stählen Ferrit (F) und die Zwischenstufengefüge Perlit (P) und Bainit (B). Soll ein sehr homogenes Gefüge entstehen, das beispielsweise nur aus Perlit oder Bainit besteht, ist ein isothermer Abkühlvorgang notwendig. Das heißt, dass eine möglichst rasche Abkühlung auf die gewünschte Gefügestufe mit gleichmäßigem Halten bis zur vollständigen Umwandlung erforderlich ist. In Abbildung 2-4 ist der Zusammenhang zwischen dem Eisen-Kohlenstoffdiagramm (links) und dem isothermen ZTU Schaubild (rechts) dargestellt. Das Umwandelungsgeschehen stimmt nur in den  $A_{c1}$  und  $A_{c3}$  Punkten überein, bei Unterkühlung entstehen „Nicht-Gleichgewichtsgefüge“ (Perlit, Bainit und Martensit) welche im Eisen-Kohlenstoffdiagramm nicht vorkommen. Die Linien im isothermen ZTU zeigen einen typischen C-förmigen Verlauf, die sogenannte „Nase“.

Bei großer Unterkühlung ist die Beweglichkeit der Kohlenstoffatome stark behindert was zu einer langen Anlaufzeit (Inkubationszeit) führt, während eine große Unterkühlung selber zu einer geringen Inkubationszeit führen würde. Diese beiden gegensätzlichen Einflüsse während der Unterkühlung führen zur Ausprägung der „Nase“. [37]

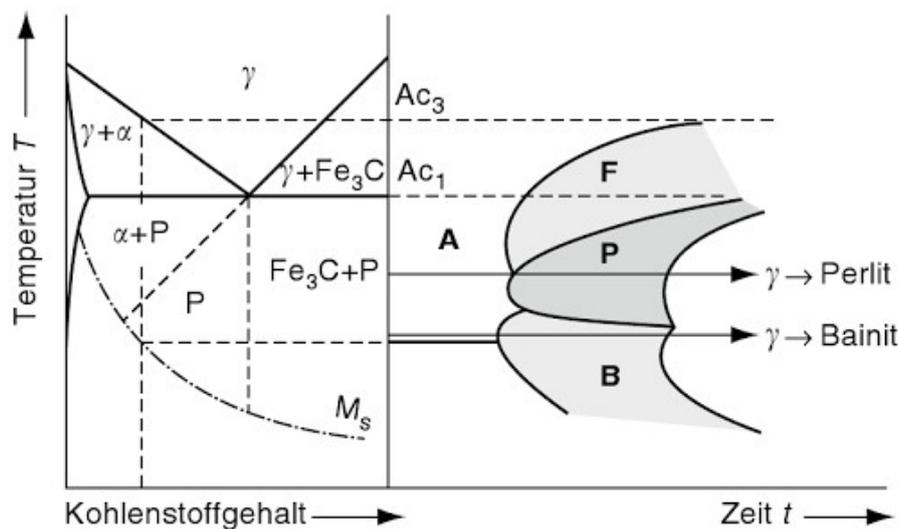


Abbildung 2-4: Zusammenhang zwischen Eisen-Kohlenstoffdiagramm und isothermen ZTU Diagramm [37].

Bei Schweißgütern werden anstatt der ZTU Diagramme (Schweiß-) SZTU Diagramme angefertigt, weil beim Schweißprozess andere Temperaturverläufe berücksichtigt werden müssen.

Die erste Spitzentemperatur bei Mehrlagenschweißungen beträgt um die  $1300^{\circ}\text{C}$ , im Gegensatz zu einer Austenitisierungstemperatur von etwa  $1100^{\circ}\text{C}$ . Außerdem sind Aufheiz- und Abkühlraten meist wesentlich höher als bei der eigentlichen Stahlproduktion. Da beim Schweißen die Austenitierungsdauer bei wenigen Sekunden anstatt einiger Stunden liegt, ist auch die Homogenität, das heißt die gleichmäßige Verteilung der Legierungselemente verringert [13].

Abbildung 2-5 (links) zeigt ein SZTU Diagramm eines Schweißgutes aus der Gruppe der 9% Cr Stähle, aus der Dissertation Letofsky [13].

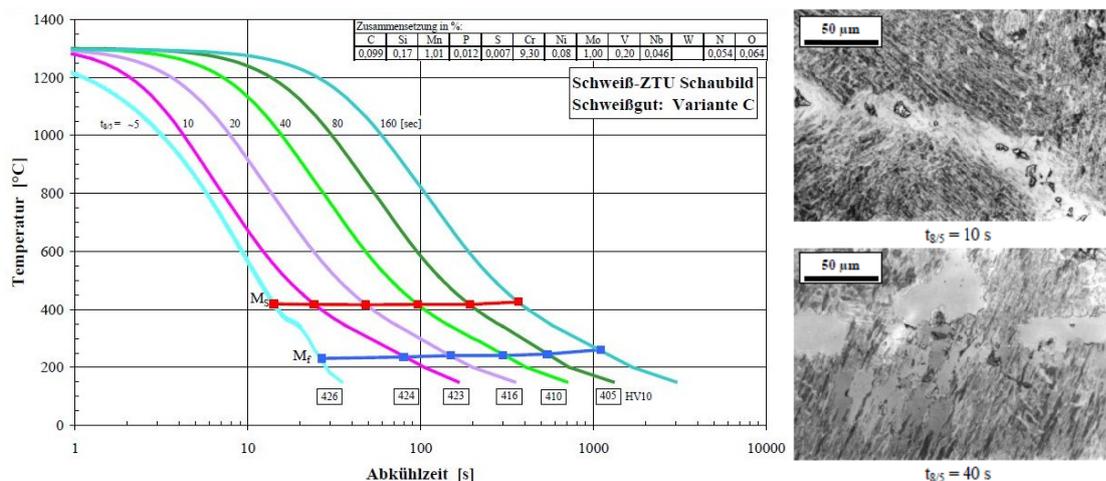


Abbildung 2-5: (li.) Schweiß-ZTU Diagramm des Stahlgusses CB2A bei  $t_{8/5}$  Zeiten von 5 bis 160 s; (re.) Mikrogefüge des Schweißgutes (Ätzung: LBIII) im Zustand ‚as welded‘ nach zwei unterschiedlichen  $t_{8/5}$  Zeiten [13].

Die Spitztemperatur liegt hier bei 1300°C mit Ausnahme der Probe mit einer  $t_{8/5}$  Zeit von 5s, hier wurde die Dilatometer Probe nur bis 1200°C erwärmt. In der Abbildung rechts sind Gefügebilder der Dilatometer Proben nach zwei unterschiedlichen  $t_{8/5}$  Zeiten [13] im „as welded“ Zustand aus der Schweißgutdecklage dargestellt. Die lichtmikroskopische Betrachtung zeigt eine martensitische Gefügestruktur. Mit höherer Wärmeeinbringung und damit zunehmender  $t_{8/5}$  Zeit kommt es zu einer Vergrößerung der Kornstruktur. Das wird auch durch die abnehmende Härte von 468 bis 413HV10 bei einer  $t_{8/5}$  Zeit von 160s widerspiegelt. Die höhere Wärmeeinbringung führt auch zu  $\delta$ -Ferrit Bildung an den Korngrenzen.

## 2.2.2 Mikrostrukturmodellierung

Die Abschätzung von Gefüge und von  $\delta$ -Ferritanteilen über Bestimmung von Chrom- und Nickeläquivalenten ist bereits ein erster, empirischer Schritt in Richtung Mikrostrukturmodellierung.

Umwandlungstemperaturen sind experimentell über Dilatometerversuche zu bestimmen, jedoch gibt es auch hier eine Reihe von empirischen Abschätzungsformeln, welche in der Vergangenheit breite Anwendung fanden. Im Bereich der  $\alpha$ - $\gamma$  (Ferrit – Austenit) Umwandlung also zur Bestimmung der  $A_{c1}$  und  $A_{c3}$  Temperaturen kann auf physikalische Zusammenhänge, zurückgegriffen werden.

Die Anwendung von thermodynamischen Gleichgewichtsrechnungen stellt die Modellierung auf physikalischen Boden und kann auch für erste Abschätzungen von Umwandlungstemperaturen verwendet werden.

Jedoch kann hier nur zwischen kfz (kubisch flächenzentrierten = austenitischen) und krz (kubisch raumzentrierten = ferritischen) Gefügeanteilen unterschieden werden. Das heißt es gibt prinzipiell keine Unterscheidung zwischen  $\delta$ -Ferrit,  $\alpha$ -Ferrit, Martensit und Zwischenstufengefüge wie Bainit.

Auch für diffusionslose Umwandlung, die bei der Bildung von Martensit oder Zwischenstufengefüge (Bainitgefüge) stattfindet, gibt es Modelle zur Ermittlung des Phasenanteils. Hier ist allen voran das Modell von Koistinen-Marburger [38] zu nennen. Dieses geht von einem linearen Verhältnis zwischen Martensitanteil und Unterkühlung aus [39].

$$f = f^{max} [1 - e^{(-n(M_s - T))}] \quad \text{Formel 3}$$

Der gebildete Martensitanteil  $f$  berechnet sich aus dem maximal möglichen Anteil  $f^{max}$ , der Konstanten  $n$  und der Temperaturdifferenz von Martensitstarttemperatur  $M_s$  und vorliegender Temperatur  $T$ . Die Konstante  $n$  stellt in diesem Zusammenhang die Umwandlungsrate dar und ist von der chemischen Zusammensetzung, insbesondere vom Kohlenstoffgehalt abhängig, jedoch von der Temperatur unabhängig. Meist wird  $n$  mit dem Wert von 0,011 gewählt [40].

Martensitumwandlung und Martensitstarttemperatur werden auch von der Austenitkorngröße beeinflusst [41]. Die Autoren dieser Veröffentlichung, Yang und Bhadeshia, entwickelten ein Modell in welchem sie die Martensitstarttemperatur als Funktion der Austenitkorngröße abschätzen. Basis dafür war das Modell der geometrischen Verteilung von Fischer et. al. [42]. Ein Austenitkorn bzw. das Volumen eines Austenitkorns  $V_V$  ist unterteilt in eine Anzahl von Martensitlatten pro Volumeneinheit  $N_V$ ,  $f$  ist der gebildete Martensitanteil und  $m$  ist hier ein Formfaktor für Martensitlatten (0,05 in [43])

$$N_V = \frac{1}{V_V} \left[ e^{-\frac{\ln(1-f)}{m}} - 1 \right] \quad \text{Formel 4}$$

$N_V$  kann auch mithilfe einer abgewandelten Koistinen-Marburger Gleichung dargestellt werden, die Parameter sind bei Formel 3 erklärt. Anstatt einer Konstanten  $n$  werden hier zwei Fitparameter,  $a$  und  $b$  verwendet.

$$N_V = a [e^{(b(M_s - T))} - 1] \quad \text{Formel 5}$$

Werden die Formeln 4 und 5 zusammengefügt und nach der Martensitstarttemperatur  $M_s$  aufgelöst kommen Yang und Bhadeshia [41] zu folgender Gleichung:

$$M_s - T = \frac{1}{b} \ln \left\{ \frac{1}{aV_V} \left[ e^{-\frac{\ln(1-f)}{m}} - 1 \right] + 1 \right\} \quad \text{Formel 6}$$

Es wird angenommen, dass der Martensit-Volumenanteil zu Beginn der Umwandlung proportional zum Volumen der Austenitkorngröße ist. Vereinfacht gesagt führt ein größeres Austenitkorn zu einer höheren Martensitstarttemperatur.

Zur Bestimmung der Martensitstarttemperatur kann man sich auch empirischer Formeln bedienen, diese sind meist auf einzelne Legierungsgruppen spezialisiert. Eine bewährte Formel auf Basis der niedrig legierten Stähle stammt von Steven und Haynes [44]:

$$M_s = 561^\circ\text{C} - 474^\circ\text{C} \cdot (17\text{Cr} + 33\text{Mn} + 17\text{Ni} + 21\text{Mo}) \quad \text{Formel 7}$$

Diese Formel wurde von Schirra und Finke [36] an die Gruppe der 8-14% Cr Stähle angepasst:

$$M_s = 635^\circ\text{C} - 474 [C + 0,86(N - 0,15(Nb + Zr)) - 0,66(Ta + Hf)] - [17\text{Cr} + 33\text{Mn} + 21\text{Mo} + 17\text{Ni} + 39\text{V} + 11\text{W}] \quad \text{Formel 8}$$

Die jeweiligen Legierungselemente sind in Massenprozent einzusetzen. An den Multiplikationsfaktoren kann man große Unterschiede des Einflusses der Legierungselemente auf die Martensitstarttemperatur erkennen.

Eine weitere, passende Formel, die auch Kobalt enthält, wurde aus der Dissertation von Aghajani [45] entnommen:

$$M_s = 550^\circ\text{C} - 450\text{C} - 33\text{Mn} - 20\text{Cr} - 17\text{Ni} - 10\text{W} - 20\text{V} - 10\text{Cu} - 11\text{Nb} - 11\text{Si} + 15\text{Co} \quad \text{Formel 9}$$

Der Kohlenstoffanteil beeinflusst die Martensitstarttemperatur am meisten. Die Tendenz, dass die Martensitstarttemperatur mit sinkendem Kohlenstoffgehalt höher wird, wurde auch durch eigene Dilatometerversuche bestätigt, siehe Kapitel 4.2. Die Kohlenstoffatome sorgen nach Bain [46] nicht nur für eine Gitterverzerrung, sondern ziehen die Martensitstarttemperatur nach unten, da sie den zur Martensitbildung notwendigen Stauchvorgang behindern. Das Gitter wird noch stärker verzerrt und die notwendigen Umwandlungsenergien erschweren die Martensitbildung [47].

Auf der Suche nach einer Begründung für das positive Vorzeichen mit welchem Kobalt in die Berechnung der Martensitstarttemperatur von Aghajani [45] eingeht, obwohl es doch ein Austenit-Stabilisator ist, waren interessante Hinweise in der Literatur zur Martensit-Phasenumwandlung bei Formgedächtnislegierungen [48] zu finden. Der Formgedächtniseffekt basiert auf einer martensitischen Phasenumwandlung [49] daher wurde der Einfluss von Legierungselementen in Bezug auf die Umwandlungstemperaturen intensiv erforscht. Genauer über die Mechanismen ist jedoch bis heute nicht bekannt [50]. Der näheren Betrachtung wert, scheint der phänomenologische Zusammenhang, dass die Martensit-Umwandlungstemperaturen stark von der Valenzelektronenanzahl und der Valenzelektronenkonzentration abhängen [51,52]. Wobei das nicht erklärt, warum die Martensitstarttemperatur mit Zugabe von Kobalt ansteigt, dieser Zusammenhang beruht einzig auf Beobachtung und Experimenten [45,48].

### 2.2.3 Thermodynamisches Gleichgewicht

Bei 9-12% Cr Stählen sind es vor allem die Ausscheidungsphasen, welche zu einer hohen Kriechfestigkeit führen [53]. In Abbildung 2-3 auf Seite 22 ist das Gleichgewichtsphasendiagramm eines CB8 Werkstoffes dargestellt. Die Phasenanteile werden aus der freien Gibbs Energie und Enthalpie bezogen auf die Temperatur errechnet. Hintergrund dazu sind CALPHAD (CALculation of PHase Diagrams) [54] basierte Datenbanken und eine Software für die Minimierung der Gibbs Energien [55]. Für diese Anwendungen sind einige Software-Programme kommerziell und einige als Freeware erhältlich, beispielsweise ThermoCalc, FACT, ChemSage, PANDAT, JMatPro oder MatCalc [5], welches vor allem auf das gleichzeitige Verarbeiten von Multiphasen und Multikomponentensysteme spezialisiert ist.

### 2.2.4 Unterkühlen einer Schmelze - Erstarrungsrechnung

Erstarrungsrechnungen mittels Scheil-Gulliver Modell [56,57] sind sehr nützlich zur Abschätzung der Entstehung von primären Ausscheidungen. Nach der Scheil-Gulliver Theorie wird eine erstarrende Schmelze mit der Zusammensetzung  $C_0$  leicht unterkühlt.

In Abbildung 2-6 ist das Procedere mit einer hypothetischen Fe-C Legierung dargestellt. Eine Festphase mit der Zusammensetzung  $C_{S,1}$  formt sich aus und ist, wie auch die restliche Flüssigphase  $C_{L,1}$  in Folge des Hebelgesetzes in einem lokalen Gleichgewicht. Die Zusammensetzung der Feststoffphase ist quasi eingefroren, die Flüssigphase wird in einem nächsten Temperaturschritt wieder unterkühlt, es entstehen  $C_{S,2}$  und  $C_{L,2}$ .

Dieser Prozess wird bis zu einem definierten Restflüssigkeitsphasenanteil wiederholt, die 'Solid-Phasenanteile' werden aufsummiert. In der Software MatCalc ist ein Scheil-Gulliver Simulationstool integriert, welches Phasenanteile und Zusammensetzung während der Erstarrung berechnet [5].

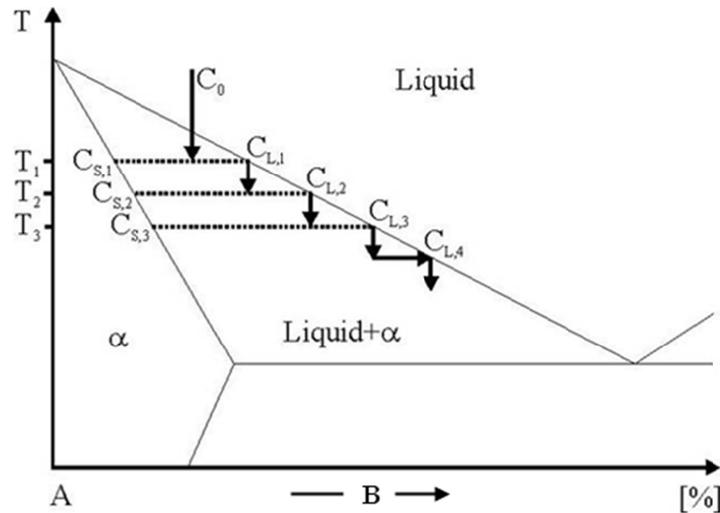


Abbildung 2-6: Während der Erstarrung wird die Flüssigphase beginnend mit  $C_0$  unterkühlt und gemäß dem Hebelgesetz mit gelösten Atomen angereichert. [5]

Zusätzlich wurde das Tool von Kozeschnik und Rindler [58] um die Rückdiffusion (back diffusion) der mobileren, interstitiellen Elemente wie C, N und B erweitert, was zu realistischeren Ergebnissen in der Erstarrungsrechnung führt. Auch die peritektische (solid-solid) Transformation ist in der Software enthalten [59,60].

Am Ende der Erstarrung besteht die Matrix aus einem Gefüge mit Zusammensetzungsgradienten. Die Zusammensetzung ändert sich in Abstufungen von der Dendritenmitte, wo die Erstarrung anfängt, bis zu den letzten Flüssigkeitsfilmen in den äußeren Dendritenschalen. Die Zusammensetzung der Restflüssigkeit bei endgültiger Erstarrung spiegelt sich in den interdendritischen Bereichen wieder. Es muss dazugesagt werden, dass mit dem Modell nur eine Obergrenze von zu erwartenden primären Ausscheidungen abgeschätzt werden kann, da selbst substituierende Elemente das Potential zur Rückdiffusion bei hohen Temperaturen haben.

Die Flüssigkeitsfilme werden je nach Abkühlrate erst relativ weit unter der eigentlichen Solidus Temperatur fest, wobei es zu Heißrissen kommen kann. Folglich können sich in diesen Flüssigkeitsbereichen durch Anreicherung von Legierungselementen primäre Ausscheidungen bilden. Die Kühlrate bestimmt, bei welchem Restflüssigkeitsanteil und welcher Temperatur die Erstarrung einsetzt und endet. Bei langsamer Abkühlung kann der Flüssigkeitsfilm sehr dünn werden, und das Auftreten von primären Ausscheidungen durch lokales Unterschreiten der Solidus Temperaturen begünstigt werden.

In der Arbeit von Rindler [61] wurden Scheil-Guliver Simulationen mit experimentellen Ergebnissen verglichen. Es wird festgestellt, dass bei sehr langsamer Abkühlungsrate eine endgültige Erstarrung bei 1% Restflüssigkeit stattfindet. Bei hohen Abkühlungsraten erfolgt die Erstarrung bei 3 bis 5% Restflüssigkeit. Anhand der errechneten Liquiduslinie kann bestimmt werden, welche Ausscheidungsphasen beispielsweise bei 3% Restflüssigkeit stabil sind.

In den Arbeiten von Pudar [59] und Zamberger [60] werden aus den Scheil-Berechnungen die Zusammensetzungen der Matrixphasen bestimmt. Es wird die nominelle Zusammensetzung verglichen mit einer angereicherten Zusammensetzung, wie sie dann in der interdendritischen Zone zu finden sein sollte und einer quasi verarmten Zone, wie sie im Dendriteninneren festzustellen sein soll. In der Arbeit von Pudar wurde zur Bestimmung der angereicherten Zusammensetzung mit einem Restflüssigkeitsanteil von 5% für einen kontinuierlichen Gießprozess gerechnet.

### 2.2.5 Ausscheidungskinetik

Plastische Verformung und Kriechen sind abhängig von Versetzungsbewegungen, man könnte sagen Funktionen von Versetzungsbewegungen. Ausscheidungen sind in der Lage Versetzungsbewegungen aufzuhalten, daher sind in kriechfesten Stählen neben der Entwicklung der Versetzungen, vor allem die Stabilität und die Entwicklung der Ausscheidungen von Interesse.

Nach dem Produktionsprozess ist das Gefüge einer Legierung in einem metastabilen Zustand, nach Produktion und Wärmebehandlung verändert es sich und strebt unter Einfluss von Wärme und mechanischer Belastung dem thermodynamischen Gleichgewichtszustand zu – siehe Abbildung 2-7. Hier verändert sich die Lattenstruktur  $\alpha'$  in eine Subkornstruktur  $\alpha$  und anfangs kleine Ausscheidungen vergrößern [18]. Diese Veränderungen sind mittels Ausscheidungskinetik berechenbar.

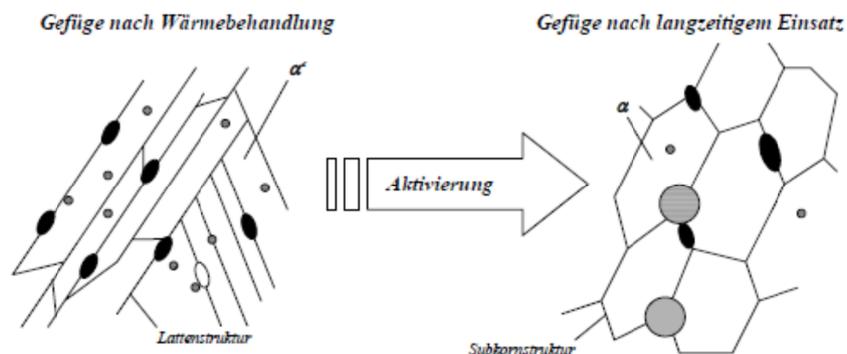


Abbildung 2-7: Schematische Darstellung der Mikrostruktur von 9-12% Cr Stählen nach der Wärmebehandlung und nach langzeitigem Einsatz [16].

Während bei Gleichgewichtsberechnungen der Parameter Zeit nicht vorkommt ist bei der Ausscheidungskinetik die Veränderung primär eine Frage der Zeit- und Temperaturgeschichte. Die Ausscheidung von Sekundärphasen aus einem übersättigten Mischkristall kann in drei Abschnitte eingeteilt werden: Nukleation, Wachstum und Vergrößerung [19]. Diese Abschnitte können durch eine Vielzahl mathematischer und numerischer Gleichungen beschrieben werden.

In der Software MatCalc wurden die klassischen Modelle für Nukleation von Russel [62], für Wachstum von Zener [63] und für Vergrößerung von Lifshitz, Slyozov und Wagner [64,65] verwendet und auf Multiphasen- und Multikomponentensysteme [66,67] ausgeweitet. Ausgehend vom Onsager'schen [68], thermodynamischen Extremalprinzip [69] welches besagt, dass sich ein System entlang der höchstmöglichen Entropie bewegt, wurde von Svoboda, Fischer, Fratzl und Kozeschnik das SFFK-Modell entwickelt [55,70].

Das zu berechnende System existiert, wie auch in der Realität, als Multi-Komponenten-Matrix mit Ausscheidungen in unterschiedlichen Größen und mit unterschiedlichen Zusammensetzungen und Phasen. Bei allen Diffusionsvorgängen und in den meisten Modellen, die in MatCalc zur Errechnung der Ausscheidungskinetik verwendet werden, ist die Grenzflächenenergie  $\gamma$  einer der bedeutendsten Parameter. In den klassischen Modellen wurde dieser Parameter empirisch ermittelt oder „gefittet“, neuere Ansätze verwenden „ab initio Modelle“ oder das NNBB (Nearst Neighbour Broken Bond) Konzept von Becker [71] und Turnbull [72].

In Veröffentlichungen von Sonderegger [73,74] wird das NNBB Konzept dazu verwendet um daraus die Grenzflächenenergien von planaren Grenzflächen [75,76] zu errechnen. Das NNBB Konzept wurde zum GBB Konzept verallgemeinert, auch um die Energien von bis zu diffusen Grenzflächen berechnen zu können. Die Algorithmen sind in MatCalc implementiert [77,78].

Die Grenzflächenenergie  $\gamma$  (Interfacial energy in der Literatur) kann im GBB Modell wie folgt errechnet werden.

$$\gamma = \alpha(r) \cdot \beta\left(\frac{T}{T_c}\right) \cdot \frac{n_S z_{S,eff}}{N_A z_{L,eff}} \cdot \Delta H_{sol} \quad \text{Formel 10}$$

$\Delta H_{sol}$  ist die Enthalpie, welche als Funktion der Temperatur und der chemischen Zusammensetzung aus dem thermodynamischen System resultiert. Die Anzahl der Atome pro Grenzflächeneinheit wird mit  $n_S$  bezeichnet,  $z_{S,eff}$  ist die effektive Anzahl der gebrochenen Bindungen über die Oberfläche,  $z_{L,eff}$  ist die Koordinationszahl und  $N_A$  ist die Avogadro Konstante. Bei einer planaren Grenzfläche können die Funktionen  $\alpha$  und  $\beta$  weggelassen werden. Bei gekrümmten oder diffusen Phasengrenzen erlauben sie eine genauere Bestimmung der Grenzflächenenergie. Faktor  $\alpha(r)$  berücksichtigt die Krümmung der Phasengrenze und Faktor  $\beta\left(\frac{T}{T_c}\right)$ , welcher von aktueller und kritischer Löslichkeitstemperatur abhängig ist, dient zur Anpassung diffuser Phasengrenzen.

## 2.2.6 Korngröße

Die Austenitkorngröße wird mitbestimmt von Austenitisierungstemperatur und -dauer, umso höher diese sind, umso größer wird das Korn. Die Korngröße selber beeinflusst die Umwandlung bei Abkühlung. Bei einem größeren Korn kommt es im kontinuierlichen ZTU Diagramm zu längeren Reaktionszeiten bei der Martensitbildung.

Dieses Umwandlungsverhalten steuert die mechanischen Eigenschaften. So sinkt beispielsweise die Bruchzähigkeit mit größerer, ehemaliger Austenitkorngröße. Wenn man bei Verbindungsschweißungen die Wärmeeinflusszone betrachtet, ist besonders die Grobkornzone nahe der Fusionslinie dafür exponiert.

Den Zusammenhang zwischen Bruchzähigkeit und Korngröße bei einem mikrolegierten Stahl (C-Mn-Nb) haben Kumar et. al. [79] herausgearbeitet, siehe Abbildung 2-8. Hier ist die Kerbschlagarbeit (Impact Energy /J) mit durchgezogenen Linien und die kritische Rissöffnung CTOD (Crack Tip Opening Displacement /mm) mit strichlierten Linien, jeweils als Funktion der Austenitisierungstemperatur aufgetragen.

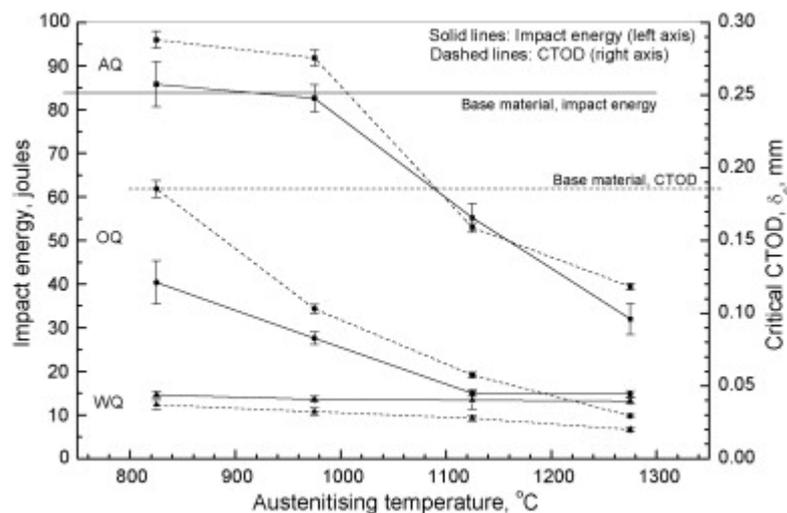


Abbildung 2-8: Auswirkung der Austenitisierungstemperatur auf Zähigkeitsparameter – Mikrolegierter Stahl [79].

Verwendete Abkürzungen:

- AQ ... Air Quenched – Luft gekühlt
- OQ ... Oil Quenched – Öl gekühlt
- WQ ... Water Quenched – Wasser gekühlt

Bei verschiedenen Austenitisierungstemperaturen und Kühlbedingungen stellen sich verschiedene Gefüge ein. Bei Luftkühlung und niedrigen Temperaturen sind Ferrit-Perlit Anteile im Gefüge vorherrschend. Bei der ölgekühlten Variante dominiert bei hohen Temperaturen ein martensitisches Gefüge. Bei der wassergekühlten Variante ist sowohl bei hohen als auch bei niedrigen Temperaturen Martensit im Gefüge vorherrschend, was unabhängig von der ehemaligen Austenitkorngröße, zu signifikant verringerten Kerbschlagarbeitswerten bei C-Mn-Nb mikrolegiertem Stahl führt.

Die Autoren beschreiben, dass diese Beobachtungen bezüglich Bruchzähigkeit im Gegensatz zu anderen Veröffentlichungen stehen, wo eine verbesserte Bruchzähigkeit mit steigender Austenitisierungstemperatur postuliert wird. Zurückzuführen sei dies auf andere Stähle (HSLA mit Ni-Cr-Mo, C-Mn und C-Mn-Bor Stähle), welche dort untersucht wurden. Die Zähigkeitsverbesserung dort geht unter anderem auf das Konto von Restaustenit, welcher als dünner Film zwischen den Martensitlatten vorhanden ist, oder sie ist einer besseren, chemischen Homogenität zuzuschreiben.

In einer Arbeit von Rahman [80] wurde aus verschiedenen Literaturmodellen ein isothermes Kornwachstumsmodell entwickelt. Vor allem ein nicht-isothermes Modell nach Maalekian et. al. [81] wurde eingesetzt, um die Austenitkorngrößenentwicklung in der Wärmeeinflusszone zu errechnen.

Das erste empirische Korngrößenmodell stammt von Beck [82]. Es beschreibt, dass eine durchschnittliche Korngröße abzüglich einer Anfangskorngröße, beides mit einem Zeitfaktor  $n$  fürs Wachstum potenziert, eine Wachstumskonstante  $K$  mal der isothermen Haltezeit  $t$  ergibt. Beide sind von der Temperatur abhängig. Wenn die Anfangskorngröße viel kleiner ist als die durchschnittliche Korngröße  $D$  vereinfacht sich die Beziehung zu:

$$D = Kt^n \quad \text{Formel 11}$$

Wenn man die Gleichung nach der Zeit ableitet, erhält man die Kornwachstumsrate. Smith [83] führte das Verhältnis zwischen Korngrenzflächenenergie  $\gamma$  (J/m<sup>2</sup>) und durchschnittlicher Korngröße  $D$  ein. Dieses Verhältnis wird nach Rath und Hu [84] als treibende Spannung  $\Delta F$  bezeichnet:

$$\frac{\gamma}{D} = \Delta F \quad \text{Formel 12}$$

Die temperaturabhängige Wachstumskonstante  $K$  kann ersetzt werden durch eine Korngrenzenmobilität  $M$  deren Temperaturabhängigkeit durch eine Arrhenius Gleichung beschrieben werden kann:

$$M = M_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Formel 13}$$

wobei  $M_0$  die Mobilitätskonstante darstellt.  $Q$  (J/mol) ist die Aktivierungsenergie,  $R$  (J/mol K) die Gaskonstante und  $T$  die Temperatur.

Die Kornwachstumsrate  $\frac{dD}{dt}$  kann nun als Korngrenzenmobilität mal treibender Spannung hoch Exponent  $m$  wie in Gleichung 14 folgt angeschrieben werden:

$$\frac{dD}{dt} = M_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \left(\frac{\gamma}{D}\right)^m \quad \text{Formel 14}$$

Nun fehlt noch der Bremsdruck bzw. das Korngrenzen-Pinning welches zuerst von Zener [85] formuliert wurde. Der Faktor Zener Pinning  $P_z$  wird bestimmt von der Grenzflächenenergie  $\gamma$ , von dem Volumenanteil der Teilchen  $f$  und vom Partikelradius  $r$ .

$$P_z = \frac{3\gamma}{2} \cdot \frac{f}{r} \quad \text{Formel 15}$$

Dieses Korngrenzen-Pinning muss noch von der treibenden Spannung abgezogen werden, so resultiert daraus Formel 16:

$$\frac{dD}{dt} = M_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \cdot \left(\frac{\gamma}{D} - \frac{3\gamma}{2} \cdot \frac{f}{r}\right)^m \quad \text{Formel 16}$$

In der Literatur [80] wurde die Grenzflächenenergie ersetzt durch zwei Konstanten, dies ist dank neuerer Erkenntnisse und der Simulierbarkeit dieses Parameters nicht mehr nötig [77], siehe Formel 10.

Für den nicht isothermen Fall des Kornwachstums wird das Modell für das isotherme Kornwachstum auf einzelne Zeitschritte bezogen, welche dann aufsummiert werden.

$$D_{k+1} = D_k + \Delta t \cdot M_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT_{k+1}}\right) \cdot \left(\frac{\gamma}{D_k} - \frac{3\gamma}{2} \cdot \sum \frac{f_{k+1}^i}{r_{k+1}^i}\right)^m \quad \text{Formel 17}$$

Modellparameter wie die Austenitkorngröße  $D_k$  können mittels metallografischer Untersuchungen bestimmt werden. Ausscheidungsparameter sind mittels Elektronenmikroskopie quantifizierbar. Die Grenzflächenenergie und Parameter der Ausscheidungsentwicklung wie Ausscheidungsradius, Volumenanteil und Teilchendichte können über MatCalc bestimmt werden.

## 2.2.7 Besonderheiten von rutilen Mehrlagen-Schweißgütern

Die Mikrostruktur von Schweißgütern unterscheidet sich teils wesentlich von der Mikrostruktur eines Grundwerkstoffes. Das ist vor allem den Schweißverfahren mit den hohen Wärmeeinbringungen und der schnellen Erstarrung geschuldet. Aufgrund der schnellen Erstarrung kann es im Schweißgut und in der Wärmeeinflusszone nahe Fusionslinie vermehrt zur Bildung von  $\delta$ -Ferrit kommen, Letofsky beschreibt dies sehr ausführlich in seiner Dissertation [13].

Beim Abkühlen erstarrt das Schweißgut in dendritischer Form, die  $\delta$ -Ferrit Stränge richten sich in Richtung des Wärmeflusses aus. Barnes [86] erklärt, dass bei weiterer Abkühlung der  $\delta$ -Ferrit zu einem Austenit wird, welcher eine Grenzfläche zu den  $\delta$ -Ferritdendriten bildet, siehe Abbildung 2-9.

Im Gleichgewichtsfall müsste sich der Ferrit vollständig zu Austenit umwandeln. Wegen der raschen Abkühlung jedoch bleibt ein Teil des  $\delta$ -Ferrits im Austenit welcher später in Martensit umwandelt. Die sehr geradlinigen Austenitgrenzen bleiben durch diese teilweise Umwandlung als Abgrenzung zum  $\delta$ -Ferrit erhalten, und es entsteht dieser typische geometrische  $\delta$ -Ferrit.

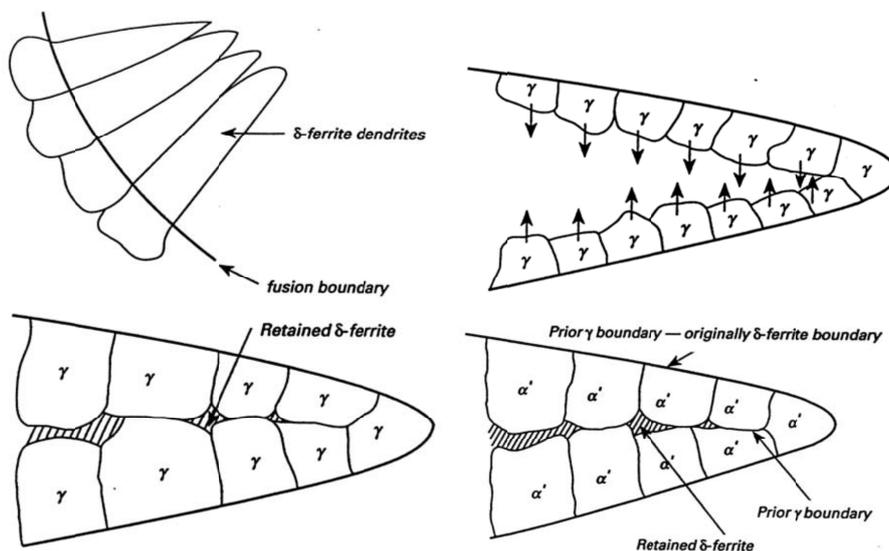


Abbildung 2-9: Mögliche Schweißgüterstarrung beim Produktionsprozess mit zu erwartenden Umwandlungssequenzen, nach Barnes [86].

Im Vergleich zu Schweißgütern welche nur aus einer Schweißraupe bestehen haben Mehrlagenschweißgüter zusätzliche Charakteristika. So bildet sich die Wärmeeinflusszone (WEZ) nicht nur im Grundwerkstoff bis zur Fusionslinie aus, sondern auch in jeder einzelnen Schweißraupe, mit Ausnahme der Decklage. Dies führt dazu, dass das Gefüge ausgesprochen inhomogen ist. Zur Illustration sind in Abbildung 2-10 Bilder aus der Dissertation Letofsky [13] dargestellt.

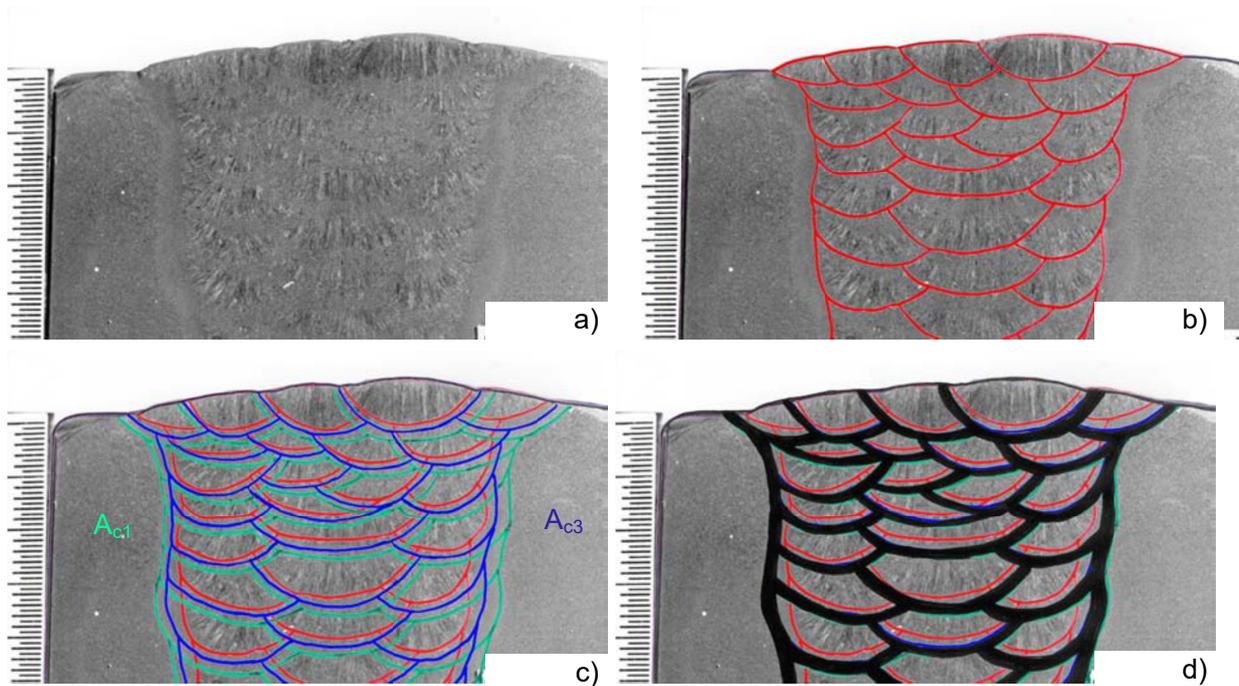


Abbildung 2-10: a) Schweißung E911 – SMAW; b) Fusionslinien der einzelnen Raupen (rot); c) Lage von  $A_{c1}$  (grün) und  $A_{c3}$  (blau) Isothermen und den Fusionslinien, zwischen  $A_{c1}$  und Fusionslinie befinden sich die teilweise umgekörrnten Gefügebereiche; d) Bereiche zwischen  $A_{c1}$  und  $A_{c3}$  Temperatur (schwarz) zeigen den Bereich der ‚soft zone‘ [13].

Abbildung 2-10 a) zeigt den Makroschliff einer Schweißung E911 – SMAW (Shielded Metal Arc Welding) und in b) wird der Nahtaufbau durch eine grafische Rekonstruktion der Fusionslinien ersichtlich. In Bild c) wurden zusätzlich zur Fusionslinie (rot) auch die  $A_{c1}$  (grün) und  $A_{c3}$  (blau) Isothermen eingezeichnet. Damit ist zwischen Fusionslinie und  $A_{c3}$  der Flächenanteil erkennbar in dem sich ein teilweise oder vollständig umgekörrntes Gefüge bildet, dieser Gefügeanteil unterscheidet sich recht deutlich vom restlichen Schweißgut.

Bild d) stellt nun schwarz markiert den Bereich der sogenannten *soft zone* dar, welche sich bei einem Wärmeeinfluss zwischen  $A_{c1}$  und  $A_{c3}$  Temperatur ausbildet. Durchgehend ist diese Zone in der WEZ (Grundwerkstoff – Schweißgut). Im Schweißgut jedoch ist die WEZ bezogen auf die Belastungsrichtung mehrfach unterteilt.

Die Mikrostruktur der Schweißgüter hängt auch davon ab, welche Schweißzusatzstoffe verwendet werden. In der Diplomarbeit Berger [87] findet sich beispielsweise ein Vergleich von drei verschiedenen Zusatzstoffen, einem Massivdraht, einem Fülldraht und einer Stabelektrode mit jeweils ähnlichen Schweißgutzusammensetzungen. Trotz annähernd gleicher Chemie, kam es im Vergleich der mechanischen Eigenschaften zu Unterschieden.

Die Spezialisierung auf den Einsatz von schlackeführenden Fülldrähten in dieser Arbeit ist nicht zuletzt wegen der Praxisrelevanz dieses Schweißzusatzstoffes zustande gekommen. So bietet dieser in der Anwendung im Kraftwerksbau [88] Vorteile:

- Hohe Abschmelzleistung [89] und guter Einbrand.
- Einfache Handhabung und gute Positions-Verschweißbarkeit.
- Automatisierbarkeit der Schweißung.

Schlackebildende Elemente die dem Zusatzstoff beigefügt werden, haben eine Hauptaufgabe. Sie sollen den Sauerstoff während des Schweißvorganges binden und mit der Schlacke an die Oberfläche bringen, wo sie mit der Schlacke mechanisch entfernt werden können. Elemente wie Titan oder Aluminium werden in Spuren als Desoxydationsmittel eingesetzt. Nun gibt es viele verschiedene Schlackensysteme. Die Dissertation von Vallant beschäftigt sich ausführlich mit dieser Thematik [90]. Verbreitet sind basische Schlacken und rutil Schlacken. Rutil Schlacken arbeiten mit Titan als Sauerstofffänger [91].

In der Praxis verbleiben Schlackenreste oft in Form von kleinen Einschlüssen im Schweißgut. In der Literatur sind solche „nicht metallischen Einschlüsse“ vielfach dokumentiert [92-97].

Streitenberger [97] stellt fest, dass beim Schweißen die Oxidationsreaktion an der Tropfenoberfläche beginnt und dass der Sauerstoffgehalt des in das Schmelzbad eintauchenden Tropfens proportional den Konzentrationsverlusten an Mn, Si und Ti ist. Die Löslichkeitsgrenze von Sauerstoff in der Schmelze liegt bei etwa 1650°C. Die Metalloxide entstehen noch oberhalb der Erstarrungstemperatur des Schmelzbades. Schmelzpunkte liegen beispielsweise für MnO über 1780°C, SiO<sub>2</sub> über 1715°C, TiO<sub>2</sub> über 1855°C und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> über 2050°C [96]. Sulfide werden bei deutlich niedrigeren Temperaturen ausgeschieden, von 1180 bis etwa 1600°C. Die feinverteilten kristallinen Metallverbindungen gehen in der Schmelze vielfältige komplexe Verbindungen ein und lagern sich bei tieferen Temperaturen an andere Einschlüsse und Ausscheidungen an. Die Einschlüsse bilden sich außerdem oft als Mischoxyde, sie sind grundsätzlich kugelförmig und haben einen Durchmesser von 200 nm bis 2 µm. Einschlussgehalte liegen zwischen 0,1 und 0,5%, ihre Häufigkeit hat eine Größenordnung von  $2 \cdot 10^7$  bis  $7 \cdot 10^8 \text{mm}^{-3}$ .

Die Fremdteilchen beeinflussen wegen der erhöhten Oberflächenenergie die Kristallwachstums-, Umwandlungs- und Ausscheidungsvorgänge [97].

Innerhalb des Oxides sind die Elemente meist klar abgegrenzt. Aus der Literatur ist bekannt, dass sich manche Ausscheidungen und vor allem Einschlüsse stufenweise bilden [94]. Ausgehend von einem Nukleationsort fängt ein Teilchen an zu wachsen. Bei genügend anderen Elementen in richtiger Konzentration und bei der richtigen Temperatur, kann sich eine zweite, ähnliche Phase bilden, welche dann kristallographisch „andockt“, so kann der mehrphasige Aufbau eines Einschlusses erklärt werden.

## 2.3 Festigkeitsmodellierung

Um die Festigkeit modellieren zu können ist es wichtig die einzelnen Verfestigungsmechanismen genauer zu betrachten.

### 2.3.1 Mischkristallverfestigung

Mischkristallverfestigung oder *Solid-Solution-Strengthening* [98] kommt entweder durch kleinere oder größere Atome, in Relation zum Matrixelement zustande. Kleinere Atome setzen sich an Zwischengitterplätze, daher nennt man sie interstitielle Elemente. Größere Atome besetzen die regulären Gitterplätze und werden substitutionelle Elemente genannt.

In Abbildung 2-11 ist die Auswirkung von verschiedenen Elementen auf die Dehngrenze von kubisch raumzentrierten bcc (body centred cubic) Eisen dargestellt.

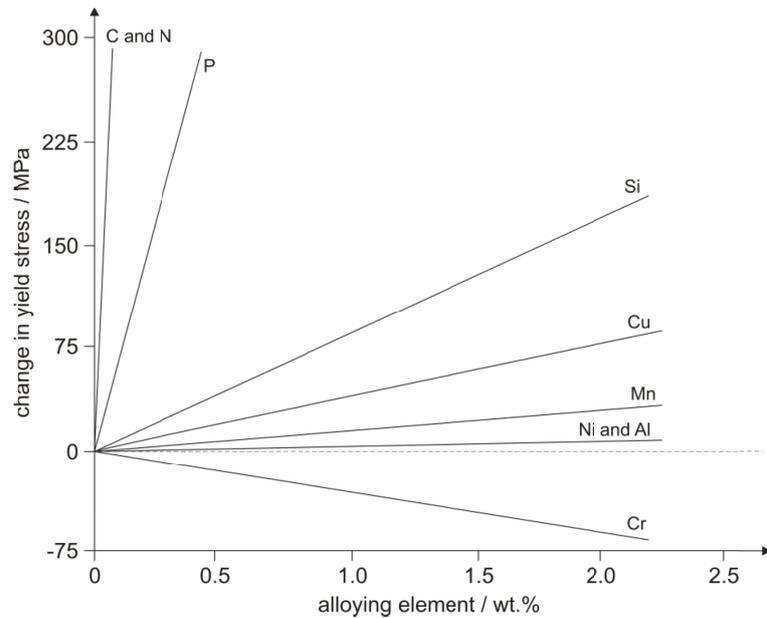


Abbildung 2-11: Mischkristallverfestigung in bcc (kubisch raumzentrierten) Eisen; Bild aus [99].

Interstitielle Elemente mit kleinem Atomradius, beispielsweise C, und N haben eine sehr große Auswirkung auf die Festigkeit, da sie durch das sie umgebende Spannungsfeld Versetzungen festhalten (pinning). Kohlenstoff und Stickstoff haben eine immens festigkeitssteigernde Wirkung mit knapp 1800MPa pro wt% des Elementes.

Auch substitutionelle Elemente, mit einem größeren Atomradius als Eisen, beeinflussen die Spannungen und damit die Festigkeit in der Matrix. So wie beispielsweise Molybdän (Mo) oder Wolfram (W), deren Einfluss in Bezug auf austenitische Stähle untersucht wurde [99], die Ergebnisse sind in Abbildung 2-12 dargestellt. Größeren Einfluss auf die Festigkeit haben auch hier die interstitiellen Elemente N, C und Bor (B). Der Einfluss von Mo, W, V und Si auf die Festigkeit von kubisch flächenzentriertem oder fcc (face centred cubic) Eisen, ist jedoch nicht zu vernachlässigen. Im Allgemeinen ist der festigkeitssteigernde Effekt bei den ferritbildenden Elementen höher als bei den austenitbildenden Elementen, wie in Abbildung 2-12 zu sehen ist.

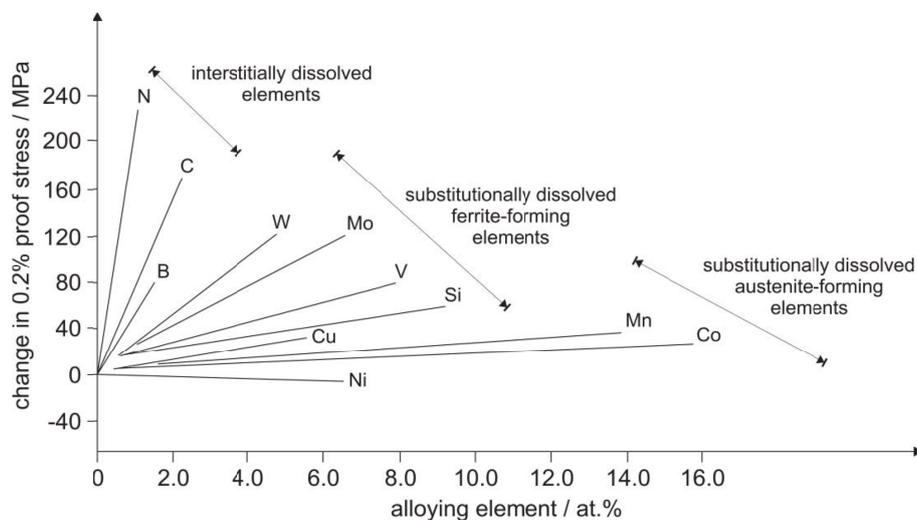


Abbildung 2-12: Mischkristallverfestigung in fcc (kubisch flächenzentrierten) Eisen; Bild aus [99].

Die ferritbildenden, substitutionellen Elemente Mo und W spielen bei den 9 -12% Chromstählen eine wichtige Rolle. Diese zwei Elemente sind dafür bekannt, dass sie die Kriechfestigkeit erhöhen [100].

Zur Formulierung der Festigkeit durch Mischkristallverfestigung ( $\sigma_{ss}$  für *solid solution strengthening*), ist ein einfacher Zusammenhang in der Software MatCalc implementiert [101]. Genau beschrieben ist dieser Zusammenhang in der Dissertation von Holzer [102].

$$\sigma_{ss} = \sum_i k_i * c_i^{n_i} \quad \text{Formel 18}$$

$k_i$ ....Verfestigungskoeffizient Element  $i$

$c_i$ ....Konzentration des gelösten Elementes

$n_i$ ....Verfestigungsexponent Element  $i$

### 2.3.2 Ausscheidungsverfestigung

Nach Hald [103,104] tragen weniger die einzelnen Elemente als vielmehr die Ausscheidung der intermetallischen Laves-Phase  $(Fe,Cr)_2(W,Mo)$  zur Kriechfestigkeit bei. Dieser Zusammenhang zwischen Zeitstandfestigkeit und Ausscheidungsverfestigung (oder *Precipitation Strengthening*) wird auch von Abe beschrieben [105]. Bei den 9-12% Chromstählen finden sich vor allem Chromkarbide, Karbonitride und intermetallische Verbindungen als Ausscheidungen.

Die verbesserten Kriecheigenschaften vieler neuer Legierungen sind vor allem sehr kleinen Partikeln, wie den Karbonitriden oder Vanadiumnitriden geschuldet [18]. Je nachdem, wo diese Ausscheidungen nukleieren gibt es zwei Erklärungen für den Verfestigungseffekt.

- 1) Erhöhung der Kriechfestigkeit, da die Ausscheidungen mobile Versetzungen in ihrer Bewegung behindern [17,106].
- 2) Erhöhung der Kriechfestigkeit, durch das Pinnen von Korngrenzen und Subkorngrenzen. Das heißt die ursprüngliche, nach der WBH eingestellte Mikrostruktur bleibt bestehen und Vergrößerung wird hintangehalten [85,102].

Erläuterung zu Punkt 1: Von Polcik [27] wurde gezeigt, dass Ausscheidungsteilchen von Versetzungen umgangen werden müssen. Dies kann beschrieben werden durch einen

- Klettermechanismus [30]; siehe Abbildung 2-13,
- oder durch den so genannten Orowan Mechanismus [31].

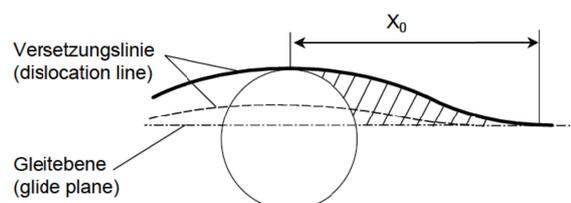


Abbildung 2-13: Überklettern eines Teilchens durch eine Versetzung [18]

Erläuterung zu Punkt 2: Die Festigkeit wird erhöht, weil Ausscheidungen die Bewegung von Korngrenzen blockieren. Dieser Effekt wurde erstmals von Zener und Smith [85] beschrieben, folgende Idee steckt dahinter: Eine Ausscheidung an einer Korngrenze pinnt die Grenzflächenwanderung. Nach der Theorie reduziert die Ausscheidung die Korngrenzfläche welche wieder ihre ursprüngliche Größe, vor Ausscheidung erreichen möchte. Das benötigt Energie und wirkt gegen die Grenzflächenwanderung. Bei mehreren kleinen Ausscheidungen (mehr Oberfläche) ist dieser Pinning-Effekt am größten. Durch McLean [107] wurde Zener's Idee auf Subkörner ausgeweitet, ein numerisches Modell stellte Sandström [108] auf.

### 2.3.3 Korngrenzenverfestigung

Nicht nur Ausscheidungen an Korngrenzen, sondern auch die Korngrenzen und Subkorngrenzen selber beeinflussen die Festigkeit. Dieser Einfluss resultiert aus der Hinderniswirkung von Korngrenzen auf Versetzungsbewegungen.

Je kleiner die Korngrößen, umso höher wird die Hindernisdichte und umso höher ist auch der Beitrag zur Festigkeit. Die klassische Hall-Petch Beziehung [109,110] beschreibt diesen Zusammenhang als Verhältnis zwischen Streckgrenze  $\sigma_y$  und Korngröße  $d$ , gegeben als durchschnittlicher Durchmesser.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad \text{Formel 19}$$

Der Parameter  $\sigma_0$  (MPa) bezeichnet die benötigte Startspannung für eine Versetzungsbewegung,  $k_y$  (MPa m<sup>1/2</sup>) ist ein materialspezifischer Verfestigungskoeffizient.

Im Fall der 9-12% Cr-Stähle sind jedoch die Subkorngrenzen ausschlaggebend. Der Beitrag der Verfestigung durch Kornfeinung der ursprünglichen Austenitkörner ist bei dieser Werkstoffgruppe sehr gering. Dennoch gelten auch für die Subkorngrenzen ähnliche Zusammenhänge wie für die Korngrenzen. Mit einer Beziehung welche die Martensitlattenbreite berücksichtigt, kam Maruyama zu dem Schluss, dass Subkorngrenzenverfestigung einen großen Einfluss auf die Kriechfestigkeit von martensitischen Stählen hat [111,112]. Er beschreibt den Festigkeitsbeitrag der Subkorngrenzen  $\sigma_{sgb}$  folgendermaßen.

$$\sigma_{sgb} = 10 \frac{Gb}{\lambda_{sgb}} \quad \text{Formel 20}$$

$G$  ist der Schermodul,  $b$  der Burgersvektor und  $\lambda_{sgb}$  die Breite der verlängerten Subkörner bzw. der Martensitlatten.

### 2.3.4 Versetzungsverfestigung - Kaltverfestigung

Durch plastische Verformung entstehen neue Versetzungen die sich gegenseitig blockieren, dieser Mechanismus wird auch Kaltverfestigung oder *Dislocation Strengthening* genannt. Dieser Zusammenhang kann durch die Gleichung von Taylor [113] beschrieben werden.

Einfluss auf die Festigkeit hat der Schermodul  $G$ , der Burgersvektor  $b$  und die Wurzel aus der Versetzungsdichte  $\rho$ . Ein zusätzlicher Korrekturfaktor  $\alpha$  kann nach Weinert [17] zwischen 0,25 und 1 variieren.

$$\tau_{disl} = \alpha G b \sqrt{\rho}$$

Formel 21

Bei Umgebungstemperaturen ist die Versetzungsverfestigung vor allem wegen der hohen Versetzungsdichte bei 9-12% Cr-Stählen nicht zu vernachlässigen. In Bezug auf die Langzeitkriechfestigkeit hat diese hohe Versetzungsdichte jedoch wegen der erhöhten Temperatur eine geringe Wirkung, beschreibt Abe [105,114].

### 2.3.5 Modellierung

Die Modellierung der Festigkeit basiert im Wesentlichen auf den oben beschriebenen Mechanismen, die eine unterschiedliche Abhängigkeit von der Temperatur und der damit veränderten Mikrostruktur aufweisen. In der Dissertation Holzer [102] wird anhand der Korrelation von der Mikrostruktur zu mechanischen Eigenschaften und mithilfe von numerischen Simulationen (Software MatCalc) ein Modell zur Berechnung der Festigkeit von Stahl aufgestellt.

Die Ausscheidungsverfestigung hängt direkt von der Ausscheidungsanzahl ab. In Abbildung 2-14 stellen die eingezeichneten Ebenen eine Versetzung als Gleitfläche dar. Es ist ersichtlich, dass diese in Bild (a) leichter gleiten kann als im Bild (b), wenn sie von vielen Ausscheidungen gebremst wird.

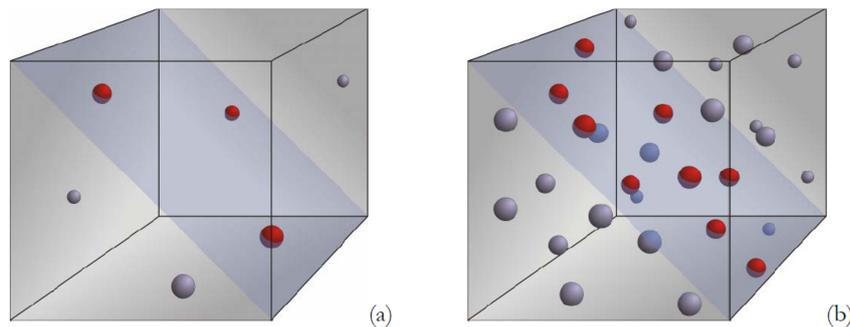


Abbildung 2-14: Darstellung einer Versetzungsgleitfläche mit (a) wenigen Sekundärphasenteilchen und (b) vielen Sekundärphasenteilchen [102].

Um den Verfestigungseffekt der Ausscheidungen quantifizieren zu können, muss die Beziehung zwischen Versetzung und einzelner Ausscheidungspartikel betrachtet werden [115]. Die Widerstandskraft des Partikels lässt sich einfach beschreiben:

$$F = 2T \sin \theta$$

Formel 22

Wobei  $F$  die Widerstandskraft des Ausscheidungsteiles und  $T$  die Linienspannung der Versetzung darstellt. Mit steigender Kraft steigt auch der Winkel  $\theta$ , siehe Abbildung 2-15 (links).

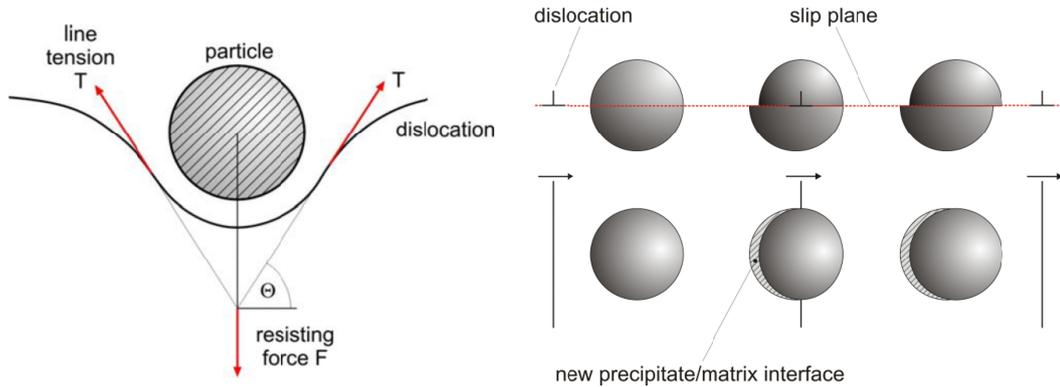


Abbildung 2-15: Partikel – Versetzungsinteraktion, (links) Kräfteausgleich zwischen Teilchenwiderstand und Versetzungsbewegung; (rechts) Teilchen das durch Versetzungsbewegung geschnitten wird – eine neue Grenzfläche von Ausscheidung zu Matrix wurde geschaffen [102].

Je nach Widerstandskraft kann man zwischen sogenannten harten und weichen Partikeln unterscheiden. Harte Partikel werden von einer Versetzung nicht geschnitten sondern umgangen, dies kann mit dem Orowan Mechanismus beschrieben werden. Sobald ein Partikel durch Scherbewegung durch die Versetzungsbewegung getrennt wird, siehe Abbildung 2-15 (rechts), muss auch der Mechanismus der Kohärenzverfestigung berücksichtigt werden, da neue Grenzflächen zwischen Ausscheidung und Matrix geschaffen wurden.

Sowohl dem Teilchenradius  $r$  als auch dem Teilchenabstand  $\lambda$  kommt eine wichtige Rolle in der Beschreibung der Festigkeit zu. Je kleiner der Abstand zwischen den Teilchen ist, und je mehr Ausscheidungen in der Gleitebene vorhanden sind, desto höher ist der Verfestigungseffekt. Man unterscheidet in der Modellierung zwischen 2D und 3D Teilchenabstand und es gibt Ansätze für zufallsverteilte Ausscheidungen [116]. Mit den in der Dissertation Holzer vorgestellten und in Mat-Calc implementierten Gleichungen für den Teilchenabstand, konnte der durch Schnitzer et al [75] experimentell ermittelte Teilchenabstand von NiAl Ausscheidungen in Maraging-Stahl gut abgeschätzt werden.

Ebenfalls von Bedeutung ist der kritische Radius für das Partikel Looping nach Orowan. Beim Orowan Mechanismus umrundet die Versetzung die Ausscheidung. Über den Kohärenzradius lässt sich abschätzen, ob ein Teilchen von einer Versetzung geschnitten werden kann oder nicht und welche Gleichungen letztlich anzuwenden sind.

Bei mehr als einem Einfluss kommt es immer zu einer Überlagerung der Effekte. Durch ein einfaches, lineares Überlagerungsgesetz kann dies berücksichtigt werden. Die sich überlagernden Festigkeitsbeiträge sind in Tabelle 2-3 dargestellt.

In der Literatur zum Überlagerungsgesetz [117-119] wird darauf verwiesen, dass die Festigkeitsbeiträge aus den unterschiedlichen Effekten in zwei Gruppen zusammengefasst werden können, und zwar in  $\tau_A$  und  $\tau_B$ .

Tabelle 2-3: Beschreibung der Gesamtfestigkeit eines Werkstoffes mittels einzelner Festigkeitsbeiträge.

<b>Festigkeitsbeitrag</b>	<b>Beschreibung</b>
$\tau_d$	Beitrag aus Kaltverfestigung (dislocation strengthening)
$\tau_i$	Beitrag aus innerer Gitterstrukturfestigkeit (intrinsic lattice strength)
$\tau_{ss}$	Beitrag aus Mischkristallverfestigung (solid solution strengthening)
$\tau_p$	Ausscheidungsverfestigung (precipitation strengthening)
$\tau_{gb}$	Korngrenzenverfestigung (grain boundary strengthening)
$\tau_{sgb}$	Subkorngrenzenverfestigung (sub-grain boundary strengthening)
$\tau_A$	$=\tau_d$
$\tau_B$	$=\tau_i+\tau_{ss}+\tau_p+\tau_{gb}+\tau_{sgb}$

$\tau_A$  beinhaltet alle Anteile, die aus der Kaltverfestigung der Matrix (nach der Schmelze) kommen, das ist hier nur  $\tau_d$ . Unter  $\tau_B$  fallen alle sonstigen Verfestigungsmechanismen, so kann mittels Überlagerungsgesetz (Superposition of strengthening) die resultierende Festigkeit  $\tau_{res}$  formuliert werden. Die Konstante  $\alpha$  bezeichnet hier einen Parameter zwischen 1 und 2.

$$\tau_{res} = \sqrt[\alpha]{\tau_A^\alpha + \tau_B^\alpha} \quad \text{Formel 23}$$

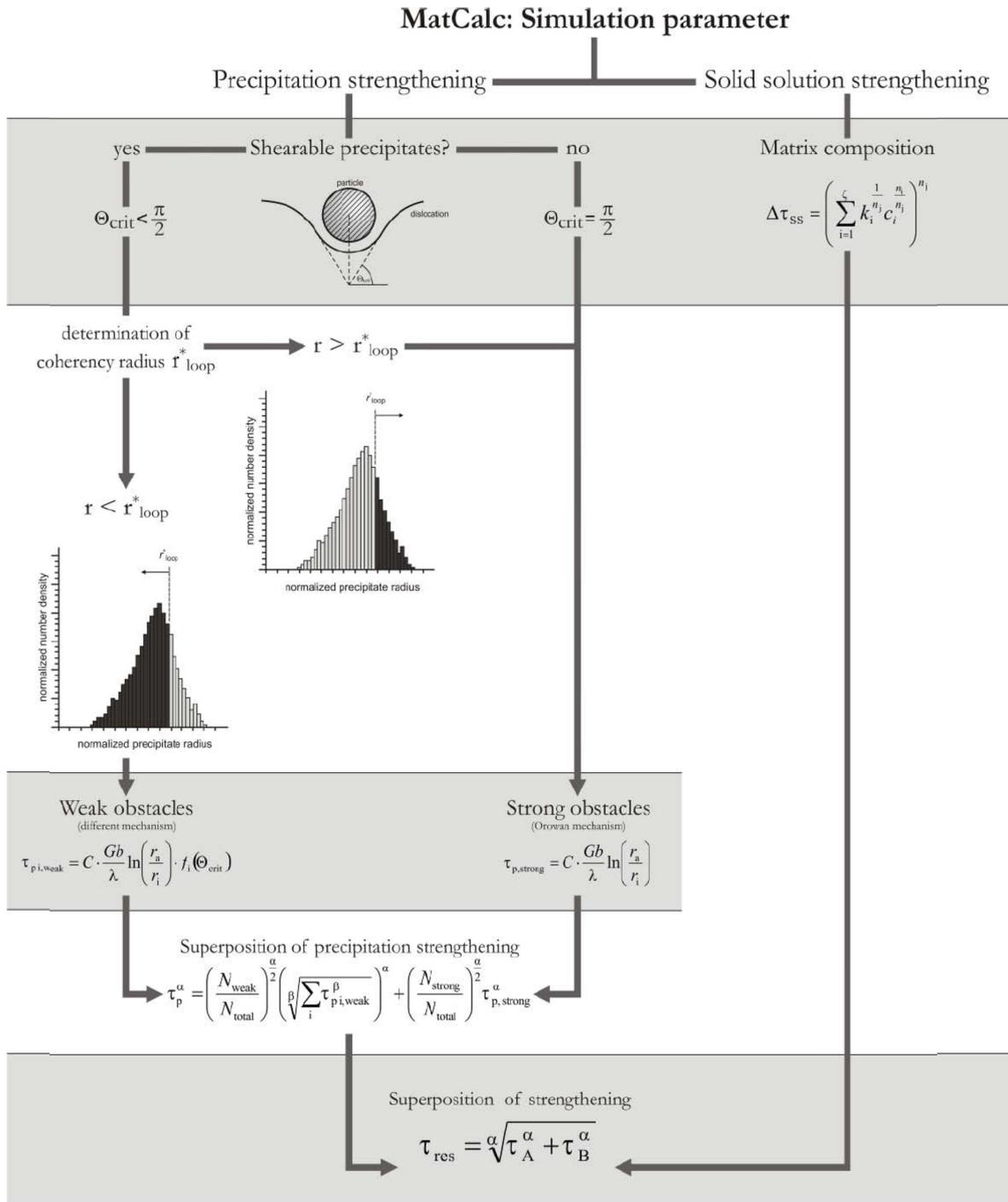
Abbildung 2-16 auf der nächsten Seite, gibt eine Übersicht über Parameter, die in die Software MatCalc zur Berechnung der Festigkeit Eingang gefunden haben. Die Teilfestigkeiten werden aus den simulierten Mikrostrukturparametern wie Teilchendichte, Teilchenabstand, Partikelradius, Phasenanteil und Elementkonzentration errechnet.

In MatCalc werden die Mechanismen Ausscheidungsverfestigung und Mischkristallverfestigung modelliert.

Die anderen Verfestigungsmechanismen gehen teils als werkstoffspezifische und teils als elementspezifische Konstanten ein (beispielsweise die Gitterfestigkeit), teils werden sie ebenfalls errechnet, jedoch mit konstanten Eingangsgrößen. Bei der Kaltverfestigung geht die Versetzungsdichte als Konstante ein und bei der Korngrenzenverfestigung die Korngröße.

Bei der Ausscheidungsverfestigung wird im Modell jedes einzelne Teilchen betrachtet. Anhand des kritischen Radius wird über die Kohärenz des Teilchens entschieden, das heißt, ob es geschnitten wird oder nicht. In MatCalc passiert dies statistisch, indem alle Teilchendichten über die Ausscheidungsradien betrachtet werden. Der Teilchenanteil größer dem kritischen Radius (strong obstacle) wird mit dem Orowanmechanismus weiterberechnet. Der Teilchenanteil kleiner dem kritischen Radius (weak obstacle) wird mit einer Formel gerechnet, die sehr ähnlich ist, jedoch noch mit  $f(\theta)$  multipliziert wird.

Die Funktion  $f(\theta)$  hängt vom Ablenkungswinkel  $\theta$  (siehe Abbildung 2-15) ab und ergibt einen Wert zwischen 0 und 1, da so ein schneidbares Teilchen einen verminderten Festigkeitsbeitrag liefert.



Legend:

- $\alpha$  ... constant value between 1 and 2
- $b$  ... Burgers vector
- $C$  ... constant
- $c_i$  ... solute concentration of solute element  $i$  in the matrix
- $G$  ... shear module
- $k_i$  ... strengthening coefficient of solute element  $i$  in MPa/wt.%
- $\lambda$  ... mean particle distance
- $n_i$  ... concentration exponent of solute element  $i$
- $n_i$  ... concentration exponent of the reference solute calculated according to eq.(4.34)
- $N_{strong}$  ... number density of strong obstacles
- $N_{weak}$  ... number density of weak obstacles

- $N_{total}$  ... total number density
- $\Theta_{crit}$  ... critical angle  $\Theta$  (section 4.1)
- $r_{crit}$  ... critical radius (see ...)
- $r_i$  ... inner cut-off radi
- $r_a$  ... outer cut-off radi
- $\tau_{p,i,weak}$  ... strengthening effect of weak particles by the mechanism  $i$
- $\tau_{p,strong}$  ... strengthening effect of strong particles
- $\tau_p$  ... strengthening effect by precipitates
- $\tau_A$  ... see Table 6
- 1

Abbildung 2-16: Darstellung des Festigkeitsmodules wie es in MatCalc implementiert wurde [102].

Die Mischkristallverfestigung errechnet sich jeweils aus der Konzentration des gelösten Elements mal dessen Verfestigungskoeffizienten mit Verfestigungsexponenten. Siehe auch Kapitel 2.3.1 und Formel 18 auf Seite 36. Diese Koeffizienten und Exponenten wurden aus verschiedenen Literaturstellen entnommen, siehe Tabelle 2-4.

*Tabelle 2-4: Zusammenfassung verschiedener Verfestigungskoeffizienten  $k_i$  in krz-Eisen, für interstitielle und substituierende Elemente aus der Literatur, Tabelle aus [102]; Literaturangaben aktualisiert.*

Element	Interstitiell (int.) od. substituierend (sub.)	$k_i$ , MPa/wt%	Referenz
Al	sub.	27,5	[120]
C	int.	1722,5	[121] in ref. [122]
		1171,3	[9] in ref. [122]
Cr	sub.	9,5	[120]
Co	sub.	12,5	[120]
Cu	sub.	40	[123]
Mn	sub.	48	[120]
Mo	sub.	66	[120]
N	int.	1722,5	[119]
Ni	sub.	42	[120]
Si	sub.	76	[120]
V	sub.	27,5	[120]
W	sub.	76	[120]
Ti	sub.	96,5	[120]

In Kombination mit Ergebnissen aus der kinetischen Simulation wird das Modell unter anderem auf verschiedene 9-12% Chromstähle angewendet. Die Entwicklung der mechanischen Eigenschaften, wie z.B. der Festigkeit während verschiedener Wärmebehandlungen und Betriebsbedingungen wird dargestellt. Das eingeführte Modell wird von Holzer [102] auf den 11% Cr-Stahl D1 angewendet, um die 0,2% Dehngrenze für verschiedene Temperzeiten (zwischen 2 und 24 Stunden) bei 720°C zu bestimmen.

Die simulierten Parameter Mischkristallverfestigung und Ausscheidungsverfestigung wurden analysiert, und zusätzliche Festigkeitsverteilungen wurden anhand von Literaturdaten evaluiert. Experimentelle Daten und vorhergesagte Festigkeit stimmten gut überein [102].

## 2.4 Zähigkeitsmodellierung

### 2.4.1 Grundbegriffe

Zähigkeit beschreibt die Widerstandsfähigkeit eines Werkstoffes gegen Rissausbreitung [124]. Zähigkeitseigenschaften eines Werkstoffes können durch den technologischen Kennwert der Kerbschlagarbeit, mittels Kerbschlagbiegeversuch bestimmt werden. Ein echter Materialkennwert zur Beschreibung der Zähigkeit wäre z.B. die Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  oder der  $J_I$ -Wert.

Der Kerbschlagbiegeversuch wurde zu Beginn des 20. Jahrhunderts von Augustin Charpy [125] als Verfahren der Werkstoffprüfung eingeführt, und wird heute in fast unveränderter Form, normiert nach DIN EN ISO 148-1 [126], verwendet. Ein Pendelhammer wird von einer Höhe  $h'$  los gelassen, und fällt mit einer entsprechenden kinetischen Energie auf die gekerbte Probe und durchbricht diese. Im Moment des Aufschlagens auf die Probe wird ein Teil der kinetischen Energie des Hammers durch Verformungsprozesse in der Probe absorbiert [127]. Der Betrag dieser absorbierten Energie ist je nach Material und Temperatur unterschiedlich. Um diesen Betrag schwingt der Pendelhammer auf der anderen Seite weniger hoch  $h$  und über die Höhendifferenz wird die Kerbschlagarbeit  $A_v$  in Joule ermittelt.

$$A_v = mg(h' - h)$$

Formel 24

$A_v$ .....Kerbschlagarbeit in Joule  
 $m$ .....Masse des Pendelhammers in kg  
 $g$ .....Fallbeschleunigung (Erde:  $9,81 \text{ m/s}^2$ )  
 $(h' - h)$ ...Fallhöhe - Steighöhe des Pendelhammers

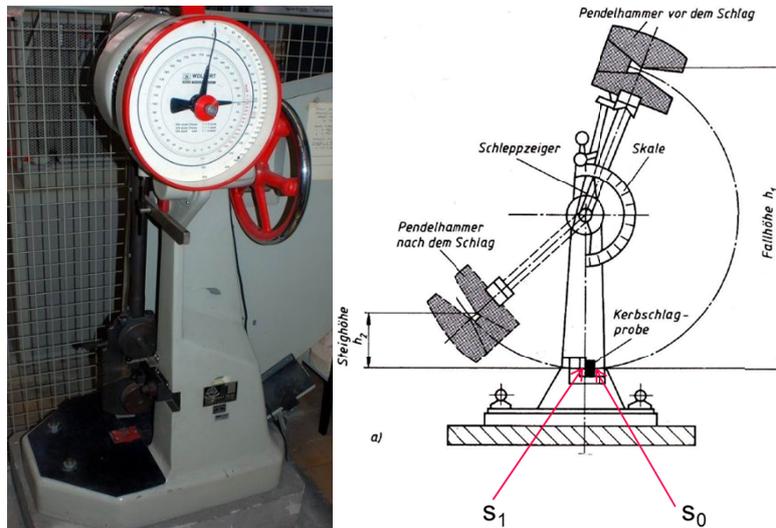


Abbildung 2-17: (links) Kerbschlaghammer TU-Graz 2014 und (rechts) schematische Darstellung des Funktionsprinzips eines Kerbschlaghammers [127, 128].

Die Zähigkeit hängt zum einen vom Werkstoff (Gefüge, Ausscheidungen, Einschlüsse) ab und zum anderen von Beanspruchungsbedingungen, wie Spannungszustand, Probentemperatur und Verformungsgeschwindigkeit.

### 2.4.1.1 Klassischer Kerbschlagbiegeversuch

Beim klassischen Kerbschlagbiegeversuch, ohne Instrumentierung, werden die bei verschiedenen Temperaturen ermittelten  $A_v$  (J) Werte über die jeweilige Prüftemperatur  $T$  ( $^{\circ}\text{C}$ ) in ein Diagramm eingetragen [129]. Zu sehen ist eine charakteristische Kurve, die Hochlage, Tieflage und Übergangsbereich des Zähigkeitsverlaufes anzeigt.

Im Lehrbuch Werkstoffkunde von W. Weißbach [130] wird auch der Zusammenhang zwischen der Kerbschlagarbeit und dem Kristallsystem eines Materials hervorgehoben: Kubisch flächenzentrierte Materialien (kfz), wie Kupfer, Aluminium und austenitische Stähle haben keinen Übergangsbereich - sie brechen auch bei tieferen Temperaturen duktil. Anders die Stähle mit kubisch raumzentriertem Kristallsystem (krz), sie zeigen einen charakteristischen Kurvenverlauf und werden unterhalb der Übergangstemperatur sprödbrechend. Abbildung 2-18 zeigt den Zusammenhang [131]:

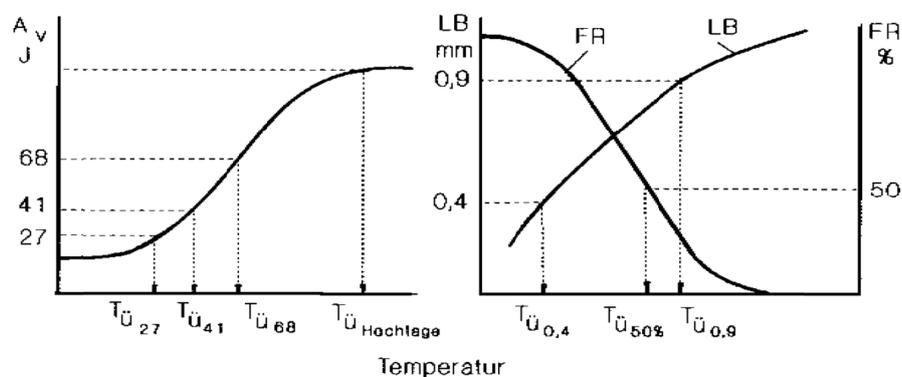


Abbildung 2-18: (links) Kerbschlagarbeit  $A_v$  über der Temperatur; (rechts) Auswertung des kristallinen Bruchanteils und der lateralen Breitung [131]. FR=Flächenanteil des kristallinen Flecks an der gesamten Bruchfläche; LB=laterale Breitung der Probe.

Werkstoffe mit kubisch-raumzentrierter Gitterstruktur zeigen in Abhängigkeit von der Temperatur eine signifikante Änderung der Kerbschlagarbeit. Dieser Übergang vom zähen zum spröden Verhalten erfolgt je nach Werkstoff in einem mehr oder weniger ausgeprägten Temperaturbereich, der durch die Übergangstemperatur  $T_{\dot{U}}$  charakterisiert wird [132].

Häufig wird auch die  $T_{27}$  Temperatur betrachtet, also jene Temperatur bei der ein Werkstoff die Kerbschlagarbeit von 27J erreicht. Alternativ wird auch von der  $T_{\dot{U}50\%}$ -Temperatur gesprochen, siehe Abbildung 2-18 (rechts), also jene Temperatur bei der der kristalline Fleck die Hälfte der Bruchfläche einnimmt. Weiters kann die Übergangstemperatur auch als  $T_{\dot{U}0,4}$  angegeben werden, dies entspricht der Temperatur bei 0,4mm lateraler Breitung.

Die Festlegung zur Bestimmung der Übergangstemperatur bei 27 J hat wohl ihren Ursprung in der Seefahrt. Während des 2. Weltkrieges kam es bei den amerikanischen 'Liberty Schiffen' zum Spröbruchversagen von zahlreichen Schweißnähten – die Schiffe barsten regelrecht auseinander. Entsprechende Schadensanalysen haben gezeigt, dass es bei vielen Werkstoffen bei tiefen Temperaturen zu einem signifikanten Abfall der Kerbschlagarbeit kommt [133].

Im Jahr 1948 wurde in einem Paper von Williams und Ellinger [134] auf Basis des Fallgewicht-Versuchs nach Pellini die Empfehlung abgegeben, mindestens 15ft-lb (feet pound) als minimale Zähigkeitsforderung für Werkstoffe bei Betriebstemperatur zu erfüllen.

Wahrscheinlich wurden daraus durch Hinzufügen von Sicherheiten 20ft-lb, die umgerechnet 27J entsprechen [129].

Mit der Entstehung der modernen Bruchmechanik etwa zu dieser Zeit, wurde auch begonnen, aus Kerbschlagtestresultaten bruchmechanische Parameter abzuleiten. Im British Standard [135] sind einige Methoden, insbesondere das Master-Curve Konzept, beschrieben.

Durch den Steilabfall der Kerbschlagzähigkeit an der Übergangstemperatur ergibt sich für eine Ausgleichsfunktion ein sigmoidaler Verlauf. Mathematisch beschrieben werden kann dieser Verlauf durch den Ansatz von Hofer-Hung-Günes [136], welcher auch die Temperaturabhängigkeit der Kerbschlagzähigkeit in der Hochlage und Tieflage berücksichtigt.

Einfach beschrieben bedient sich dieses Modell dreier Ausgleichsgeraden durch Messpunkte von Hochlage, Tieflage und Übergangsbereich, siehe Abbildung 2-19. In diese Ausgleichsgeraden wird eine Normalverteilungsfunktion nach Gauß hineingelegt. Als zusätzliche Parameter der Funktion kommen die (sich ändernde) Wahrscheinlichkeit für einen duktilen Bruch und die Varianz der Verteilung ins Spiel. Diese beiden Parameter können, wiederum in Abhängigkeit von Temperatur, mit den Ausgleichsgeraden beschrieben werden.

$$a(T) = \alpha_s + \beta_s T + [\alpha_d - \alpha_s + (\beta_d - \beta_s)T]p_d \quad \text{Formel 25}$$

$$p_d(T) = \frac{1}{b\sqrt{2\pi}} \int_{-273,15}^T e^{-\frac{(x-T_0)^2}{2b^2}} dx \quad \text{Formel 26}$$

$$p_d(T) = \frac{a(T) - \alpha_s - \beta_s T}{\alpha_d - \alpha_s + (\beta_d - \beta_s)T} \quad \text{Formel 27}$$

$\alpha_{s,d}$	$x$ -Achse bei $T=0$ ,
$\beta_{s,d}$	Steigung der Ausgleichsgeraden
$p_{s,d}$	Wahrscheinlichkeit für Spröd- oder Zähbruch
$s,d$	Index für spröd oder duktil
$T$	Prüftemperatur
$T_0$	Übergangstemperatur
$b^2$	Parameter entspricht der Varianz einer Normalverteilung

Der Bruch wird mit steigender Temperatur zunehmend duktil. Die Zuwachsrate im Übergangsbereich folgt einer Normalverteilung.

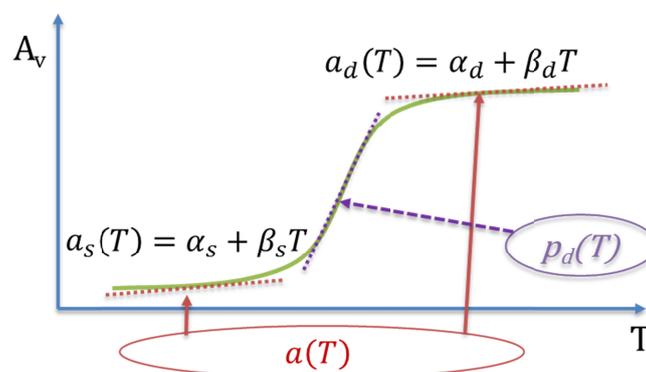


Abbildung 2-19: Visualisierung der Formeln von Hofer-Hung-Günes [136].

### 2.4.1.2 Instrumentierter Kerbschlagbiegeversuch

Eine andere Möglichkeit zur Ermittlung der Kerbschlagarbeit ist die Aufzeichnung einer Kraft ( $F$ ) – Durchbiegungskurve ( $s$ ) nach ÖNORM EN ISO 14556 [137]. Die Fläche unter der Kurve ergibt ebenfalls den Kerbschlagarbeitswert, dieses Prinzip wird beim instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch angewendet.

$$A_V = \int_{s_0}^{s_t} F(s) ds \quad \text{Formel 28}$$

Die Fläche unter der Kraft – Durchbiegungskurve (siehe Abbildung 2-20) repräsentiert die von der Probe während des Versuchs verbrauchte Schlagarbeit  $A_V$ .

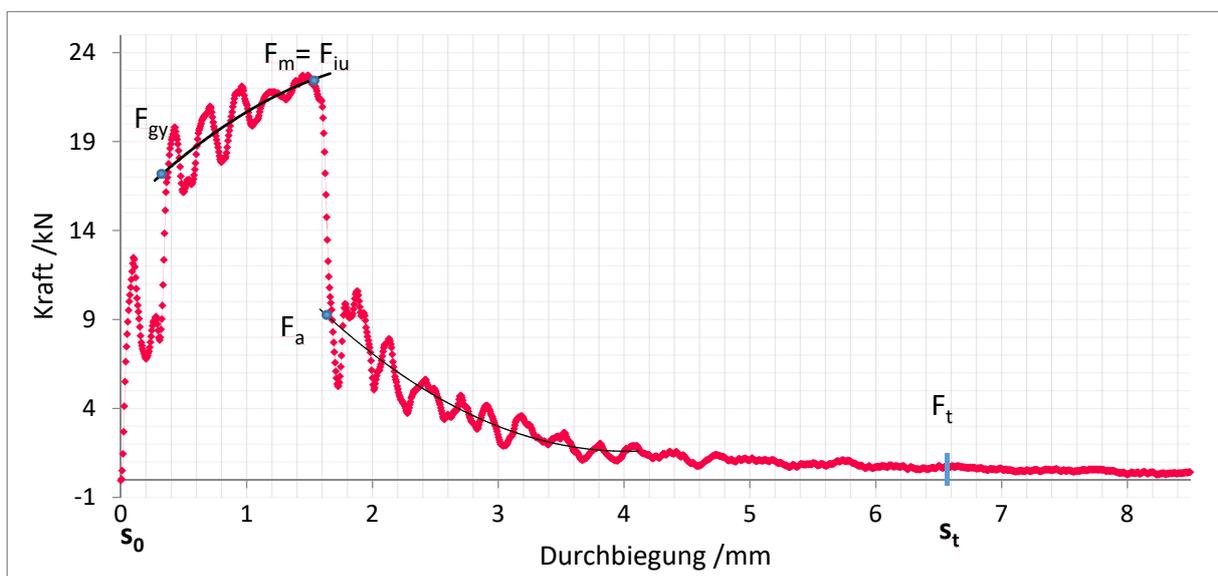


Abbildung 2-20: Instrumentierter Kerbschlagbiegeversuch, gemessene Kraft-Durchbiegung-Kurve [128].

Die Kraftmessung erfolgt mit mindestens zwei Dehnungsmessstreifen die an die Hammerfinne angebracht sind. Die Durchbiegung wird aus der Kraft-Zeit-Messung ermittelt oder kann mithilfe optischer, induktiver oder kapazitiver Aufnehmer gemessen werden.

Aus dem aufgezeichneten Diagramm kann der Beginn eines Sprödbrechens und das Auffangen des Risses (Rissstopp) ermittelt werden [129]. Die in Abbildung 2-20 verwendeten Abkürzungen werden nach zitierter Norm wie folgt erklärt:

$F_{gy}$  Fließkraft: Kraft an der Übergangsstelle vom linear ansteigenden Teil zum gekrümmt ansteigenden Teil der Kraft-Durchbiegung-Kurve. Sie kennzeichnet in erster Näherung den Eintritt der Vollplastifizierung des Ligaments der Probe.

$F_m$  Höchstkraft: Maximalkraft im Verlauf der Kraft-Durchbiegung-Kurve.

$F_{iu}$  Kraft der Risseinleitung: Kraft beim Beginn des Steilabfalls der Kraft-Durchbiegung-Kurve. Sie kennzeichnet den Beginn der instabilen Rissausbreitung.

$F_a$  Kraft bei Rissauffangen: Kraft am Ende der instabilen Rissausbreitung.

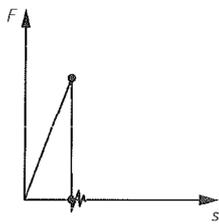
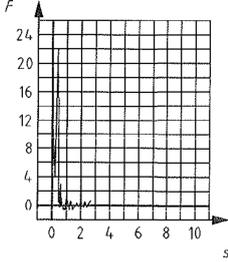
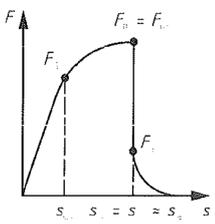
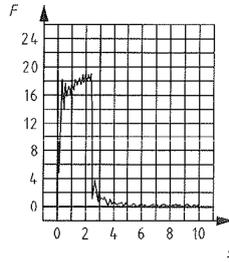
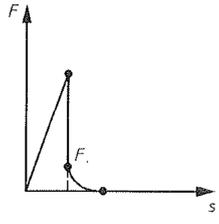
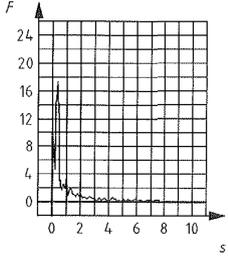
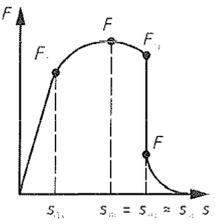
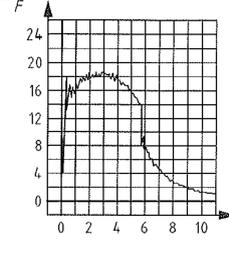
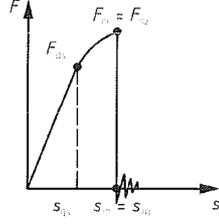
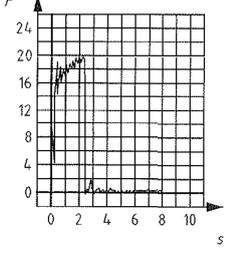
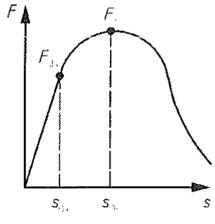
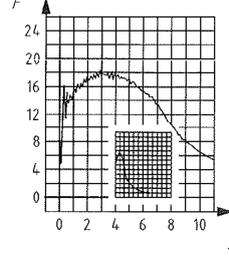
Mit wenigen Worten kann das Bruchgeschehen beim Versuch folgendermaßen beschrieben werden:

Zwischen den Kräften  $F_{gy}$  und  $F_m$  treten erste Mikrorisse auf, deren Auftreten hängt stark von Kerbform ab. Die Mikrorisse erreichen hierbei noch nicht die für den Bruch erforderliche Länge. Ab Kraft  $F_{iu}$  breitet sich im Kerbquerschnitt ein Riss aus, welcher einen Spaltbruch erzeugt, hierbei fällt die Last nahezu senkrecht ab. Bei Kraft  $F_a$  kommt der bei  $F_{iu}$  beginnende schnelle Riss zum Stillstand, noch bevor die Probe ganz gebrochen ist. Im Querschnitt hat sich der Spannungszustand so verändert, dass sich bis zum Ende des Versuches bei  $F_t$  noch Verformungsbrüche bilden.

Analog dazu werden die Werte der Durchbiegung  $s_{gy}$ ,  $s_m$ ,  $s_{iu}$  und  $s_a$  genannt, die Gesamtdurchbiegung wird als  $s_t$  bezeichnet. Die Schlagarbeit bei Höchstkraft hat das Kürzel  $W_m$ , und die Gesamtschlagarbeit  $W_t$ . Zur Auswertung der Kraft-Durchbiegungskurven mittels Ausgleichsfunktionen beschreibt die Norm sechs verschiedene Brucharten, siehe Tabelle 2-5.

Bei jeder Messkurve muss individuell entschieden werden, nach welcher Bruchart die Messung ausgewertet wird. Die Kraft-Durchbiegungskurven unterscheiden sich häufig auch bei identen Werten der Kerbschlagarbeit in ihrer Form.

Tabelle 2-5: Charakteristische Brucharten – Möglichkeiten zur Auswertung nach Norm [137].

Art	Schematische Darstellung	Beispiel eines Messplots	Art	Schematische Darstellung	Beispiel eines Messplots
A			D		
B			E		
C			F		

## 2.4.2 Grundlagenmodelle für Festigkeit und Zähigkeit

Die aktuelle Literatur zum Thema Zähigkeitsmodellierung, insbesondere Kerbschlagzähigkeit und Bruchzähigkeit, bedient sich gleicher Grundmodelle (meist älteren Datums) und Begriffe, die dann vom jeweiligen Autor modifiziert und auf den jeweiligen Werkstoff angepasst werden.

Als kleine Auswahl von Grundmodellen die sich nicht hauptsächlich auf die Zähigkeit, sondern auch auf andere mechanische Eigenschaften beziehen (vorwiegend Festigkeit und Härte) sind zu nennen:

- Griffith Konzept mit Verbesserungen von Irwin und Orowan
- Versetzungsmodell nach Taylor
- Weibull Modell und die Likelihood Methode
- Modell von Peierls-Nabarro
- GND Modell von Asbhy

Im Folgenden werden diese Modelle genauer erörtert:

### 2.4.2.1 Griffith Konzept

Griffith's Betrachtungen legten den historischen und wissenschaftlichen Grundstein zur Bruchmechanik [138]. Auf Basis der Energieerhaltungssätze postulierte er in einer Veröffentlichung im Jahre 1920 [139] die fundamentale Theorie der Energiebilanz beim Bruchgeschehen. In seiner Veröffentlichung verwendete er die Ergebnisse von Inglis aus dem Jahr 1913 [140], wo aus der Elastizitätstheorie die Spannungskonzentrationen rund um ein elliptisches Loch ermittelt wurden. Das Griffith Konzept besagt, dass die Bruchspannung eine Funktion der Rissgröße und der Grenzflächenenergie in den Bruchflächen ist.

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{\pi\gamma E}{2(1-\nu^2)a}} \quad \text{Formel 29}$$

$\sigma_f$	<i>Bruchspannung</i>
$\gamma$	<i>Oberflächenenergie</i>
$a$	<i>Rissgröße</i>
$\nu$	<i>Poissonzahl (0,3)</i>
$E$	<i>E-Modul (210 GPa)</i>

Griffith's Formel ist nur für sehr spröde Materialien, wie beispielsweise Glas, gültig. Für Metalle war das Modell nicht geeignet, wurde aber später von Irwin [141] und Orowan [142] unabhängig voneinander modifiziert.

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2(\gamma+\gamma_p)E}{\pi a}} \quad \text{Formel 30}$$

Die verbesserte Formel berücksichtigt auch die Energie der plastischen Deformation  $\gamma_p$ . Orowan studierte die plastische Verformung direkt neben den Spaltflächen. Anhand der Tiefe der Verformungsriefen bestimmte er den Parameter  $\gamma_p$ .

Jedoch war es Irwin, der aus Griffith's Arbeit die Linear-Elastische Bruchmechanik (LEBM) entwickelte, zuerst mit Energieparametern und später mit dem Spannungsintensitätsfaktor  $K$  [143].

Das Modell von Griffith wird in dieser Arbeit zu den Grundlagenmodellen gezählt, weil die betrachtete Oberflächen- oder Grenzflächenenergie  $\gamma$  die zerbrochenen Bindungen pro Flächeneinheit widerspiegelt. Dieser atomistische und sehr allgemeine Ansatz findet sich auch in der Beschreibung der Mikrostruktur.  $\gamma$  ist somit ein wichtiger Term der sowohl mikrostrukturelle als auch mechanische Eigenschaften beschreiben kann. In neueren Veröffentlichungen werden Griffith's Betrachtungen für bruchmechanische Aufgabenstellungen von Kolednik [144] und für die Modellierung des spröd-zähen Übergangsbereiches von Zhao [145] angewendet.

### 2.4.2.2 Taylor Modell

Die nächste Fundamentalgröße für die Beschreibung von mechanischen Eigenschaften und für die Beschreibung der Mikrostruktur ist die Versetzungsdichte  $\rho$ . Begriff und Term stammen von Taylor [113,146] der herausfand, dass plastische Deformation als ein Gleiten in kleinen Betrachtungseinheiten erklärt werden kann. Taylor gab diesen „Gleiteinheiten“ den Namen Versetzungen. Die Theorie, welche elastische Felder von Defekten beschreibt, stammt ursprünglich von Volterra [147] aus dem Jahr 1907. Sie wurde von Taylor aufgegriffen und weiterentwickelt.

Er schreibt, dass die Ausbreitung einer Gleitebene analog zur Rissausbreitung verläuft, welche man auch als eine Funktion der Zähigkeit beschreiben kann. So wird zwischen der Versetzungsbewegung welche die Festigkeit eines Materials charakterisiert und der Versetzungsbewegung die analog mit einer Rissausbreitung einhergeht, also die Zähigkeit charakterisiert, ein Bezug geschaffen. Die Formel von Taylor für die Schubspannung ist schon im Kapitel 2.3.4 auf Seite 38 als Formel 21 angegeben.

### 2.4.2.3 Weibull Modell

Das Weibull Modell aus dem Jahre 1939 [148] baut eine Brücke zwischen Statistik und mechanischen Eigenschaften. Weibull verglich experimentelle Ergebnisse mit berechneten Bruchfestigkeitswerten. Die beobachteten Abweichungen kompensiert er mit einer statistischen Verteilungsfunktion. Die Bruchwahrscheinlichkeit  $P_f$  bei beliebiger Spannungsverteilung  $\sigma$  in einem Volumen  $V$  kann bestimmt werden durch:

$$\log(1 - P_f) = - \int_V \left( \frac{\sigma_w}{\sigma_u} \right)^m dV \quad \text{Formel 31}$$

$\sigma_w$  ist die sogenannte Weibullspannung,  $\sigma_u$  und  $m$  bezeichnen die Weibullparameter, wobei  $\sigma_u$  eine Weibullreferenzspannung bezeichnet, und  $m$  ein werkstoffspezifischer Exponent ist.

Die einzelnen Parameter werden oftmals iterativ ermittelt, also aus der Verteilung der Weibullspannung  $\sigma_w$  wird ein Weibullexponent  $m$  berechnet, das nimmt wiederum Einfluss auf die Weibullspannung. Eine Ermittlung der Weibullparameter kann auch mit der Maximum-Likelihood-Methode [149] durchgeführt werden, einem Schätzverfahren zur Ermittlung der plausibelsten Parameterwerte.

Hierzu wird der gewählten Stichprobe unter allen möglichen Stichproben die größte Wahrscheinlichkeit verliehen. Das Konfidenzintervall um diese Schätzwerte sind umso enger, je größer die Stichprobe ist, d.h. je mehr Proben getestet werden. Einzelne Größen für die Verteilungsfunktion werden mit Hilfe von Monte-Carlo-Simulationen bestimmt [150].

#### 2.4.2.4 Peierls-Nabarro Spannung

Im Jahr 1940 veröffentlichte Peierls [151] Berechnungen zur Versetzungsgröße und der kritischen Schubspannung für Versetzungsbewegung. Er fand heraus dass diese beiden Größen sehr stark von der Poissonzahl abhängig sind. Im Jahr 1947 erweiterte Nabarro [152] die Peierls Formel. Nun wird die Peierls-Nabarro Spannung  $\tau_{PN}$  folgendermaßen definiert.

$$\tau_{PN} = Ge^{-\frac{2\pi W}{b}} \quad \text{mit} \quad W = \frac{a}{1-\nu} \quad \text{Formel 32}$$

Wobei  $W$  die Versetzungsbreite darstellt,  $G$  den Schermodul,  $\nu$  die Poissonzahl,  $b$  ist der zwischenatomare Abstand und  $a$  der Gleitebenenabstand. Die Peierls-Nabarro Spannung beschreibt die Schubspannung der Versetzungsbewegungen, welche zu plastischer Deformation und Schädigung führt. Das macht es zu einem Grundlagenmodell für Zähigkeitsmodellierung. Diese Betrachtungen wurden von Rice [153,154] aufgegriffen um die plastische Verformung in einer Rissspitze zu beschreiben.

#### 2.4.2.5 Ashby's geometrisch nötige Versetzungen

Ashby veröffentlichte im Jahr 1970 allgemeine Betrachtungen zum Thema geometrisch nötige Versetzungen oder GND's (geometrical necessary dislocations) [155]. Er stellte fest, dass die Kaltverfestigung in mehrphasigen Legierungen aufgrund von Versetzungen viel schneller abläuft als in reinen Einkristallen. In mehrphasigen Legierungen verformen sich die verschiedenen Phasen ungleich. Einzelne Komponenten verformen sich weniger als andere, so kommt es zu Verformungsgradienten. Solche Versetzungen, die Verformungsgradienten begünstigen sind „geometrisch nötig“ also GND's.

Im Gegensatz dazu stehen die SSD's (statistically stored dislocations) welche keinen Einfluss auf die Deformation haben. Die geometrische Gleitdistanz ist ein charakteristischer Mikrostrukturparameter, sie gibt an, wie sich die Versetzungen unter Zugbelastung akkumulieren.

Die GND's tragen zweifach zur Verfestigung bei, sie stellen sich dem Gleiten als Hindernisse in den Weg, und im Kollektiv erzeugen sie einen weitreichenden inneren Widerstand (back-stress). Die Schubspannung wird mit der Versetzungsdichte über die Taylor'sche Gleichung, siehe Kapitel 2.3.4 auf Seite 37, in Beziehung gebracht. Die Versetzungsdichte eines plastisch verformten Materials setzt sich nach der GND Theorie aus statistisch zufallsverteilter Versetzungsdichte  $\rho_S$  und „geometrisch erforderlicher“ Versetzungsdichte  $\rho_G$  zusammen:

$$\rho = \rho_S + \rho_G \quad \text{Formel 33}$$

Die geometrische Versetzungsdichte  $\rho_G$  ist ihrerseits eine Funktion des Grenzverlaufes der plastischen Deformation (bzw. des plastischen Dehnungsgradienten)  $\eta^P$  und des Nye-Faktors  $\tilde{r}$ .

Dieser wurde von Arsenlis und Parks [156] eingeführt und soll den kristallografischen Einfluss berücksichtigen:

$$\rho_G = \tilde{\tau} \frac{\eta^p}{b} \quad \text{Formel 34}$$

$\eta^p$      *plastischer Dehnungsgradient*  
 $\tilde{\tau}$      *Nye Faktor*  
 $b$        *Burgersvektor*

Die Fließspannung kann mit der Schubspannung über den Taylor-Faktor  $M$  in Beziehung gesetzt werden. Da der plastische Dehnungsgradient in eine einachsige Spannung mündet [157], entspricht dies nach der Von Mises Spannung (Gestaltänderungsenergie) dem Term  $M=\sqrt{3}$ . Durch Multiplizieren dieses Terms mit der Taylor'schen Schubspannung kann die Fließspannung  $\sigma_{flow}$  wie folgt ausgeschrieben werden:

$$\sigma_{flow} = \sqrt{3} \alpha G b \sqrt{\rho_S} \quad \text{Formel 35}$$

$b$        *Burgersvektor*  
 $G$        *Schermodul*  
 $\alpha$        *Korrekturfaktor*  
 $\rho_S$      *statistische Versetzungsdichte*

Ausgangspunkt für die Bestimmung der verschiedenen Anteile der Versetzungsdichte sind Mikrohärtemessungen. Durch das Eindringen des Prüfdiamanten (mit einer bestimmten Geometrie) entstehen nach Nix und Gao [158] geometrisch notwendige Versetzungen. Angenommen wird, dass an der Eindring Spitze kreisförmige Bögen, also Frank Read Quellen, mit dem Burgersvektor normal zur Oberfläche entstehen, und dass sich die resultierende Versetzungsdichte beschreiben lässt durch:

$$\rho_G = \frac{L}{V} = \frac{3\sqrt{2}}{\pi b d} \tan \theta \quad \text{Formel 36}$$

$L$        *Gesamtlänge der erzeugten Bögen*  
 $V$        *Sphärisches Volumen*  
 $b$        *Burgersvektor*  
 $d$        *Eindringdurchmesser*  
 $\theta$        *Eindringwinkel*

Das GND Konzept wurde in Kombination mit anderen Modellen für Zähigkeitsvorhersagen verwendet. Beispielsweise von Nazari [159] und Gür [160], wo die Brinell-Härte in Relation zur Kerbschlagzähigkeit gesetzt wurde. Diese beiden Autoren greifen auf Baron zurück [161] welcher die Brinell-Härte (HB) in Bezug zur Bruchzähigkeit setzte.

### 2.4.3 Zähigkeitsmodelle

Bei den Grundlagenmodellen wurden Ansätze aufgezeigt, die zur Zähigkeitsmodellierung aber auch zur Modellierung anderer mechanischer Eigenschaften verwendet werden.

Die Dissertation von Bernauer [150] beschäftigt sich mit Konzepten, die eine quantitative Beschreibung und Voraussage des Eintritts von Spaltbruch im spröduktile Übergangsbereich zum Ziel haben. Modelle für duktile Materialschädigung und das Risswachstum mit der Berechnung von Spaltbruchwahrscheinlichkeiten werden verglichen. Einige der vorgestellten Modelle werden in der Dissertation Bernauer aufgezeigt.

Modelle die sich speziell auf die Zähigkeit beziehen oder Zähigkeitsbetrachtungen von Grundmodellen ableiten sind wie folgt angeführt:

- Das GTN – Gurson-Tvergaard-Needleman-Schädigungsmodell – Zähbruch.
- Das Beremin Modell - Spröbruch.
  - „local approach“ auf Basis der Weibull Statistik
  - „global approach“
- Das Rousselier Modell basierend auf Gurson
- MSG (mechanism-based strain gradient) Modell als Basis für viele neuere Modelle
- Weiterentwicklung und Kombination der Modelle

Um die Zusammenhänge zu verdeutlichen, wurden in Abbildung 2-21 die Verbindungen der Modelle untereinander hierarchisch aufgezeichnet.

Die grauen „Basisfelder“ stellen die allgemeinen Grundlagenmodelle dar, der darüber liegende blaue Pfeil bezeichnet die Zähigkeitsmodelle, um die sich referenzierende Veröffentlichungen neueren Datums scharen. Die Darstellung ist durchaus nicht vollständig, es werden lediglich einige wenige Modelle in Verbindung zueinander gebracht.

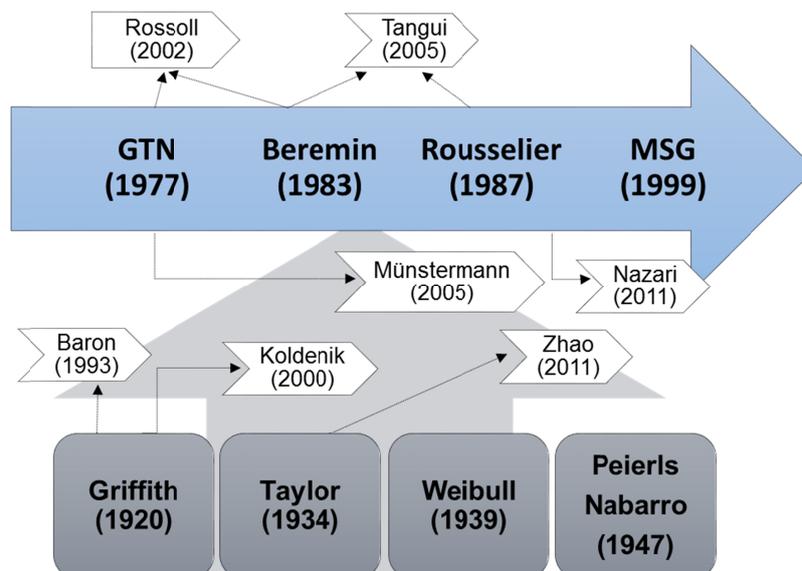


Abbildung 2-21: Modellübersicht Basisfelder (grau) – Grundlagenmodelle; großer Pfeil (blau) – Zähigkeitsmodelle, restliche Felder – Modellerweiterungen und Anwendungen.

### 2.4.3.1 Das GTN – Gurson-Tvergaard-Needleman-Schädigungsmodell

Dieses Modell bezieht sich nur auf Zählbruch. Das von Needleman und Tvergaard [162-164] modifizierte Gurson-Modell [165] (GTN) berechnet das makroskopische Werkstoffverhalten aus der mikroskopischen Hohlraumentwicklung. Münstermann [166] beschreibt dieses Modell folgendermaßen: Dem GTN-Modell liegt ein duktiles Modellmaterial, das aus einem Matrixmaterial und einem Hohlraum (zylinder- oder kugelförmig) besteht, zugrunde.

„Für das Modellmaterial wird eine Fließgleichung formuliert, welche die Existenz und das Wachstum des Hohlraums berücksichtigt. Die Eigenschaften des realen Materials werden dem Modellmaterial in Form von Gleichungen zugewiesen. Dazu zählen neben dem Festigkeits- und Verformungsverhalten auch die Hohlraumwachstums- und –nukleationseigenschaften. Das auf der Fließgleichung nach Von Mises basierende Fließpotenzial des GTN-Modells für einen kugelförmigen Hohlraum in einer kugelförmigen Matrix wird durch folgende Gleichung ausgedrückt.“

$$\Phi = \frac{\sigma_V}{\sigma_y} + 2q_1 f^* \cosh\left(\frac{3}{2} q_2 \frac{\sigma_H}{\sigma_y}\right) - (1 + q_3 f^{*2}) \quad \text{Formel 37}$$

$\Phi$	Fließpotenzial des GTN Modells
$\sigma_V$	Deviatorischer Spannungsanteil – von Mises Spannung
$\sigma_H$	Hydrostatischer Spannungsanteil
$\sigma_y$	mittlere einachsige Vergleichsspannung des Matrixmaterials
$q_1, q_2, q_3$	Fitparameter nach Tvergaard und Needleman
$f^*$	Modifiziertes spezifisches Hohlraumvolumen

Für einen Hohlraumanteil von  $f^*=0$  ergibt sich das ursprüngliche Fließpotenzial nach „Von Mises“. Das Hohlraumvolumen hängt von den wirkenden hydrostatischen Spannungen ab. Deviatorische Spannungen hingegen bewirken Formänderungen des Hohlraums.

Das in der Gleichung angegebene modifizierte spezifische Hohlraumvolumen  $f^*$  entspricht nicht dem realen spezifischen Hohlraumvolumen  $f$ , sondern wurde modifiziert, um dem beschleunigten Tragfähigkeitsverlust einer Struktur bei Überschreiten eines kritischen Hohlraumvolumens  $f_c$  zu berücksichtigen. Eigentlich beschreibt das Modell den Erweichungseffekt welcher durch Poren zustande kommt, und zugleich kann es die Wachstumsrate der Poren während der Verformung durch den plastischen Dehnungstensor vorhersagen.

Bei Materialien mit inkohärenten Einschlüssen wie MnS oder TiO<sub>2</sub>, können schon in einem frühen Verformungsstadium Poren an diesen spröden Einschlüssen nukleieren. Ruggieri [167] schlägt für diese Materialien ein Poren-Cluster Nukleationsmodell vor. Für Materialien wo Poren hauptsächlich an Karbiden oder intermetallischen Phasen nukleieren, kann ein kontinuierliches Modell verwendet werden. In einem kontinuierlichen Modell ist die Anzahl der entstehenden Poren proportional zur plastischen Dehnung.

Das GTN Modell wurde von Rossoll [168] zur numerischen Simulation der Bruchzähigkeit in der Zähigkeits-Hochlage verwendet, zudem baute Rossoll sein Modell aus, um Spannungs-Dehnungskurven von instrumentierten Kerbschlagbiegeversuchen zu simulieren. Auch Zhang [169] beschreibt den Zählbruch mit numerischen Methoden, wobei er sich an das ursprüngliche Gurson Modell hält.

### 2.4.3.2 Das Beremin Modell

Zur Beschreibung von Sprödbruch oder Spaltbruch eignet sich das 1983 veröffentlichte Beremin Modell [170], ein mikromechanisches, statistisches Versagensmodell, das beim Erreichen eines kritischen Spannungszustands Spaltbruch voraussagt.

Im nicht kritischen Bereich beschreibt das Hook'sche Gesetz die Abhängigkeit des elastischen Dehnungsanteils vom Spannungszustand. Der plastische Anteil wird nach der Fließregel, die von Mises aufgestellt hat berechnet. Irreversible Verzerrungen treten auf, wenn die Vergleichsspannung größer ist als die einachsige Fließspannung, die vom Werkstoff und dessen Belastungsgeschichte abhängt. Die Fließspannung nimmt mit der plastischen Dehnung unabhängig vom Belastungsweg zu und kann durch eine skalare Größe, die plastische Vergleichsdehnung, beschrieben werden.

Bei Bruchversagen ist die Modellierung des Werkstoffverhaltens komplizierter. Je nach Werkstoff und Beanspruchungssituation wird ein spezielles Versagensmodell gewählt, dessen Parameter aus Experimenten bestimmt werden. Mikromechanische Schädigungsmodelle und die nichtlineare Bruchmechanik [171] sind eine Weiterentwicklung hinsichtlich der Geometrieabhängigkeit der Versagenskonzepte. Die klassische Bruchmechanik kann nur beim Vorhandensein von Rissen angewendet werden, sie vermag den Vorgang der Rissbildung nicht zu beschreiben [150].

Ein Bruch wird durch die Auflösung des inneren Zusammenhalts, durch die Bildung von Hohlräumen, Rissen oder anderen Diskontinuitäten, also durch Schädigung verursacht. Schädigungsparameter in der Fließfunktion berücksichtigen somit auch die Verformung [172].

Das Modell beinhaltet ein Versagenskriterium [150], also eine Bedingung, unter der ein definierter physikalischer Zustand in einen davon abgegrenzten, zweiten übergeht. Dies ist als Ungleichung formulierbar, wobei die Beanspruchungsgröße  $\Lambda(\sigma_{ij}, \varepsilon_{ij}, f_k)$  durch den Spannungszustand  $\sigma_{ij}$ , den Dehnungszustand  $\varepsilon_{ij}$  und durch eine inneren Variable  $f_k$  eindeutig definiert ist. Versagen oder Bruch tritt ein, wenn folgende Bedingung erfüllt ist:

$$\Lambda(\sigma_{ij}, \varepsilon_{ij}, f_k) \geq \Theta(\chi_I) \quad \text{Formel 38}$$

$\Theta(\chi_I)$  ist eine materialabhängige Größe, die nicht vom Beanspruchungszustand und der Probengeometrie, sondern von externen Parametern  $\chi_I$  wie der Temperatur abhängt. Versagen tritt ein, sobald  $\Lambda(\sigma_{ij}, \varepsilon_{ij}, f_k)$  einen materialabhängigen Wert  $\Theta(\chi_I)$  überschreitet.

**Beremin's lokales Modell** (local approach) [173] basiert auf Weibull's Statistik [148] und auf Schädigungsmechanismen. Es vergleicht mikro- und mesoskopische Beanspruchungsgrößen mit dem Material  $\Theta(\chi_I)$  an lokalen Stellen. Beremin hat daraus ein Spaltbruchmodell für Bauteile aus ferritischen Stählen, bei denen Mikrorisse das Versagen verursachen, entwickelt. Seine Grundannahmen sind in Abbildung 2-22 dargestellt.

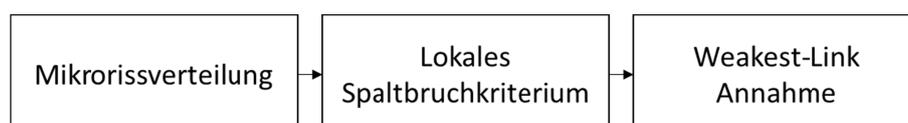


Abbildung 2-22: Grundannahmen des Beremin Modells, aus [150].

Annahmen zur Mikrorissverteilung: Zur Wahrscheinlichkeitsberechnung von Verteilung und Länge der Mikrorisse wird auf das Weibull-Modell zurückgegriffen. Da für die Mikrorissbildung Versetzungsbewegungen nötig sind, und somit plastische Deformationen für Spaltbruch in einem Metall vorausgesetzt werden, wird ausschließlich die plastische Zone betrachtet.

Annahmen zum lokalen Spaltbruchkriterium: Für den Zusammenhang zwischen der Mikrorisslänge  $l$  und der für das Ausbreiten des Mikrorisses kritischen Spannung  $\sigma_c$  gilt das Griffith'sche Kriterium:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{C}{l}} \quad \text{Formel 39}$$

wobei  $C$  eine werkstoffabhängige Konstante bezeichnet.

Weakest-Link-Annahme: Unter der Annahme dass viele Mikrorisse in der Struktur vorhanden sind und sich gegenseitig nicht beeinflussen, wird das Versagen der ganzen Struktur von einem Mikroriss - dem gefährlichsten - ausgelöst. Das ist die Hypothese des schwächsten Glieds. In einer Struktur mit vielen Mikrorissen, kommt es immer zum Versagen am kritischsten Riss.

**Beremin's globales Modell** (Global Approach) [150] vergleicht eine makroskopische Beanspruchungsgröße mit der materialabhängigen Größe  $\Theta(\chi)$ . Die klassische Bruchmechanik bedient sich solcher Versagensmodelle. Beispiele für die Beanspruchungsgrößen  $\Lambda$  aus Formel 35 sind in der Bruchmechanik  $J$  oder  $K_I$ . Diese Werte werden mit Werkstoffkennwerten  $\Theta$ , welche nicht vom Beanspruchungszustand abhängen und den Widerstand des Werkstoffs gegen Bildung oder Ausbreitung eines Risses charakterisieren, verglichen. Die Werkstoffkennwerte können in diesem Modell als Zähigkeitskennwerte  $J_I$  oder  $K_{IC}$  aufgefasst werden.

Beremin's Modelle, die für den Sprödbruch gültig sind, wurden beispielsweise von Tanguy [174] verwendet, um die Übergangstemperatur DBT (ductile to brittle temperature) zu berechnen. Rossoll [168,175] hat die spröd-zäh Übergangskurve für ferritische Stähle mithilfe der Ansätze von Beremin simuliert. In Kombination mit dem GTN-Modell für Zählbruch hat Böhme [176] Beremin's Modelle verwendet, um instrumentierte Kerbschlagbiegeversuche zu analysieren.

### 2.4.3.3 Rousselier Modell

Basierend auf dem Gurson Modell [165] formulierte Rousselier sein Modell im Jahr 1987 [177]. Es teilt das thermodynamische Potential in einen elastischen  $\phi_e$ , einen plastischen  $\phi_p$  und in einen Schädigungsteil  $\phi_d$  (damage). Dadurch kann das Wachstum von Poren, das abhängt von elastischer Dehnung  $\varepsilon_e$ , plastischer Dehnung  $\varepsilon_{pM}$  und einem Schadensparameter  $\beta$ , beschrieben werden.

$$\Phi = \phi_e(\varepsilon_e) + \phi_p(\varepsilon_{pM}) + \phi_d(\beta) \quad \text{Formel 40}$$

Rousselier leitet ein Fließpotential aus einer erweiterten von Mises Fließbedingung mit einem Schädigungs- und einem Verfestigungsterm ab [178]. Dieses Modell das auch Porenvolumensanteile berücksichtigt, wird vielfach zur Schadenssimulation eingesetzt. Beispielsweise verwenden es Tanguy und Bernauer [174,179]. Auch für Kriechfestigkeitsanalysen kann dieses Modell hinzugezogen werden. So setzt es Besson [180] zur Simulation von geschweißten Rohren aus P/T 91 Stahl ein.

### 2.4.3.4 MSG Modell

Eine Ableitung aus den älteren Zähbruchmodellen ist die „auf Mechanismen basierende Dehnungsgradienten Plastizitätstheorie“ oder MSG (mechanism-based strain gradient plasticity theorie) von Gao, Huang und Nix [181,182] aus dem Jahr 1999.

Dieses Modell wird hier erwähnt, da es in neueren Publikationen [157,159,183-185] zum Thema Zähigkeitsmodellierung öfters aufgegriffen wird. Das MSG Modell bedient sich auch der GND (geometrical necessary dislocations) Theorie.

## 2.4.4 Weiterentwicklungen und Kombinationen der Modelle

### 2.4.4.1 Auf Basis der Grundlagenmodelle

Baron [161] verwendet das Modell von Taylor, die Peierls Beziehung und den GND Ansatz. Er bringt damit die Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  mit der Fließgrenze zusammen. Die 0,2% Fließgrenze teilt er zunächst in einen inneren (strukturabhängigen) Teil  $\sigma_i$  und einen temperaturabhängigen Teil  $\sigma^*$ .

Der „innere Teil“ hängt von der Versetzungsdichte und von der Korngröße ab.

$$\sigma_i = \alpha G b \rho^{-0,5} + k d^{-0,5} \quad \text{Formel 41}$$

$\alpha$ .....Konstante  
 $b$ .....Burgersvektor  
 $\rho$ .....Versetzungsdichte  
 $d$ .....Korngröße  
 $k$ .....Hall-Petch Fließkonstante  
 $G$ .....Schubmodul

Es ist zu erkennen, dass dieser innere Teil der Fließgrenze  $\sigma_i$  die Summe aus Versetzungsverfestigung (Formel 21, Seite 38) und Korngrenzenverfestigung (Formel 19, Seite 37) ist. Der Anteil der Versetzungsverfestigung wurde von Baron abgewandelt, die Versetzungsdichte geht nicht als Produkt der Wurzel als  $\rho^{0,5}$  in die Gleichung ein, sondern in ihrem Kehrwert als  $\rho^{-0,5}$ . Eine Begründung dafür ist in der Veröffentlichung leider nicht zu finden. Ebenso wenig wird erläutert, warum die Teilchenverfestigung, die Mischkristallverfestigung und die Ausscheidungsverfestigung nicht berücksichtigt werden. Dieses Modell wird dennoch kurz erklärt, weil neuere Modellansätze von Nazari [159] und Gür [160] darauf aufbauen.

Diesen inneren Teil der Fließgrenze  $\sigma_i$  aus Formel 41 setzt Baron mit dem bruchmechanischen  $K_{IC}$  Wert in Beziehung. Den temperaturabhängigen Teil  $\sigma^*$  verknüpft er mit der Peierls Spannung. Das Verhältnis zwischen Härte und Festigkeit (UTS...ultimate tensile strength) ist konstant [186], daher wird aus dem postulierten, linearen Zusammenhang zwischen  $K_{IC}$  und der inversen Zugfestigkeit, ein linearer Zusammenhang zwischen Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  (auf y-Achse) und inverser Brinellhärte  $K_{IC}/HB$  (auf x-Achse) abgeleitet. Dieser Ansatz eignet sich laut Autor jedoch nur bedingt und nur im Bereich des Sprödbruches zu Vorhersagen.

Auf Basis des MSG Modelles, des GND Konzepts und der Kombinationsansätze von Baron, modellierten Nazari [159] und Gür [160] die Kerbschlagarbeit. Nazari untersuchte Schichtstähle, wo auch Phasenübergangsgradienten zu berücksichtigen waren.

Für das Verhältnis Härte zu Festigkeit wird von Nazari der Taborfaktor 3 [186] eingesetzt.  $HV$  bezeichnet die Mikrohärtigkeit nach Vickers und nach Einsetzen in die Grundgleichung Formel 32 ergibt sich:

$$HV = 3\sqrt{3}\alpha Gb\sqrt{\rho_S + \rho_G} \quad \text{Formel 42}$$

Zur analytischen Modellierung der Kerbschlagzähigkeit wurde auf den Ansatz von Baron zurückgegriffen, wo die Zähigkeit mit der Brinellhärtigkeit in Verbindung gebracht wird. Auf eine weitere Veröffentlichung von Gür [160] bezugnehmend, lässt sich die Relation zwischen Härte (nach Vickers) und Kerbschlagarbeit wie folgt darstellen [183].

$$A_V = \frac{B(HV)}{HV-A} \quad \text{Formel 43}$$

$A, B$     Konstanten  
 $A_V$     Kerbschlagarbeit  
 $HV$     Härte nach Vickers

Die Konstanten A und B lassen sich aus zuvor aufgestellten Beziehungen, empirischen Daten und Iterationen ermitteln [183]. Laut Autorenschaft waren die Übereinstimmungen mit experimentellen Daten sehr gut, dem kann entgegengestellt werden, dass bei der individuellen Einstellung der Anpassungskonstanten sehr viel Spielraum möglich ist.

#### 2.4.4.2 Auf Basis der Zähigkeitsmodelle

Rossoll [168] errechnete aus dem GTN Konzept und aus dem lokalen Ansatz des Beremin Modells die Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  für einen Stahl A508. Die Eingangsparameter wurden aus dem instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch erhalten und auch numerisch simuliert. In der Tieflage der Kerbschlagarbeitskurve wurde die Bruchzähigkeit über das Master-Curve-Konzept aus Kerbschlagbiegewerten abgeleitet. Im Übergangsbereich wurde das Beremin Modell verwendet. Bei den Untersuchungen konnte die Bruchzähigkeit bis zu Temperaturen von  $-60^\circ\text{C}$  gut vorhergesagt werden, bei höheren Temperaturen war das Modell unzureichend.

Auch Tanguy [174] führte eine numerische Simulation der Kerbschlagbiegeprüfung im Übergangsbereich für den Stahl A508 durch. Das viskoplastische Temperaturverhalten des unbeschädigten Materials und Rissanfang und -wachstum beim Kerbschlagbiegeversuch wurden untersucht. Zum Einsatz kamen mehrere Zähigkeitsmodelle:

- Duktilen Versagen (Rousselier Modell): Die plastische Fließfläche des Materials hängt von Äquivalenzspannung und von den Hauptspannungen ab. Zusätzlich wird  $f$  (Hohlraumvolumen) eingeführt und berücksichtigt.
- Elastoplastisches Verhalten: Die Dehngrenze des Materials wird als Funktion der Temperatur betrachtet. Die plastische Dehnrates wird durch die viskoplastische Fließrate beschrieben.
- Sprödes Versagen (Beremin Modell): Die zufällige Natur des Sprödbrechens basierend auf der Weibull Theorie (schwächstes Glied) wird angewendet.

Tanguy arbeitete mit angepassten Parametern, siehe Tabelle 2-6.

Tabelle 2-6: Beispielhafte Modellparameter für Simulation des Kerbschlagbiegeversuches, Stahl A508 [174].

Elastic properties	Young's modulus $E$	210 GPa
	Poisson's ratio $\nu$	0.3
Plastic hardening	$R_0(T), Q_1(T), b_1(T)$	see Fig. 1
	$Q_2, b_2$	472 MPa, 1.7
Strain rate effect	$K_1(T), n_1(T)$	see Fig. 1
	$K_2, n_2$	0.18 MPa s <sup>1/n<sub>2</sub></sup> , 1.1
Rousselier model	$f_0$	$1.75 \times 10^{-4}$
	$q_R, D_R, f_c$	0.89, 2.2, 0.4
	$A_n$	0.038 for $0.5 \leq p \leq 1.1$
Bereimin model	$V_0, \sigma_u$	0.001 mm <sup>3</sup> , 2925 MPa
	$m, k, p_c$	17.8, 4, $10^{-4}$
Mesh size	$h_{\perp}$	100 $\mu\text{m}$
	$h_1, h_1$ (3D)	150, 800–1200 $\mu\text{m}$
Adiabatic heating	$\beta$	0.9
	$C_p^0$	3.2 MPa s <sup>-1</sup>

Bei der Versagenswahrscheinlichkeit der Kerbschlagprobe muss beachtet werden, dass es im duktilen Fortschreiten zu einer Entlastung des Materials hinter der Bruchfront kommt. Zu jedem Materialpunkt gehört eine „Belastungsgeschichte“ als Funktion der Zeit. Versagen kann nur auftreten, wenn plastische Deformation auftritt. Das Modell war bei tieferen Temperaturen recht zuverlässig, auch im Hochlagenbereich war es durchwegs annehmbar, im Übergangsbereich und in Vorhersage der Übergangskurve war es allerdings nicht exakt.

In der Arbeit von Zhao [145] wird ein C-Mn Stahl auf mikrostrukturelle Veränderungen nach der Kerbschlagbiegeprüfung untersucht. Als Quantifizierungsmerkmal wird eine Art Hohlraumgröße benutzt. Bei den Mikrostrukturbildern von den Bruchflächen der Kerbschlagbiegeproben werden A und B Dimples nach Größe unterschieden (siehe Abbildung 2-23).

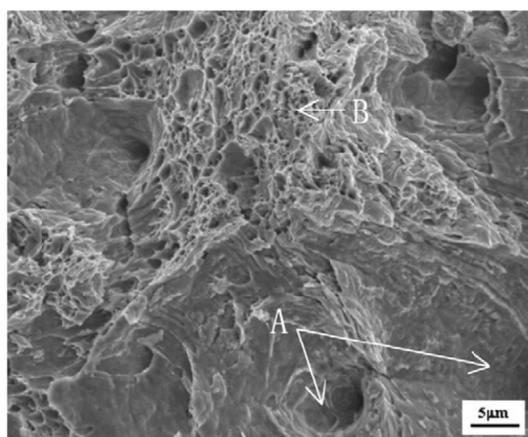


Abbildung 2-23: Mikrostrukturbild von Kerbschlagbruchfläche (bei ca. 50°C) und Charakterisierung der Hohlräume mit A und B Dimples [145].

Diese Bruchflächengrübchen oder A Dimples sind charakteristisch für duktilen Bruch. Die kleinen B Dimples kommen laut Autorenteam auch bei niedrigsten Temperaturen vor. Die A Dimples entstehen dort wo die Bruchspannung größer ist als die Fließspannung. Im Gegensatz dazu tritt Sprödbrech in Temperaturregionen auf, wo die Bruchspannung kleiner ist als die Fließspannung. B Dimples entstehen dort durch Zusammenwachsen der Hohlräume in der Mikrostruktur.

Eine weitere Veröffentlichung auf diesem Gebiet von Hwang [187] geht auch in diese Richtung. Von fünf verschiedenen 18% Chromstählen wurden zuerst die Kerbschlagzähigkeiten ermittelt und danach die Bruchflächen analysiert. Ein Bruchbild von allen untersuchten Proben ist in Abbildung 2-24 zu sehen.

Auffällig bei diesen Untersuchungen ist, dass Zugabe von Nickel und Molybdän die Zähigkeitseigenschaften deutlich verbessert. Auch ein Absenken des Stickstoffgehaltes kann die Übergangstemperatur DBTT (ductile to brittle transition temperature) zu niedrigeren Temperaturen verschieben.

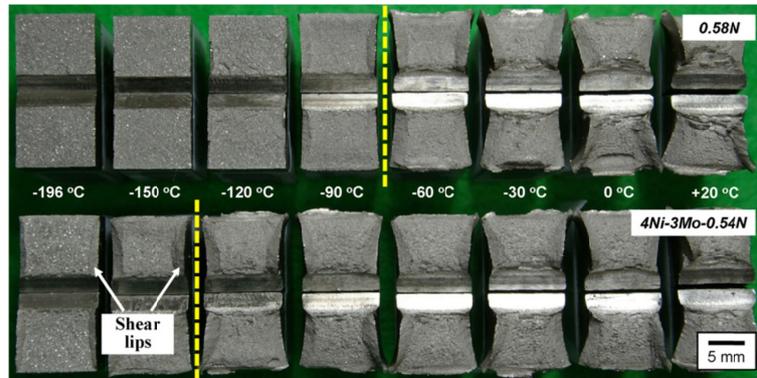


Abbildung 2-24: Bruchflächenübersicht der Kerbschlagmuster bei verschiedenen Temperaturen, von 0,58N und 0,54N Stählen. Übergangstemperaturen sind durch die gepunktete Linie dargestellt [187].

#### 2.4.4.3 Verknüpfung Kerbschlagzähigkeit und bruchmechanische Methoden

In den vorangegangenen Kapiteln wurde die Verknüpfung zum Teil implizit dargestellt. Explizit kann dieser Zusammenhang über das Master Curve Concept [135,188,189] hergestellt werden. Dieses arbeitet mit empirischen Daten und ist ein rein empirischer und phänomenologischer Ansatz.

Suresh [190] und Kolednik [144] stellen ein analytisches Modell für die Beziehung von Streckgrenzengradient zu Risswachstumsverhalten auf. Dafür fügten sie der treibenden Bruchkraft einen zusätzlichen Term hinzu. Becker [191] modelliert die Bruchzähigkeit anhand von SE(T) Proben, das sind gekerbte Zugproben, mit Anrissen in verschiedenen Positionen. Er arbeitet mit Weibull Statistik und homogenem E-Modul.

Hutchinson [192], Rice und Rosengren [153] entdeckten unabhängig voneinander die Proportionalität des J Integral zu der Fläche unter der Spannungs-Dehnungskurve.

#### 2.4.5 Weitere Modelle

Die Statistik ist ein wichtiger Bestandteil in vielen Versagensmodellen, so auch bei Joyce und Tregoning [193]. Sie versuchen die Materialinhomogenität und die Spaltrissneigung von ferritischen Stählen mit Weibull-Spannung, Poissonzahl, und Maximum Likelihood Kriterium zu beschreiben.

Sehr ungewöhnliche Konzepte zur fraktalen Beschreibung von Brüchen finden sich bei Mandelbrot [194] (fractal fractures). Der Ansatz scheint sehr vielversprechend. Fraktale Mathematik und Geometrie können beispielsweise in Computeranimationen und Filmen die Realität schon sehr gut abbilden [195]. Auch Schädigungen und Brüche sind laut Alves [196] eher der fraktalen als der euklidischen Geometrie zuzuordnen und deshalb besser mit fraktaler Mathematik beschreibbar. In Kombination mit probabilistischen Methoden definiert Prawoto [197] bruchmechanische Größen mithilfe von Fraktalen.

## 2.5 Zeitstandfestigkeit - Kriechfestigkeit

Kriechen bezeichnet die zeitabhängige, plastische Verformung eines Werkstoffs unter Last, somit ist Kriechen ein viskoplastischer Vorgang [198]. Bei erhöhter Temperatur (etwa bei 40% der Schmelztemperatur in Kelvin) nimmt die Dehnung des Bauteils bei konstanter mechanischer Spannung unter der makroskopischen Fließgrenze mit der Zeit zu.

In Abbildung 2-25 sind drei verschiedene, schematische Darstellungsformen einer Kriechkurve gezeigt. In Bild a ist die Dehnung ( $\epsilon$ ) über die Zeit ( $t$ ), in Bild b die Dehnrates ( $\dot{\epsilon}$ ) über die Zeit und in Bild c die Dehnrates über die Dehnung aufgetragen.

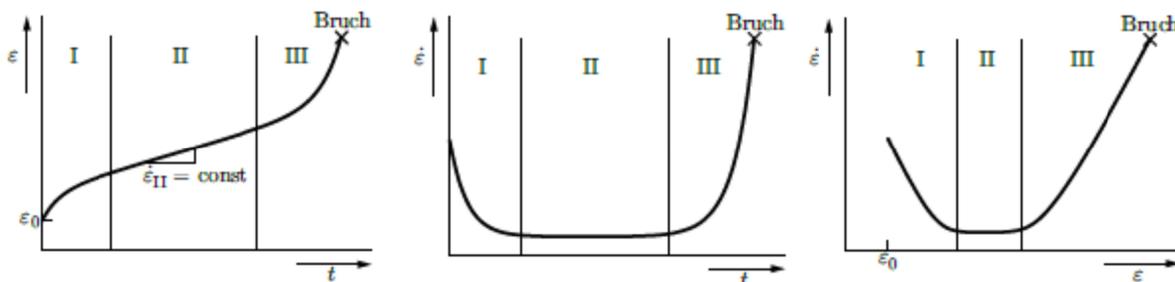


Abbildung 2-25: Drei Darstellungsformen einer Kriechkurve mit je drei verschiedenen Kriechbereichen [198].

Bereich I – primäres Kriechen: Am Anfang der Belastung kommt es in der Probe zu einer sofortigen, zeitunabhängigen Dehnung  $\epsilon_0$ , die sich aus einem elastischen und einem plastischen Anteil zusammensetzt. Die Dehnung nimmt im Lauf der Zeit zu, die Dehngeschwindigkeit jedoch nimmt ab.

Bereich II – sekundäres (stationäres) Kriechen: Hier ist die Dehnrates annähernd konstant.

Bereich III – tertiäres Kriechen: Die Lebensdauer der Probe ist erreicht. Durch massive innere Schädigung kommt es zu einer starken Zunahme der Dehnrates bis zum Bruch des Bauteils.

### 2.5.1 Kriechmechanismen

Unter verschiedenen Lastbedingungen (Temperatur und Spannung) sind verschiedenen Mechanismen wirksam. Verformungsmechanismen-Diagramme nach Ashby [199] zeigen, unter welchen Bedingungen welche Mechanismen vorherrschen. In Abbildung 2-26 ist ein idealisiertes Verformungsmechanismen-Diagramm dargestellt. Hier sind Temperatur ( $T$ ) und anliegende Spannung ( $\tau$ ), auf die relevanten Werkstoffparameter Schmelztemperatur ( $T_m$ ) und Schubmodul ( $G$ ) normiert und aufgetragen [98].

Je nach Temperaturbereich kann der Verformungsmechanismus abgelesen werden. Bei niedrigen Spannungen und niedrigen Temperaturen verformt sich der Werkstoff elastisch.

Die Korngrenzendiffusion (Coble-Kriechen) hat eine niedrigere Aktivierungsenergie und findet bei niedrigeren Temperaturen statt als die Volumendiffusion (Nabarro-Herring-Kriechen). Die Spannungsexponenten für beiden Mechanismen sind gleich, daher sind die Felder durch eine senkrechte, strichlierte Linie voneinander getrennt.

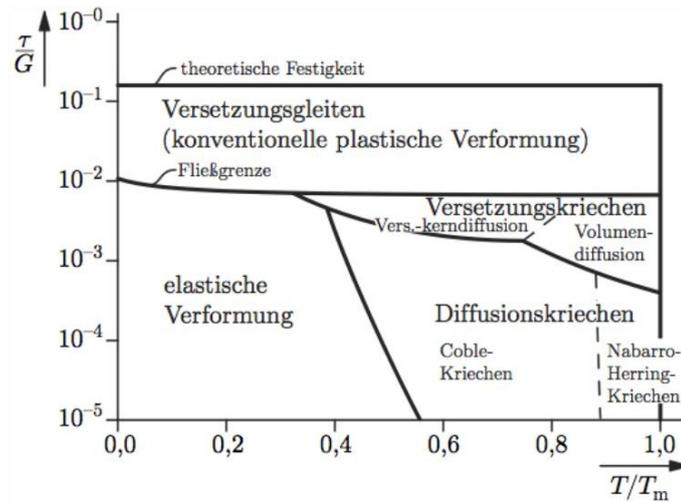


Abbildung 2-26: Ashby Diagramm von [198] - Sekundärzitat nach [199].

Bei höheren Temperaturen beginnt das Diffusionskriechen und bei etwas höheren Spannungen das Versetzungskriechen. Geht man zu höheren Spannungen über, so nimmt das Versetzungskriechen mit seinem höheren Spannungsexponenten an Bedeutung zu.

Bei noch höheren Spannungen beginnt die eigentliche plastische Verformung welche man auch als Versetzungsgleiten bezeichnen kann. Erreicht die Spannung schließlich etwa ein Zehntel des Schubmoduls, ist die theoretische Festigkeit des Materials erreicht.

Bei Kriechversuchen wird die Temperatur konstant gehalten, die Spannung steigt bei konstanter Gewichtsbelastung proportional zur Dehnung und resultierender Querschnittsveränderung an. In einer Veröffentlichung von Dimmler [200] werden drei Kriechmechanismen ausführlich beschrieben, in Abbildung 2-27 ist ein Diagramm aus der Veröffentlichung abgebildet.

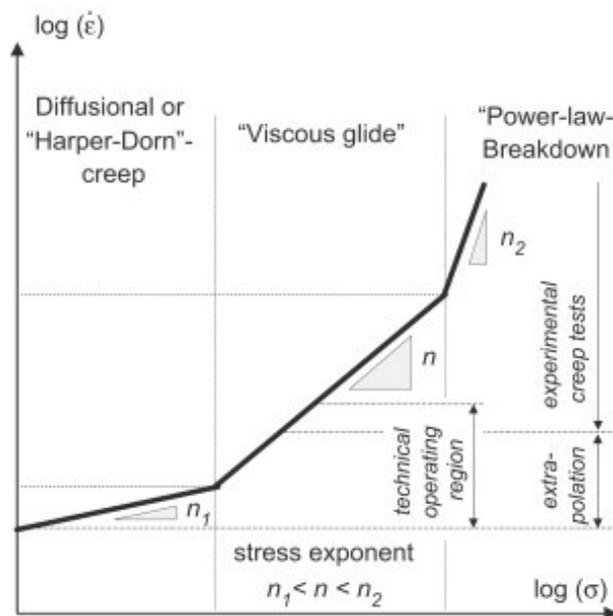


Abbildung 2-27: Schematische, logarithmische Darstellung der Kriechrate ( $\dot{\epsilon}$ ) in Abhängigkeit von der Spannung ( $\sigma$ ) [200].

In Abbildung 2-27 ist der Logarithmus der Kriechrate über dem Logarithmus der Spannung aufgetragen. Die sich potentiell ändernde Steigung der Kriechrate wird auf die Änderung der Kriechmechanismen mit steigender Spannung zurückgeführt.

### 2.5.1.1 Diffusionskriechen (Diffusional Creep)

Bei geringer Spannung wird das Kriechverhalten durch Diffusion kontrolliert. Die Norton Beziehung setzt die statische Kriechrate  $\dot{\epsilon}_{SS}$  in Beziehung zur angelegten Spannung  $\sigma$ .

$$\dot{\epsilon}_{SS} = A_0 * \sigma^n \qquad \text{Formel 44}$$

$A_0$  ist eine Konstante und  $n$  ist der Spannungsexponent. Beim Diffusionskriechen hat der Spannungsexponent einen Wert von  $n \approx 1$ . Dieser konstante Bereich des Diffusionskriechens wird auch als „Harper-Dorn“ Kriechen bezeichnet, hier spielt die Korngröße keine so große Rolle wie beim Nabarro-Herring oder beim Coble Kriechen. Bei Nabarro-Herring und Coble Kriechen basiert der Verformungsmechanismus auf Leerstellenwanderung und der spannungsabhängigen Leerstellenkonzentration [98]. Vereinfacht gesagt diffundieren Leerstellen oder Zwischengitteratome durch das Kristallgitter.

### 2.5.1.2 Viskoses Fließen und Versetzungsgleiten (Viscous Glide)

Ab einem Spannungsexponent  $n=1$  spricht man allgemein von einem viskosen oder Newton'schen Fließen. Zähflüssigkeiten, sogenannte Newton'sche Fluide, zeigen ein analoges Fließverhalten, bei dem die erzeugte Reibungsspannung der Fließgeschwindigkeit proportional ist; der Proportionalitätsfaktor entspricht der Viskosität [200]. Bei steigender Spannung wird das Kriechen zunehmend von Versetzungsbewegungen bestimmt. Die Versetzungen bewegen sich dabei außerhalb der Gleitebenen was durch Leerstellendiffusion unterstützt wird. Der Spannungsexponent  $n$  liegt hierbei bei etwa 3 bis 5. Der Knickpunkt in den Geraden kennzeichnet den Übergang von Diffusionskriechen zu Versetzungsgleiten, welches um Größenordnungen höher ist als das Diffusionskriechen. Dieser Übergang ist bei allen Extrapolationen, die man mit Daten aus Versuchen mit hohen Spannungen und kurzen Laufzeiten vornimmt, zu beachten.

### 2.5.1.3 Exponentielles Kriechen (Power Law Breakdown)

Bei hohen Belastungen kommt es zum exponentiellen Kriechen oder „Power-Law-Breakdown“ wobei der Spannungsexponent sehr stark steigt, Werte von  $n \geq 20$  finden sich in der Literatur (Wilcox in [200]). Das Norton'sche Kriechgesetz beschreibt bei diesen hohen Spannungen die Spannungsabhängigkeit der Verformungsgeschwindigkeit nicht mehr korrekt [98].

Zusammenfassend wird in der Veröffentlichung gesagt, dass wegen der Mechanismenwechsel beim Kriechen die Extrapolation von Daten aus Kurzzeitkriechversuchen sehr kritisch beurteilt werden muss.

## 2.5.2 Extrapolationsmethoden

Um auf die Betriebsfestigkeit eines Werkstoffes bei erhöhten Temperaturen schließen zu können, ist der klassische Kriechversuch nicht zu ersetzen. Um Zeit und Geld zu sparen wurde und wird versucht, den Weg der Datenfindung abzukürzen.

Die Extrapolation von Kriechraten, beispielsweise bei Kurzzeitkriechversuchen, darf nur in ähnlichen Spannungsniveaus und ohne Wechsel des Kriechmechanismus erfolgen. In nachfolgender Abbildung 2-28 sind die Auswertungen von am IWS durchgeführten Kriechversuchen bei 600°C zusammen mit Literaturdaten von Polcik [106] zu sehen. Hierbei wird das Verhalten der Kriechrate in Abhängigkeit von der angelegten Spannung, wie in Abbildung 2-27 gezeigt, experimentell bestätigt.

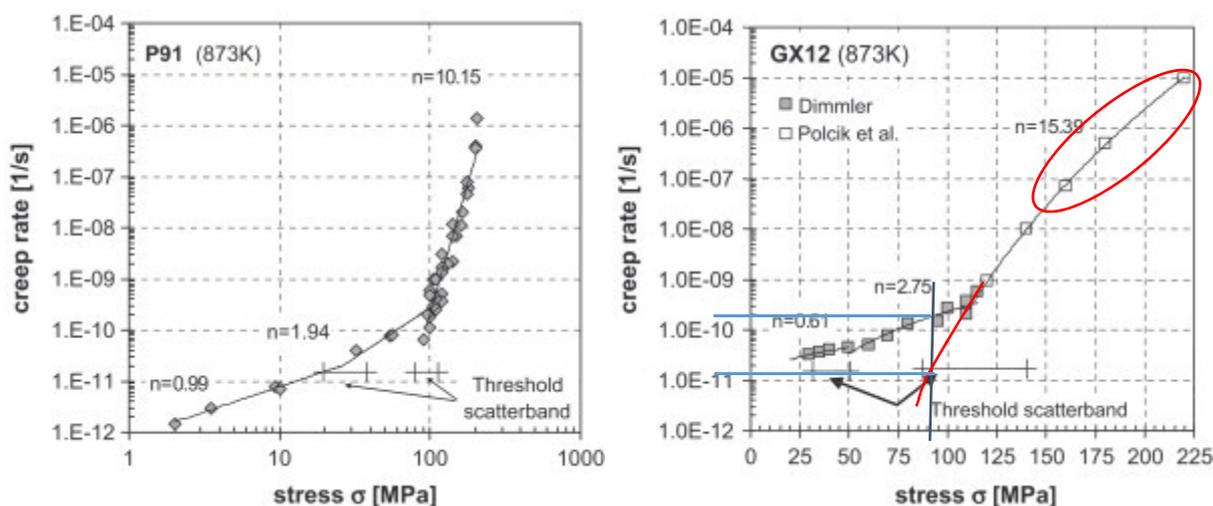


Abbildung 2-28: Kriechrate über Spannung, (li.): Werkstoff P91 bei 600°C beide Achsen logarithmisch. / (re.): Werkstoff GX12 bei 600°C, Spannungsauswahl linear, Darstellung aus [200]. Grafik bearbeitet: (Rot) Spannungsbereich des ACT; (blau) resultierende Kriechraten bei 90 MPa Spannung.

Das „threshold scatterband“ zeigt den errechneten Schwellenwert für den jeweiligen Spannungsbereich. Um die Schwellenwerte in den Spannungsbereichen zu finden ist eine Vielzahl von Kriechversuchen nötig. Zur Abschätzung dieses Mechanismenwechsels kann das „Backstress Konzept“ [200-203], verwendet werden.

Ein weiterführendes Konzept, und zwar das des Accelerated Creep Test (ACT) von Stan T. Mandziej [204-207], versucht die Alterung eines Materials durch zyklische Belastung (Ermüdung) zu beschleunigen. Damit sollen deutlich früher als durch Echtzeit-Kriechtests Zeitstandwerte generiert werden. Kritisch zu betrachten ist, dass beim ACT sehr hohe Belastungen, welche im Bereich des Power-law-Breakdown liegen, angelegt werden und dass der Mechanismenwechsel unberücksichtigt bleibt. Um die Auswirkung von Extrapolation zu verdeutlichen, wurde die rechte Grafik in Abbildung 2-28 bearbeitet. Rot umrandet ist der in einem ACT verwendete Spannungsbereich >150 MPa, in welchem mit einem Spannungsexponenten von  $n=15,39$  exponentielles Kriechen herrscht. Die Extrapolationsfunktion wurde zusätzlich sichtbar nach unten hin, zu niedrigen Spannungen verlängert. Mit horizontalen, blauen Linien werden zwei Kriechraten dargestellt. Die obere Linie zeigt die Kriechrate bei 90 MPa Spannung, Kriechmechanismus II ( $n=2,75$ ), und die untere Linie zeigt die Kriechrate aus der extrapolierten Funktion des Kriechmechanismus III.

Anhand der rechten Darstellung von Abbildung 2-28, wo Kriechdaten des Werkstoffes GX12 eingetragen sind, kann nachvollzogen werden, was passiert, wenn man aus Kriechdaten bei hoher Spannung, Kriechraten bei niedriger Spannung extrapoliert. Wenn der Mechanismenwechsel beachtet wird, liegt die Kriechrate bei  $2 \cdot 10^{-10}$  [1/s] (obere blaue Linie). Wird der Wechsel des Mechanismus nicht berücksichtigt, liegt die vorhergesagte Kriechrate bei  $1 \cdot 10^{-11}$  [1/s] (untere blaue Linie), das ist mehr als eine Zehnerpotenz zu tief.

### 2.5.3 Mikrostrukturentwicklung während des Kriechens

Die Dehnung des Materials bei erhöhter Temperatur bewirkt viele Veränderungen in der Mikrostruktur:

- Entstehung, Wachstum und Auflösung von Ausscheidungen
- Entstehung und Wachstum von Poren
- Kornwachstum
- Versetzungsbewegungen

Die Kriechmechanismen im Material sind nicht nur spannungs- und temperaturabhängig, sondern durch die sich verändernde Mikrostruktur auch zeitabhängig. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 2-29 dargestellt [8].

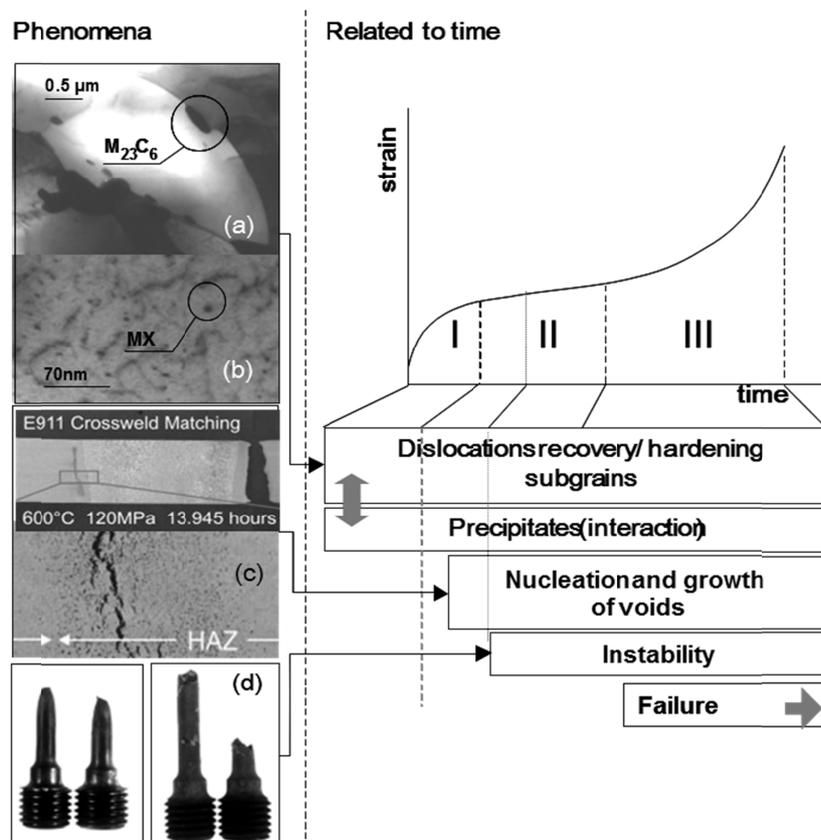


Abbildung 2-29: Schematisches  $\epsilon/t$  Diagramm bei hohen Temperaturen, mit Darstellung der mikrostrukturellen Veränderungen (Phenomena): (a) und (b) Ausscheidungswechselwirkungen des Stahles G-X12CrMoVNbN10-1-1 [16]; (c) Entstehung und Wachstum von Poren [20] und (d) gebrochene Zeitstandproben des Stahles G-X12CrMoVNbN10-1-1 [16].

Die werkstoffabhängige Dehnung bei hohen Temperaturen ist über der Zeit aufgetragen, die mikrostrukturellen Veränderungen, die durch das Kriechen entstehen sind jeweils auf der linken Seite dargestellt. Über die gesamte Lebensdauer eines Stahles kommt es zu Wechselwirkungen zwischen Ausscheidungen, Versetzungen und Korngrenzen, zu sehen ist das in Abbildung 2-29 (a) und (b) aus der Dissertation Hofer [16]. Im Stadium II der obigen Abbildung kommt es zur Bildung und zum Wachstum von Poren. Mit fortschreitendem Kriechen wird das Material irreversibel geschädigt.

In Bild (c) ist der Schliff einer „Crossweld“ Kriechprobe aus dem Werkstoff E911 mit artgleichem Schweißgut, die nach 14.000 Stunden bei 600°C und 120 MPa versagt hat zu sehen, Dissertation Mayr [20]. Es kommt zu einer lokalen Bildung von Kriechporen und Rissen im äußeren Bereich der WEZ. Ab Stadium III kommt es dann zum Bruch bzw. zum Versagen des Bauteiles. Gebrochene Zeitstandproben sind in Bild (d) zu sehen [16].

Als mikrostrukturelle Veränderungen können hauptsächlich die Ausscheidungsentwicklung und die Porenbildung sichtbar gemacht werden. Über die Dehnung und Dehnrate ändert sich auch die Versetzungsdichte, dieser Parameter ist aber experimentell sehr schwer zu quantifizieren.

## 2.5.4 Abschätzung der Kriechfestigkeit

Im Laufe der Betriebszeit kommt es bei erhöhter Temperatur zu einer Vergrößerung der Ausscheidungen und gleichzeitig zu einer Verringerung der Teilchendichte. Durch die Vergrößerung stehen den Versetzungen weniger Hindernisse im Weg und es kommt zu Versetzungskriechen- bzw. -gleiten. Ausscheidungsphasen deren Vergrößerung einen Einfluss auf die Kriechfestigkeit haben sind beispielsweise  $M_{23}C_6$ , MX Ausscheidungen und die intermetallische Laves Phase. In Abbildung 2-30 ist die nach Orowan-Gleichung berechnete Hinderniswirkung verschiedener Ausscheidungen in einem B2 Stahl bis 60.000h dargestellt [18].

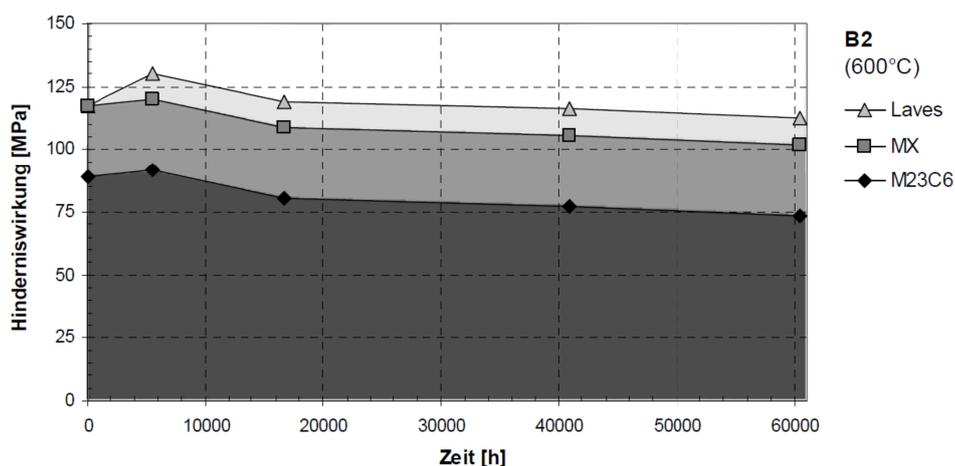


Abbildung 2-30: Berechnete Hinderniswirkung (nach Orowan) der Ausscheidungen im Stahl B2 als Funktion der Kriechzeit bei 600°C Betriebstemperatur [18].

Eine andere Ausscheidung die erst nach einigen tausend Betriebsstunden entsteht und einen entscheidenden, negativen Einfluss auf die Zeitstandfestigkeit hat ist die modifizierte Z-Phase [9]. Diese wurde allerdings bis dato im 9% Cr Stahl B2 nicht gefunden.

Weil in der Software MatCalc die Ausscheidungsparameter als Funktionen der Zeit berechnet werden können, kann auch die Kriechfestigkeit zumindest aus Sicht der Ausscheidungsentwicklung abgeschätzt werden. Jedenfalls ist der Mechanismenwechsel, welcher im Kriechgesetz von Norton durch eine Änderung des Spannungsexponenten beschrieben wird zu berücksichtigen. Ein möglicher Weg die Schwellenwertspannung zwischen den Mechanismenwechsel zu ermitteln, liegt in der Anwendung des Back Stress Konzepts:

Eine effektive Spannung  $\sigma_{eff}$ , welche sich aus angelegter Spannung  $\sigma$  abzüglich  $\sigma_i$  (back-stress) errechnet, bewirkt die plastische Verformung. Basis der Überlegungen ist der Widerstand den Ausscheidungen gegen Versetzungsbewegungen aufbringen. In Abbildung 2-31 ist dies zusammenfassend dargestellt, Abbildung von Reppich [201] aus der Dissertation Dimmler [18].

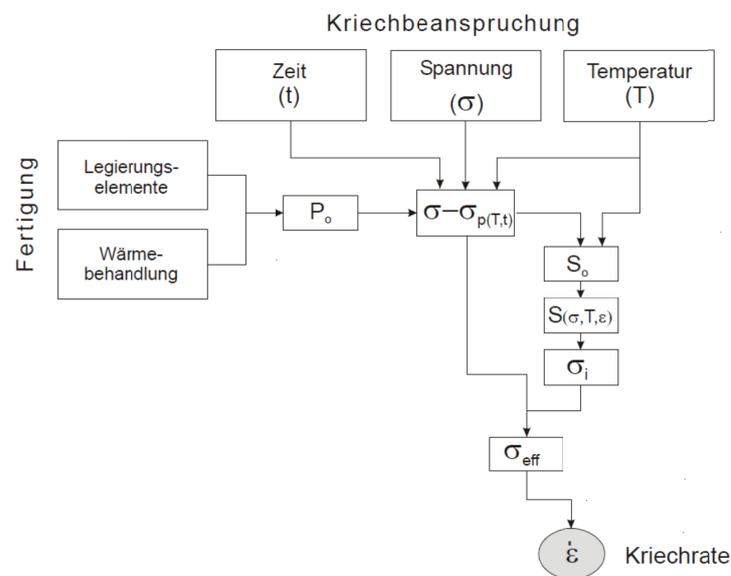


Abbildung 2-31: Schematische Darstellung des Backstress Konzepts [201].

Die Kriechbeanspruchung wird durch die angelegte Spannung  $\sigma$ , die Temperatur  $T$  und die Belastungszeit  $t$  beschrieben. Die Versetzungs-Ausgangsstruktur  $S_0$  entwickelt sich während der Zeit  $t$  unter der Wirkung von  $\sigma$  und  $T$  zur verformten Struktur  $S_{(\sigma, T, \epsilon)}$ . Die verformte Struktur ist die Ursache für das innere Spannungsfeld  $\sigma_i$ .

Wesentlichen Einfluss auf die Festigkeit hat auch die Fertigung. Je nach Legierungselementen und Wärmebehandlung wird ein Gefüge mit den Ausscheidungen  $P_0$  eingestellt. Der Widerstand der Ausscheidungen gegen die Versetzungsbewegung wird durch die Spannung  $\sigma_{P(T,t)}$  beschrieben. Um diesen Einfluss muss die äußere Spannung  $\sigma$  vermindert werden. Verminderte Spannung (Ausscheidungseinfluss) und innere Spannung (Versetzungseinfluss) führen zur effektiven Spannung  $\sigma_{eff}$  und diese bestimmt die resultierende Verformungsrate  $\dot{\epsilon}$ . Zur Beschreibung der verformten Struktur und somit zur inneren Festigkeit werden die oben beschriebenen Verfestigungsmechanismen verwendet.

Der Name „Back-Stress“ kommt davon, weil eine innere Spannung den Effekt der äußeren Spannung vermindert. Das Norton'sche Kriechgesetz kann mit dieser Information modifiziert werden:

$$\dot{\varepsilon} = A(\sigma_{ex} - \sigma_i)^n = A(\sigma_{eff})^n \quad \text{Formel 45}$$

$\dot{\varepsilon}$       *Kriechrate*  
*A und n Konstanten*  
 $\sigma_{ex}$     *externe Spannung*  
 $\sigma_i$       *innere Spannung*  
 $\sigma_{eff}$     *effektive Spannung*

Der Beitrag der Ausscheidungen auf den Back-Stress wird vor allem durch die kritische Orowan-Spannung aus der Ashby-Orowan Gleichung beschrieben.

$$\tau_{prec} = CGb^3 \sqrt{\frac{\pi N_i}{6}} \ln\left(\frac{r_a}{r_i}\right) \quad \text{Formel 46}$$

$\tau_{prec}$     *max. Back-Stress durch Ausscheidungen*  
*C*        *Konstante*  
*G*        *Schubmodul*  
*b*        *Burgers Vektor*  
 $N_i$       *Teilchendichten*  
 $(r_a/r_i)$  *Verhältnis zwischen größten und kleinsten Radien*

Aus dieser in MatCalc implementierten Gleichung wird der Back-Stress der aus den Ausscheidungen resultiert, ermittelt. Der Zusammenhang wird beim Betrachten von zwei Grafiken aus der Dissertation Holzer und seiner Veröffentlichung im Buch „Creep-resistant Steels“ [102,208] in Abbildung 2-32 deutlich.

Um den Einfluss der Mikrostrukturentwicklung auf die Kriechfestigkeit der 9-12% Chromstähle auszuwerten, wurden von Holzer [102] Simulationen mit dem 10% Cr Cost-Stahl E2 und dem 11% Cr Cost-Stahl CB8 durchgeführt. Betrachtet wurde hier der CB8, wo vor allem das Auftreten der Z-Phase nach etwas mehr als 10.000 h den starken Abfall der Zeitstandfestigkeit bewirkte.

Oberes Bild zeigt, wie die einzelnen Ausscheidungen aufgrund ihres Radius und ihrer Teilchendichte zum Back-Stress beitragen und wie dieser Beitrag aufgrund von Vergrößerung und abnehmender Teilchendichte geringer wird.

In der unteren Abbildung wird die Entwicklung des Back-Stress mit der Entwicklung der Kriechfestigkeit verglichen – eine Korrelation von Back-Stress und Zeitstandfestigkeit ist bei diesem Beispiel vorhanden.

Die Kriechfestigkeit wird jedoch nicht allein durch diesen Parameter der Orowan'schen Schwellenspannung, dem ‚Back-Stress‘ abgebildet. Inwieweit unterschiedliche Entwicklungen dieses Back-Stress bei Legierungsvariationen oder bei Wärmebehandlungsänderungen die Entwicklung der Kriechfestigkeit vorhersagen können, muss von Fall zu Fall individuell beurteilt werden.

Im Hinblick auf die Ausscheidungen tragen vor allem MX Ausscheidungen stark zur Betriebsfestigkeit bei. Weiters wird am Beispiel des CB8 gezeigt, dass Z-Phasenbildung und Auflösung des VN die Hauptursache für den beobachteten Kriechfestigkeitsabfall nach einigen tausend Betriebsstunden ist.

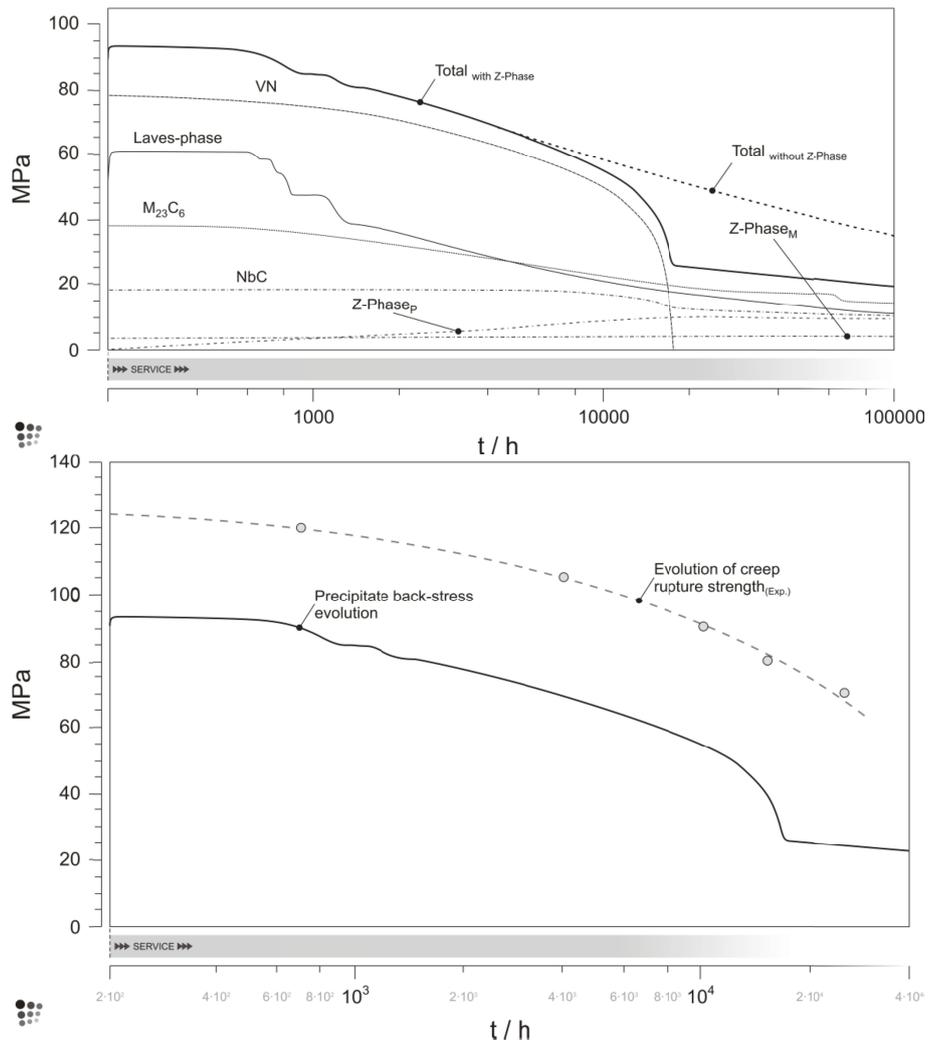


Abbildung 2-32: Oben: Vorhergesagte Abnahme des Back-Stress (Orowan'sch Schwellenspannung) während Betriebsbedingungen von 650°C [208]. Unten: Vergleich des errechneten Back-Stress mit Kriechfestigkeitsdaten des CB8 [102].

Eine Verbesserung der Kurzzeitkriechfestigkeit durch Optimierung der Austenitisierungs- und Wärmebehandlungsparameter bringt nur einen temporären Gewinn. Nach langen Betriebszeiten nivellieren sich die anfänglichen Festigkeitsdifferenzen, die Mikrostruktur nähert sich ihrem Gleichgewichtszustand.

## 3. Untersuchungen

### 3.1 Übersicht

Vor Beginn der Untersuchungen standen die Schweißversuche zur Produktion der nötigen Untersuchungsproben. Diese wurden im Juni 2012 in Kapfenberg von der voestalpine Böhler Welding Austria GmbH ausgeführt.

#### 3.1.1 Schweißnahtvorbereitung und Ausführung

Die Schweißnahtvorbereitung ist schematisch in Abbildung 3-1 dargestellt, eine 16 mm tiefe Nut wurde in das 20 mm dicke CB2 Blech gefräst und auf die Wurzelschweißung wurde verzichtet.

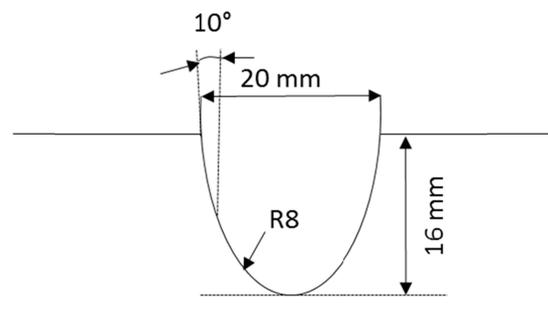


Abbildung 3-1: Schweißnahtvorbereitung - schematisch

Abbildung 3-2 zeigt links eine Tabelle mit den verwendeten Schweißparametern, rechts ist die Schweißnahtvorbereitung mit Auslaufblech, die Bestückung mit Thermoelementen und Pyrometerspot (rot) und die ersten zwei Schweißraupen zu sehen. Es wurden 7 Lagen zu je 2 Raupen geschweißt, wobei die letzte Lage aus 3 Schweißraupen besteht.

#### Schweißparameter aller Schweißversuche

Lagen	7
Schweißraupen	15
Vorwärmtemperatur	250°C
Zwischenlagentemperatur	260°C
Schweißstrom Fülllagen	260 A
Spannung Fülllagen	29 V
Drahtvorschub Fülllagen	13 m/min
Schutzgas M21	16 l/min

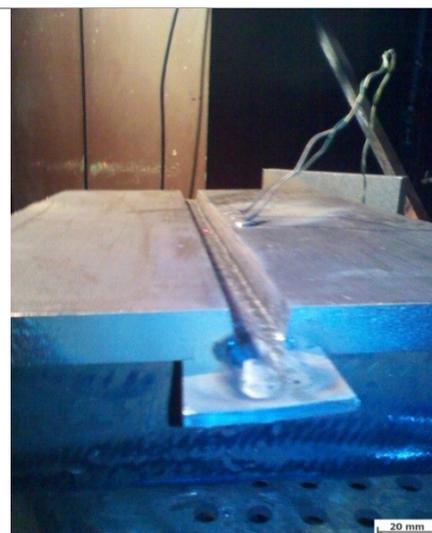


Abbildung 3-2: Durchführung der Schweißversuche; (links) Liste der Schweißparameter; (rechts) Werkstoff mit Nut, Auslaufblech und den ersten zwei Raupen der Schweißnaht; zu sehen sind die Thermoelemente für die Zwischenlagentemperatur und der Spot (rot) der Pyrometermessung.

### 3.1.2 Temperaturführung

Der Grundwerkstoff (CB2-Guss) wird vor allem in Turbinengehäusen von kalorischen Kraftwerken eingesetzt, das dafür entwickelte Schweißgut ist für Fertigungsschweißungen notwendig.

Im Produktionsprozess der Werkstoffe und im Betriebseinsatz ist die Temperaturführung für die Entwicklung der Mikrostruktur und für die mechanischen Eigenschaften von entscheidender Bedeutung. Für die Probenentnahme wurden daher die für die Untersuchungen definierten Probenzustände gewählt. Schematisch ist die Temperaturführung mit der Verknüpfung zu den durchgeführten Untersuchungen in Abbildung 3-3 dargestellt.

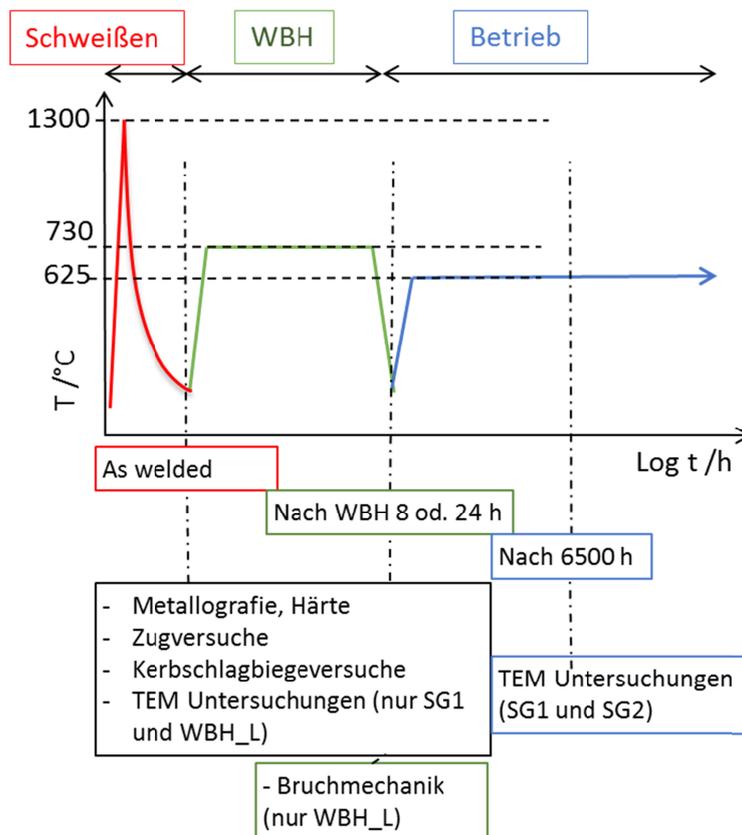


Abbildung 3-3: Prinzipielle Temperaturführung mit Verknüpfung zu den drei Zeitpunkten bei denen Untersuchungen durchgeführt wurden.

### 3.1.3 Probenentnahme

Aus den geschweißten Blechen wurden Proben in Schweißrichtung und quer zur Schweißrichtung entnommen, eine exemplarische Darstellung der Probeentnahmestellen ist in Abbildung 3-4 zu sehen. Die Probenahme wurde gemäß DIN EN ISO 15614-1 [209] nach der Anweisung „Probenlage für Stumpfstoß am Blech“ durchgeführt. Für die Zugversuche wurden Flachzugproben aus dem Grundwerkstoff und quer zur Schweißnaht entnommen. Aus der Mitte des Schweißgutes wurden Rundzugproben in Schweißrichtung gefertigt. Proben für Kerbschlagbiegeversuche wurden aus dem Grundwerkstoff und aus der Verbindungsschweißung entnommen. Der Kerb wurde genau in der Mitte der Schweißnaht in Richtung des Schweißbades eingebracht, genau so wurde auch der Kerb für die bruchmechanischen Proben ausgeführt.

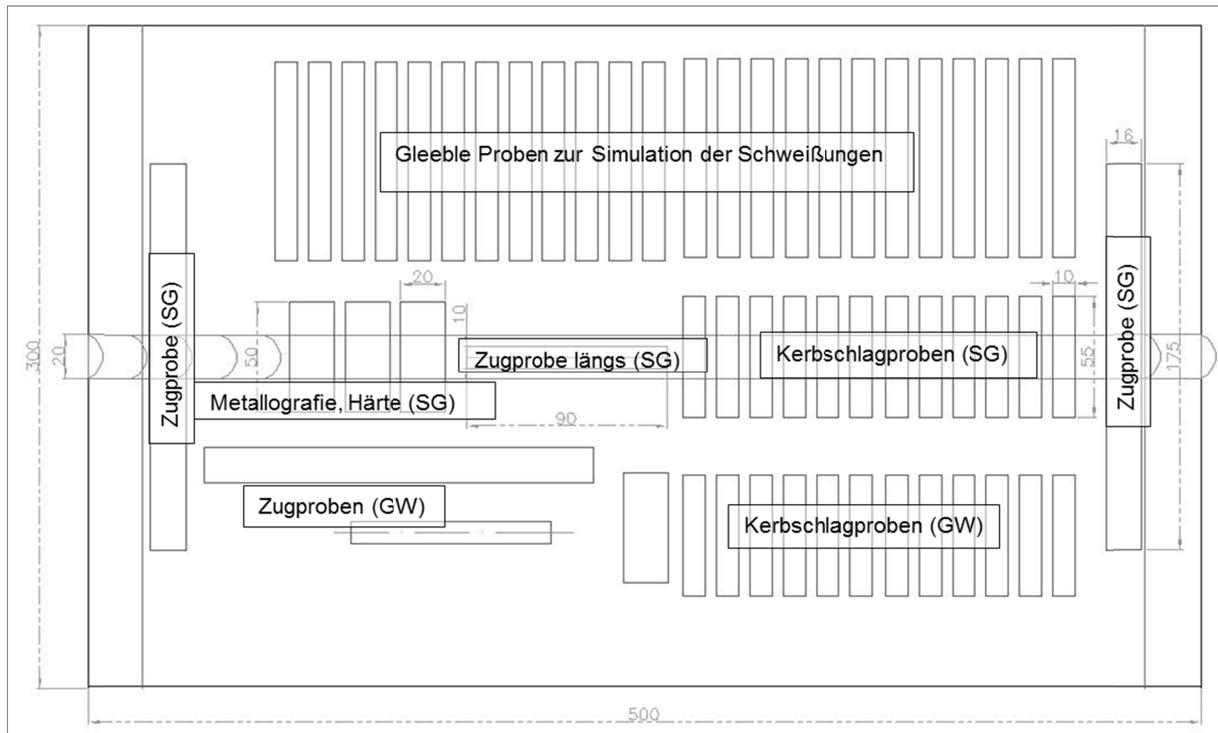


Abbildung 3-4: Schematische Darstellung der Probenentnahme aus den Probeblechen, die ‚Bleche‘ wurden aus einem CB 2 Gußblock entnommen.

Eine 3-D-Darstellung eines Probenbleches wird im Anhang A.1. Abbildung 1 gezeigt.

Die Metallografie- und Härteproben wurden aus der Verbindungsschweißung in Form von Querschliffen entnommen. Die Proben für die Gleeble Versuche wurden aus dem Grundwerkstoff geschnitten, in der Diplomarbeit Sarić [210] verarbeitet und zur Erforschung der Wärmeeinflusszone untersucht.

### 3.1.4 Probenmatrix

Als Übersicht und Orientierungshilfe ist die Probenmatrix, welche sich aus Temperaturführung und verwendeten Schweißblechen zusammensetzt in Tabelle 3-1 angeführt.

Schweißgut 1 bezeichnet die 0,2% Ni Variation und Schweißgut 2 bezeichnet die 0,7% Ni Variation des verwendeten CB 2 Schweißgutes.

In Bezug auf die Wärmebehandlung steht der Buchstabe „S“ in den Spalten „Aus Probenblech und Untersuchung“ für „short“, also für eine kurze Wärmebehandlung und „L“ für „long“, also eine lange Wärmebehandlung. Die Wärmebehandlung (WBH) nach dem Schweißen wurde in beiden Fällen bei 730°C durchgeführt, bei „S“ betrug die Dauer 8 Stunden und bei „L“ waren es 24 Stunden.

Die gewählte Probenbezeichnung setzt sich aus dem Werkstoffkürzel und aus der Untersuchungsart zusammen. SG\_1S\_M beispielsweise bedeutet, dass die Probe aus dem Schweißgut aus Blech 1S entnommen wurde (kurze Wärmebehandlung) und dass die Probe für die Metallografie (M) bestimmt ist.

Tabelle 3-1: Probenmatrix mit durchgeführten Untersuchungen.

Matrix	Aus Probenblech	Untersuchung	chem. Analyse	Metallografie / Härte	Metallografie	Kerbschlagarbeit	Rundzugprobe	Flachzugprobe_quer	Bruchmechanik	Erklärung
	Kürzel	C	MH	M	A1-12	ZR	ZF	B1-5		
GW	1	GW_1	x	x	x	x		x		Grundwerkstoff
Geschweißte Proben	1	SG_1	x	x	x	x	x	x		Schweißgut 1: 0,2% Nickel
	2	SG_2	x	x	x	x	x	x		Schweißgut 2: 0,7% Nickel
Geschweißte Proben mit WBH	1S	SG_1S	x	x	x	x	x	x		Schweißgut 1 mit WBH 730°C, 8 h
	1L	SG_1L	x	x	x	x	x	x	x	Schweißgut 1 mit WBH 730°C, 24 h
	2S	SG_2S	x	x	x	x	x	x		Schweißgut 2 mit WBH 730°C, 8 h
	2L	SG_2L	x	x	x	x	x	x	x	Schweißgut 2 mit WBH 730°C, 24 h
GW mit WBH			x	x	x	x		x		Grundwerkstoff mit WBH alle 4 Varianten

Im Anhang A.2. Tabelle 1, Seite III, ist die vollständige Matrix inklusive aller Probennummern und verknüpften, fortlaufend gestempelten Nummern dargestellt.

Weitere nicht in der Matrix angeführte Untersuchungen waren:

- Dilatometerversuche zur Erforschung des Umwandlungsverhaltens.
- Analyse und Charakterisierung von gebrochenen Zeitstandproben von Schweißgut 1 und Schweißgut 2. Diese sind in einer gemeinsamen Veröffentlichung mit der voestalpine Böhler Welding Austria GmbH dokumentiert [211].
- Gleeble Versuche zur physikalischen Simulation der Wärmeeinflusszone als Funktion verschiedener Schweißzyklen → dokumentiert in der Diplomarbeit von Aleksandar Sarić [210].
- Um die thermodynamischen und kinetischen Entwicklungen der Mikrostruktur besser zu verstehen wurden MatCalc Simulationen durchgeführt. Die Simulationen sind auch Grundlage für Abschätzungen von Festigkeit und Zeitstandfestigkeit. Aus Grundwerkstoff, Wärmeeinflusszone und Schweißgütern wurden simuliert:
  - das thermodynamische Gleichgewicht,
  - das Erstarrungsverhalten und
  - die Ausscheidungskinetik
- Numerisch simulierte Ausscheidungen wurden mit gemessenen Ausscheidungen verglichen.
- Ergänzende Simulationen von physikalischen Eigenschaften wurden mittels J-Mat Pro durchgeführt.
- Zusätzliche MatCalc Ausscheidungssimulationen von P91 und P92 Schweißgütern sind in gemeinsamen Veröffentlichungen [91,212,213] dokumentiert.
- Der ACT (Accelerated Creep Test) wurde kritisch diskutiert und auf seine Anwendbarkeit beleuchtet.

## 3.2 Chemische Zusammensetzung

Die chemische Zusammensetzungen für den Grundwerkstoff CB2, GX13CrMoCoVNbNB 10-1-1, Schmelze Nr. 504384, wurde aus dem Abnahmeprüfzeugnis CA1060/T vom 13.03.2012 der voestalpine Gießerei Traisen GmbH entnommen [214]. Die chemischen Analysen für alle Schweißgüter wurden von der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG im Auftrag der voestalpine Böhler Welding Austria GmbH durchgeführt, die verwendeten Daten sind aus den Prüfberichten zu Auftrag 12A411812 vom 08.06.2012 und zu Auftrag 12A77898 vom 07.11.2012 entnommen [215].

Neben den Schweißgütern 1 und 2 aus den Verbindungsschweißungen, wurden auch wärmebehandelte Schweißgüter, welche aus den bezeichnungsgleichen Längszugproben gefertigt worden sind, chemisch analysiert. Zusätzlich sind chem. Zusammensetzungen von Zeitstandproben aus Kriechversuchen untersucht worden.

Den Prüfberichten nach, wurden die wt.% (Gewichtsprozent) der chemischen Elemente mit verschiedenen Methoden ermittelt:

- Die Elemente C und S wurden nach ASTM E1019 mit einem Leco CS444LS – mittels Verbrennungsanalyse bestimmt;
- N und O wurden nach ASTM E1019 mit einem Leco TCH600 – mit dem Verfahren der Schmelzextraktion bestimmt;
- Si, Mn, P, Cr, Mo, Ni, Nb, V, W, Cu, Co, Ti, As, Sn, Zr, Sb wurden nach JIS G1256 mit einem WD-RFA-Gerät – welches mit Röntgenfluoreszenz arbeitet, bestimmt;
- Al und B wurden nach JIS G1253 mittels eines Funkenspektrometers bestimmt.

## 3.3 Mikrostruktur

### 3.3.1 Umwandlungsverhalten - Dilatometerversuche

Um das Umwandlungsverhalten der beiden Schweißgüter zu beschreiben und die Umwandlungstemperaturen zu bestimmen, wurden Dilatometerversuche durchgeführt. Von zwei Schweißgütern, welche nicht aus den Probenblechen des Untersuchungsprogrammes stammen, aber aus dem gleichen Fülldraht gefertigt wurden, wurden von der voestalpine Gießerei Linz mittels Drahterosion Dilatometerproben gefertigt. Die chemische Zusammensetzung für die 0,2% Ni Variante entspricht jener mit der Nummer 4956 aus Tabelle 4-1, siehe Seite 82, und für 0,7% Ni jener mit der Nummer 4957 aus der gleichen Tabelle.

Zur Untersuchung der Proben wurden zwei verschiedene Temperaturzyklen verwendet, ein Standardschweißzyklus und ein Procedere nach dem „Stahl und Eisen Prüfblatt“, siehe Tabelle 3-2. Durch „Nachfahren“ des Schweißzyklus erhielt man die Umwandlungstemperaturen wie sie in der Realität auftreten, um die Schweißzyklen in den Ausscheidungssimulation abbilden zu können. Durch Probenentnahme aus verschiedenen Schweißlagen sollten lagenabhängige Unterschiede im Umwandlungsverhalten herausgefunden werden. Um einen gleichgewichtsnahen Zustand zu simulieren, wurde ein Procedere nach der Norm SEP1680 [216] verwendet. Hierbei wurde mit einer Aufheizrate von 3K/min auf 1000°C aufgeheizt, 10 min gehalten und dann frei abgekühlt.  $A_{C1}$  und  $A_{C3}$  Temperaturen ließen sich bei der langsamen Aufheizrate gut bestimmen.

Tabelle 3-2: Verwendete Temperaturparameter für die durchgeführten Dilatometerversuche.

	Schweißzyklus	SEP 1680
Spitztemperatur	1300°C	1000°C
Aufheizrate	100 K/s	3 K/min
Abkühlzeit $t_{8/5}$	20 Sekunden	Freies Abkühlen

Im Rahmen der Diplomarbeit Sarić [210] wurden Dilatometerversuche am Grundwerkstoff mit verschiedenen Schweißzyklen durchgeführt, Versuche und Ergebnisse werden in der zitierten Arbeit genau erläutert.

### 3.3.2 Gefüge - Metallografie

Im Terminus Metallografie sind umfangreiche Analysen der Mikrostruktur subsummiert. Diese sind:

- Lichtmikroskopie (LIMI) mit Bestimmung der Korngrößen.
- Rasterelektronen Mikroskopie (REM).
- Analysen mit energiedispersiven Röntgenstrahlen (EDX).
- Field emission gun – scanning electron microscopy (FEG-SEM) Untersuchungen bei der voestalpine Gießerei Linz.
- Transmissionselektronen Mikroskopie (TEM) – siehe folgendes Kapitel.
- Messungen der Versetzungsdichte, im Rahmen der Diplomarbeit von Bernhard Krenmayr [217].

Eine Übersicht über die Probenbezeichnungen der lichtmikroskopisch untersuchten Schliffe findet sich in Tabelle 3-4 auf Seite 76. Nachdem das Gefüge lichtmikroskopisch untersucht wurde, erfolgten an den gleichen Proben Härtemessungen – siehe Kapitel 3.4.1.

### 3.3.3 TEM Untersuchungen

Im Rahmen dieser Arbeit wurde auch Transmissionselektronen Mikroskopie mit paralleler Strahlführung und konvergenter Strahlführung im Raster (STEM = Scanning TEM) durchgeführt. Zur Ausscheidungsauswertung wurden energiegefilterte Aufnahmen herangezogen (Energy filtered TEM kurz EFTEM).

Als analytische und bildanalytische Verfahren kamen zum Einsatz:

- Electron energy loss spectroscopy (EELS) zur Ausscheidungsbestimmung.
- Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDXS) zur Ausscheidungsbestimmung und Ausscheidungsquantifizierung

Die TEM Untersuchungen an wurden nur an ausgewählten Proben durchgeführt, siehe Tabelle 3-3, von Schweißgut 1 wurden drei Proben betrachtet:

- ‚as welded‘ (unbehandelt),
- mit WBH (730°C, 24h),
- aus Kopf der Kriechprobe (625°C etwa 6.500 Stunden).

Von Schweißgut 2 wurde zum Vergleich nur die Kriechprobe (M11) analog zum Schweißgut 1 untersucht.

Tabelle 3-3: Übersicht über die TEM untersuchten Proben

GW	‚as welded‘	Probe mit Wärmebehandlung	Zeitstandproben	
Probe	SG_1_M – W97	SG_1L_M – Z57	Z51 – SG1	M11 – SG2

Die Zeitstandproben Z51 und M11 stammten aus älteren Schweißgutproben vom selben Fülldraht. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 4-2 auf Seite 83 angeführt. Beide Zeitstandproben durchliefen zur besseren Vergleichbarkeit vor Kriechprüfung dieselbe WBH wie die für die Dissertation gefertigten Proben (WBH\_L) 24 h bei 730°C. Auf die elektronenmikroskopische Untersuchung einer Probe mit kurzer Wärmebehandlung (WBH\_S) wurde verzichtet.

Die Auslagerungszeit im Kriechofen betrug bei beiden Schweißgütern etwa 6500 h bei 625°C. Die Kriechproben wurden mit 100 MPa belastet, nachdem die Untersuchungsproben jedoch aus dem eingespannten Kopf der Kriechproben entnommen wurden, wird davon ausgegangen, dass dort nur vernachlässigbar kleine mechanische Belastungen auf die Proben wirkten. Weitere Details zur Untersuchung der Kriechproben sind in der Veröffentlichung [211] festgehalten.

Die Präparation einer TEM Probe umfasst viele Präparationsschritte. Aus einem vorher klar definierten Bereich (Schweißgutmitte) wird eine dünne Schicht herausgearbeitet und ein 3 mm Scheibchen herausgestanzt; nach mehreren Polierschritten wird die Probe rotationssymmetrisch noch dünner geschliffen. Schließlich wird mittels Argon Ionen die Probe so lange gedünnt, bis in der Mitte ein Loch entsteht. Nur die Randbereiche des Loches sind dünn genug, um durchstrahlt werden zu können [14], die Präparation einer Probe kann bis zu einigen Tagen dauern.

In einem Transmissions-Elektronen-Mikroskop (TEM) durchdringt ein Elektronenstrahl die Probe. Um dabei auswertbare Bilder zu erhalten muss die Probe sehr dünn sein ( $\leq 100$  nm). Die Signale von Sekundärelektronen, Rückstreuелеktronen und die Röntgenstrahlen werden mit Hilfe von verschiedenen Detektoren eingefangen. Die Energiespektren werden ausgegeben und rechnerisch bearbeitet, die ‚Elektronenbilder‘, mit und ohne Energiefilter werden bildanalytisch ausgewertet.

Sämtliche Messungen wurden am Elektronenmikroskop Tecnai TF20 mit einer Schottky Kathode (Feldemissions-Kathode) und einer Beschleunigungsspannung von 200kV durchgeführt. Als Detektoren wurden verwendet:

- EDX: SiLi Röntgen Detektor mit ultradünnem Fenster und einem hochauflösenden Gatan imaging filter (GIF); EDX Spektren wurden im STEM (scanning-TEM) Modus mit einem Strahldurchmesser von etwa 1 nm aufgenommen.
- EFTEM, EELS: Aufgenommen mit CCD Kamera im Gatan Imaging Filter (GIF), Kondenser Blende (150µm) und Objektivblende (70µm). Der Imaging Filter ermöglicht es, sowohl die Energiespektren der austretenden Elektronenstrahlen zu messen, als auch definierte Energiebereiche auszufiltern und ausschließlich mit diesen gefilterten Elektronen ein Bild der Probe zu erzeugen.

### 3.4 Mechanische und technologische Eigenschaften

#### 3.4.1 Härtemessungen

Die Härteprüfung bei Schweißverbindungen dient zur Identifizierung harter oder weicher Zonen in der Schweißnaht. Bei metallografischen Querschliffen über die gesamte Schweißverbindung ist die Wärmeeinflusszone durch Härtemessungen gut identifizierbar.

Für die Untersuchungen wurde die Härteprüfung HV10 nach Vickers angewandt, für die Durchführung der Härtemappings wurde wegen der Größe der Härteeindrücke mit HV1 geprüft.

Aus sechs Verbindungsschweißgutproben wurden Querschliffe mit dem Mehrlagenschweißgut in der Mitte gefertigt. Über jede Schweißnaht im Querschliff wurden drei Härteprofile gelegt. Das erste Härteprofil lag 2 mm vom oberen Rand entfernt und verlief durch die oberen zwei Decklagen. Das mittlere Härteprofil lag genau in der Mitte der Schweißnaht. Und das untere Härteprofil verlief durch die untersten Lagen der Schweißverbindung.

In Tabelle 3-4 ist eine Übersicht über die Probenbezeichnungen der geprüften Schlitze zur Zuordnung angegeben.

*Tabelle 3-4: Übersicht härtegeprüfter Schlitze mit Probenmatrix Nummerierung und gestempelter Nummer; MH ist die Abkürzung für Metallografie/Härte.*

Matrix	Unbehandelte Proben				Proben mit Wärmebehandlung							
Probenblech	1		2		1S		1L		2S		2L	
Bezeichnung	SG_1_MH	W96	SG_2_MH	Z47	SG_1S_MH	A27	SG_1L_MH	Z56	SG_2S_MH	C5	SG_2L_MH	C13

Um einen detaillierteren Überblick über die Härteverteilung zu haben und daraus einzelne Zonen erkennen zu können, wurden zusätzlich achsensymmetrische Härtemappings von den wärmebehandelten Schweißgütern (1S,1L,2S,2L) angefertigt.

#### 3.4.2 Zugversuche

Zugversuche wurden für das Schweißgut und für den Grundwerkstoff durchgeführt. Für das Schweißgut wurden sowohl Längszugproben (rund) in Schweißrichtung, als auch Querszugproben (flach) über den Querschnitt von Grundwerkstoff, Wärmeeinflusszone und Schweißgut entnommen.

##### 3.4.2.1 Längszugproben, Schweißgut

Die Längszugproben wurden direkt aus dem Schweißgut in Schweißrichtung entnommen. Die Zuordnung der Probenbezeichnung zur eigenen standardisierten Probenbezeichnung ist in Tabelle 3-5 dargestellt. Die Probenform (rund) war gemäß Norm DIN 50125 - Form B; 90 x Ø10 mm [218] ausgeführt.

Tabelle 3-5: Übersichtstabelle Längzugproben: Probenbezeichnungen nach Matrix und Stempelung.

Matrix	Geschweißte Proben				Geschweißte Proben mit WBH							
	1		2		1S		1L		2S		2L	
Aus Probenblech												
Längzugprobe	SG_1_ZR	W94	SG_2_ZR	Z45	SG_1S_ZR	A25	SG_1L_ZR	Z54	SG_2S_ZR	C3	SG_2L_ZR	C11

### 3.4.2.2 Querszugproben, Schweißgut und Grundwerkstoff

Aus den geschweißten Blechen wurden quer zur Schweißrichtung Flachzugproben gemäß Norm DIN 50125 [218] in der Form E, Größe: 175 x 16 x 5 mm, entnommen. Auch aus den Grundwerkstoff-Platten wurden Flachzugproben derselben Dimension entnommen und überprüft. Die Umschlüsselung der Probenbezeichnung von standardisierten Eigenbezeichnungen zur Probenstempelung und Prüfbezeichnung ist in Tabelle 3-6 dargestellt. Alle Querszugproben wurden als Flachzugproben ausgeführt.

Tabelle 3-6: Übersichtstabelle Querszugproben: Probenbezeichnungen nach Matrix und Stempelung.

Matrix	Geschweißte Proben		Geschweißte Proben mit WBH						
	1	2	1S	1L	2S	2L			
Querszugprobe	GW		GW mit WBH						
	1		1S	1L	2S	2L			
	GW_1_ZF	W99 u. Z49	GW_1S_ZF	A29	GW_1L_ZF	Z59	GW_2S_ZF	C7	GW_2L_ZF

### 3.4.3 Kerbschlagbiegeversuche

#### 3.4.3.1 Versuche nach Charpy

Die Auswertung der Versuche erfolgte nach Hofer-Hung-Günes, die Methode ist in Kapitel 2.4.1.1 auf Seite 45 dargestellt. Die Lage der Proben in den Schweißgutblechen ist in Abbildung 3-4 auf Seite 71 dargestellt. Der Kerb wurde jeweils in Richtung des Schweißbades ausgefräst, siehe Abbildung 3-5.

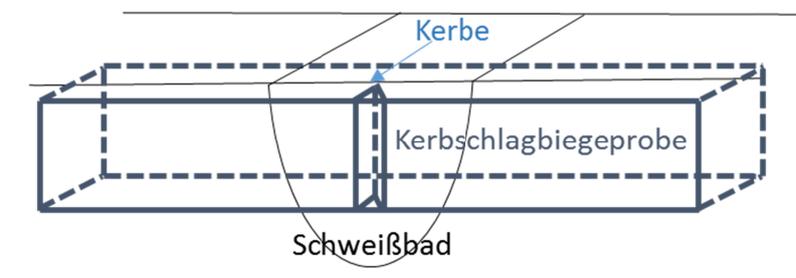


Abbildung 3-5: Schematische Darstellung der Kerblage in Relation zum Schweißbad.

Die Zuordnung der Stempelung zur eigenen Probenbezeichnung ist in Tabelle 3-7 aufgelistet.

Tabelle 3-7: Übersichtstabelle Kerbschlagbiegeproben: Bezeichnung AX entspricht jeweils A1-12, da je Probennr. 12 Proben geschlagen wurden.

Matrix	Geschweißte Proben				Geschweißte Proben mit WBH							
Probenblech	1		2		1S		1L		2S		2L	
Probennr.	SG_1_AX	W95	SG_2_AX	Z46	SG_1S_AX	A26	SG_1L_AX	Z55	SG_2S_AX	C4	SG_2L_AX	C12
<b>X=1bis12</b>	<b>GW</b>				<b>GW mit WBH</b>							
Probenblech	1				1S		1L		2S		2L	
Probennr.	GW_AX	W98	GW_AX	Z50	GW_1S_AX	A30	GW_1L_AX	Z58	GW_2S_AX	C8	GW_2L_AX	C16

Je Probenart wurden 12 Einzelproben bei verschiedenen Temperaturen geschlagen, da zur Bestimmung der Kerbschlagbiegekurven ein weiterer Temperaturbereich abgedeckt werden muss. Bei Raumtemperatur wurden statistisch betrachtet die meisten Proben geschlagen, ansonsten erstreckte sich der Prüftemperaturbereich mancher Einzelproben von -50 bis +400°C.

### 3.4.3.2 Instrumentierter Kerbschlagbiegeversuch

Die Kerbschlagbiegeversuche wurden als instrumentierte Versuche durchgeführt und ausgewertet. Dieser Versuch läuft ab wie ein gewöhnlicher Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy. Der einzige Unterschied ist, dass während des Versuches eine Kraft-Durchbiegungskurve ermittelt wird.

Die Möglichkeit solche Versuche nach ÖNORM EN ISO 14556 [137] durchzuführen, war durch einen Transientenrekorder und durch die Instrumentierung der Hammerfinne gegeben [128]. In der Hammerfinne sind hierbei Dehnmessstreifen implementiert um die Kraft bei Probendurchschlag zu ermitteln. Die Auswertung der Signale erfolgt mit einer Messrate von 1 MS/s (1 Mio. Datenpunkte pro Sekunde). Die analoge Signalbandbreite (bzw. obere Grenzfrequenz) liegt bei 250 kHz und würde laut genannter Norm auch noch für die Prüfung von Kerbschlag-Kleinproben ausreichend sein.

Zusätzlich zur Kraftmessung wurde auch eine Wegmessung, mit welcher die Probendurchbiegung ermittelt wird, installiert und kalibriert. Dies ist dokumentiert in der Bakkalaureatsarbeit Rauter [128,219].

In der Diplomarbeit von Sarić [210] wurden in diesem Projekt erstmals systematisch instrumentierte Kerbschlagbiegeversuche aufgezeichnet und nach Norm [137] ausgewertet. Aus den ermittelten Kurven sind verschiedene Phasen eines Bruchgeschehens abzulesen. Daraus kann beispielweise die Risseinleitung oder Auffangen eines Risses erkannt werden.

Im Rahmen seiner Diplomarbeit hat Krenmayr [217] ein Programm zur automatischen Auswertung der Kraft-Weg Kurven der Kerbschlagbiegeversuche geschrieben. Der Code basiert auf der Software Matlab, ist aber mit Installation einer *Runtime* als eigenständiges Programm zu verwenden. Der *User* speichert die Daten am Transientenrekorder als „.txt-file“ ab und lädt die Daten in das Programm. Erste erforderliche Eingabe ist der mittels Schleppzeiger ermittelte analoge Wert der Kerbschlagarbeit. Dann wählt der *User* die Integrationsgrenzen und den nach Norm zu verwendenden Fall von A bis F, siehe Tabelle 2-5 auf Seite 47.

Das Programm von Krenmayr bestimmt die Ausgleichsfunktionen, ermittelt die jeweiligen Kräfte, Durchbiegungen und Teilintegrale und gibt ein vollständiges Messprotokoll mit Kraft-Durchbiegungskurve, Integralfunktion und Arbeitsvisualisierung aus.

Außer den Kraftwerten lt. Norm werden auch die dynamische Streckgrenze nach Böhme [176,220] und der Zähbruchanteil nach Van Walle [221] ermittelt. Das Messprotokoll wird automatisch als pdf-Datei abgespeichert und alle gemessenen und errechneten Daten werden in ein Excel-File geschrieben.

### 3.4.4 Bruchmechanik

Die bruchmechanischen Prüfungen wurden am Erich Schmid Institut an der Montanuniversität Leoben durchgeführt. Geprüft wurden Querproben aus dem Schweißgut, deren Geometrie mit jener der Kerbschlagbiegeproben vergleichbar ist. Der wesentliche Unterschied ist, dass die Kerbe beim bruchmechanischen Versuch mit einem Ermüdungsanriss versehen wird.

Den Proben wurden vor der Prüfung Buchstaben zugeordnet (S40-A bis S40-D bzw. S41-A bis S41-E). Die Serie S40 ist aus dem Probenblech 1L entnommen, entspricht also der Probennummer 1L\_BM, das heißt 0,2% Ni (SG1) und lange Wärmebehandlungsdauer. Die Serie S41 entspricht 2L\_BM das heißt 0,7% Ni und lange Wärmebehandlungsdauer, siehe Tabelle 3-8.

Tabelle 3-8: Übersichtstabelle Bruchmechanikproben: Probenbezeichnungen nach Matrix und Stempelung.

Querprobe	Geschweißte Proben mit WBH			
Probennummer	SG_1L_BM	<b>S40</b>	SG_2L_BM	<b>S41</b>

Die Proben wurden entsprechend der Norm ASTM E 1820–08 nach Annex A1.1 [222] von voestalpine Böhler Welding Austria vorgefertigt. Es wurde die Standardform „Single Edge Notched Bend“ SENB gewählt, eine Abbildung ist im Anhang A.3. Abbildung 2 auf Seite IV zu sehen.

Zur Identifizierung der Schweißgutlage wurden die Seiten der Probe mittels Adler-Wischätzung angeätzt. Der Kerb wurde in Schweißbadrichtung (gleich wie bei den Kerbschlagbiegeproben) gesetzt und zwar mittels Schnitt mit einer Trennscheibe, mit einer Rasierklinge wurde der Schnitt verfeinert. Anschließend wurde ein Ermüdungsrisss erzeugt, indem zyklisch zuerst auf Druck dann auf Zug belastet wurde.

- Länge der Probe: S = 72 mm
- Lage: Kerb in Schweißrichtung

Die Abmessungen der Proben und aller IST-Rissslängen sind in Tabelle 3-9 und Tabelle 3-10 verzeichnet. In Tabelle 3-9 sind die Abmessungen der Schweißverbindung mit 0,2% Nickel und einer Wärmebehandlung von 730°C und 24h (1L) angeführt.

Tabelle 3-9: Geometriedetails der gefertigten SE(N)B Proben, die Dicke (B) war bei jeder Probe 9mm und die Breite (W) 18mm. Schweißgut mit 0,2% Ni, PWHT:730°C/24h (1L).

Probe	$A_{\text{Mech,Kerb}}$ [mm]	$\Delta a_{\text{Ermüdung}}$ [mm]	$\Delta K_{\text{Ermüdung}}^{0,5}$ [MPam <sup>0,5</sup> ]	$a_0$ [mm]	a/W
S40-A	7,82	0,88	16	8,70	0,48
S40-B	7,76	0,89	17	8,65	0,48
S40-C	7,71	0,95	17	8,66	0,48
S40-D	7,65	0,95	17	8,60	0,48

Die eingebrachte zyklische Spannungsintensität bis zum Ende des Ermüdungsrissses  $\Delta K_{\text{Ermüdung}}$  sollte bei allen vier Proben gleich sein, bei Probe S40-A war sie mit  $16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  etwas niedriger als bei den anderen Proben.

Tabelle 3-10 zeigt die Abmessungen der Schweißverbindung mit 0,7% Nickel und einer Wärmebehandlung von  $730^\circ\text{C}$  und 24h (2L). Die eingebrachte zyklische Spannungsintensität bis zum Ende des Ermüdungsrissses  $\Delta K_{\text{Ermüdung}}$  war bei allen vier Proben mit  $17 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  gleich.

*Tabelle 3-10: Geometriedetails der gefertigten SE(N)B Proben, die Dicke (B) war bei jeder Probe 9mm und die Breite (W) 18mm. Schweißgut mit 0,7% Ni, PWHT:730°C/24h (2L).  $\Delta K_{\text{Ermüdung}}$  alle Proben  $17 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$*

Probe	$A_{\text{Mech,Kerb}}$ [mm]	$\Delta a_{\text{Ermüdung}}$ [mm]	$a_0$ [mm]	a/W
S41-A	7,82	0,91	8,73	0,49
S41-B	7,72	0,95	8,67	0,48
S41-B	7,63	0,88	8,51	0,47
S41-A	7,65	0,90	8,55	0,48
S41-A	7,60	0,80	8,40	0,47

Die für die Auswertung der Kurven erforderlichen mechanischen Kennwerte  $R_{p0,2}$  und  $R_m$  waren aufgrund der durchgeführten Zugversuche vorhanden.

Die Prüfung der Probe erfolgte in einer weggesteuerten 3-Punkt-Biegevorrichtung. Das heißt die Probe wurde mit dem Kerb nach unten in die Biegevorrichtung eingelegt. Über die zwei Auflager wurde Kraft von unten nach oben (links und rechts vom Kerb) auf die Probe aufgebracht. Oben, genau gegenüber vom Kerb war die Biegefinne angebracht. Vorher musste definiert werden, wie weit belastet werden sollte (x-Achse – „load line displacement“), damit am Ende eine auswertbare Risslänge gemessen werden konnte. Zur Kraftmessung wurde auch eine Potentialmessung für die direkte Auswertung der Risslänge gemacht. Die Risslänge wurde, nach dem Versuch zusätzlich mittels Lichtmikroskopie bestimmt.

Für die Auswertung wurde die tatsächliche Rissverlängerung aus der Bruchfläche mit der errechneten Rissverlängerung (aus der Potentialmessung) verglichen und mit einem Korrekturfaktor im Verlauf berücksichtigt. Quantifiziert wurden der kritische J-Wert nach ASTM Norm [222], auch ein  $K_{\text{JIC}}$ -Wert wurde errechnet.

Nach dem „Heat-Tinting“, das ist eine Art Wärmebehandlung um Anlassfarben zu generieren, und dem „Fertigermüden“ (anstelle eines Gewaltbruches unter Stickstoffatmosphäre) sind an den Bruchflächen sehr gut einzelne Belastungsbereiche zu erkennen, wie in Abbildung 3-6 zu erkennen ist.

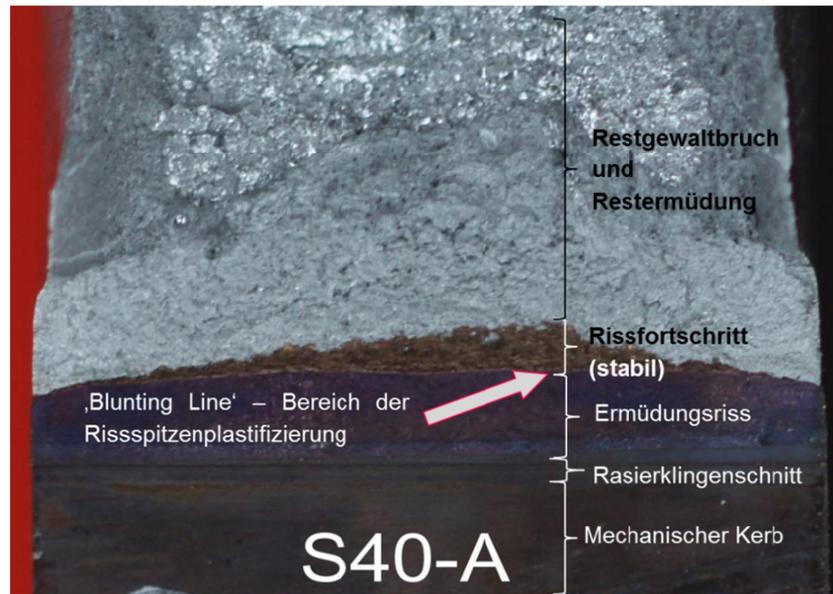


Abbildung 3-6: Darstellung der einzelnen ,Belastungsbereiche nach einem durchgeführten bruchmechanischen Versuch.

## 4. Ergebnisse Mikrostruktur

### 4.1 Chemische Zusammensetzung

Die chemische Zusammensetzung der Schweißgüter 1 und 2 aus den Verbindungsschweißungen ist im Vergleich zur chem. Zusammensetzung des Grundwerkstoffes CB2 in Tabelle 4-1 dargestellt.

Tabelle 4-1: Vergleich: Chem. Zusammensetzungen von Grundwerkstoff CB2 und untersuchten Schweißgütern. Alle Angaben in Gewichtsprozent.

Werkstoff	CB2-GW	Rutiler Schweißzusatzwerkstoff CB2 Ti-FD	
	GW_1_C	SG_1_C	SG_2_C
Nr. lt. Probenraster	<b>BK1,2</b>	<b>4956</b>	<b>4957</b>
Werk Nr.	<b>BK1,2</b>	<b>4956</b>	<b>4957</b>
C	0,14	0,141	0,106
<b>Si</b>	<b>0,26</b>	<b>0,16</b>	<b>0,21</b>
<b>Mn</b>	<b>0,86</b>	<b>0,95</b>	<b>0,71</b>
P	0,011	0,009	0,007
S	0,001	0,0049	0,0052
Cr	9,52	8,73	8,51
Mo	1,49	1,45	1,44
<b>Ni</b>	<b>0,16</b>	<b>0,19</b>	<b>0,75</b>
Nb	0,059	0,033	0,028
N	0,027	0,02	0,019
V	0,2	0,2	0,2
Co	0,97	0,95	0,93
Ti	0,002	0,028	0,029
Al	0,018	(0,005)	(0,005)
<b>Bor</b>	<b>0,011</b>	<b>0,0041</b>	<b>0,007</b>
Cu	0,06	0,02	0,02
W	0	0,05	0,05
O	n.A.	0,061	0,065

\* rot gekennzeichnet sind alle Werte welche kleiner / gleich der definierten Bestimmungsgrenze der jeweiligen Untersuchungsmethode sind. Bestimmungsgrenzen sind in den internen Prüfberichten zu finden.

n.A. ...nicht angegeben

Zusätzlich wurde die Chemie von wärmebehandelten Schweißgütern aus den bezeichnungsgleichen Querschnittproben analysiert. Die gesamte Tabelle inklusive Statistik ist im Anhang A.4. Tabelle 2, Seite IV, dargestellt. Die Abweichungen bei den Schweißgütern 1 und 2 sind sehr gering und innerhalb eines engen statistischen Streubandes.

Die systematische und damit wesentliche Unterscheidung zwischen den Schweißgütern erfolgte über den Nickelgehalt welcher zu Untersuchungszwecken bewusst um etwa ein halbes wt% variiert wurde. Auch die Gehalte von Mangan, Silizium und Bor sind nicht ganz auf gleichem Niveau.

Die Einflüsse der sehr geringfügigen Variationen sind kaum nachweisbar, weder bei den mechanischen Eigenschaften, noch in der Mikrostruktur. Wenn Einflüsse vorhanden sind werden sie jedenfalls überlagert von der größeren Variation im Nickelgehalt.

Die untersuchten Zeitstandproben Z51 und M11 stammten aus älteren Schweißgutproben, welche aus nominell gleichen Fülldrähten gefertigt wurden. Die chemischen Zusammensetzungen der Verbindungen weichen minimal von den für die Dissertation untersuchten Schweißgüter ab, siehe Tabelle 4-2. Die genaue Differenzierung zwischen älterem und neuerem Schweißgut wurde vor allem wegen der MatCalc Simulationen und deren Vergleich mit den Mikrostrukturuntersuchungen getroffen. Eine positive Abweichung in der Tabelle heißt, dass der Anteil des Legierungsbestandteils im „neuen Durchschnittsschweißgut“ höher ist, eine negative Abweichung zeigt einen höheren Anteil im zeitstandbelasteten „alten Schweißgut“.

Tabelle 4-2: Mittelwerte der Analysen von SG1 und SG2 im Vergleich. Schweißgut aus Dissertationsprojekt (Mittelwert); Spalten Z51 und M11: Schweißgut aus Kriechproben von früherer Charge.

Werkstoff	CB2 Ti-FD SG1			CB2 Ti-FD SG2		
	SG_1_C	Z51	Abweichung	SG_2_C	M11	Abweichung
Werk Nr.	Mittelw.	4805_Z51	(SG1-Z51)	Mittelw.	4867_M11	(SG2-M11)
C	0,134	0,137	-0,003	0,108	0,111	-0,003
Si	0,16	0,16	0	0,20	0,19	0,01
Mn	0,93	0,98	-0,05	0,69	0,73	-0,04
P	0,009	0,013	-0,004	0,008	0,013	-0,005
S	0,0048	0,0058	-0,001	0,0051	0,006	-0,001
Cr	8,58	9	-0,42	8,68	8,4	0,28
Mo	1,41	1,52	-0,11	1,47	1,39	0,08
Ni	0,17	0,2	-0,03	0,74	0,72	0,02
Nb	0,032	0,034	-0,002	0,029	0,029	0
N	0,020	0,023	-0,003	0,019	0,019	0
V	0,20	0,21	-0,01	0,2	0,2	0
Co	0,91	0,95	-0,04	0,94	0,92	0,02
Ti	0,029	0,031	-0,002	0,031	0,036	-0,005
Al	0,005	0,005	0	0,005	0,005	0
Bor	0,0043	0,0046	-0,0003	0,0068	0,006	0,0008
Cu	0,02	0,02	0	0,02	0,02	0
W	0,05	0,05	0	0,05	0,05	0
O	0,066	0,064	0,002	0,065	0,066	-0,001

Werte in Rot markiert: Untere Erfassungsgrenze; alle Angaben in wt%

Werte die laut Analyse an der unteren Erfassungsgrenze lagen sind rot geschrieben und wurden bei Simulationen und Berechnungen nicht berücksichtigt.

## 4.2 Umwandlungsverhalten - Dilatometerversuche

Abbildung 4-1 zeigt einen Programmplot (DIL805 Pro) des Bähr Dilatometers in welchem verschiedene Lagen des gleichen Schweißgutes verglichen wurden. Probe 1 war der Decklage entnommen und Probe 2 der mittleren Lage.

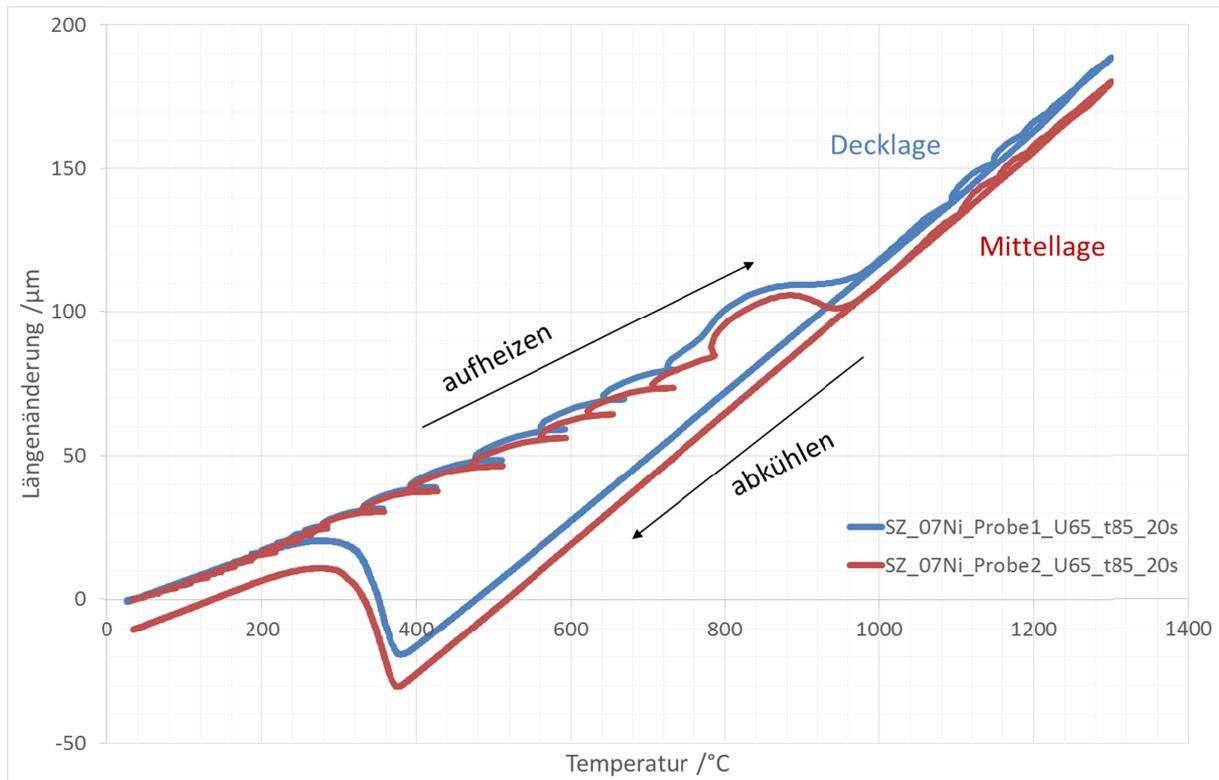


Abbildung 4-1: Dilatometerkurvenvergleich; Schweißgut 2 0,7% Ni, Vergleich SG Decklage und SG Mittellage.

Exemplarisch abgebildet sind zwei Proben aus dem Schweißgut mit 0,7% Nickel. Es ist zu erkennen, dass die Kurvenverläufe sehr ähnlich, fast parallelverschoben sind. Für die Auswertung bedeutet dies, dass die Martensitstart- ( $M_s$ ) und –finishtemperaturen ( $M_f$ ) in Decklage und Mittellage gleich hoch sind. Die  $A_{C1}$  und  $A_{C3}$  Temperaturen unterscheiden sich nur wenig, deren Auswertung ist bei einer schnellen Aufheizrate allerdings nicht einfach.

In Abbildung 4-2 sind die Dilatometerkurven von den zwei verschiedenen Schweißgütern dargestellt. Beiden Proben stammen aus derselben Probenlage (Decklage), jedoch einmal aus dem Schweißgut mit 0,7% Nickel und einmal aus dem Schweißgut mit 0,2% Nickel. Hier ist zu sehen, dass 0,5% Ni mehr im Werkstoff die  $A_{C1}$  Temperatur senkt und die  $M_s$  und  $M_f$  anhebt.

Die Dilatometerkurven wurden nach der Tangentenmethode ausgewertet. Die korrekte Bestimmung der Übergangsbereiche nach der Tangentenmethode gestaltet sich in der Regel schwierig, da je nach Anlegen der Tangente eine Streuung in der Auswertung der Temperaturen unvermeidlich ist. Diese Tatsache ist auch in der Literatur dokumentiert [223]. In dem Zusammenhang wird von den Autoren auch darauf hingewiesen, dass die Austenitkorngröße eine wichtige Rolle für die Martensitstarttemperatur spielt [41].

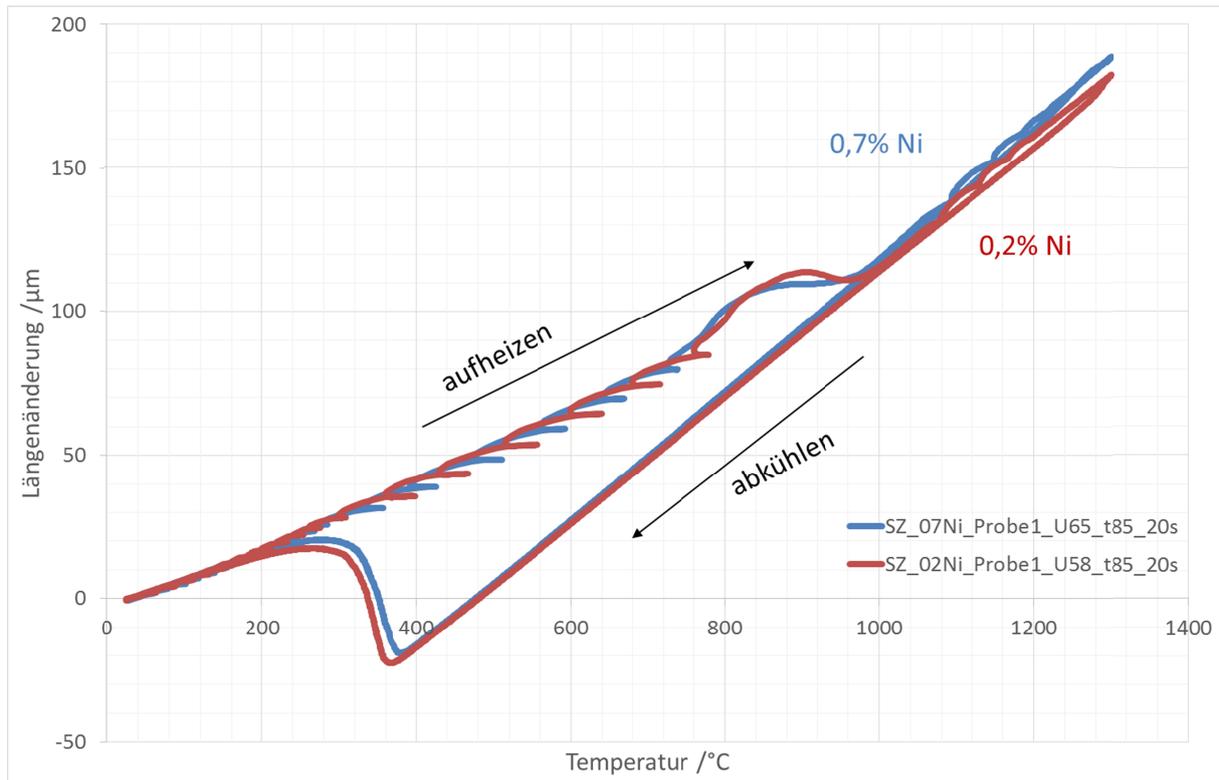


Abbildung 4-2: Dilatometerkurvenvergleich, gleiche Probenlage (Decklage), verschiedene Schweißgüter: obere Kurve aus SG2 mit 0,7% Ni, untere Kurve aus SG1 mit 0,2% Ni.

Alle Ergebnisse aus den Dilatometerversuchen mit den Schweißgütern und mit dem Grundwerkstoff sind im Anhang A.5. Seiten V und VI dargestellt. Der Grundwerkstoff CB2 wurde im Rahmen der Diplomarbeit Sarić [210] untersucht.

Die Kenntnis der chemischen Zusammensetzung lässt beispielsweise die Abschätzung der Martensitstarttemperaturen mittels empirischen Zusammenhängen zu – siehe Kapitel 2.2.2 ab Seite 24. Vor allem der Kohlenstoffgehalt beeinflusst die Martensitstarttemperatur dramatisch, ein höherer C-Gehalt führt zu niedrigeren  $M_s$  Temperaturen, was auch durch die Dilatometerversuche bestätigt wurde, siehe Abbildung 4-3.

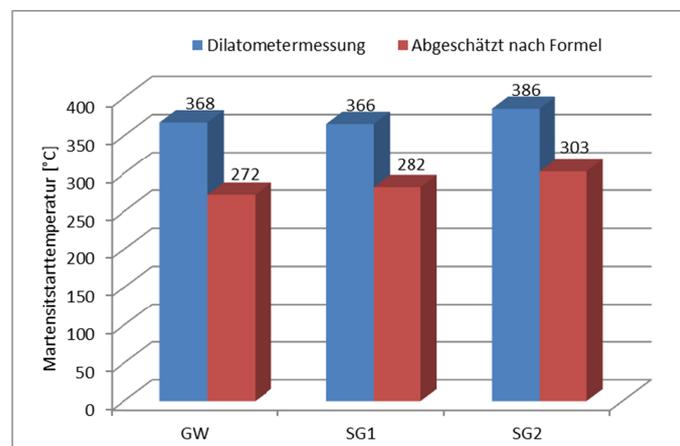


Abbildung 4-3: Vergleich der aus den Dilatometerversuchen bestimmten  $M_s$  Temperaturen mit berechneten Werten Formel 9, Seite 26.

2 Auch der Austenitstabilisator Ni vermindert die  $M_s$  Temperatur, der Einfluss von Kohlenstoff ist hier jedoch höher. Schweißgut SG1 enthält zwar um 0,5% weniger Nickel ( $M_s \uparrow$ ), jedoch um 0,04% mehr Kohlenstoff ( $M_s \downarrow$ ) als SG2, was zu einer niedrigeren Temperatur  $M_s$  führt.

Tabelle 4-3 zeigt als Zusammenfassung alle gemittelten Ergebnisse für die Umwandlungstemperaturen vom Grundwerkstoff und von beiden Schweißgütern. SG2 hat die Vergleichsweise geringste  $A_{c1}$  Temperatur, die  $A_{c3}$  Temperaturen weichen zwischen den Schweißgütern nur geringfügig ab.  $M_s$  und  $M_f$  Temperaturen sind bei SG2 vergleichsweise am höchsten.

Tabelle 4-3: Experimentell mittels Dilatometer gemessene Umwandlungstemperaturen.

Umwandlungstemperatur	$A_{c1}$ [°C]	$A_{c3}$ [°C]	$M_s$ [°C]	$M_f$ [°C]
GW	812	912	368	156
SG1	817	890	366	206
SG2	785	878	386	226

Im Anhang A.5. Tabelle 4, Seite V, ist eine Vergleichstabelle von gemessenen Umwandlungstemperaturen mit berechneten Umwandlungstemperaturen angeführt.

## 4.3 Gefüge

Das Gefüge des Grundwerkstoffes ist ein Gussgefüge mit angelassener martensitisch-bainitischer Grundstruktur. Die Korngröße liegt bei durchschnittlich ca. 1500µm.

Beide Schweißverbindungen bestehen aus 15 Raupen und 7 Lagen. Bei den wärmebehandelten Schweißgütern ist das Gefüge ebenfalls ein angelassenes, martensitisches. Von der Struktur her besteht das Schweißgut hauptsächlich aus Dendriten deren Größe durch Schweißbadgeometrie und Schweißparameter bestimmt wird.

### 4.3.1 Lichtmikroskopie

Exemplarisch werden in Abbildung 4-4 die Querschliffe der Proben SG\_1S\_M und SG\_1L\_M, beide mit gleichem Nickelgehalt aber mit verschiedener Wärmebehandlung einander gegenübergestellt. Jeweils eine Region aus dem Schweißgut wurde vergrößert. In der ersten Reihe der Abbildung, in den Makroaufnahmen ist ein Unterschied im Gefüge der beiden Schweißnähte sichtbar, welcher auf den Einfluss der längeren Wärmebehandlungsdauer zurückzuführen ist.

Während in der Probe SG\_1S\_M – 730°C - 8h, die Schweißraupen die Wärmeeinflusszone und der Übergang zwischen Schweißgut und WEZ noch sehr gut zu sehen sind, geht diese Erkennbarkeit der Übergänge beim Bild der Probe SG\_1L\_M – 730°C - 24h etwas verloren.

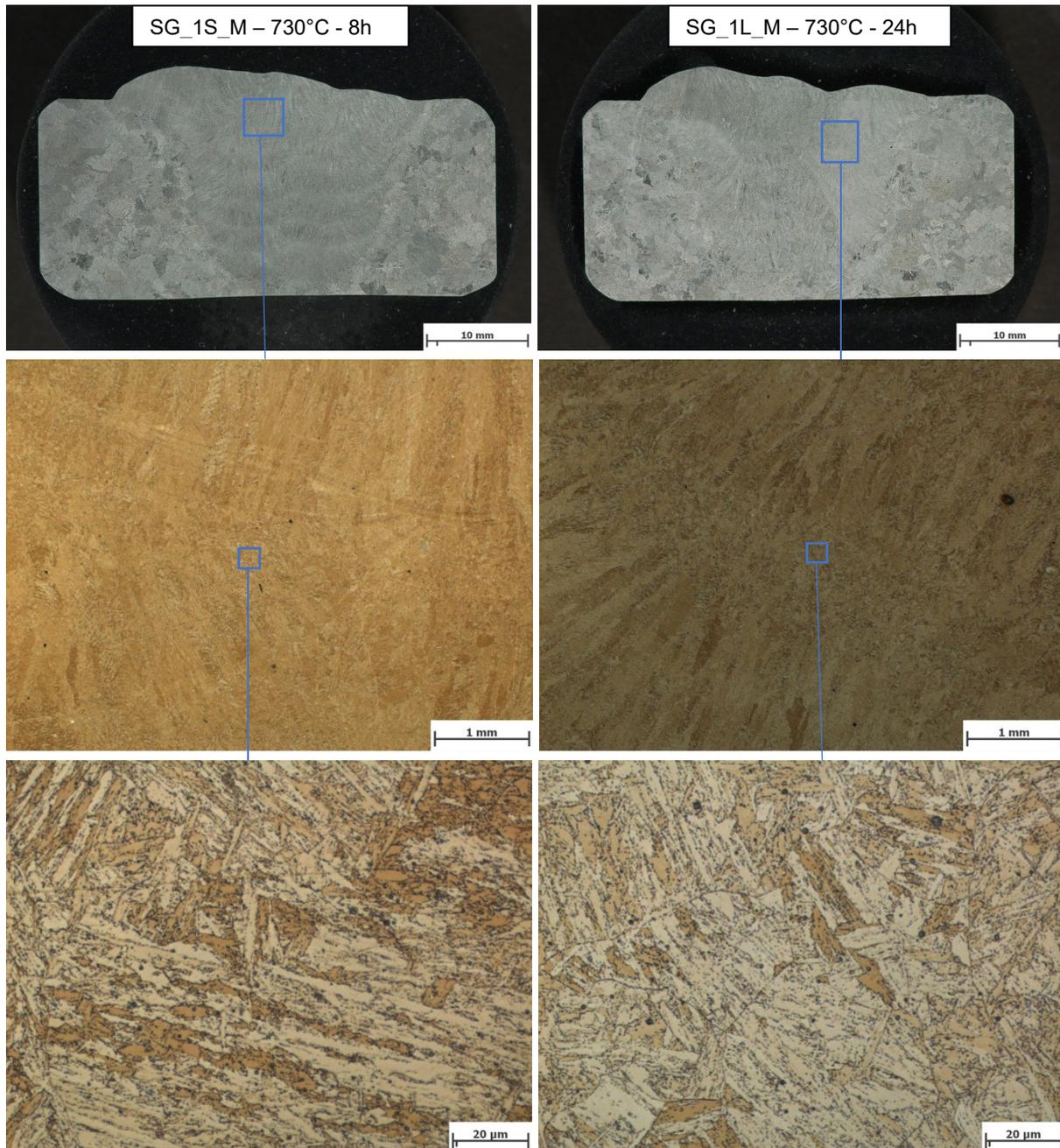


Abbildung 4-4: Vergleich von zwei Proben, gleicher Nickelgehalt (0,2%), verschiedene Wärmebehandlungen – oben: Makroaufnahmen (Adler Ätzung), Mitte und unten: Lichtmikroskopieaufnahmen (Lichtenegger Bloech Ätzung).

Unter dem Lichtmikroskop betrachtet, sind beide Gefügestellen jedoch klar als martensitisches Gefüge in einer Schweißverbindung klassifizierbar. Es sind kaum Unterschiede zwischen den beiden Schweißgütern erkennbar. Bei den Mikroskopiebildern wurden bei Aufnahme verschiedene Belichtungen gewählt, daher treten Farbunterschiede auf (mittlere Reihe der Abbildung 4-4). Vermeintliche Strukturunterschiede in der unteren Reihe von Abbildung 4-4 sind vom gewählten Ausschnitt des jeweiligen Schliffes abhängig und nicht systematisch.

Weitere metallografische Gefügebilder sind im Anhang A.6. auf den Seiten VII und VIII dargestellt.

Beispielhaft ist der Querschliff einer wärmebehandelten Probe mit 0,7% Nickel, in Abbildung 4-5 dargestellt. Die Lichtmikroskopiebilder wurden von der geschliffenen, ungeätzten Oberfläche gemacht um die Poren in Grundwerkstoff und Schweißgut vergleichen zu können.

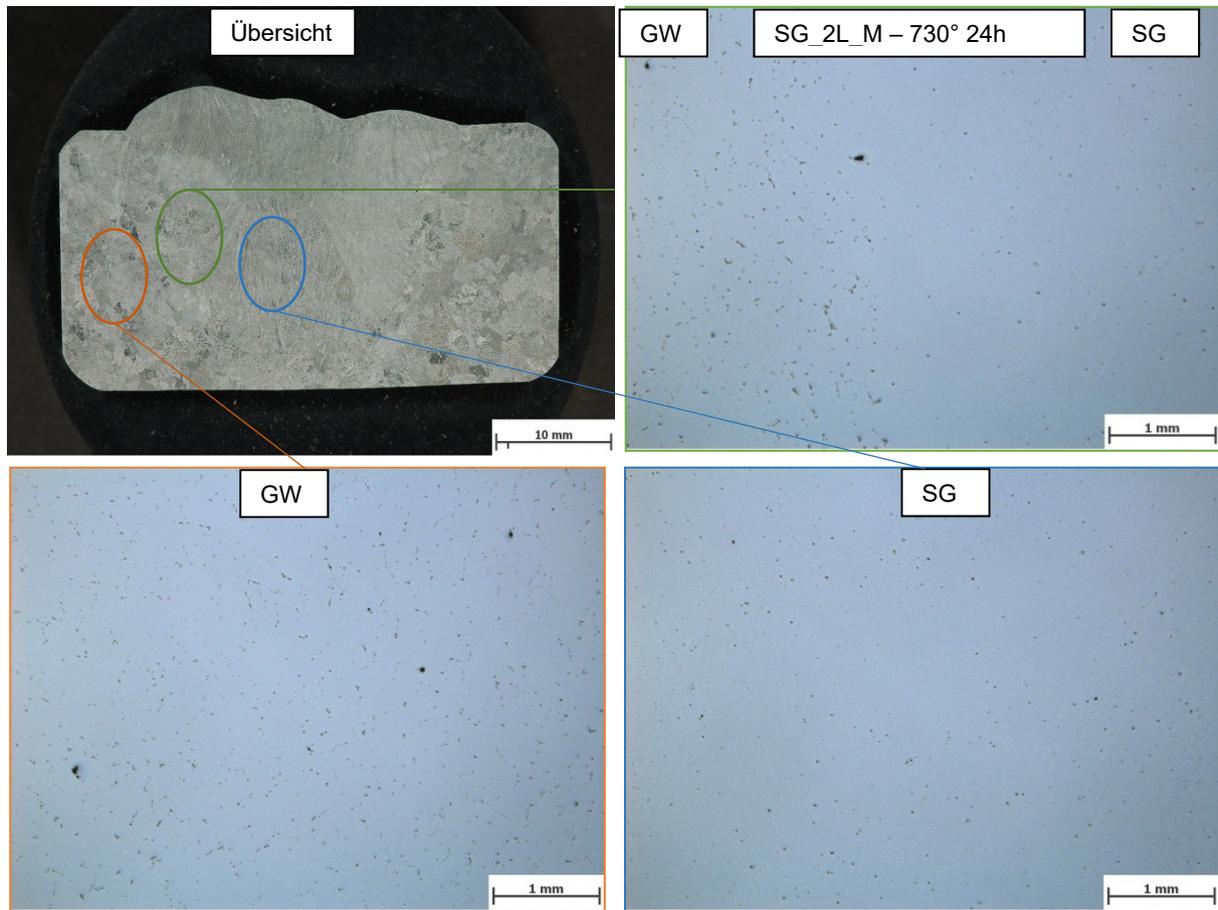


Abbildung 4-5: Porenbilder des SG-S2L\_M, von Grundwerkstoff, Schweißgut und WEZ. Lichtmikroskopie – ungeätzt

Um eine Orientierung zu geben aus welchen Bereichen die Porenbilder kommen, wurde das Adlergeätzte Makrobild als Übersicht verwendet. Man sieht, dass im gegossenen Grundwerkstoff die Porendichte höher ist als im Schweißgut. Sehr deutlich macht sich dieser Unterschied im Übergang zwischen SG und GW bemerkbar.

### 4.3.2 Korngröße des Schweißgutes

Vermessene Dendriten sind durchschnittlich ca.  $2500\mu\text{m}$  lang und die primären Armabstände liegen bei etwa  $300\mu\text{m}$ . Zu ungefähr einem Drittel besteht das Schweißgut durch die Mehrlagenteknik aus einem feinkörnigen, rekristallisierten Gefüge. In Abbildung 2-10 auf Seite 33 sind die Isothermen von den Temperaturen  $A_{c1}$  und  $A_{c3}$  und die Fusionslinien von einem Mehrlagenschweißgut eingezeichnet. An den Übergängen zwischen den einzelnen Schweißraupen, genauer gesagt zwischen  $A_{c1}$  und der Fusionslinie liegt dieses umgekehrte Gefüge, dessen Breite sich beim Schweißen in Abhängigkeit von  $T(t)$  entwickelt.

Von diesem umgekehrten Gefüge wurden die Korngrößen in beiden Schweißgütern gemessen und verglichen, siehe Tabelle 4-4.

Tabelle 4-4: Korngrößenvergleich der Schweißgüter im rekristallisierten Gefüge

Rekristall. SG	Proben 'as welded'		Proben mit Wärmebehandlung			
	SG_1_M	SG_2_M	SG_1S_M	SG_1L_M	SG_2S_M	SG_2L_M
Probenr.						
Korngröße [ $\mu\text{m}$ ]	53,0	40,7	48,4	48,4	40,7	40,7
Standardabw.	0	3,5	4,2	4,2	3,5	3,5

Gemittelt über alle Messmethoden und Vergleiche wurde daraus für Schweißgut 1 eine durchschnittliche Korngröße von  $50\mu\text{m}$  (siehe alle Spalten SG1) und für Schweißgut 2 von  $40\mu\text{m}$  (siehe alle Spalten SG2) bestimmt.

Es wurden verschiedene Methoden zur Korngrößenbestimmung verwendet. Für die feinen, rekristallisierten Bereiche des Schweißgutes war die Auswertung nach ASTM Korngrößennetzen E112, in zitierter Norm [224] beschrieben, die effizienteste Methode. Da die ähnlichen Korngrößennetze mit Normwert 5,5 bis 6,5 verwendet wurden, ist die ermittelte Standardabweichung aus Einzelwerten (siehe Tabelle 4-4) entsprechend gering, unterstreicht aber die Tendenz zu einem etwas größeren Korn in SG1.

## 4.4 Elektronenmikroskopie

Alle elektronenmikroskopischen Untersuchungen inklusive EELS und EDXS Analysen welche am FELMI der TU Graz durchgeführt wurden, sind im Bericht J3B2 [225] umfangreich dokumentiert, auch die FEG-SEM (field emission gun – scannig electron microscopy) Untersuchungen der voestalpine Linz sind darin erläutert.

Im TEM (Transmissionselektronen Mikroskop) wurden hauptsächlich SG1 Proben untersucht, eine SG2 Vergleichsprobe aus einem Kriechversuch wurde zu Vergleichszwecken mituntersucht. Insgesamt wurden vier Proben, mit unterschiedlich vielen Serien und Gesichtsfeldern, im TEM betrachtet. Im FEG-SEM der voestalpine Linz wurden nur die Zeitstandproben beider Schweißgüter untersucht und verglichen.

### 4.4.1 EFTEM (Energy filtered transmission elektron microscopy)

In den EFTEM Bildern, siehe Abbildung 4-6, wird je nach ausgewähltem Energieband der Materialkontrast eines Elementes sichtbar. Je mehr des jeweiligen Elements enthalten ist, desto heller sind die Bereiche. Zu erkennen sind hier Chromcarbid Ausscheidungen, und dass der Werkstoff aus einer Eisenmatrix aufgebaut ist (Fe-Mapping). Außerdem ist zu sehen, dass sich im untersuchten Werkstoff keinerlei Borausscheidungen gebildet haben (B-Mapping). In keinem weiteren der betrachteten Gesichtsfelder konnte Bor detektiert werden, auch nicht in EELS Analysen, wo speziell die die leichten Elemente des Periodensystems gemessen werden können.

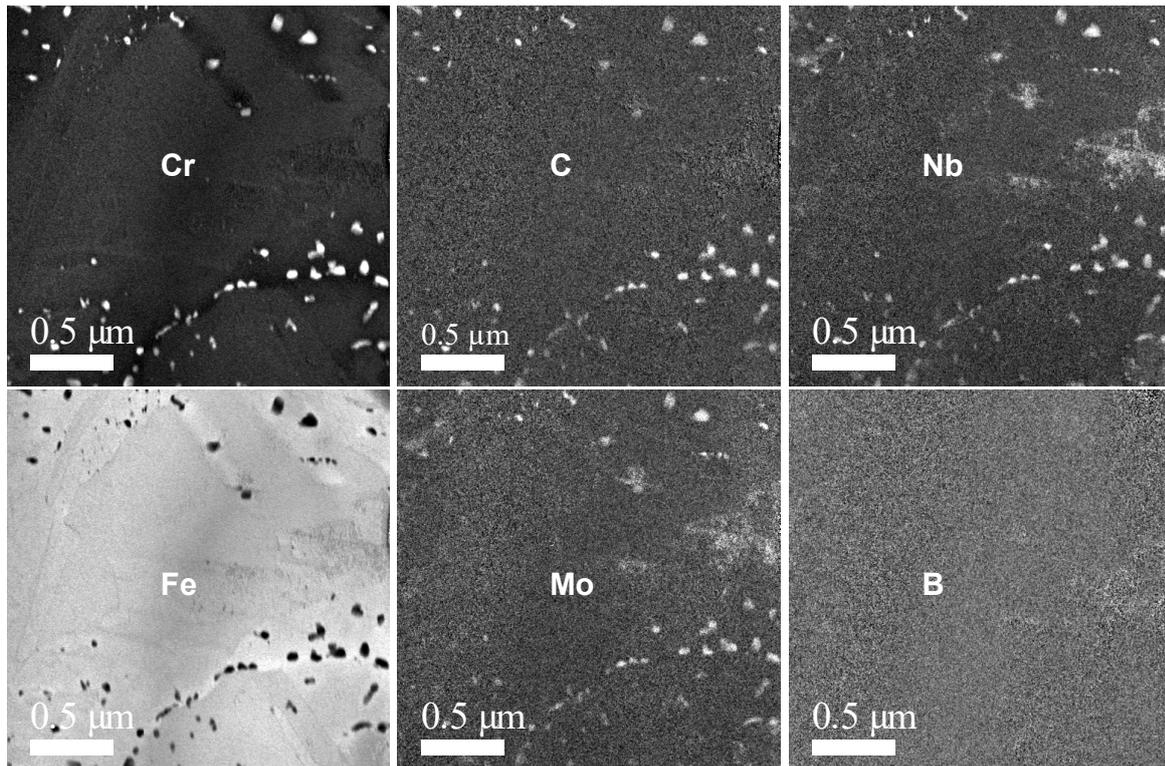


Abbildung 4-6: EFTEM Bilder der Probe SG\_1\_M (W97); Aufnahmeserie 1; Elementenmappings: Je mehr des jeweiligen Elements enthalten ist, desto heller die Bereiche.

Dass es sich in Abbildung 4-6 (Bild Cr) wirklich um Chromkarbide handelt, muss mittels EDX und EELS Messungen bestätigt werden, da Signale nicht nur in den Cr und C „jump-ratios“ verstärkt sind sondern auch im Mo und im Nb jump-ratio image. Jump-ratio bedeutet, dass zwei Bilder pro Energieübergang vorhanden sein müssen, eines genau vor der Ionisations-Kante und eines genau danach. Für das „jump-ratio image“ werden die beiden Bilder in Verhältnis zueinander gesetzt und die Elementenverteilung wird sichtbar. Jedoch ist die Tatsache bekannt, dass durch Überlagerungen in den Energiebändern manche Elemente in bestimmten Ausscheidungen als Artefakt angezeigt werden. genauere Erklärungen zu diesen Phänomenen und verständliche Ausführungen zu verwendeten Begriffen finden sich in der Dissertation von Sonderegger [14].

#### 4.4.2 EELS

EELS ist die Abkürzung für „Electron Energy Loss Spectroscopy“. Hierbei wird ein kleiner Probenbereich (bzw. eine Ausscheidung) ausgewählt und ein Energiespektrum der durchtretenden Elektronen mit dem Imaging Filter erstellt.

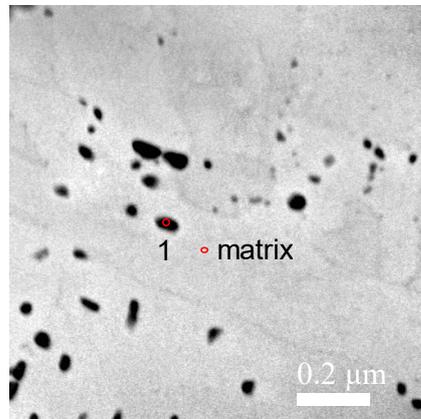
Die Elektronenenergien werden durch dieses Verfahren feinst aufgespalten, das heißt ein Peak zeigt nicht nur das Element und die Energie der angeregten Elektronenschale, sondern auch des Orbitales in dem sich das Elektron befindet. Die Form der Peaks wird einerseits durch das Orbital des Schalenelektrons bestimmt, andererseits durch den Bindungszustand des Atoms [16]. So kann, je nach Bindung, die K-Kante in einem EEL Spektrum unterschiedliche Formen annehmen. In Cr-Karbid besitzt die Kohlenstoff K-Kante eine Doppelpeak Charakteristik, dies kann in Abbildung 4-7 im Spot auf das Chromkarbid festgestellt werden.

Die Peaks von Chrom  $L_{2,3}$  und der Eisen  $L_{2,3}$  haben auch eine ähnliche Doppelpeak - Charakteristik. Die Spitzen spiegeln jeweils den Energieverlust der Elektronen in den Schalen und Orbitalen wieder. Das analysierte Teilchen in Abbildung 4-7 entspricht einem Chromkarbid.

A 13845

FELMI/ZFE

Iron L Jump-ratio



EELS Acquire (dark ref corrected)\_1a

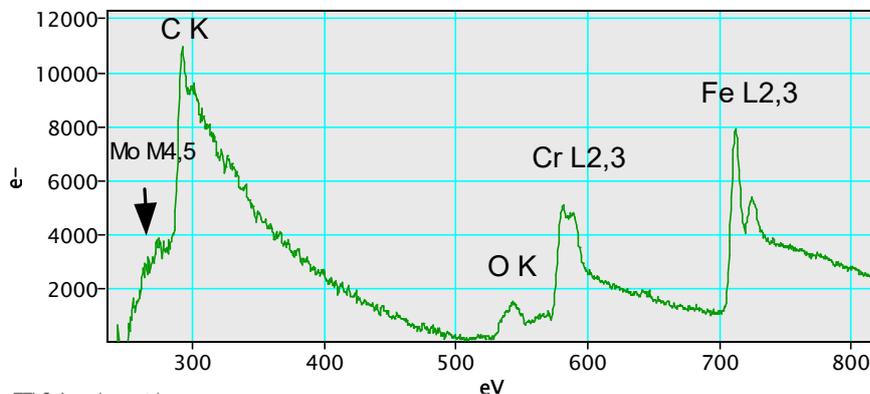


Abbildung 4-7: Probe SG\_1\_M (W97) – Serie 3: EELS zur Charakterisierung eines Chromkarbides (Bremspektrum korrigiert).

#### 4.4.3 EDXS

EDXS ist die Abkürzung für energy dispersive X-ray spectroscopy. Hier werden bei inelastischen Stößen der Primärelektronen in der Probe elementspezifische Röntgenquanten erzeugt. Mit dem EDX Detektor können kleine Probenbereiche auch quantitativ analysiert werden. Vorteil gegenüber EELS ist eine höhere Genauigkeit der Quantifizierung von Elementgehalten, Nachteil die schlechtere Energieauflösung.

Analog zu EELS können bei EDX Analysen einzelne Elemente anhand der spezifischen Energie der emittierten Röntgenquanten detektiert werden. Die Wechselwirkungen Primärelektron mit Schalenelektron erzeugt für jedes Element charakteristische Röntgenstrahlung. Die Anzahl der Signale (Counts) können ausgewertet und auf die Elemente normiert werden.

In Abbildung 4-8 ist ein Ausschnitt aus Probe SG\_1\_M (W97) als ‚high-angle annular dark field‘ (HAADF) Bild dargestellt. Vor allem bei dünnen Bereichen einer Probe kann dieses Verfahren eingesetzt werden. Das HAADF-Signal stammt von Elektronen die außerhalb der Z-Achse gestreut emittiert werden, sie ermöglichen eine exaktere Unterscheidung von chemischen Elementen anhand der Signalintensität, bzw. ermöglichen auswertbare Spektren vor allem bei der EDX Analyse.

Zusätzlich, um die Analysegenauigkeit zu erhöhen, wird das Mikroskop bei EDX Aufnahmen im scanning TEM (STEM) Modus betrieben.

Ein sehr feiner Elektronenstrahl (ca. 4 nm) wird ähnlich wie bei REM (Raster Elektronen Mikroskopie) über den ausgewählten Bereich der Probe geführt. Partikel 3 von Abbildung 4-8 kann jedenfalls als Chromkarbid identifiziert werden.

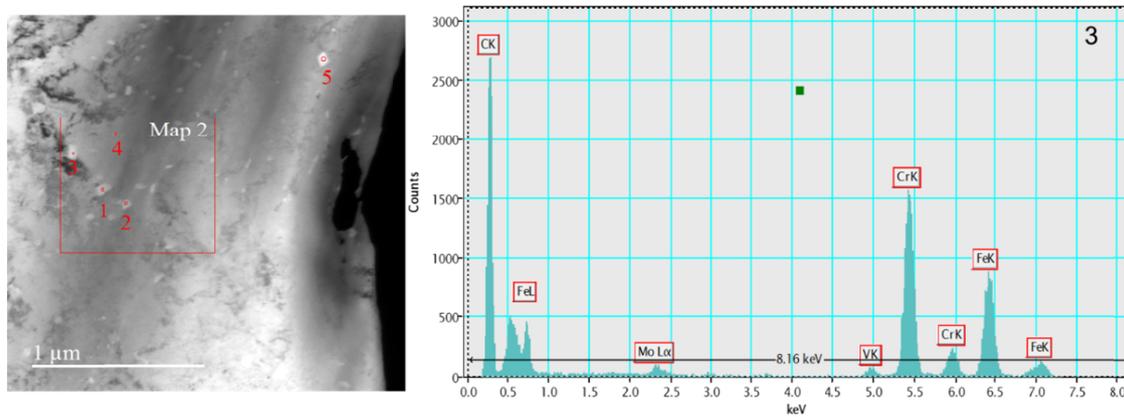


Abbildung 4-8: Probe SG\_1\_M (W97), rot umrandet: Map 2; (li.) HAADF Bild der gesamten Serie 2; (re.) EDXS von Teilchen 3 aus Serie 2, Map 2.

#### 4.4.4 Auswertungsprocedere

Nach Analyse einzelner Teilchen kann mithilfe der EFTEM Aufnahmen die Auswertung der Ausscheidungsgruppen begonnen werden. Für chromreiche Ausscheidungen ist das Cr-mapping zu verwenden. Mit dem digitalen Bildbearbeitungsprogramm, in diesem Fall „Digital Micrograph“ von GATAN [226], wählt man einen Helligkeitsbereich welcher vom Programm eingefärbt und über eine Vermessungsroutine quantifiziert wird. In Abbildung 4-9 sind zwei Beispiele von markierten Chrommappings, der untersuchten Probe gezeigt. Serie 1 und Serie 3 wurden hier ausgewertet.

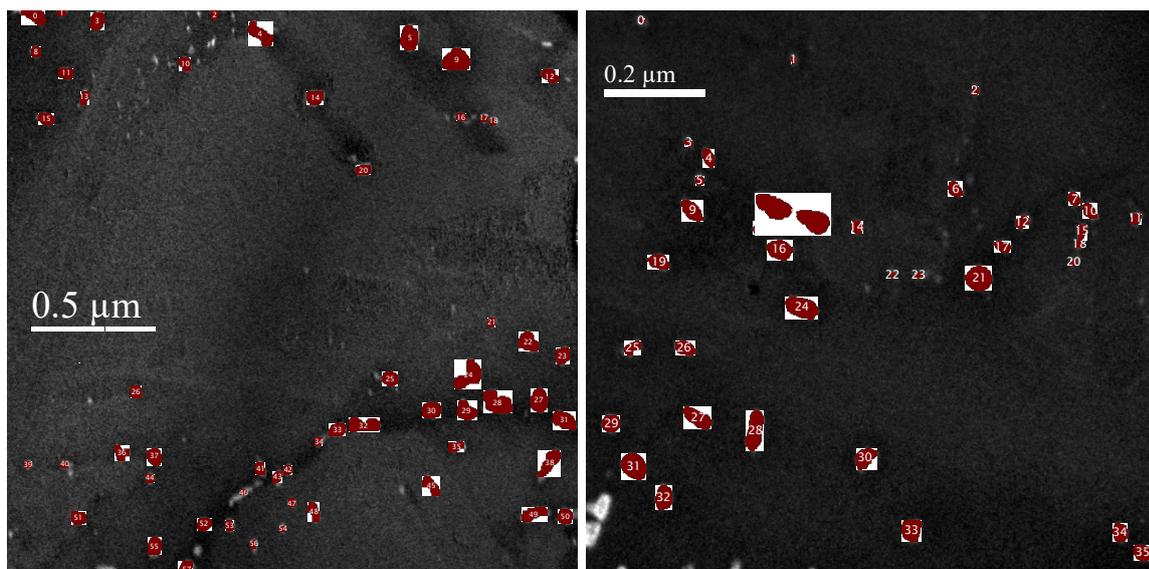


Abbildung 4-9: Probe SG\_1\_M (W97) – (li.) Serie 1; (re.) Serie 3; Wahl des Chrom-Mappings zur Ausscheidungsfindung, Bildauswertungssoftware Digital Micrograph von GATAN.

Pro Partikel werden vom Programm „Digital Micrograph“ Parameter wie Fläche, Position [x,y Koordinaten im Bild], Abweichungen [von x,y Koordinaten], Rundheit, Formfaktoren und weitere, in Tabellen ausgegeben. Aus insgesamt 31 Parametern von jedem einzelnen vermessenen Teilchen, werden Rohdatentabellen generiert. Diese wiederum sind der Input für eine MATLAB Routine zur Bestimmung von Phasenanteil in Gew.%, Radius in nm und Teilchendichte in  $1/m^3$ . Diese drei Ausgabegrößen werden in MATLAB über errechnete Volumina auf Basis der gemessenen Flächen generiert. Die MATLAB Routine wurde im Rahmen der Dissertation Sonderegger [14] entwickelt.

Nachdem jedes Bild einer jeden Serie pro Probe ausgewertet wurde, wurden von den Parametern Phasenanteile, Teilchendichten und Radien Mittelwerte gebildet. Eine Auswertung, und zwar jene der Zeitstandproben bei  $625^\circ\text{C}$  nach 6500h ist in Tabelle 4-5 gezeigt.

Kritisch anzumerken ist, dass die gemessenen Werte, trotz der Ausgleichsalgorithmen in der MATLAB Auswertung sehr gesichtsfeldabhängig sind. Hohe Standardabweichungen zwischen den Serien jeder einzelnen Probe zeigen, dass die Messdaten sehr stark schwanken und statistisch nicht belastbar sind. Die Auswahl der Gesichtsfelder spielt eine große Rolle auch die Qualität der präparierten Probe ist von entscheidender Bedeutung um auswertbare Daten zu generieren.

Außerdem ist durch die große Streuung der Einzelmesswerte die Mittelwertbildung von Phasenanteilen und Teilchendichten problematisch. Mit höherer Teilchendichte sollte auch der Phasenanteil im Vergleich höher sein, dies ist nicht immer der Fall, da die Serienwerte untereinander oft um das Vielfache schwanken.

#### 4.4.5 Grafische Darstellung

Zwei charakteristische Aufnahmen von den Zeitstandproben der beiden Schweißgüter als RGB-Maps, welche die Ausscheidungssituation gegenüberstellen sollen, sind in Abbildung 4-10 dargestellt.

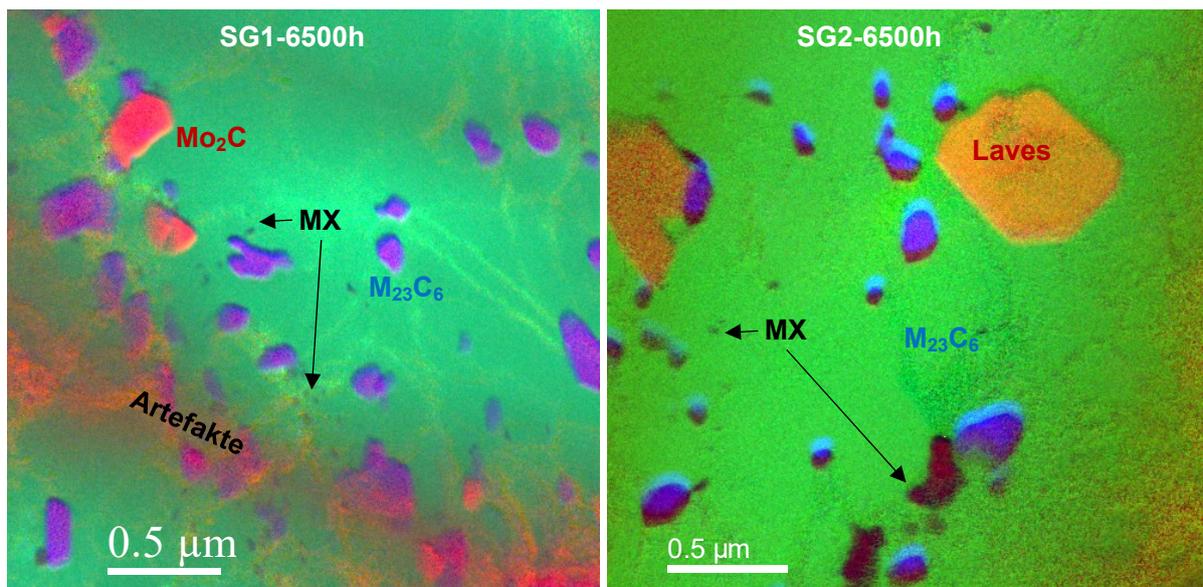


Abbildung 4-10: RGB (Rot: Mo, Grün: Fe, Blau: Cr)-Maps zur Darstellung verschiedener Ausscheidungen. Links: Zeitstandprobe SG1 - Artefakte entstehen, weil an dieser Stelle die Probe zu dick ist. Rechts: Zeitstandprobe SG2 mit Laves-Phase und Chromkarbiden.

Mit der RGB Darstellungsform geht man Kompromisse ein. Die unvermeidbare Drift des Elektronenstrahls bei EFTEM-Map Erstellung wird sichtbar, außerdem sind nur drei Elemente in einem Bild gut darstellbar. Jedoch sind dargestellte Elementanhäufungen auf einen Blick erfassbar und somit wird eine direkte optische Vergleichsmöglichkeit zwischen den untersuchten Proben geschaffen. Eingefärbt sind die chromreichen Ausscheidungen (blau), wie  $M_{23}C_6$  und die molybdänreichen Ausscheidungen (rot), wie die Laves Phase oder  $Mo_2C$ . Nicht eingefärbt und darum dunkel sind die vanadiumreichen MX Ausscheidungen, in der linken Darstellung scheinen sie hellgrau, im rechten Bild jedoch sind sie relativ groß (ähnliche Größe wie  $M_{23}C_6$ ) und schwarz erkennbar. Bei der dargestellten Serie scheinen die MX in SG2 wesentlich größer zu sein als in SG1.

#### 4.4.6 Quantifizierung und Vergleich SG1 zu SG2

Gemittelt über alle betrachteten Serien, siehe Tabelle 4-5, relativiert sich dieser Unterschied aber wieder und der Radius der MX in SG2 ist nur geringfügig größer als jener in SG1. Wie es zu den dargestellten Artefakten kommt ist in Bericht [225] und in der Dissertation Sonderegger [14] beschrieben.

Tabelle 4-5: Vergleich der TEM-Messergebnisse von den Zeitstandproben (Auslagerung bei 625°C, 6500 h) aus den Schweißgütern 1 und 2.

Ausscheidung	Schweißgut 1			Schweißgut 2		
	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius
	[wt.%]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]	[wt.%]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
Cr-karbide	2,54	1,59E+19	63,3	1,80	1,63E+19	72,0
MX (VN)	0,30	2,43E+19	23,1	0,30	1,29E+19	28,3
Laves-Phase	1,28	1,21E+18	237,8	2,47	1,26E+18	159,7
$M_2X$ -Phase	1,10	5,35E+18	58,4			

- Die Phasenanteile der gemessenen Chromkarbide liegen bei Schweißgut 2 mit 0,75% Nickel deutlich unter denen von Schweißgut 1 mit 0,2% Nickel. Die gemessenen Radien und Teilchendichten sind vergleichbar.
- Die Phasenanteile der MX-Ausscheidungen sind bei beiden Schweißgütern fast identisch ebenso Radien und Teilchendichten.
- Der Anteil der Laves-Phase ist in Schweißgut 2 wesentlich höher als in Schweißgut 1. Die Teilchendichte ist bei beiden Schweißgütern vergleichbar, jedoch ist die Laves-Phase in Schweißgut 1 größer. Dieser größere Radius ist vor allem durch die Auswertungen aus Serie 5 begründbar, wo ein einzelnes Laves-Teilchen etwa 470 nm groß ist.
- Markantester Unterschied zwischen den Schweißgütern ist, dass bei Schweißgut 1 auch  $M_2X$  Teilchen gefunden wurden, in Schweißgut 2 hingegen nicht.

Weitere Bilder und Auswertungstabellen befinden sich im Anhang B zu dieser Arbeit auf den Seiten IX bis XVIII.

#### 4.4.7 FEG-SEM Untersuchungen

Die FEG-SEM Untersuchungen, durchgeführt vom Labor der voestalpine Linz, ließen nur eine qualitative Auswertung zu. Die C-Kontaminationen bzw. die fehlende Matrixkorrektur haben die eigentlichen Elementverteilungen so verschoben, dass auch das Setzen der Filter für Auswertungen eine Herausforderung war. Dennoch wurden die Unterschiede zwischen den zwei Schweißgütern bei jeweils gleicher Setzung der Filter untersucht.

- Mangansulfide wurden ausschließlich in Schweißgut 1, Probe Z51 gefunden. Jedoch waren es nur sehr wenige (35 Teilchen) und sehr kleine Partikel (größte Häufigkeit bei 100 nm).
- Die flächenmäßige Teilchendichte lag bei Schweißgut 1 bei 757.500 mm<sup>-2</sup> und bei Schweißgut 2 bei 811.000 mm<sup>-2</sup> also um fast 50.000 Teilchen/mm<sup>2</sup> oder 7% mehr.
- Die chromreichen Ausscheidungen sind laut Histogramm im Schweißgut 2 etwas feiner. Ein quantitativer Vergleich der gezählten Ausscheidungen ist wegen der schon genannten Gründe problematisch.

Bei beiden Zeitstandproben wurde gleichermaßen festgestellt:

- Ein Unterschied zum Grundwerkstoff ist die flächenmäßige Teilchendichte. Diese betrug beim Grundwerkstoff nur etwa 82.500 Teilchen/mm<sup>2</sup>, das ist beinahe um den Faktor 10 weniger als bei den Schweißgütern.
- Die Messungen zeigten vereinzelt Ausscheidungen mit einem effektiven Durchmesser größer als 1 µm, diese waren meist Ti, Al, Mn und O reich. Es handelte sich dabei um oxydische Ausscheidungen oder Einschlüsse, da immer Sauerstoff enthalten war.
- Cr-reiche Ausscheidungen und Mo-reiche Ausscheidungen zeigten die größte Häufigkeit aller ausgewerteten Partikel. Der effektive Durchmesser dieser Partikel stimmte dem Trend nach mit den im TEM gefundenen Ausscheidungen überein.
- Die effektiven Durchmesser N-haltiger Teilchen waren klein, in Kombination mit diesen Teilchen war Vanadium anzufinden. Bei beiden Schweißgütern wurden sehr wenige Partikel gezählt, daher war ein quantitativer Vergleich nicht zielführend.
- Bornitride sind in beiden Proben nicht enthalten. Bei den betrachteten Partikelzusammensetzungen standen die Elemente Bor und Stickstoff in keinem Zusammenhang. Wenn in einem Teilchen Bor enthalten war, enthielt das Teilchen keinen Stickstoff und umgekehrt. Dies ist ein wesentlicher Unterschied zu den Messungen im Grundwerkstoff welche für ein Teilprojekt an denselben Geräten durchgeführt wurden und wo Bornitride mittels FEG-SEM identifiziert wurden.
- Molybdänreiche Ausscheidungen hatten in beiden Schweißgütern eine sehr ähnliche Größenverteilung.
- Wenn Bor gemessen wurde, dann in Verbindung mit Molybdän. Es wurden bei beiden Schweißgütern Ausscheidungen mit B und Mo gefunden, jedoch waren es im Vergleich nur einzelne Partikel.

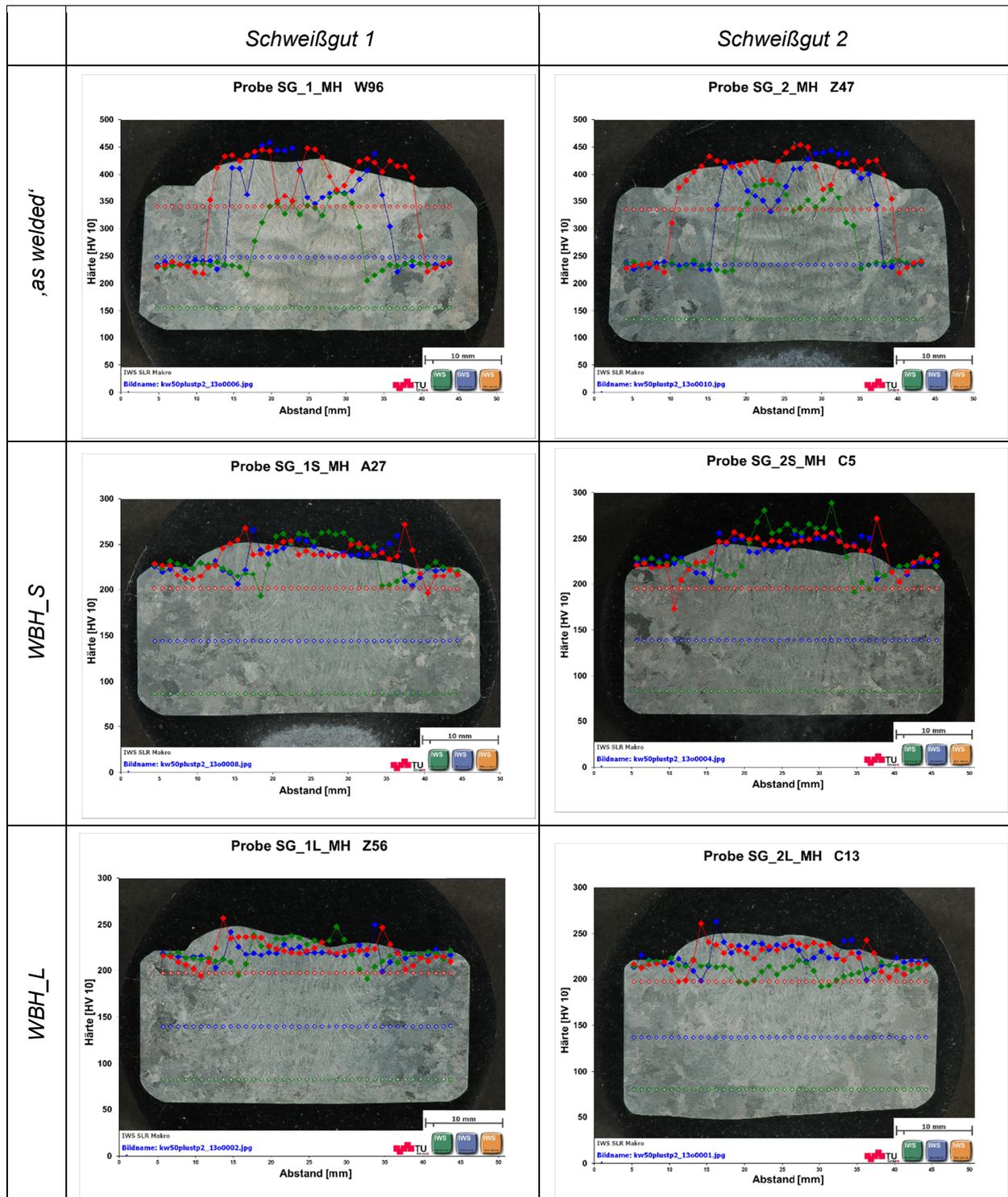
Die grafische Darstellung der Elementenverteilung ist im Anhang B.4.5. Abbildung 20 auf der Seite XIX zu sehen.

## 5. Ergebnisse mechanische Eigenschaften

### 5.1 Härtemessungen

In den Bildern der Tabelle 5-1 sind alle Härtemessungen zusammengefasst dargestellt. Die genaue Lage der Härtemesspunkte ist farblich gekennzeichnet.

Tabelle 5-1: Härteverläufe in untersuchten Schlitzen beider Schweißgüter. Offene Symbole → Härteprofil; volle Symbole → Werte HV10 abzulesen an der y-Achse.



Die Eindrücke des oberen Profils sind rot, die des mittleren blau und die des untersten Profils mit grünen Rauten markiert. Der Verlauf der Härteprofile wird durch offene Symbole angezeigt, volle Symbole zeigen die Härtewerte in HV10 welche an der y-Achse am linken Bildrand abzulesen sind.

Die Härte des Grundwerkstoffes liegt bei allen getesteten Proben innerhalb eines Streubandes zwischen 225 und 240 HV10, bei den Proben mit 24h WBH zwischen 220 und 235 HV10. Die Messpunkte in den Wärmeeinflusszonen zeigen einen Härteabfall. In den as welded Proben ist die Härte im Schweißgut aufgrund des nicht angelassenen, martensitischen Gefüges sehr hoch und bei einem Niveau von etwa 450HV10.

In den wärmebehandelten Proben ist vor allem in den oberen Lagen der Mehrlagenschweißgüter ein Härteanstieg zu verzeichnen. Bei Schweißgut 2 ist nach WBH\_S (730°C, 8h) eine deutlich höhere Härte in der unteren Lage festzustellen, bei genauerer Betrachtung des Bildes sieht man, dass hier die Härte der unteren Fusionslinie gemessen wurde, so erklären sich die höheren Werte.

Nach langer Wärmebehandlung (WBH\_L – 730°C, 24h), ebenfalls in SG2, ist die Härte in der unteren Lage niedriger als im Grundwerkstoff. Ein genauer Blick auf die Darstellung (Tabelle 5-1, dritte Reihe, rechts) zeigt, dass hier die Härte der unteren Wärmeeinflusszone gemessen wurde. Die maximal gemessene Härte übersteigt in keinem Punkt der wärmebehandelten Proben 350HV10.

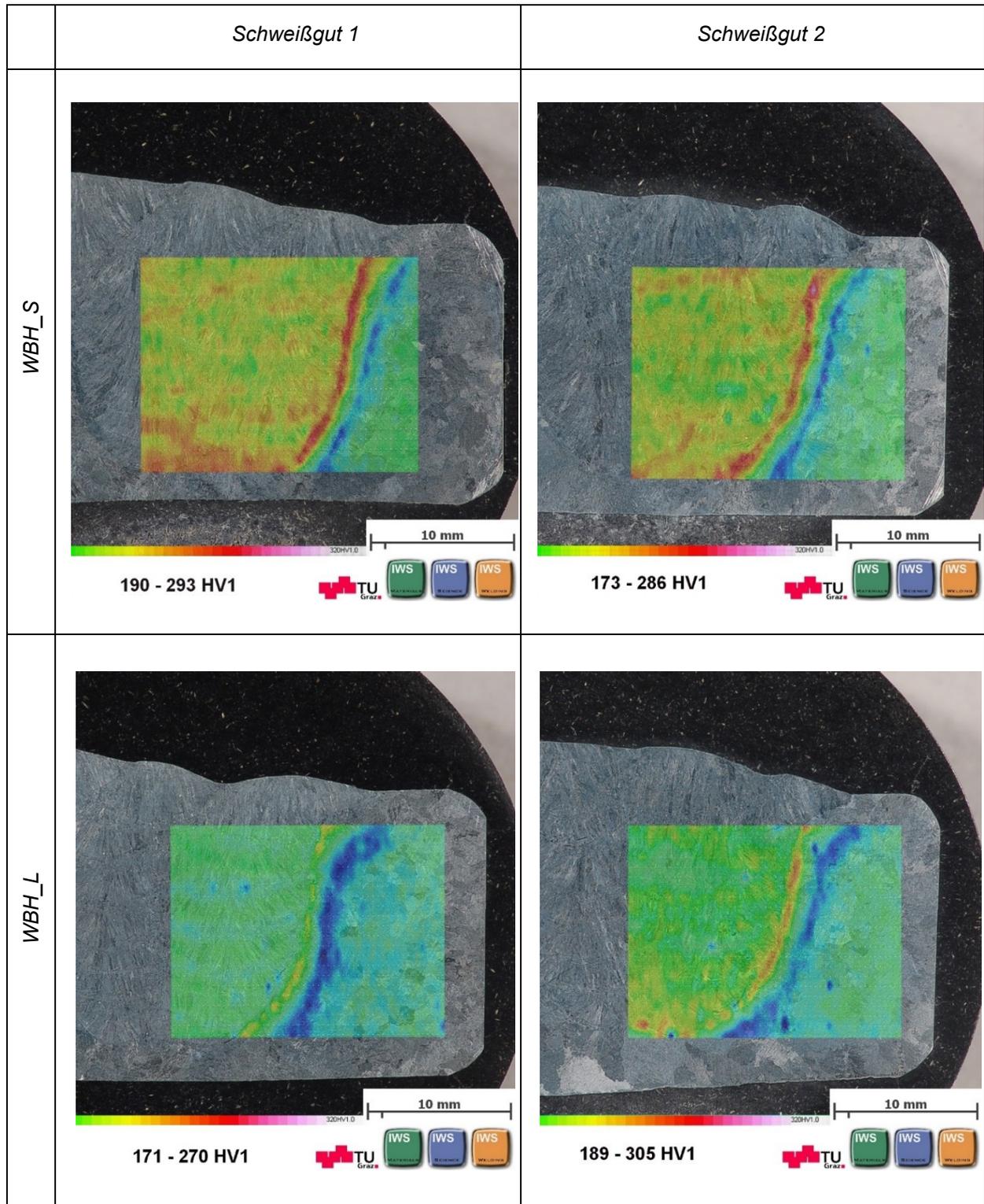
### 5.1.1 Härtemappings

Diese sind in Tabelle 5-2 abgebildet und für beide Schweißgüter und Wärmebehandlungen gegenübergestellt. Nach den Messungen an einem vordefinierbaren Raster können gleiche Härtewerte jeweils gleich eingefärbt werden. Die Messgrenzen wurden bei 170HV1 für das untere und 320HV1 für das obere Limit gesetzt, auch die Farbskala umspannt den gleichen Bereich, damit volle Vergleichbarkeit untereinander gegeben ist. Der pro Bild gemessene niedrigste und höchste Wert ist am jeweiligen unteren Bildrand vermerkt.

Bei WBH\_S (730°C, 8h) sind in beiden Schweißgütern deutlich die aufgehärteten Fusionszonen zu erkennen. Die Wärmeeinflusszonen sind bei beiden Wärmebehandlungen und Schweißgütern durch den Härteabfall ersichtlich. Bei WBH\_L (730°C, 24h) wird ein Sinken der durchschnittlichen Härteniveaus auf etwa Grundwerkstofflevel festgestellt. Die Aufhärtung in der Fusionszone vermindert sich deutlich und bleibt auf einem unkritischen Niveau (um 250HV1). Die Wärmeeinflusszone mit messbarer Erweichung wird durch die lange Wärmebehandlung tendenziell einen halben bis einen mm breiter.

Durch die längere Wärmebehandlung wird auch das Härteniveau des Grundwerkstoffes noch einmal um etwa 10HV1 niedriger. Die ursprüngliche Annahme, dass die Härte in Schweißgut 2 mit 0,75% Nickel tendenziell niedriger ist als die Härte von Schweißgut 1 mit 0,2% Nickel, wurde nicht bestätigt. Nach langer Wärmebehandlung ist das durchschnittliche Härteniveau von Schweißgut 2 sogar etwas höher.

Tabelle 5-2: Härtemappings von untersuchten Schlifflagen SG1 und SG2, beide WBH's; die Skala geht immer von 170HV1 bis 320HV1, um die Vergleichbarkeit zu gewährleisten. Höchste und niedrigste gemessene Werte sind jeweils am unteren Bildrand vermerkt.



Da Härte und Festigkeit in einem direkten physikalischen Zusammenhang zueinander stehen, müssen demgemäß auch die Festigkeitswerte die gleiche Tendenz haben, dies wird in Folge bestätigt.

## 5.2 Festigkeit - Zugversuche

Die Ergebnisse der Zugversuche, die alle bei Raumtemperatur durchgeführt wurden, sind auch in eigenen Veröffentlichungen [227,228] zusammengefasst. Alle Querszugproben wurden als Flachzugproben ausgeführt. Es wurde nicht beachtet, dass das Schweißgut höherfest als der Grundwerkstoff ist. Mangels dieser Überlegung wurde keine Verjüngung in der Mitte des Schweißgutes eingebracht und somit bei allen Querszugproben nur der Grundwerkstoff geprüft, wie in Abbildung 5-1 exemplarisch zu erkennen ist. Zur Verifikation der Bruchstelle wurden Proben mittels Adler Makroätzung angeätzt, der Bruch liegt deutlich im Grundwerkstoff.

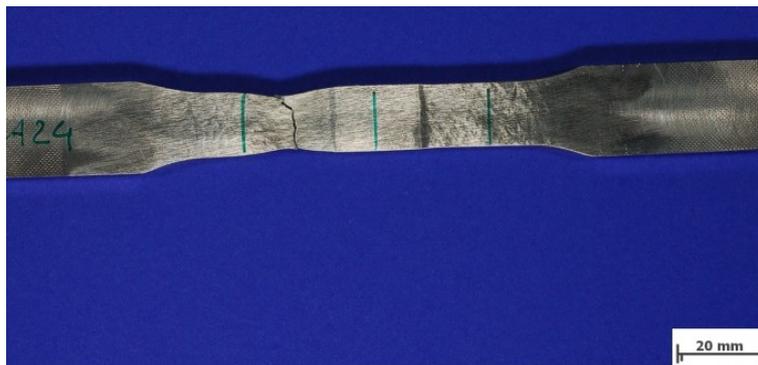


Abbildung 5-1: Gebrochene Querszugprobe A24, Bruch im Grundwerkstoff.

Die Prüfwerte sind in Tabelle 5-3 dargestellt. Die Dehngrenze ist vergleichbar mit der des Gusswerkstoffes „CB2 Pilot Valve“ (573MPa) aus [3]. Dehngrenze, Zugfestigkeit und Bruchdehnung des Grundwerkstoffes sind außerdem vergleichbar mit den veröffentlichten Werten für CB2 aus [229] bzw. liegen im Schnitt etwas über den Werten von  $R_{p0,2}=561$  MPa,  $R_m=712$  MPa und im Schnitt etwas unter der Bruchdehnung von 17%. Die Probe SG\_1L-Z52 wurde zwar geprüft, aber von der Prüfsoftware wurden von dieser einen Probe keine Daten aufgezeichnet, somit muss auf die Darstellung dieser Probe im Vergleich verzichtet werden.

*Tabelle 5-3: Zugprüfung – Querszugproben: auch bei den as welded Proben und bei den Proben mit Wärmebehandlung wurde de facto der Grundwerkstoff geprüft. Daher sind die Probennamen evtl. irreführend und sollen erklärt werden: SG\_1S entspricht GW\_S; SG\_2S entspricht GW\_S und SG\_2L entspricht GW\_L.*

Querszugproben	Reine GW Proben		'as welded' Proben		Proben mit Wärmebehandlung		
Probenr.	GW_1 – W99	GW_1 – Z43	SG_1 – W92	SG_2 – Z43	SG_1S – A24	SG_2S – C2	SG_2L – C10
$R_{p0,2}$ [MPa]	594	598	614	616	576	556	552
$R_m$ [MPa]	726	732	746	749	722	696	702
Bruchdehnung [%]	13,8	17,4	13,4	13,4	17,4	13,4	15,4
Brucheinschn. [%]	52	42	47	48	77	50	45

Aus den Schweißgütern selber wurden Längszugproben in Schweißbadrichtung gefertigt. Die Prüfergebnisse sind in Tabelle 5-4 dargestellt. Auch diese Festigkeitswerte liegen im Streubereich von veröffentlichten Werten [230].

Die as welded Zugproben, hatten eine höhere Festigkeit als erwartet. Mit der hauseigenen Zugprüfmaschine konnte die Probe SG\_1\_ZR (W94) nicht bis zum Bruch geprüft werden. Die Probe wurde im gezogenen Zustand ausgebaut, und es konnten weder Bruchdehnung, noch Brucheinschnürung gemessen werden, siehe Tabelle 5-4. Die zweite Zugprobe aus dem unbehandelten Schweißgut, SG\_2\_ZR (Z45) wurde daraufhin vom Böhler Edelstahl VFP-Prüflabor geprüft.

Tabelle 5-4: Zugprüfung – Längszugproben (Schweißgüter); Erläuterung Zeile Bruchdehnung: manuell vermessene Bruchdehnungswerte oben; A50,25 – maschinell bestimmte Werte; unten (grau) – in Folge relevant für Abbildung 5-3.

Längszugproben	'as welded' Proben		Proben mit Wärmebehandlung			
Probenr.	SG_1 – W94	SG_2 – Z45	SG_1S – A25	SG_1L – Z54	SG_2S – C3	SG_2L – C11
Rp0,2 [MPa]	950	962	643	578	668	617
Rm [MPa]	1283	1285	782	727	781	742
Bruchdehnung [%]	-	12,8	16,6/ 17,6	20,4/ 20,1	16,4/ 16,5	20,1/ 21,2
Brucheinschn. [%]	-	36,3	58	59	58	62

Eine Anmerkung muss auch noch zu den Werten der Bruchdehnung gemacht werden: Hier wurden für Tabelle 5-4 und folglich für Abbildung 5-2 die manuell gemessenen Werte verwendet und nicht die A<sub>50,25</sub> Werte aus dem Messprogramm der Zugprüfmaschine.

Bei gemessenen Festigkeitswerten besteht nur sehr wenig Unterschied zwischen den Schweißgütern. Vergleicht man beide Schweißgüter nach langer Wärmebehandlung, sind die Festigkeitswerte von Schweißgut 2 etwas höher. Dies steht in Analogie zu den Härtemessungen, wo bei Schweißgut 2 nach langer WBH im Schnitt höhere Härtewerte gemessen wurden. Den größeren Einfluss auf die Festigkeit hat die Wärmebehandlung, und zwar mehr als geringfügige Legierungsvariationen.

In Abbildung 5-2 sind Dehngrenzen und Zugfestigkeiten der Proben mit Wärmebehandlung visualisiert und über der Bruchdehnung (der manuell ermittelte Wert) dargestellt. Die Werte für den Grundwerkstoff wurden von den Querszugproben, wo de facto nur der Grundwerkstoff geprüft wurde, aus Tabelle 5-3 entnommen, die Probe A27 (ein GW-S Wertepaar) ist in der Tabelle aufgeführt, wurde aber aus der Darstellung herausgenommen.

Die Werte der Schweißgüter stammen aus Tabelle 5-4 (Längszugproben). Der Grundwerkstoff und beide Schweißgüter werden in Abhängigkeit von der Wärmebehandlung miteinander verglichen. Längere Wärmebehandlung führt bei den Schweißgütern zu einer höheren Bruchdehnung und zu niedrigeren Festigkeitswerten.

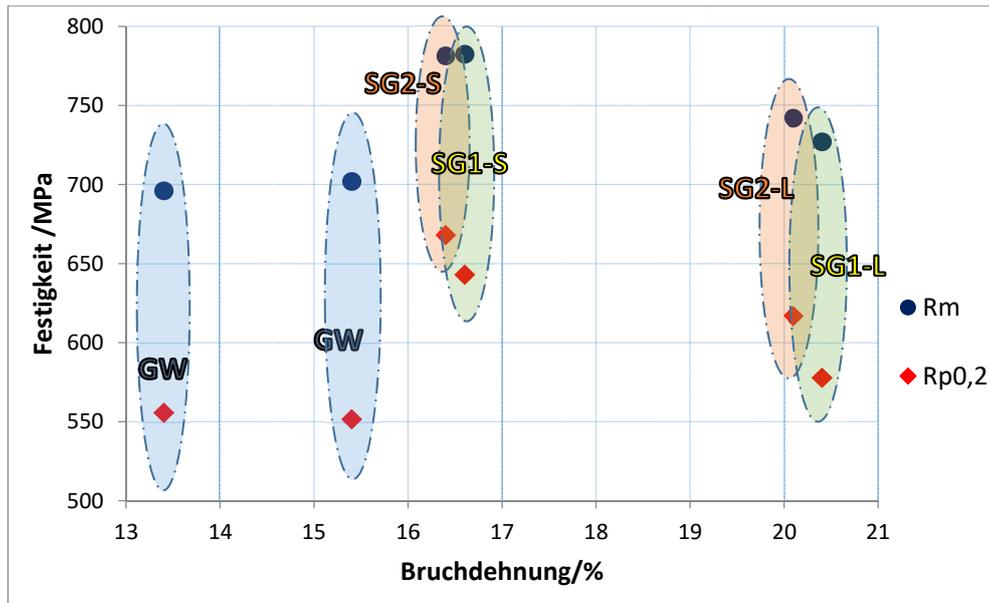


Abbildung 5-2: Zugfestigkeit ( $R_m$ ) und Dehngrenze ( $R_{p0,2}$ ) als Funktion der Bruchdehnung, Grundwerkstoff (GW)-Werte von den Quersugproben C2 und C10 aus Tabelle 5-3; Werte von SG1 und SG2 aus Tabelle 5-4, nur Proben mit WBH.

In Abbildung 5-3 ist die technische Spannung über den Traversenweg der Prüfmaschine, umgerechnet in Prozent, von beiden Schweißgütern und beiden Wärmebehandlungen dargestellt. Auch hier wird sichtbar, dass eine längere Wärmebehandlung zu niedrigeren Festigkeitswerten und einer höheren Bruchdehnung führt.

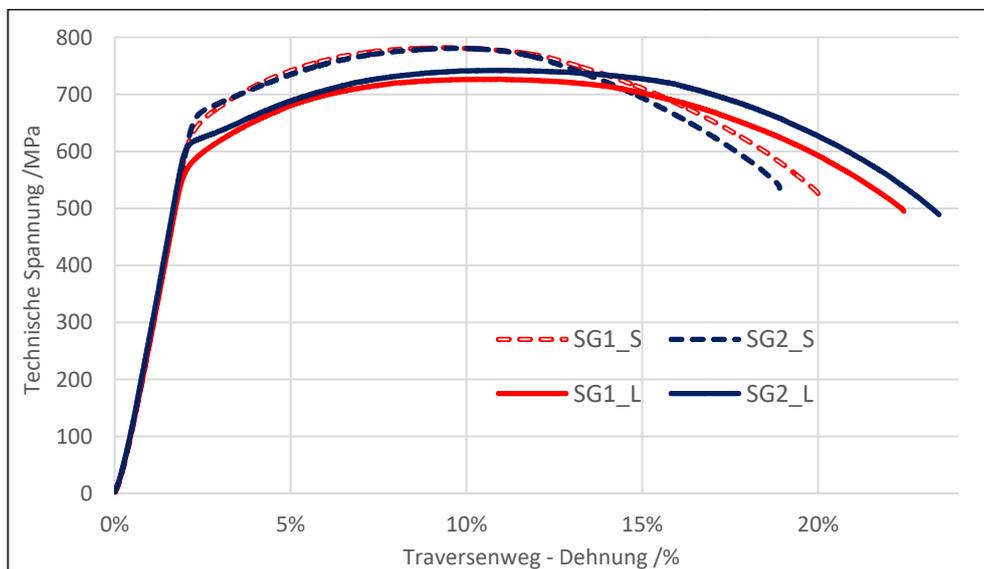


Abbildung 5-3: Technische Spannung über Traversenweg (umgerechnet auf Dehnung in %), beide Schweißgüter und beide Wärmebehandlungen im Vergleich.

Schweißgut 1 hat bei der längeren Wärmebehandlung die geringere Bruchdehnung als Schweißgut 2, weil bei den für das Diagramm verwendeten, aufgezeichneten Spannungs-Dehnungskurven die manuelle Messung und Korrektur der Bruchdehnung nicht durchgeführt wurde. Von Tabelle 5-4 sind in diesem Fall in der Zeile Bruchdehnung die unteren (grauen) Werte relevant.

### 5.3 Kerbschlagbiegeversuche

Zusammenfassende Betrachtungen über die Kerbschlagbiegeversuche und Ergebnisse dieser Versuche finden sich auch in den Veröffentlichungen [227,228].

#### 5.3.1 Grundwerkstoff

Aus dem CB2 Grundwerkstoff wurden zahlreiche Proben geschlagen. Die ursprünglichen Bleche wurden so verwendet, wie sie aus dem Block von der Gießerei Traisen geschnitten worden sind: Der CB2 Grundwerkstoff hatte nach dem Austenitisieren bereits eine Wärmebehandlung von 730°C / 12h hinter sich; die Kerbschlagwerte bei RT ab Werk lagen bei 44, 35 und 44 Joule, was gut mit den eigenen RT-Prüfwerten von 33 bis 40 Joule bei insgesamt 7 Proben übereinstimmt.

Für die Auswertung wurden pro Prüfgruppe jeweils 24 Proben über einen Temperaturbereich von -70 bis 200°C geschlagen. In Abbildung 5-4 werden Kerbschlagbiegeproben aus den ursprünglichen Blechen (GW) und aus zusätzlich wärmebehandelten Blechen verglichen. Die Bestimmtheitsmaße für die Übereinstimmung zwischen gemessenen Daten und Ausgleichsfunktion ( $R^2$ ) sind im Diagramm eingetragen.

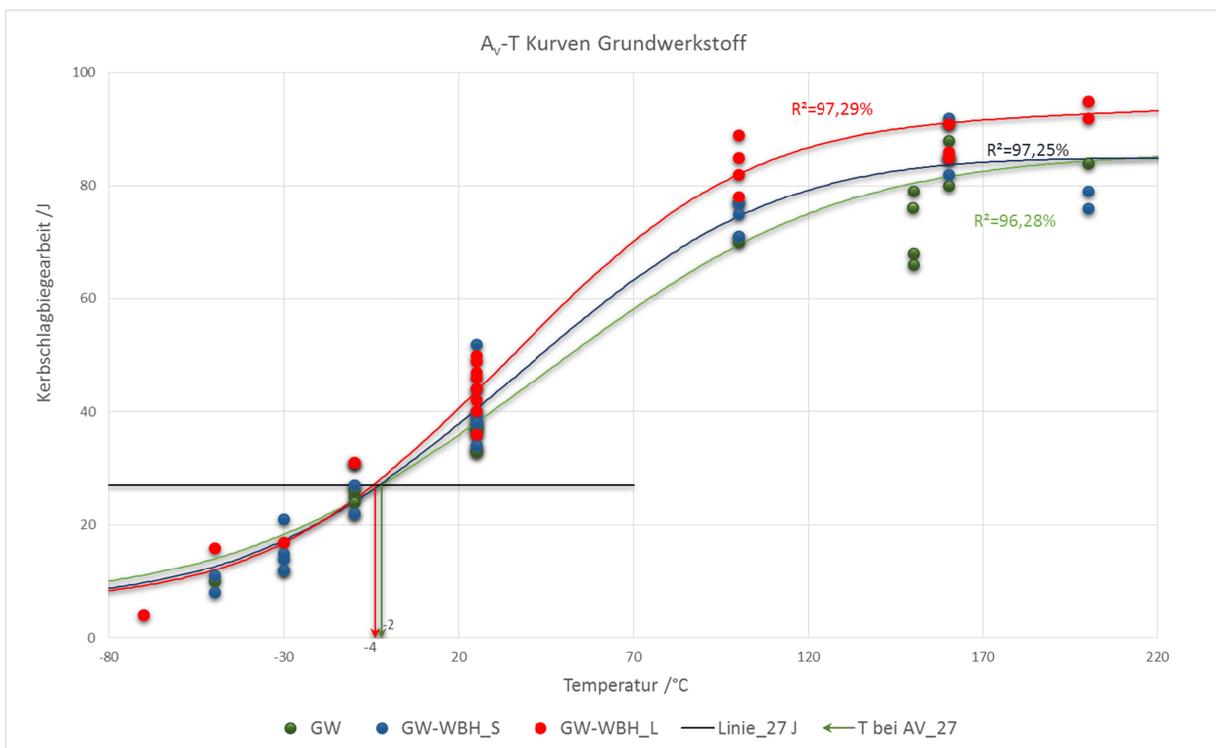


Abbildung 5-4: Kerbschlagarbeit vom Grundwerkstoff nach verschiedenen Wärmebehandlungen – Ausgleichsfunktionen nach Hofer Hung Günes.

Der  $T_{27}$  Wert zeigt die Temperatur, bei der eine Kerbschlagarbeit von 27 Joule erreicht wird. Die Ermittlung dieses Wertes ist für die Erstellung von Master Curves, also zum Vergleichen von Bruchzähigkeit und Kerbschlagzähigkeit von Bedeutung. Der  $T_{27}$  Wert hängt sehr stark von der Wahl der Ausgleichsfunktion ab, so wurde prinzipiell darauf geachtet, dass die Funktion ein Bestimmtheitsmaß von  $R^2 > 96\%$  im Vergleich zu den Messpunkten erreicht.

Sowohl die  $T_{27}$  Werte, als auch die Übergangstemperaturen  $T_0$  sind für die untersuchten Schweißgüter im Anhang C, Tabelle 17 Seiten XX bis XXII angeführt. Das Hochlagenniveau des Grundwerkstoffes ist deutlich niedriger als das der Schweißgüter, siehe Kapitel 5.3.2. Vergleichbar mit den wärmebehandelten Schweißgütern liegen die Übergangstemperaturen bei 33 bis 41°C. Die  $T_{27}$  Temperaturen sind beim Grundwerkstoff durchwegs besser, also niedriger, sie liegen bei -2°C bis -4°C.

In Abbildung 5-5 sind Bruchbilder des Grundwerkstoffes GW-WBH\_L-Z58 bei verschiedenen Prüftemperaturen abgebildet. Das linke Bild zeigt die bei -70°C Prüftemperatur geschlagene Probe, das rechte Bild zeigt die bei Raumtemperatur geprüfte Probe und das untere Bild zeigt den vorwiegend duktilen Bruch bei 200°C.

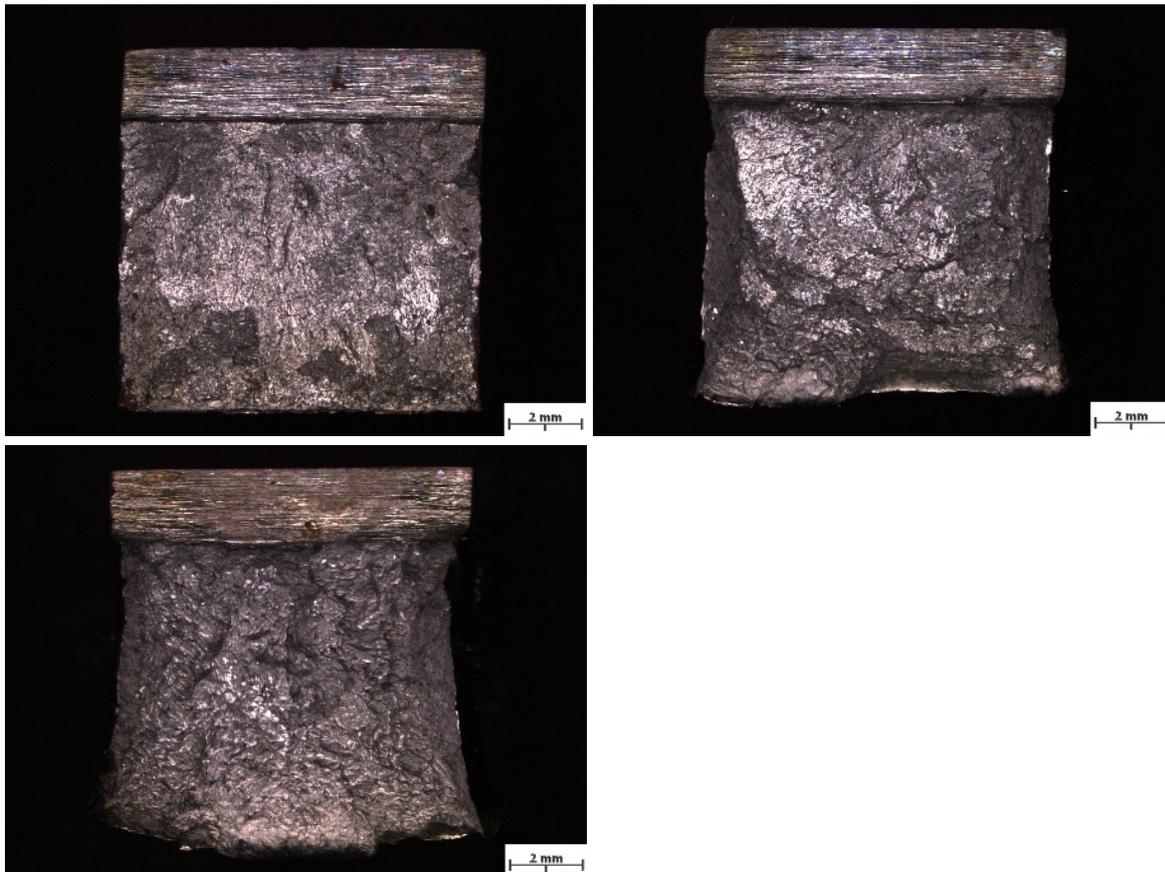


Abbildung 5-5: Gebrochene Kerbschlagproben von GW\_WBH\_L-Z58; (li.) geprüft bei -70°C; (re.) geprüft bei RT; (unten) geprüft bei 200°C.

Während bei -70°C ein reiner Sprödbbruch vorliegt, ist bei Raumtemperatur (rechtes Bild) ein Mischbruch zu erkennen. Der duktile Bruch bei 200°C Prüftemperatur hat auch noch wenige kristalline Bereiche, jedoch sind deutlich laterale Breitung und Scherlippen zu sehen.

Die Bruchflächen des Grundwerkstoffes sehen anders und zerklüfteter aus als die der Schweißgüter, welche einen flacheren Bruchverlauf zeigen – siehe Bilder aus nachfolgendem Kapitel 5.3.2. Die Unterschiede im Aussehen der Bruchfläche ergeben sich vermutlich aus den Gefügeunterschieden von Grundwerkstoff und Schweißgütern.

## 5.3.2 Wärmebehandlungen und Schweißgüter im Vergleich

### 5.3.2.1 As welded

In Abbildung 5-6 sind die Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche für beide Schweißgüter im as welded Zustand, also ohne nachfolgender Wärmebehandlung dargestellt.

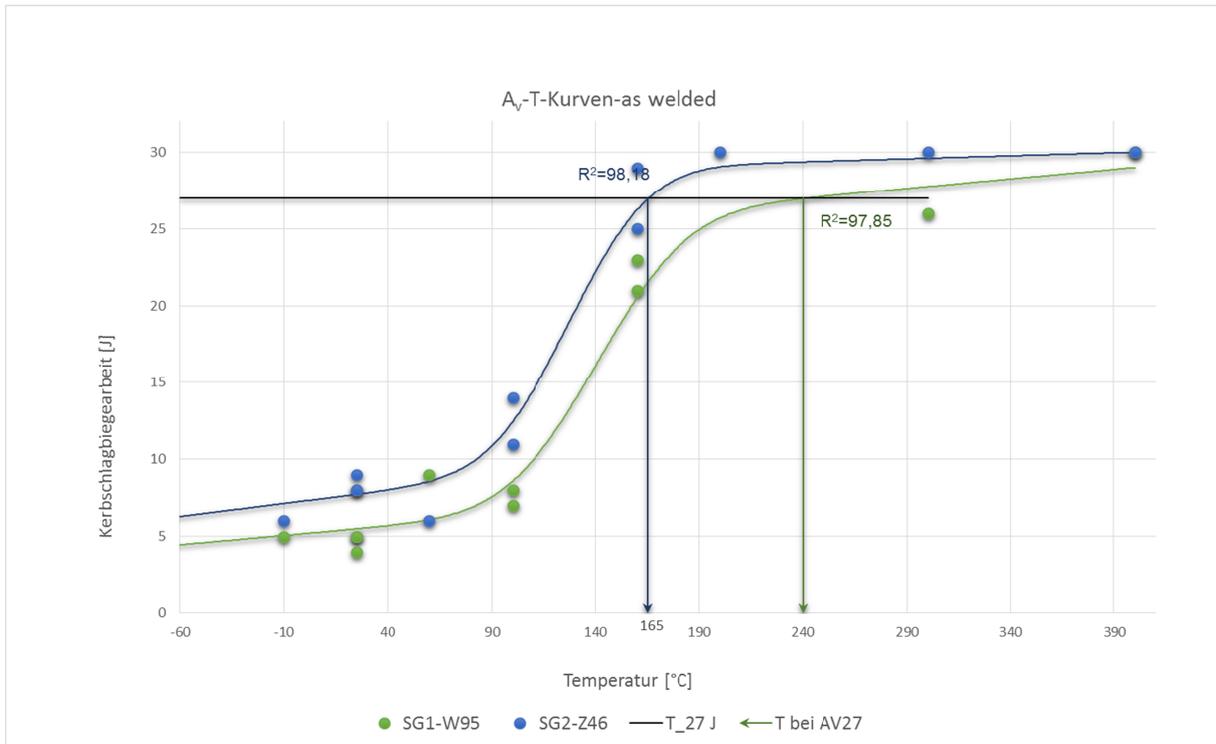


Abbildung 5-6. Kerbschlagarbeit von Schweißgütern 1 und 2 ‚as welded‘ als Funktion der Temperatur – Ausgleichsfunktionen nach Hofer Hung Günes;  $R^2$  ist das Bestimmtheitsmaß für die Übereinstimmung zwischen gemessenen Daten und Ausgleichsfunktion.

Das unangelaßene, martensitische Gefüge ist sehr spröde. Die Werte für die Kerbschlagarbeit in der Hochlage übersteigen 30 Joule nicht, selbst bei 400°C Prüftemperatur. Sofern man bei diesen Proben von Hochlage und Tieflage sprechen kann, liegen die Übergangstemperaturen von beiden Schweißgütern über 125°C. Die  $T_{27}$  Werte liegen über 165°C.

Die Bruchflächen zeigen je nach Prüftemperatur dennoch einige Unterschiede. In Abbildung 5-7 sind Bruchflächen von Schweißgut 1, Probe SG1\_A1-W95, dargestellt. Die Probe links wurde bei Raumtemperatur geprüft (5 Joule) und die Probe rechts bei 200°C (27 Joule).

Während die bei RT geschlagene Probe einen reinen Spröbruch zeigt, hat die bei 200°C geschlagene Probe auch Merkmale eines Verformungsbruches mit duktilen Bereichen am Probenrand (Scherlippen). Der spröde kristalline Anteil, erkennbar an den hell reflektierenden Stellen, ist jedoch trotz der hohen Prüftemperatur groß.

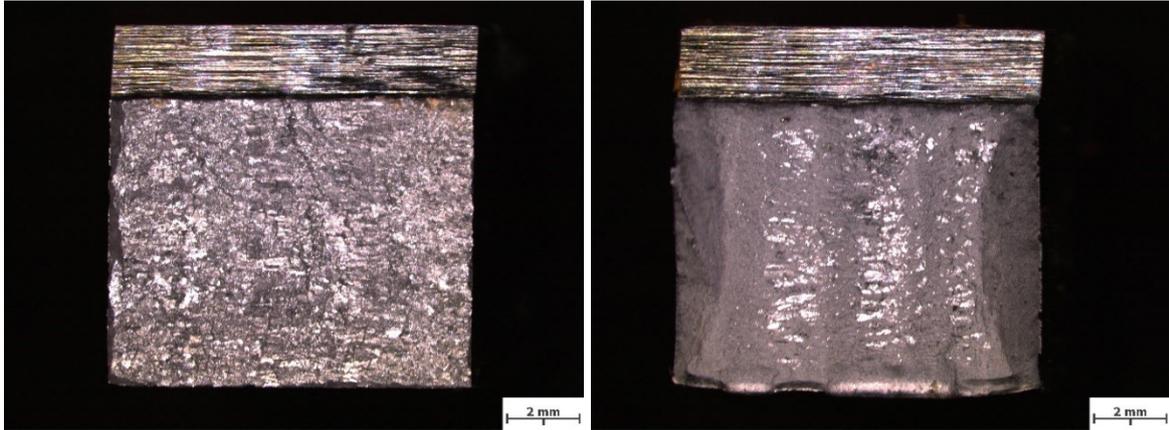


Abbildung 5-7: Gebrochene Kerbschlagproben von SG1\_A1-W95, as welded; (li.) geprüft bei RT; (re.) geprüft bei 200°C.

Abbildung 5-8 zeigt Bruchflächen von Schweißgut 2 im as welded Zustand, wieder bei zwei verschiedenen Prüftemperaturen. Die Probe links wurde bei Raumtemperatur geprüft (8 Joule) und die Probe rechts bei 200°C (30 Joule). Die Bruchflächen unterscheiden sich nicht wesentlich von den Bruchflächen des SG1.

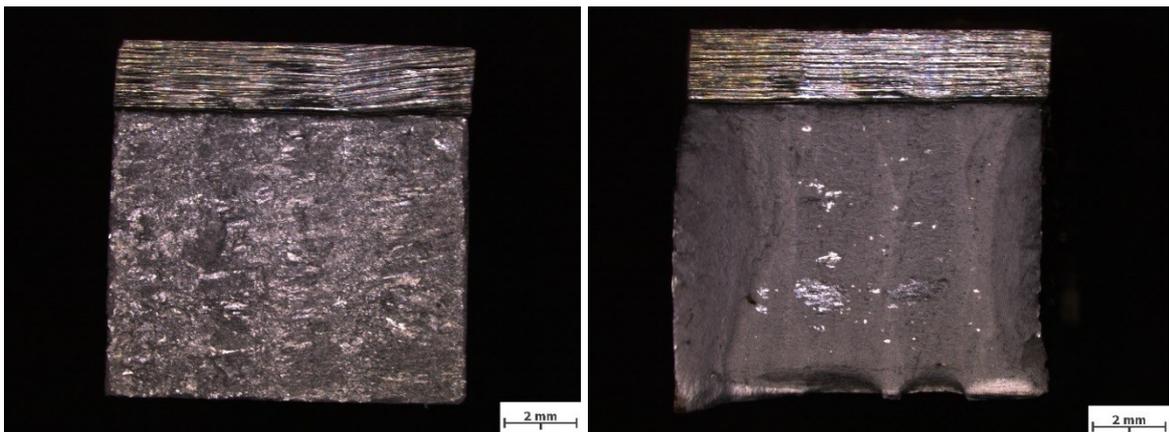


Abbildung 5-8: Gebrochene Kerbschlagproben von SG2\_A1-Z46, as welded; (li.) geprüft bei RT; (re.) geprüft bei 200°C.

Die bei Raumtemperatur geschlagene Probe brach spröde. Die bei 200°C geschlagene Probe zeigt einen Mischbruch mit duktilen Bereichen, vor allem Scherlippen am Probenrand. Es sind auch kristalline Anteile vorhanden, jedoch weniger als in SG1 bei gleicher Prüftemperatur. Dennoch ist die Kerbschlagarbeit mit 30 Joule nur unerheblich höher als bei SG1 mit 27 Joule.

Diese geringen Kerbschlagzähigkeitswerte selbst bei hohen Prüftemperaturen zeigen, dass das Material mit nicht-angelassenem martensitischem Gefüge kaum Schlagenergie aufnehmen kann, sich nur wenig verformt und zu Spaltbruch neigt. Nach Wärmebehandlung verändert sich dieses Verhalten, wie im Folgenden gezeigt wird.

### 5.3.2.2 WBH\_S (730°C / 8h) – SG1 vs. SG2

Sobald eine Wärmebehandlung nach dem Schweißen durchgeführt wird, sinken Festigkeits- und Härtewerte, dafür steigt die Kerbschlagzähigkeit. Die Übergangstemperatur zwischen Hoch- und Tieflage sinkt unter 60°C. Durch das Anlassen diffundiert Kohlenstoff aus dem Martensit und bildet Karbide [37]. Jedenfalls verringert dieser Vorgang die Martensithärte. Die entstehenden Karbide erhöhen zwar nicht die Zähigkeit, tragen aber zur Ausscheidungshärtung bei. Die Erhöhung der Zähigkeit kommt vor allem durch die Verminderung der Eigenspannungen im Martensit zustande.

In Abbildung 5-9 ist die Auswirkung einer Anlassbehandlung von 730°C und 8 Stunden auf die Schweißgüter zu beobachten. Hier steigt die Kerbschlagzähigkeits-Hochlage auf über 100 Joule. Weiters werden 27 Joule in SG1 bei 22°C und in SG2 schon bei 15°C erreicht.

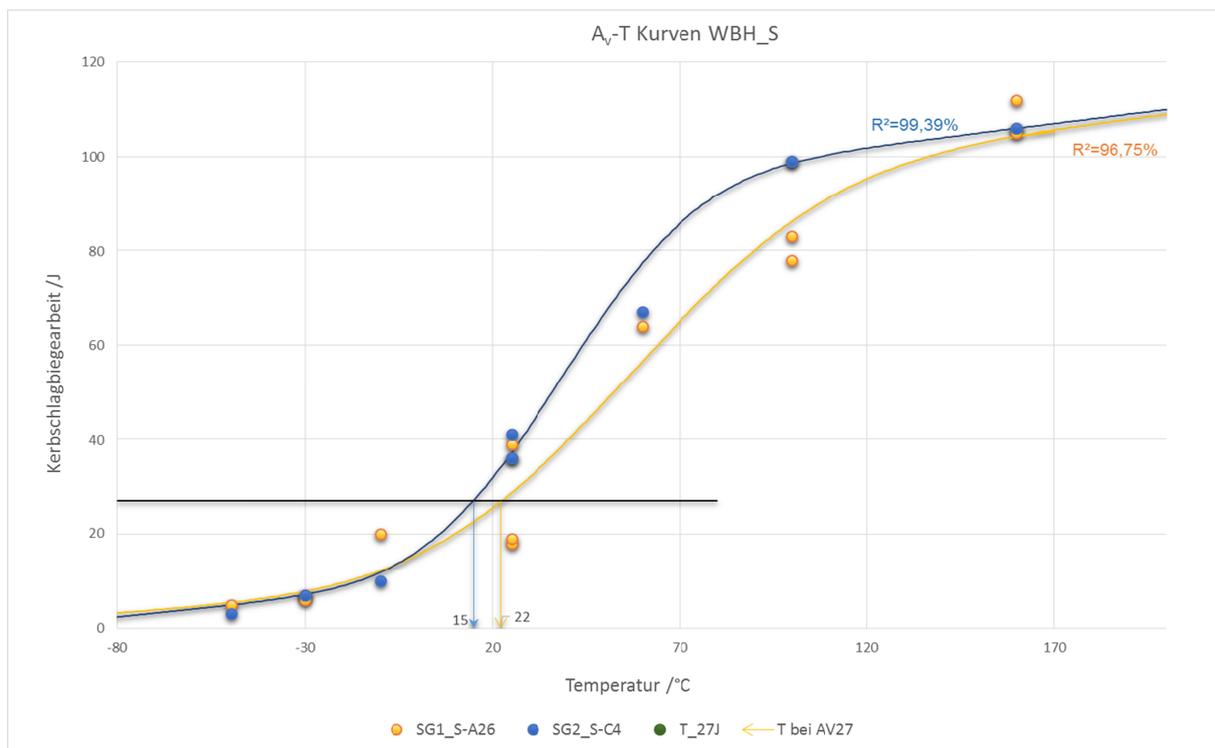


Abbildung 5-9: Kerbschlagarbeit von Schweißgütern 1 und 2 mit WBH\_S als Funktion der Temperatur – Ausgleichsfunktionen nach Hofer Hung Günes; Bestimmtheitsmaße  $R^2$  sind eingetragen.

Bisher nicht erwähnt wurde die sehr große Streuung der Messwerte im Übergangsbereich, dieser erstreckt sich hier von etwa 10°C bis etwa 120°C. Während Schweißgut 2 die Hochlage bei 100°C erreicht hat, liegt Schweißgut 1 hier noch im Übergangsbereich. Erst bei 160°C ist die Kerbschlagzähigkeit von SG1 auf demselben Niveau wie von SG2.

In der Tieflage bei -30°C haben beide Schweißgüter vergleichbare Werte. Das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  für die Ausgleichsfunktion von SG1 ist aufgrund der Streuung der Messwerte wesentlich schlechter als für die Ausgleichsfunktion von SG2.

In Abbildung 5-10 sind Bruchflächen von Schweißgut 1 bei zwei verschiedenen Prüftemperaturen dargestellt. Das linke Bild zeigt die Probe SG1\_S\_A1-A26 geprüft bei Raumtemperatur (39 Joule), das rechte Bild zeigt denselben Zustand, geprüft bei 160°C (112 J).

Die bei Raumtemperatur geschlagene Probe weist einen Mischbruch mit plastischer Verformung an den Probenrändern und einen hohen kristallinen Anteil auf. Die bei 160°C geschlagene Probe ist duktil gebrochen mit einer deutlichen lateralen Breitung und ausgeprägten Scherlippen.

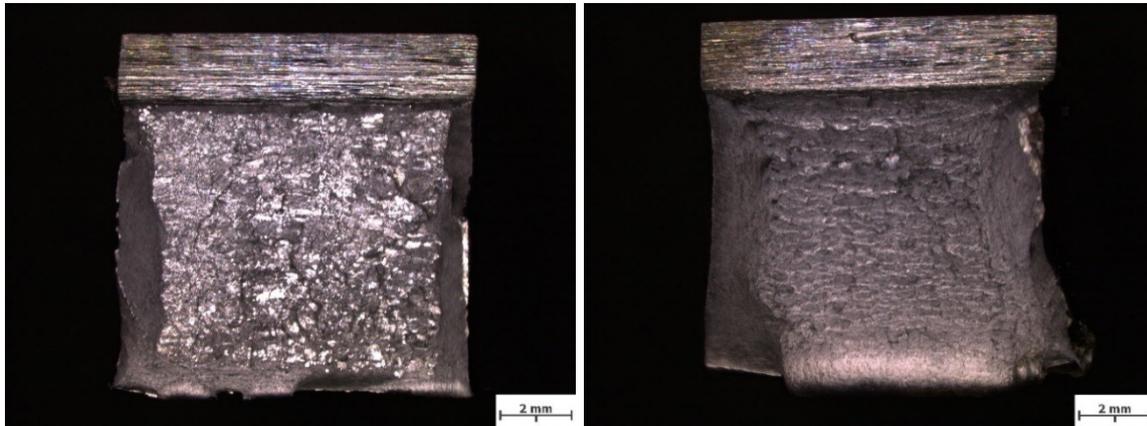


Abbildung 5-10: Kerbschlagproben von SG1\_S\_A1-A26; (li.) geprüft bei RT; (re.) geprüft bei 160°C.

In Abbildung 5-11 sind drei Bruchbilder von Schweißgut 2, Probe SG2\_S\_A1-C4 bei drei verschiedenen Prüftemperaturen geschlagen, dargestellt.

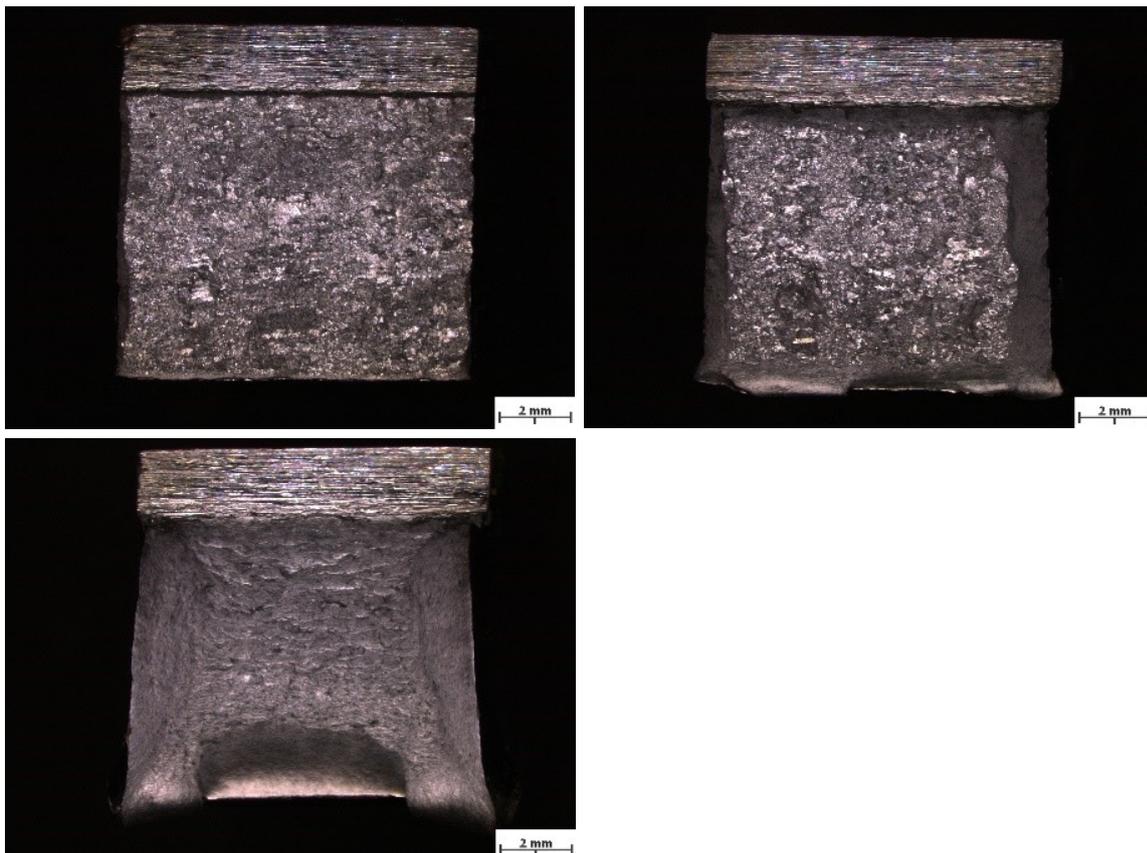


Abbildung 5-11: Kerbschlagproben von SG2\_S\_A1-C4; (li.) geprüft bei -50°C; (re.) geprüft bei RT, (unten) geprüft bei 160°C.

Das linke Bild zeigt eine Probe welche bei  $-50^{\circ}\text{C}$  (3 Joule) geschlagen wurde. Die Probe im rechten Bild wurde bei Raumtemperatur (41 Joule) und die Probe im unteren Bild bei  $160^{\circ}\text{C}$  (106 J) geprüft. Links, bei einer Prüftemperatur von  $-50^{\circ}\text{C}$ , ist ein reiner Spröbruch zu sehen. Rechts bei RT-Prüfung ist ein Mischbruch mit duktilen Anteilen an den Probenrändern ersichtlich, es überwiegen jedoch die kristallinen Anteile. Unten ist die bei  $160^{\circ}\text{C}$  geprüfte Probe abgebildet, diese ist duktil gebrochen mit einer sichtbaren lateralen Breitung und ausgeprägten Scherlippen.

Schweißgut 2 erreichte mit WBH\_S bei jeder geschlagenen Probe, bei Raumtemperatur Kerbschlagwerte über 30 Joule, die  $T_{27\text{J}}$  lag bei  $15^{\circ}\text{C}$ . Durch die große Streuung der Messwerte im Übergangsbereich, vor allem bei Raumtemperatur erzielte Schweißgut 1 nicht immer die obligaten 27 Joule und lag bei zwei von drei Messwerten darunter, die  $T_{27\text{J}}$  lag bei  $22^{\circ}\text{C}$ .

### 5.3.2.3 WBH\_L ( $730^{\circ}\text{C}$ / 24h) – SG1 vs. SG2

Wird die Dauer der Wärmebehandlung ausgedehnt, haben Diffusionsvorgänge noch mehr Zeit. Somit löst sich mehr Kohlenstoff aus dem Martensit und das Gefüge wird insgesamt duktiler und verformbarer, was auch in den Zugprüfungen, siehe Abbildung 5-3 Seite 101, festgestellt werden konnte. Zudem nimmt die maximal erreichbare Kerbschlagzähigkeit zu, und die Übergangstemperatur verschiebt sich weiter nach unten, zu günstigeren Werten.

In Abbildung 5-12 sind beide Schweißgüter jeweils mit WBH\_L ( $730^{\circ}\text{C}$  / 24h) verglichen. Die Unterschiede zwischen SG1 und SG2 sind noch geringer als bei WBH\_S ( $730^{\circ}\text{C}$  / 8h).

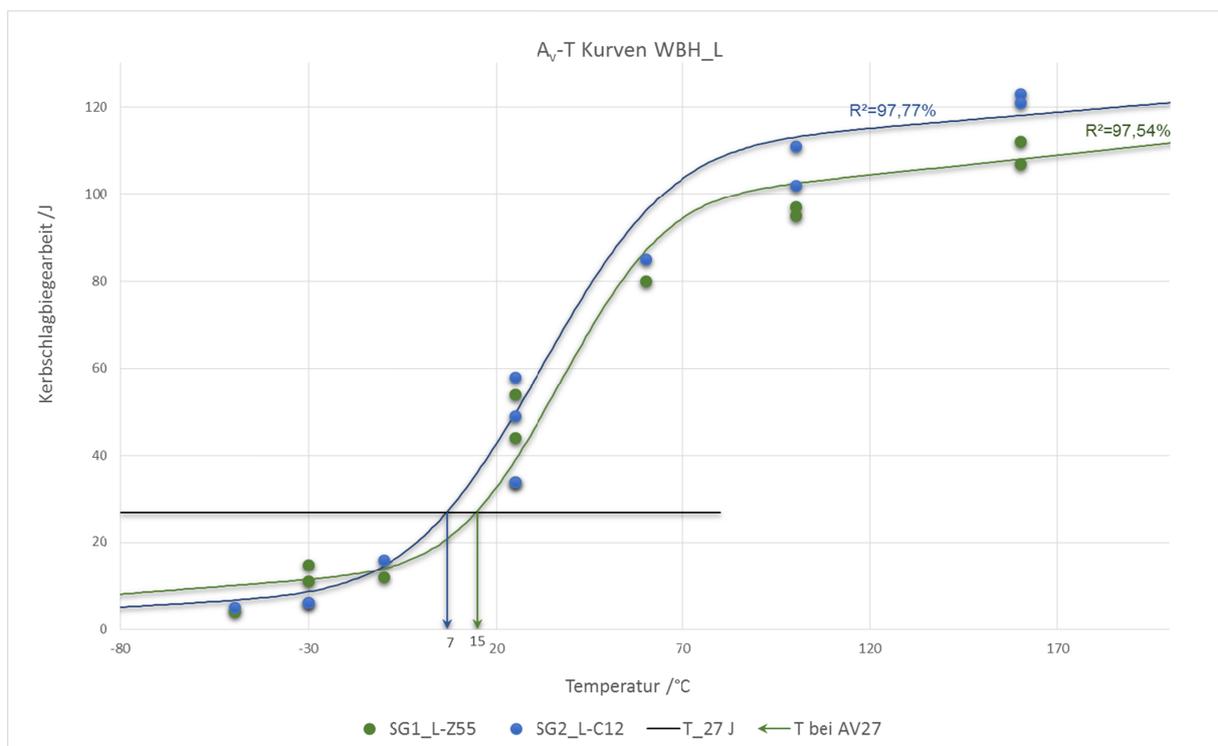


Abbildung 5-12: Kerbschlagarbeit von Schweißgütern 1 und 2 als Funktion der Temperatur – Ausgleichsfunktionen nach Hofer Hung Günes; Bestimmtheitsmaße  $R^2$  sind eingetragen.

Beide Werkstoffe erreichen die Hochlage bei etwa  $100^{\circ}\text{C}$ , wobei SG1 nicht so hohe Werte erreicht wie SG2. Die  $T_{27}$  von SG1 liegt bei  $15^{\circ}\text{C}$ , die von SG2 bei  $7^{\circ}\text{C}$ .

Abbildung 5-13 zeigt Bruchflächen von Schweißgut 1 mit WBH\_L bei zwei verschiedenen Prüftemperaturen. Im linken Bild ist die Probe SG1\_L\_A1-Z55, geprüft bei  $-50^{\circ}\text{C}$  (4 Joule) dargestellt, das rechte Bild zeigt ebenfalls Schweißgut 1, geprüft bei RT (54 J).

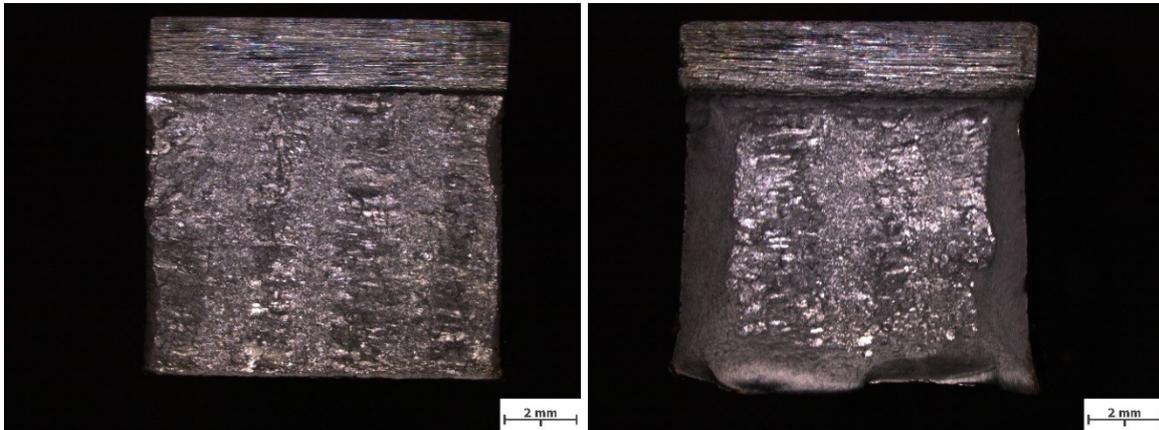


Abbildung 5-13: Gebrochene Kerbschlagproben von SG1\_L\_A1-Z55; (li.) geprüft bei  $-50^{\circ}\text{C}$ ; (re.) geprüft bei RT.

Die bei  $-50^{\circ}\text{C}$  gebrochene Probe zeigt ein rein sprödes Verhalten. Die bei RT gebrochene Probe hat duktile Anteile an den Rändern; Scherlippen haben sich gebildet.

In Abbildung 5-14 sind Bruchflächen von Schweißgut 2 mit langer WBH bei zwei verschiedenen Prüftemperaturen dargestellt. Im linken Bild ist die Probe SG2\_L\_A1-C12 geprüft bei RT (58 Joule) und im rechten Bild ist der gleiche Werkstoffzustand, geprüft bei  $160^{\circ}\text{C}$  (121 J) zu sehen.

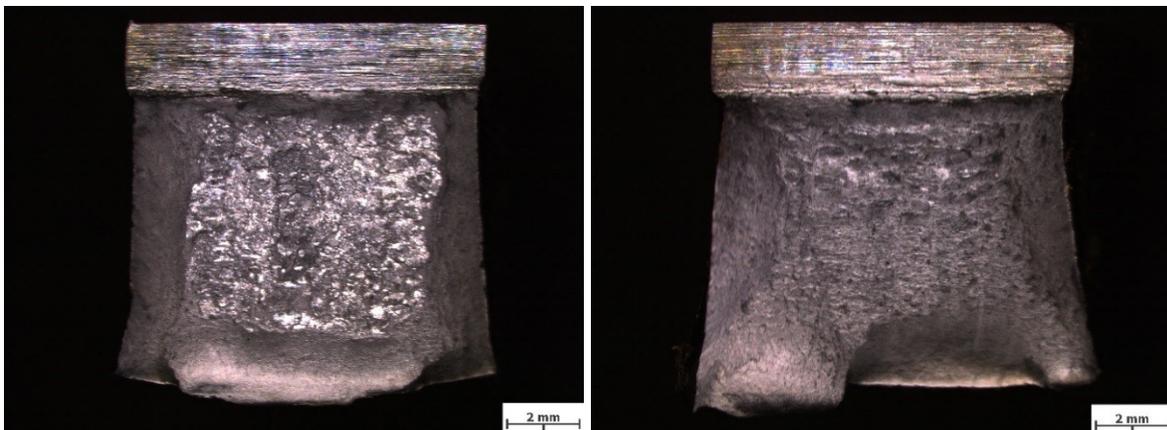


Abbildung 5-14: Kerbschlagproben von SG21\_L\_A1-C12; (li.) geprüft bei RT; (re.) geprüft bei  $160^{\circ}\text{C}$ .

Die bei Raumtemperatur geschlagene Probe (linkes Bild) zeigt einen Mischbruch. Plastische Verformungen an den Probenrändern mit ausgeprägten Scherlippen sind zu sehen, jedoch sind auch ausgeprägt spröde Bereiche mit einem hohen kristallinen Anteil im Probeninneren vorhanden. Die bei  $160^{\circ}\text{C}$  geschlagene Probe ist duktil gebrochen. Sie zeigt eine deutliche laterale Breitung und ausgeprägte Scherlippen.

Wenn man die Bruchbilder der Proben mit WBH\_S (Abbildung 5-10 und Abbildung 5-11) mit denen der Proben mit WBH\_L (Abbildung 5-13 und Abbildung 5-14) vergleicht, sind die Unterschiede zwischen den bei RT und bei  $160^{\circ}\text{C}$  geschlagenen Proben nicht sehr groß. Bei den RT Proben mit WBH\_L sind die Scherlippen an den Probenrändern etwas ausgeprägter als bei jenen mit WBH\_S.

### 5.3.3 Diskussion SG1 und SG2

Vergleicht man die Kerbschlagbiegeversuche von Schweißgut 1 bei beiden Wärmebehandlungen miteinander, sind die  $T_{27}$  Werte unterschiedlich. Bei WBH\_L ist der Wert um 8°C niedriger als bei WBH\_S, wie in Abbildung 5-15 zu sehen ist.

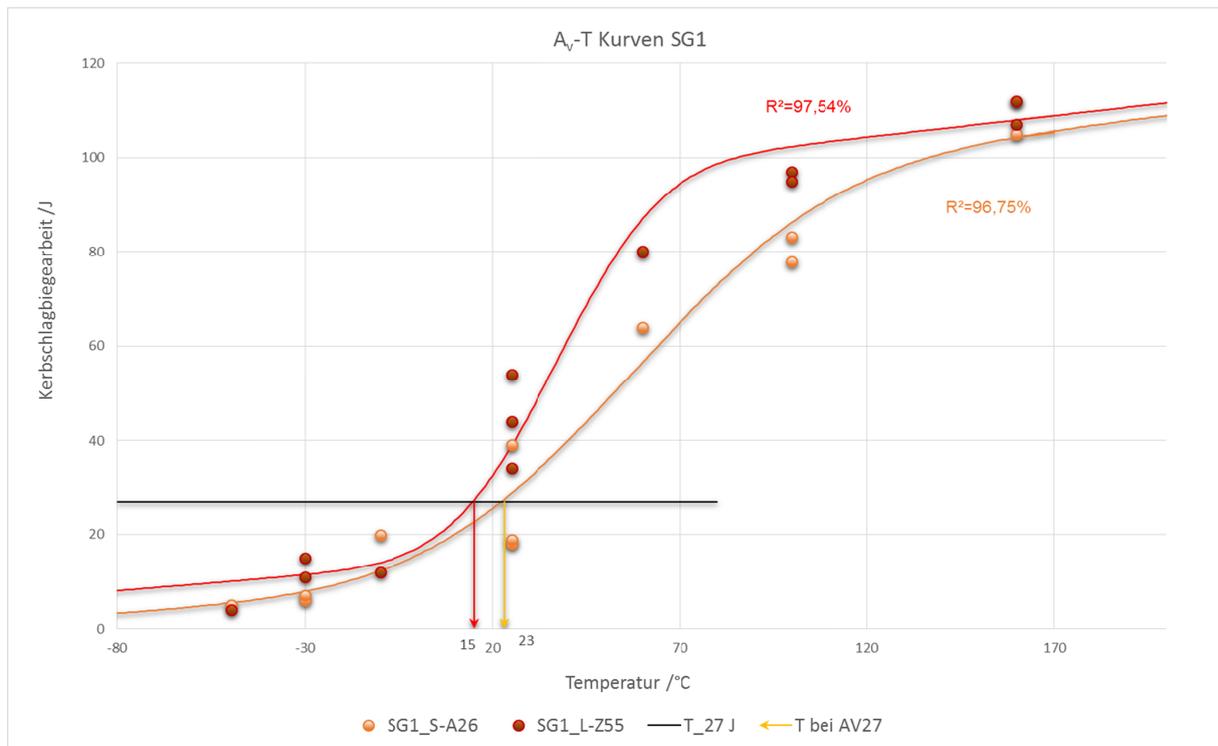


Abbildung 5-15: Kerbschlagarbeit von Schweißgut 1 mit WBH\_S und \_L als Funktion der Temperatur – Ausgleichsfunktionen nach Hofer Hung Günes.

In SG2 hat die Dauer der Wärmebehandlung fast den gleichen Einfluss auf die  $T_{27}$  wie bei SG1, siehe Abbildung 5-16, hier ist der Wert bei WHB\_L um 7°C niedriger. Weiters zeigt SG2 bei langer WBH etwas höhere Hochlagenwerte als SG1.

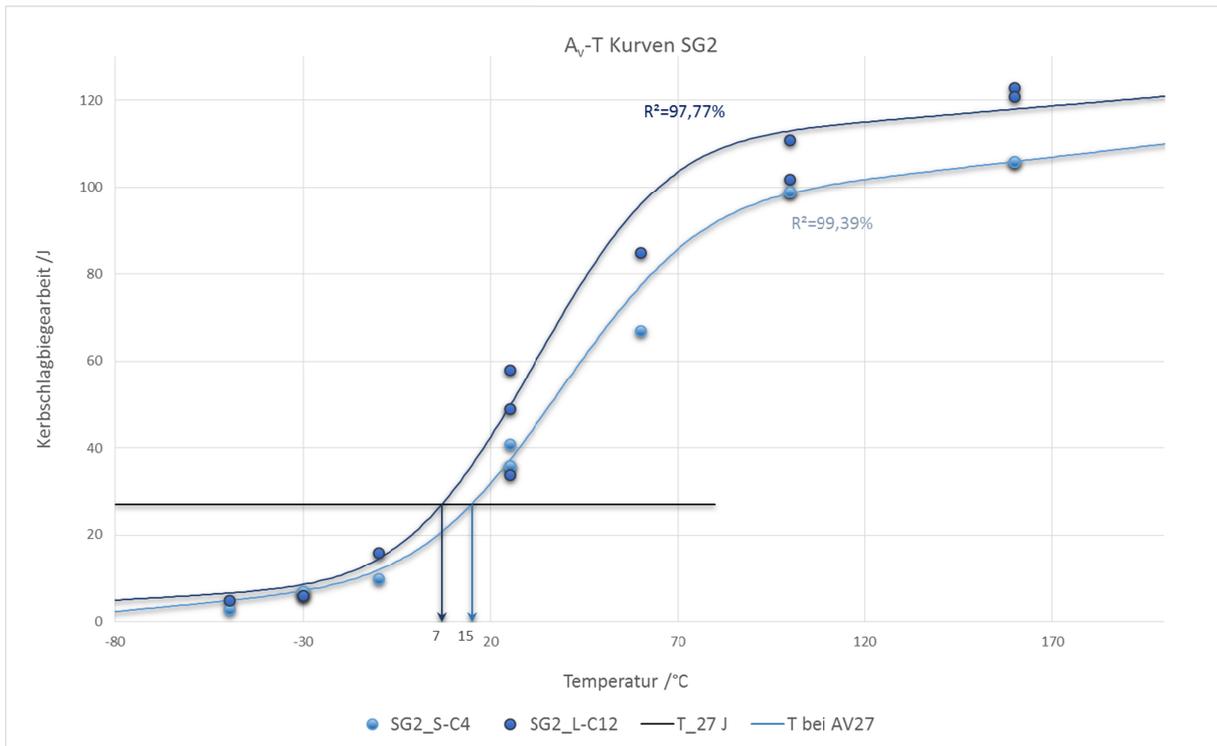


Abbildung 5-16: Kerbschlagarbeit von Schweißgut 2 mit WBH\_S und \_L als Funktion der Temperatur – Ausgleichsfunktionen nach Hofer Hung Günes.

In Abbildung 5-17 sind alle vier Ausgleichsfunktionen der wärmebehandelten Schweißgüter miteinander verglichen.

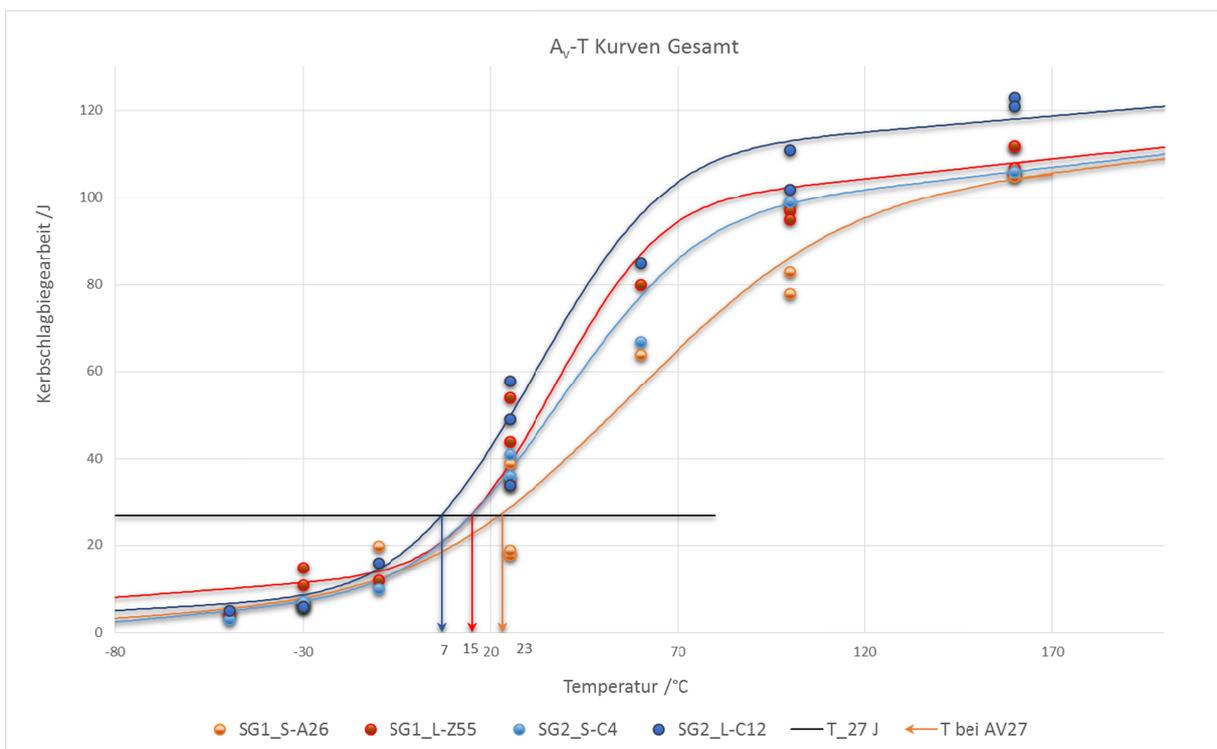


Abbildung 5-17: Kerbschlagarbeit beider Schweißgüter mit beiden Wärmebehandlungen als Funktion der Temperatur. Bestimmtheitsmaße  $R^2$  sind aus den vorherigen Vergleichsdiagrammen zu entnehmen.

Die  $T_{27}$  von SG2\_L mit 7°C am niedrigsten, da sowohl die längere Wärmebehandlungsdauer als auch der etwas höhere Nickelgehalt die Zähigkeitseigenschaften verbessern. SG2\_S und SG1\_L haben eine gleiche  $T_{27}$  von 15°C. Am höchsten ist die  $T_{27}$  von SG1\_S, sie liegt bei 23°C, und entspricht somit nur gerade noch den Zähigkeitsanforderungen an hochwarmfeste Schweißgüter.

## 5.4 Instrumentierter Kerbschlagbiegeversuch

### 5.4.1 Software

In Abbildung 5-18 ist der Plot einer mithilfe von Krenmayr's Programm [217] ausgewerteten Messung dargestellt (siehe Kapitel 3.4.3.2 ab Seite 78). Die blaue Linie zeigt die Messpunkte. Die Oszillationen stammen aus der Wechselwirkung zwischen der Probe, die durch den Aufprall in Schwingung versetzt wird und dem ebenfalls in Schwingung versetzten Hammerarm. Die magentafarbenen Linien sind ermittelte Ausgleichsfunktionen, die vertikale Linie „Grenze Norm“ ist die in der Norm vorgeschlagene Integrationsgrenze von  $F_t = 0,02 \cdot F_{\max}$ .

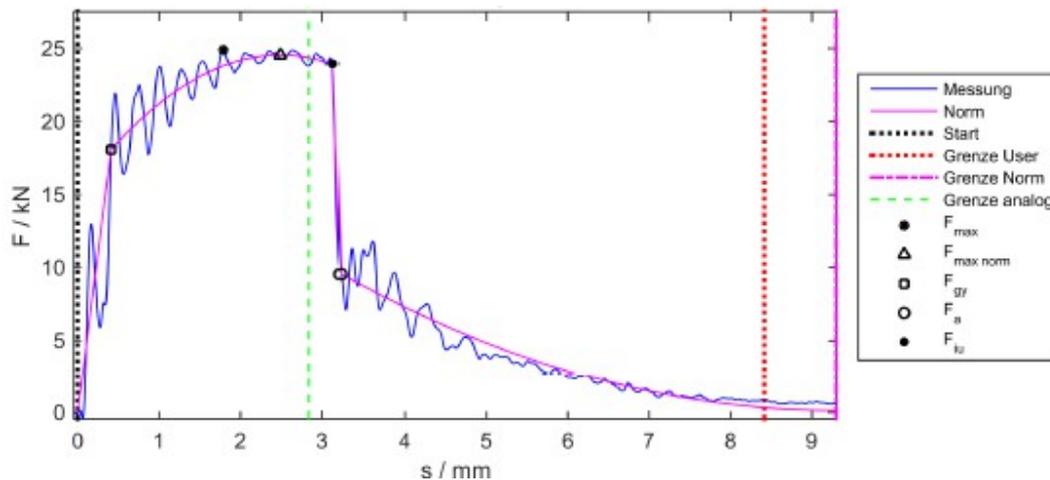


Abbildung 5-18: Messprotokoll Probe SG2\_L geprüft bei Raumtemperatur, analoger Messwert 58 Joule.

Schwarze und rote, breit gepunktete vertikale Linien sind die vom User gesetzten Integrationsgrenzen. Die grün strichlierte vertikale Linie zeigt an wo der Kerbschlagzähigkeitswert der analogen Messung liegen würde.

### 5.4.2 Auswertung

Abbildung 5-19 (links) zeigt die kumulierte Integralfunktion der Kerbschlagarbeit. Daraus abzulesen ist der Kerbschlagwert aus der vom User bestimmten und der nach Norm ermittelten Integralgrenze, und weiters der vom Schleppzeiger abgelesene und eingetragene Wert.

In Abbildung 5-19 (rechts) sind die verschiedenen Bereiche des Bruchgeschehens visualisiert. Aufgezeichnet sind elastische und plastische Anteile und vier Teilbereiche, in welche das Bruchgeschehen aufgesplittet werden kann. Der elastische Anteil ist hier mit 4% und der plastische Anteil mit 71% bestimmt worden, allerdings ist dieser plastische Anteil nur bis zur Rissauffangkraft eingezeichnet.

Betrachtet man das Bruchgeschehen bis zum Ende, zählen auch die verbleibenden 25% noch zum plastischen Anteil, obwohl nicht klar ist, ob bei  $F_a$  bzw. bei Auffangen des Risses das Bruchgeschehen nicht schon zu Ende ist. Zur Klärung dieser Frage wären synchrone Aufnahmen mit einer Hochgeschwindigkeitskamera sehr hilfreich um festzustellen, ob nach Auffangen des Risses die Probe durchgeschlagen ist, oder nicht. Wäre die Probe hier komplett durchgeschlagen, würde dieser Bereich 4 nicht mehr zum Bruchgeschehen zählen und die Integrationsgrenze für die Kerbschlagarbeit bei der Rissauffangkraft gesetzt werden. Wäre noch ein Bruchgeschehen zu beobachten, zählte dieser Bereich IV jedenfalls noch zum plastischen Anteil der Kerbschlagarbeit.

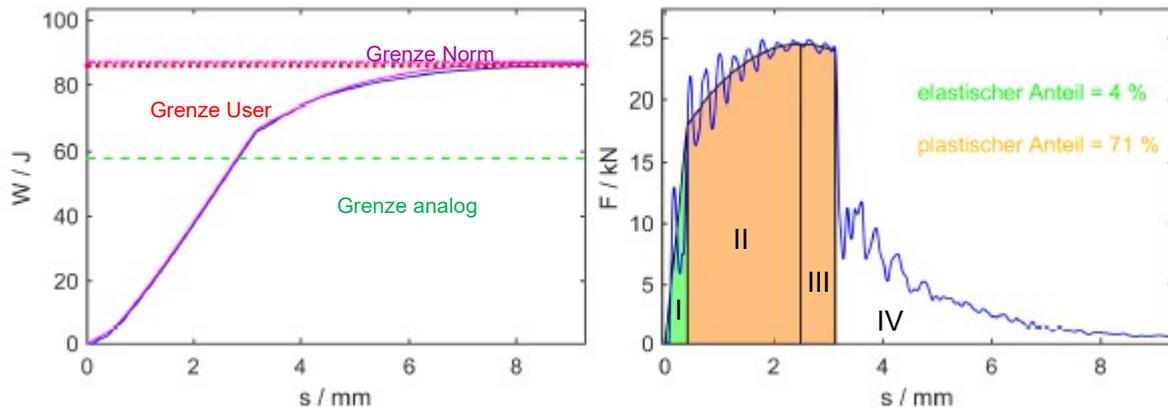


Abbildung 5-19: Messprotokoll Probe SG2\_L geprüft bei RT; (li.) Integralfunktion; (re.) Visualisierung Teilbereiche der Kerbschlagarbeit aus obiger Abbildung.

- Bereich I: Elastischer bis linear-elastisch-plastischer Bereich. Vorstufe zu Mikrorissen.
- Bereich II: Nichtlinearer, plastischer Bereich zwischen Fließgrenze und Höchstlast. Definitiver Beginn von Mikrorissen.
- Bereich III: Beschleunigter, nahezu senkrechter Lastabfall.
- Bereich IV: Verzögerter Lastabfall bis zum vollständigen Bruch, oder Oszillationen nach Bruch

Im „pdf“ Messprotokoll finden sich außer den drei gezeigten Graphen noch die aus den Kurven errechneten Werte. Weiters sind die Bruchklassifizierung nach Norm [137] und die in der Norm vorgeschlagene Rechenwerte angeführt. Ein vollständiges Protokoll ist beispielhaft in Anhang C.1. Abbildung 20, Seite XXIII, dargestellt. Neben der „pdf-Datei“ wird auch eine Excel Datei ausgegeben, in welcher ebenfalls alle brauchbaren Rechenwerte dargestellt sind, siehe Tabelle 5-5. Hier werden die ermittelten Werte in den Spalten „Kräfte, Wege, Arbeiten und Auswertungen“ übersichtlich zusammengefasst.

$F_{\max\_norm}$  ist die an der Ausgleichsfunktion ermittelte Maximalkraft.  $F_{\max\_mess}$  ist der Maximalwert der Kraft in der Messkurve (größte Amplitude der Oszillation).  $F_{\max\_kal}$  ist der kalibrierte Maximalwert mit Berücksichtigung einer dynamischen Kalibrierfunktion und  $W_{analog}$  ist der gemessene Wert laut Schleppzeiger. In gleicher Weise sind auch „Wege und Arbeiten“ angegeben.

Die Klassifizierung nach Norm erfüllt Fall E. Weiters sind die dynamische Streckgrenze in MPa, ein Kalibrierfaktor zur dynamischen Kalibrierung, die Steigung bis zur dynamischen Streckgrenze und der errechnete Anteil der Verformungsbruchfläche angegeben.

In der Diplomarbeit Krenmayr wurde auch eine dynamische Kalibrierfunktion eingeführt, mit dem Ziel die Kraft- und Durchbiegungswerte dynamisch zu korrigieren.

Tabelle 5-5: Messprotokoll, ausgewertete Parameter aus Prüfung der Probe SG2\_L bei RT.

Kräfte:		Wege:		Arbeiten:		Auswertung:	
F_max_norm/kN	24,53	s_max_norm/mm	2,49	W_analog/J	58,0	Anteil der Verformbruchfläche /%	48,0
F_max_kal/kN	25,44	s_max/mm	1,78	W_user/J	85,2	Steigung bis F_gy /kN*mm <sup>1</sup>	43,7
F_max_mess/kN	24,89	s_gy/mm	0,42	W_norm/J	87,1	Kalibrierfaktor	3,7
F_gy/kN	18,18	s_iu/mm	3,11	W_kal/J	87,1	dyn. Streckgrenze /MPa	852,0
F_gy_kal/kN	18,85	s_a/mm	3,23	W_max_norm/J	50,2	Klasse nach Norm	E
F_iu/kN	23,96	s_t/mm	9,29	W_max_kal/J	52,1		
F_iu_kal/kN	24,85			W_iu_norm/J	65,5		
F_a/kN	9,50			W_iu_kal/J	67,9		
F_a_kal/kN	9,85			W_a_norm/J	67,4		

Bei Messung der Durchbiegungsdaten kam es zu Unregelmäßigkeiten, welche die Anwendung eines Kalibrierfaktors oder einer Kalibrierfunktion erschwerten. Abbildung 5-20 zeigt exemplarisch den Vergleich zwischen gemessener und berechneter Weg-Zeit Funktion (links). Im Graphen „Kraft-Weg“ ist bei nach Norm gerechnetem (und nicht gemessenem) Weg eine Verschiebung zu kleineren Durchbiegungen und damit kleineren Kerbschlagarbeitswerten sichtbar. Schließlich wird bei Integration der Kraft-Weg Funktion, in der Darstellung „Arbeit-Weg“ ein um etwa 15 Joule niedrigerer Wert für die Kerbschlagarbeit mit dem nach Norm berechneten Weg im Vergleich zum gemessenen Weg erreicht (unten).

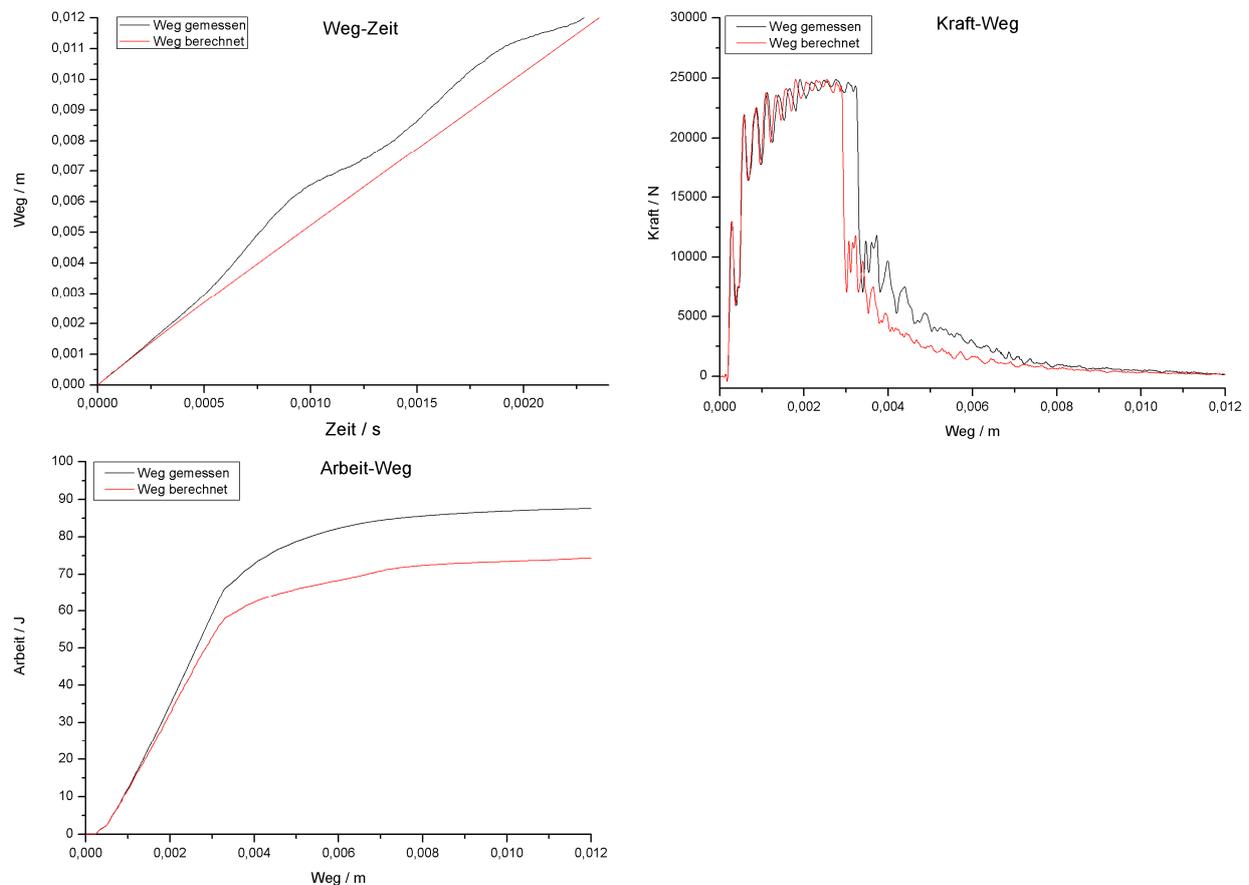


Abbildung 5-20: Exemplarisches Beispiel: Unterschiede in der Kerbschlagarbeit bei Verwendung der Wegmessung versus berechnetem Weg.

Dieser niedrigere Kerbschlagarbeitswert stimmt besser mit dem analog abgelesenen Wert überein, in beinahe allen geprüften Proben war dieser niedrigere Arbeitswert treffender. Ausnahme sind Messungen in der Tieflage bei Sprödbbruch, hier liegt selbst mit der gemessenen Wegfunktion der analog abgelesene Wert über dem Integralwert aus der Instrumentierung, jedoch immer innerhalb der zulässigen Grenzen nach Norm. In diesem Fall, bei tiefen Kerbschlagarbeitswerten sind die Anforderungen der Norm von  $\pm 5$  Joule zwischen analoger und instrumentierter Messung immer erfüllt. Exemplarisch wird dieser Zusammenhang für eine Probenserie in Abbildung 5-21 für SG1\_L dargestellt. Hier werden die Messwerte der analogen Anzeige (Schleppzeiger) auf der x-Achse mit den Integrationswerten aus den instrumentiert gemessenen Kraft-Weg Kurven auf der y-Achse korreliert.

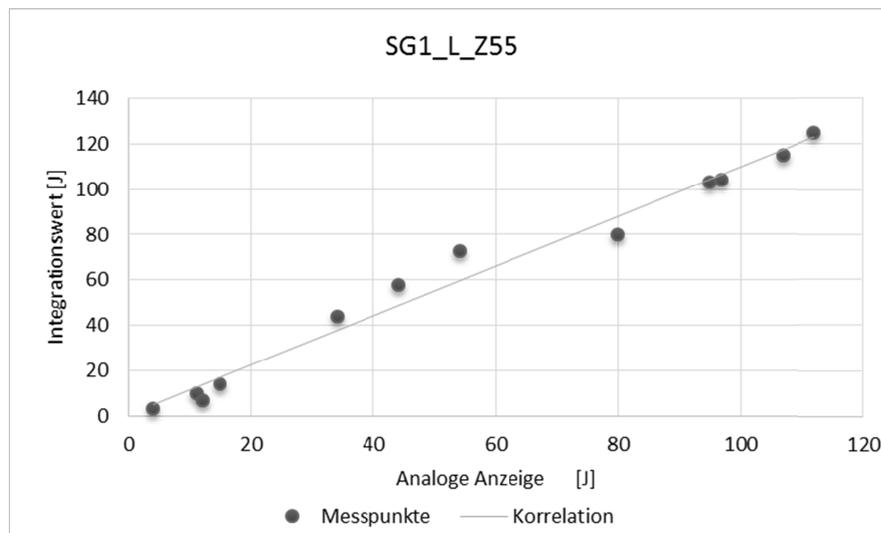


Abbildung 5-21: Korrelation zwischen Ablesewerten (Schleppzeiger) und Arbeitswerten aus Integration für SG1\_L.

Eine Empfehlung für zukünftige instrumentierte Messungen ist, die Durchbiegungswerte immer vom Programm mitrechnen zu lassen und in Folge die Kurven mit den gerechneten Werten zu evaluieren. Durch die Gleichmäßigkeit der Durchbiegungsfunktion wird dann auch die Anwendung eines Kalibrierfaktors sinnvoll.

Legt man die instrumentierten Kurven beider Schweißgüter bei beiden Wärmebehandlungen und einer Prüftemperatur übereinander können der Einfluss der WBH bzw. der geringfügigen Legierungsvariation mit einem Blick erfasst werden, siehe Abbildung 5-22.

Dieselbe Abbildung mit dem Vergleich der Schweißgüter, geprüft bei 60°C ist im Anhang C.2. in Abbildung 21 auf Seite XXIV dargestellt. Die 60°C Vergleichsdarstellung wurde deshalb noch als repräsentative Darstellung gewählt, da die vier Kurven (beide Schweißgüter mit beiden Wärmebehandlungen) untereinander noch ähnlicher sind als die vier Kurven bei Raumtemperatur. Das heißt, dass die Kraftwerte aller Kerbschlagproben nahezu identisch sind, dass jedoch durch ein anderes Durchbiegungsverhalten die Arbeitswerte der Proben verschieden ausfallen.

Das Verhalten aller vier Proben, Abbildung 5-22, ist im linear-elastischen Bereich bis zu  $F_{gy}$  immer deckungsgleich. Erst im nichtlinear plastischen Bereich, bei der Bildung von Mikrorissen kommt es zu Unterschieden.

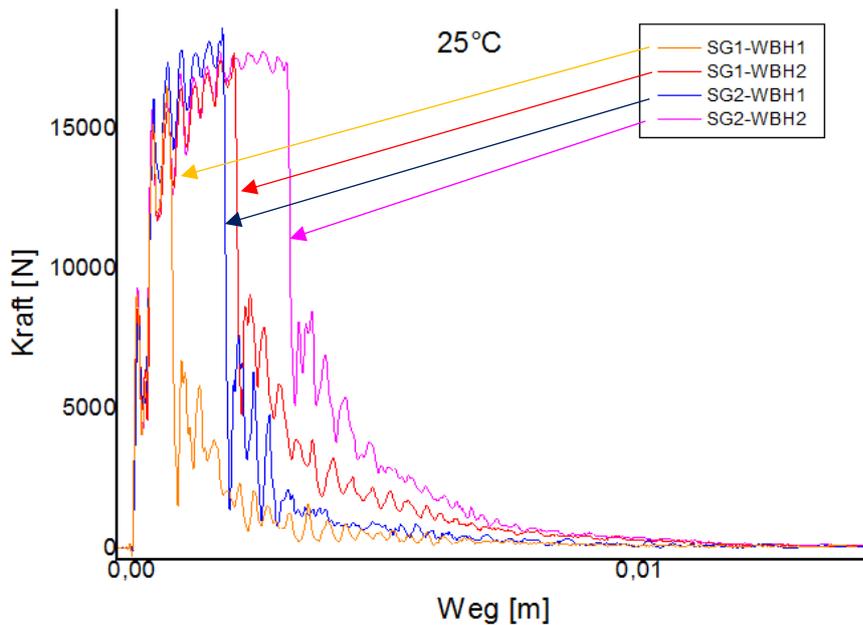


Abbildung 5-22: Vergleich von Kraft-Durchbiegungskurven aller zwei Schweißgüter bei beiden WBH, Bei Raumtemperatur; WBH1=WBH\_S und WBH2=WBH\_L.

In der Probe mit der kleinsten Kerbschlagzähigkeit beginnt der Steilabfall, bzw. die instabile Rissausbreitung am frühesten, bzw. nach der kürzesten Durchbiegung. Während also die Entwicklung im linear-elastischen Bereich ident ist, entwickelt sich die Rissausbreitung unterschiedlich. Das führt in Folge zu unterschiedlichen Restbruchflächen.

Im Anhang C.2. in Abbildung 22 auf Seite XXIV sind die Arbeitsanteile beider Schweißgüter und Wärmebehandlungen miteinander verglichen. Durch eine längere Wärmebehandlung wird der Arbeitsanteil zwischen Maximalkraft und Risseinleitung größer, das heißt, dass der Werkstoff nach längerer WBH mehr Energie nach Erreichen der Maximalkraft aufnehmen kann als der Werkstoff mit kürzerer WBH. Die Rissausbreitung ist länger möglich und führt zu einer besseren Kerbschlagzähigkeit. Auch zwischen SG1 und SG2 kommt es zu Unterschieden, hier wird von SG2 generell mehr Energie aufgenommen.

Zeichnet man die Werte über alle Prüftemperaturen für jeweils ein Material, sieht man auf einen Blick die Entwicklung vom spröden Bruchverhalten bei niedrigen Temperaturen, zu zähem Verhalten bei hohen Temperaturen. In Anhang C.2. Abbildungen 23 bis 25, Seiten XXV und XXVI, sind alle instrumentierten Versuche dargestellt.

Zusammenfassend kann man feststellen, dass das Material mit längerer Wärmebehandlung bei beiden Schweißgütern höhere Durchbiegungswerte erreicht, und dass es bei niedrigen Temperaturen erst später zu einem Steilabfall kommt. Generell wird mit längerer WBH auch die aufgenommene Energie bis zur Risseinleitung (Steilabfall) höher. Bei ganz zähen Proben, über 100°C Prüftemperatur fehlt der Steilabfall, hier kommt es zu keiner instabilen Rissausbreitung. Ein durchgehend duktiler Bruchverhaltens ist zu beobachten, wobei die Proben aber immer ganz durchgebrochen sind. Beim Grundwerkstoff liegen die Maximalkräfte etwa auf Niveau der Schweißgüter, jedoch fallen die Kurvenverläufe der zähen GW-Proben steiler als die zähen SG-Proben ab. Daraus resultieren geringere Kerbschlagzähigkeiten in der Hochlage im Grundwerkstoff.

### 5.4.3 Diskussion

Der Bruchprozess an Kerbschlagproben kann mit Hilfe der dynamischen Streckgrenze beschrieben werden. Das Verhalten von Metallen vom krz-Gittertyp hängt wesentlich von der Temperatur und der Beanspruchungsgeschwindigkeit ab. Je größer die Beanspruchungsgeschwindigkeit eines Werkstoffes ist, desto eher wird das plastische Fließen (=plastische Verformung) behindert und die Festigkeit steigt. Je höher die dynamische Streckgrenze ansteigt, desto anfälliger wird die Legierung für Sprödbbruch. Je größer die dynamische Beanspruchung, desto höher ist auch die dynamische Streckgrenze.

Herold [231] stellte mit Hilfe der dynamischen Streckgrenze und dem mechanischen Modell des plastischen Scharniers einen Zusammenhang zwischen Bruchzähigkeit und Kerbschlagarbeit her, der bei Baustählen eine gute Übereinstimmung zeigt. Der Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit bei Kerbschlagproben mit Ermüdungsrissen wird von Server [232] abgeschätzt. Er dokumentiert auch einen Zusammenhang zwischen Kerbschlagzähigkeit und Bruchzähigkeit.

Vorrangiger Grund die Instrumentierung zu nützen ist, dass man selbst bei diesem schnellen und einfachen Verfahren der Kerbschlagbiegeprüfung weit mehr Informationen über das Bruchgeschehen erhält als man aus einem einzelnen Messwert bekommt, und dass man definierte Größen, wie die bereits genannten Kräfte ermitteln kann.

In Analogie zu einem Zugversuch fällt auf, dass  $F_{gy}$  und  $F_{max}$  mit steigender Versuchstemperatur leicht abfallen, so verhalten sich auch Streckgrenze und Zugfestigkeit. Jedoch ist darauf hinzuweisen, dass diese Kraft-Durchbiegungskurve keine Aussage über die Festigkeit eines Werkstoffes macht. Obwohl der Anstieg bis zum Punkt  $F_{gy}$ , der dynamischen Fließkraft Ähnlichkeit mit der Hooke'schen Gerade aus dem Zugversuch aufweist, handelt es sich nicht um eine Hooke'sche Gerade.

Aufgrund des inhomogenen Spannungszustandes in der gekerbten Probe setzt das Fließen des Werkstoffes zuerst im Kerbgrund ein und breitet sich dann erst im gesamten Kerbquerschnitt aus. Somit erfolgt ein Abweichen von der Hooke'schen Gerade schon vor Erreichen der Fließkraft.

## 5.5 REM und EDX Analysen von Bruchflächen

Ausgewählte Bruchflächen der Kerbschlagbiegeproben wurden mithilfe von Makro- und Stereofotografie und auch im REM betrachtet. Teile daraus wurden mittels EDX analysiert, EDX-Untersuchungen wurden auf das Schweißgut beschränkt.

### 5.5.1 Grundwerkstoff

Untersucht wurde eine Probe aus dem Grundwerkstoff GW\_L Z58, welche bei Raumtemperatur (RT) geschlagen wurde. In Abbildung 5-23 ist eine Serie von REM Bildern dargestellt.

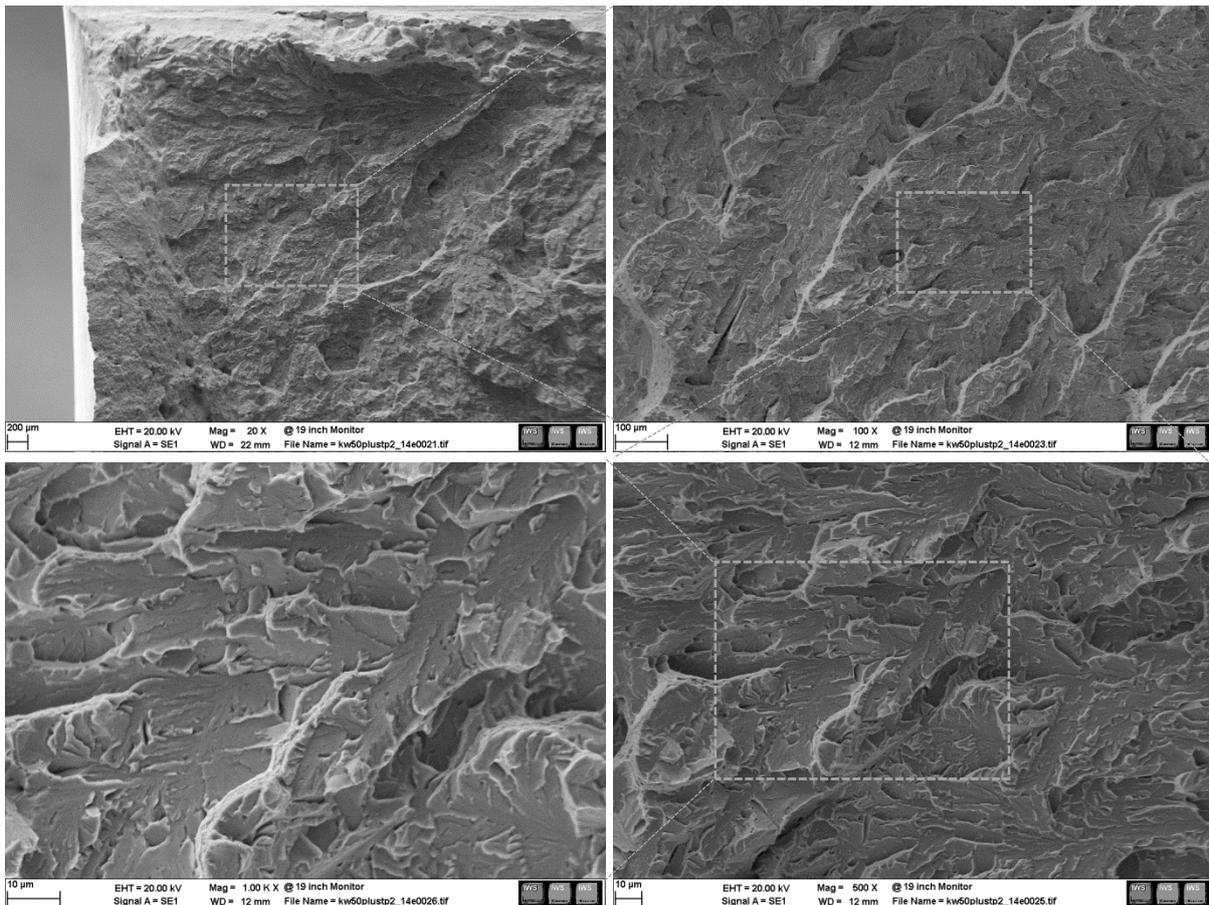


Abbildung 5-23: Bruchfläche Kerbschlagbiegeprobe GW\_L Z58, geschlagen bei RT,  $A_v=36\text{J}$ . Spröder Bereich aus dem Probeninneren.

Die gemessene Kerbschlagarbeit beträgt 36 Joule und die Bruchfläche zeigt einen überwiegend spröden Mischbruch mit spröden und duktilen Bruchanteilen. Die Bilder zeigen einen eher transkristallinen Verlauf der Bruchebene. Ausgeprägte Grate und facettenartige Strukturen, welche durch gebrochene Kristalle entstanden sind, deuten auf einen Spaltbruch hin. Der muschel- bzw. rosettenartige Habitus verschiebt die Charakterisierung mehr zu einem Quasi-Spaltbruch.

Für Abbildung 5-24 wurde ein Randbereich derselben Probe GW\_L Z58 genauer im REM betrachtet. Hier liegt eindeutig ein duktiler, wabenförmiger Bruch vor.

In den Bruchwaben kommen charakteristischerweise Ausscheidungen bzw. Einschlüsse vor, welche vorwiegend nichtmetallischer Art, nämlich oxydischer oder sulfidischer Natur sind, wie Siliziumoxide oder Mangansulfide. Vereinzelt wurden an Bruchflächen des CB2 Grundwerkstoffes im Rahmen der Dissertation Peter Mayr [20] auch Bornitride gefunden.

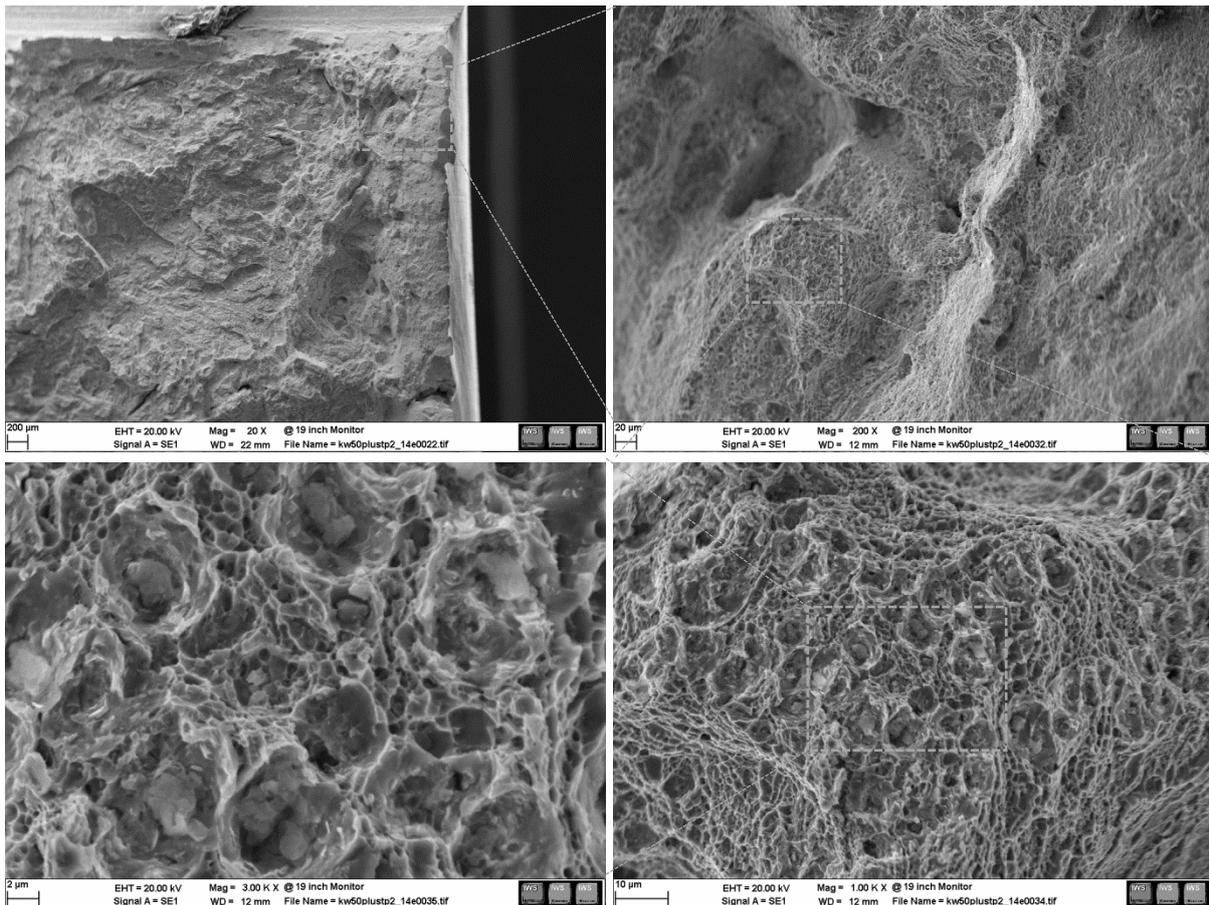


Abbildung 5-24: Bruchfläche Kerbschlagbiegeprobe GW\_L Z58, geschlagen bei RT,  $A_V=36J$ . Duktiler Bereich aus dem Probenrand.

In Kapitel 5.3.2 ab Seite 104 sind Bilder beider Schweißgüter bei Sprödbbruch, Mischbruch und duktilem Bruch gezeigt. Diese Makrobilder waren zur Analyse der Bruchflächen prinzipiell ausreichend und erforderten keine nähere Betrachtung im REM. Von Schweißgut 1 und Schweißgut 2 wurden ausschließlich zähe Proben, die bei hoher Temperatur ( $160^\circ\text{C}$ ) geprüft wurden, betrachtet, vor allem um Einschlüsse genauer analysieren zu können.

## 5.5.2 Schweißgut 1

Eine zähe Probe aus SG1 ist in Abbildung 5-25 dargestellt und zwar ein Ausschnitt aus Probe SG1\_S A26 bei 105 Joule gebrochen. Bei einer Prüftemperatur von  $160^\circ\text{C}$ , bestehen die Bruchflächen fast ausschließlich aus duktilen Waben, auch im Probeninneren sind kaum mehr spröde Bruchanteile zu finden.

Die Details aus Abbildung 5-25; Bild A und Bild B, sind in Abbildung 5-26 vergrößert dargestellt. Bild C stammt aus einem benachbarten Bereich des Übersichtsbildes und nicht von diesem selbst. Von den jeweils markierten Partikeln ist das EDX Spektrum rechter Hand abgebildet.

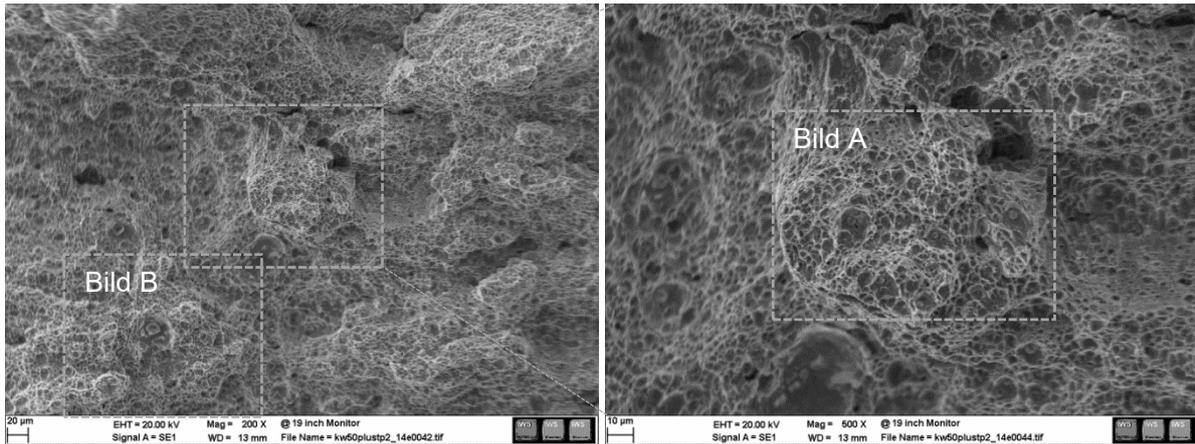


Abbildung 5-25: Bruchfläche Kerbschlagbiegeprobe SG1\_S A26. Duktiler Bereich aus dem Probeninneren.

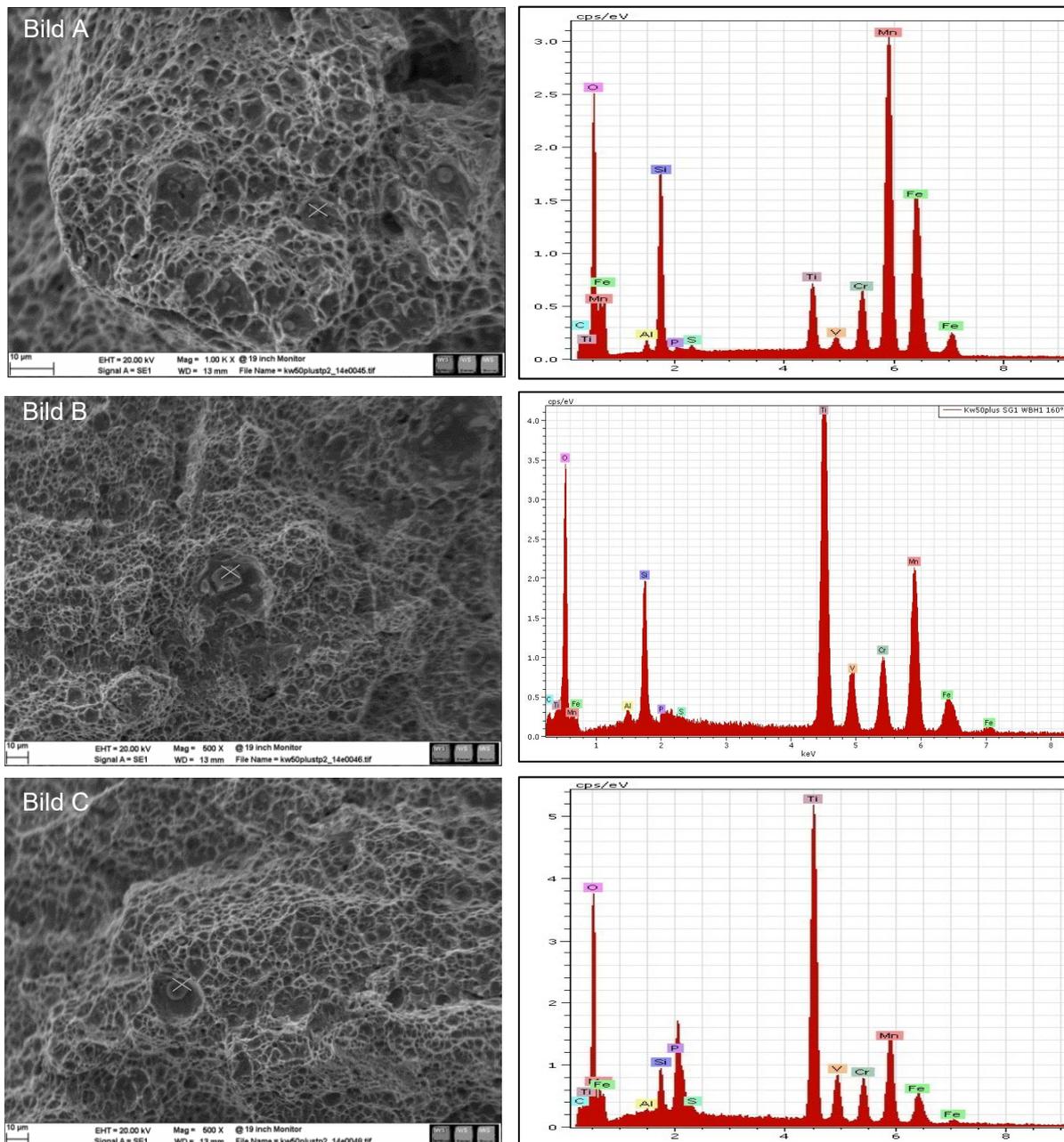


Abbildung 5-26: Bruchflächen u. EDX-Spektren von ausgewählten Partikeln im Inneren der duktilen Bruchwaben.

In allen drei EDX Spektren von einzelnen Ausscheidungen bzw. Einschlüssen zeigen sich Mischoxide. Bild A zeigt ein Mangan, Silizium Mischoxid. Wie in TEM Bildern in einem Projektbericht [225] gezeigt wurde, sind diese Mischoxide, komplexe Einschlüsse mit verschiedenen Bereichen wo sich die Elemente speziell clustern.

In Bild B wurde ein relativ großes Titan-, Silizium- Mischoxid gescannt. Die Form von Titanoxiden ist nicht überwiegend sphärisch sondern teils rhombisch.

Das untere Bild in Abbildung 5-26, zeigt ebenfalls ein Titanmischoxid, im Vergleich zu jenem aus Bild B ist es aber sphärisch. Größenordnungsmäßig liegt das Teilchen zwischen dem rhombischen Titan-Siliziumoxid und dem Mangan-Siliziumoxid. Jedes gescannte Teilchen ist zwischen 1 und 10  $\mu\text{m}$  groß.

### 5.5.3 Schweißgut 2

In Abbildung 5-27 ist ein Ausschnitt der Bruchfläche aus Probe SG2\_S C4, Prüftemperatur von 160°C, dargestellt. Wie bei SG1 bestehen auch hier die Bruchflächen fast ausschließlich aus duktilen Waben, auch im Inneren der Probe.

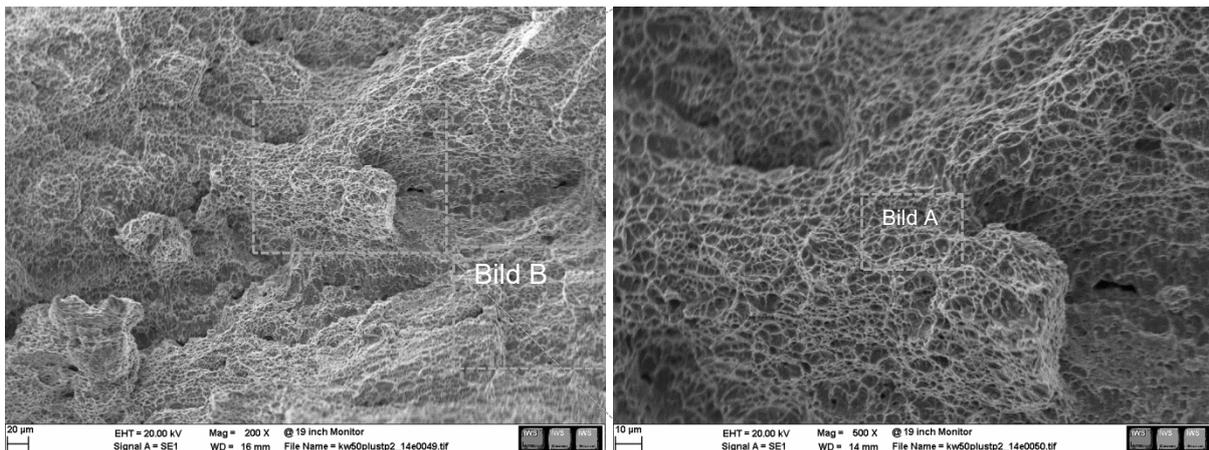


Abbildung 5-27: Bruchfläche Kerbschlagbiegeprobe SG2\_S C4. Duktiler Bereich aus dem Probeninneren.

Die Details aus Abbildung 5-27, Bild A und Bild B, sind in Abbildung 5-28 vergrößert dargestellt. Von den jeweils markierten Teilchen ist das EDX Spektrum rechter Hand abgebildet.

Die mittels EDX analysierten Teilchen waren durchwegs kleiner als jene in Schweißgut 1. Die untersuchte Probe aus Schweißgut 2 hatte die Tendenz zu kleineren Einschlüssen, wobei die Wabenstruktur ähnlich fein wie bei SG1 war. Weil für die EDX-Analyse nur kleinere Partikel gefunden werden konnten, wurde bei allen aufgenommenen Spektren durch den Elektronenstrahl auch die Matrix mitangeregt und unweigerlich Röntgenstrahlung aus der Matrix mitgemessen. Das zeigt sich durch einen deutlichen Fe-Peak bei allen Messungen, je kleiner das Teilchen umso höher der Fe-Peak.

Da die Größe der Teilchen um etwa 1  $\mu\text{m}$  liegt, wurde die Auflösungsgrenze durch die Elektronenstrahlbreite beim institutseigenen REM (mit Wolframdrahtemitter) erreicht. Neben einem hohen Eisengehalt wird auch ein relativ hoher Cr-Gehalt festgestellt. Dies könnte ebenfalls von in der Matrix gelöstem Chrom stammen, bzw. davon, dass viel Hintergrundstrahlung mitgemessen wird.

Da die Teilchen sehr klein sind und die Anregungsenergie von 20 keV doch einige  $\mu\text{m}$  Reichweite hat, könnte auch ein dahinterliegendes Teilchen das Röntgenspektrum beeinflussen.

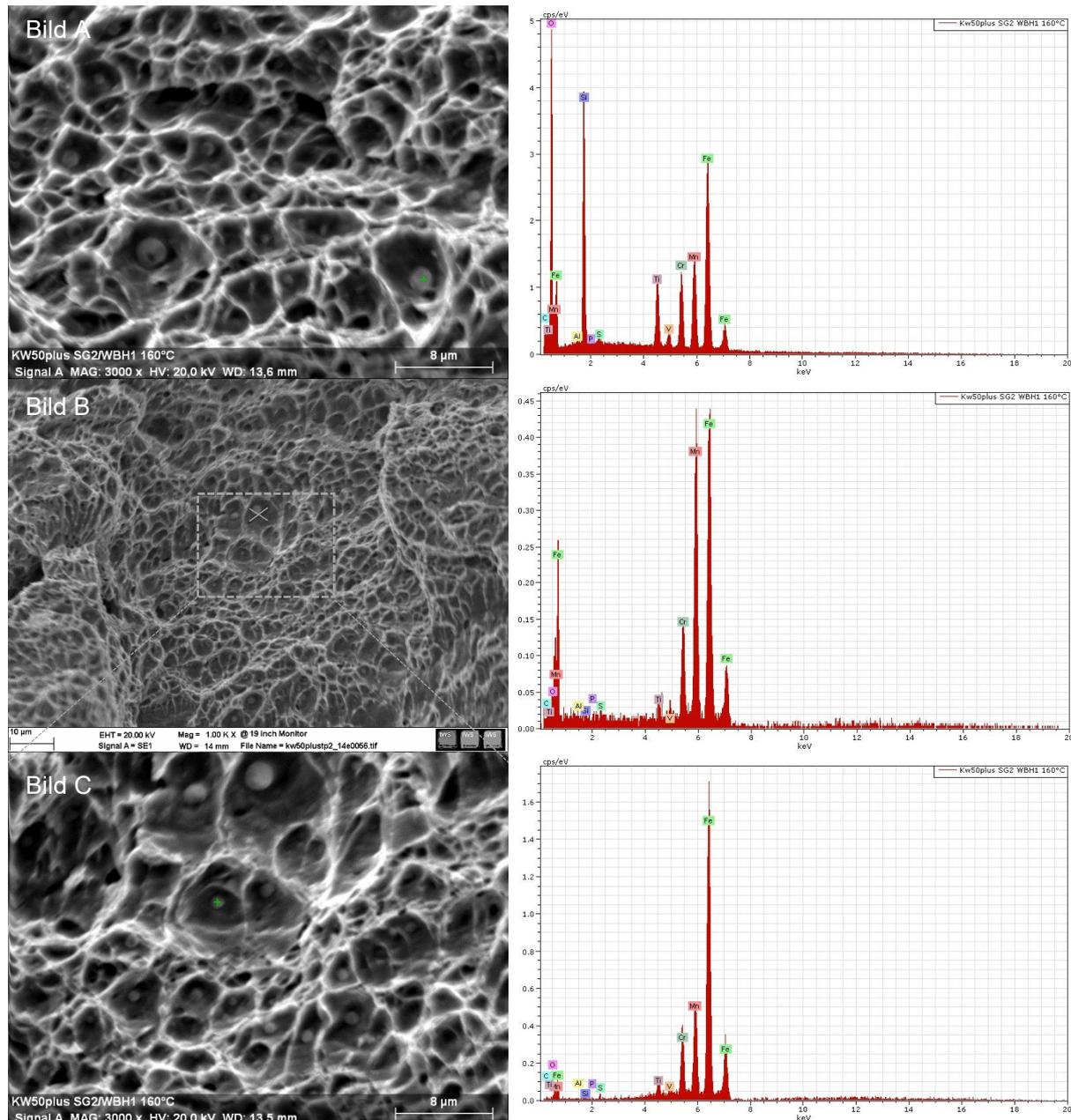


Abbildung 5-28: Bruchflächendetails und EDX-Spektren von ausgewählten Partikeln im Inneren der duktilen Bruchwaben.

In Bild A in Abbildung 5-28 wurde ein Silizium Mischoxid gescannt, das auch Mangan und Titan enthält. Elemente, wie Chrom und Eisen stammen, wie schon erwähnt aus dem Hintergrund oder aus der umgebenden Matrix.

Die Ausscheidung in Bild B ist wegen der starken Peaks die aus der Matrix stammen schwieriger zu interpretieren. Hauptsächlich ist das Element Mangan enthalten, da außerdem sowohl der Sauerstoff als auch der Schwefelpeak erhöht ist, könnte das Teilchen entweder ein Manganoxid oder ein Mangansulfid sein.

Auch in den TEM Untersuchungen [225] wurden vereinzelt sehr kleine, sphärische Mangansulfide gefunden, anstatt der üblichen, großen, linsenförmigen welche auch im Lichtmikroskop gesehen werden können.

Das Partikel in Bild C ist durch den vorherrschenden Fe-Peak schwer auswertbar. Mangan, Titan und Sauerstoff Peaks sind erhöht, was wieder auf ein kleines Mischoxyd schließen lässt.

Mischoxide, wie Mangan-, Titan- und Siliziumoxid sind Partikel welche im Schweißgut vorkommen, aber in einer numerischen Simulation mittels MatCalc nicht berücksichtigt werden können. Oxide können zwar mittlerweile im Gleichgewichtszustand berechnet werden, eine Berechnung mittels Ausscheidungskinetik ist aber nicht möglich. So existiert in diesem Punkt keine Vergleichbarkeit zwischen Ausscheidungssimulation und diesem, mittels REM erfassten Teilchen.

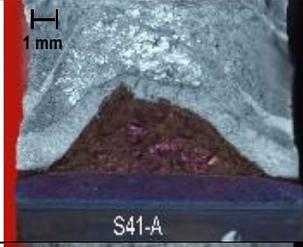
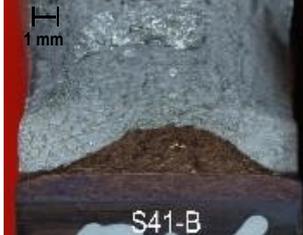
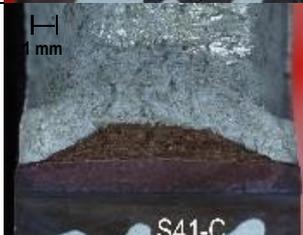
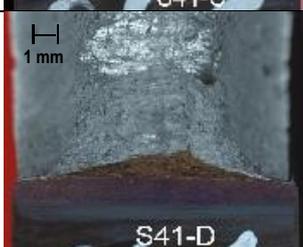
Anders ist die Lage bei Mangansulfiden, sie können simuliert werden. Wenn man nun das Teilchen in Bild B als MnS mit einer Größe von etwa 0,2  $\mu\text{m}$  betrachtet, würden die MatCalc Rechnungen, die auch Größenverteilungen und Größenklassen simulieren zumindest die Existenz solcher Partikel vermuten lassen.

Generell sind die Ausscheidungen in diesem Betrachtungsstadium des Werkstoffes in MatCalc Rechnungen und TEM-Untersuchungen nur wenige nm groß sind also nicht wirklich mit diesen im REM gefundenen  $\mu\text{m}$  großen Teilchen vergleichbar. Es ist jedoch davon auszugehen, dass die kleinen Nanometer Teilchen sehr wohl vorhanden sind, im REM jedoch nicht ausreichend aufgelöst und somit sichtbar werden.

## 5.6 Bruchmechanik

Die Versuche zeigten, dass Schweißgut 2 mit 0,75% Nickel ein wesentlich vorteilhafteres bruchmechanisches Verhalten an den Tag legte als Schweißgut 1 mit 0,2% Nickel bei gleicher Wärmebehandlung. Die Resultate der Versuche sind in Tabelle 5-6 zusammengefasst.

Tabelle 5-6: Bruchmechanische Kennwerte bei Raumtemperatur (RT), ermittelt an „Single-Edge-Notched-Bend“ Proben (SENB), Vergleich zwischen den beiden Schweißgütern.

Schweißgut 1				Schweißgut 2			
Probe		Krit. J-Wert	Kalk. $K_{JIC}$ -Wert	Probe		Krit. J-Wert	Kalk. $K_{JIC}$ -Wert
Nr.	Bruchflächenbild	$\text{kJ/m}^2$	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	Nr.	Bruchflächenbild	$\text{kJ/m}^2$	$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$
S40-A	Keine Probe in diesem Zustand gültig geprüft.	-	-	S41-A		85	140
S40-B		183	206	S41-B		209	220
S40-C		108	158	S41-C		221	226
S40-D		57	115	S41-D		229	230
Mittelwert		116	160	Mittelwert		186	204
Standardabweichung		52	37	Standardabweichung		59	37

Einen Einfluss auf die Bruchzähigkeit haben vor allem die Lage der Rissspitze, die Korngröße und der Ausscheidungszustand. Korngröße und Ausscheidungszustand werden außer durch Wärmebehandlung auch durch die chemische Zusammensetzung bestimmt. Um bei den bruchmechanischen Versuchen nur den Einfluss der Legierungsunterschiede zu untersuchen, wurde bei allen Proben derselbe Wärmebehandlungszustand (730°C, 24 h) gewählt. Die Unterschiede zwischen den beiden Schweißgütern sind in Tabelle 5-6 dargestellt.

Bei SG2 ist der errechnete  $K_{JIC}$  Wert etwa ein Drittel höher als bei SG1. Ein so unterschiedliches bruchmechanisches Verhalten allein in Abhängigkeit von einer minimalen Legierungsvariation wurde nicht erwartet, da sich weder anhand der Bruchdehnung noch anhand der Kerbschlagbiegearbeit so ein Verhalten ableiten ließe. Aus diesem Grund können weder aus Zugversuchen noch aus Kerbschlagbiegeversuchen bruchmechanische Kennwerte abgeleitet werden.

Da es auch in SG2 eine Probe mit sehr unvorteilhaftem Bruchverhalten gab, wird vermutet, dass die Lage der Rissspitze vom Anschlagriss im Schweißgut eine erhebliche Rolle spielt. Dieser Ermüdungsriss hat den Zweck, eine „unendlich scharfe“ Rissspitze zu erzeugen um somit ein von Materialbedingungen unabhängigeres Spannungsfeld zu erhalten. Die Größe der plastischen Zone an der Rissspitze ist dann ein Bewertungskriterium in der Bruchmechanik ( $J_{ISWZ}$ ). Um dem Einfluss der Rissspitzenlage auf den Grund zu gehen, wurden die Proben der jeweils besten und schlechtesten Versuchsergebnisse beider Schweißgüter nochmals genauer unter dem Mikroskop und im REM betrachtet.

In Anhang C.3. Abbildung 26, Seite XXVI ist die Skizze einer bruchmechanischen SENB dargestellt. Weiters ist ein Querschliff einer gebrochenen BM-Probe exemplarisch dargestellt.

### 5.6.1 Vergleich der schlechtesten Bruchzähigkeitswerte

In Abbildung 5-29 sind die Übersichtsbilder von den Proben S40-D aus SG1 und S41-A aus SG2, welche die schlechtesten Bruchzähigkeitswerte erzielten, nebeneinander dargestellt. Die im Bild violett scheinenden Bereiche sind charakteristisch für sprunghaft instabile Bereiche (sogenannter *pop-in*). Der „pop-in“ ist ein Spezialfall der linear elastischen Bruchmechanik. Hier wächst der Riss bei Erreichen einer kritischen Kraft ein Stück weit instabil bevor er sich wieder stabilisiert und erst bei einer höheren Kraft weiterwächst [198].

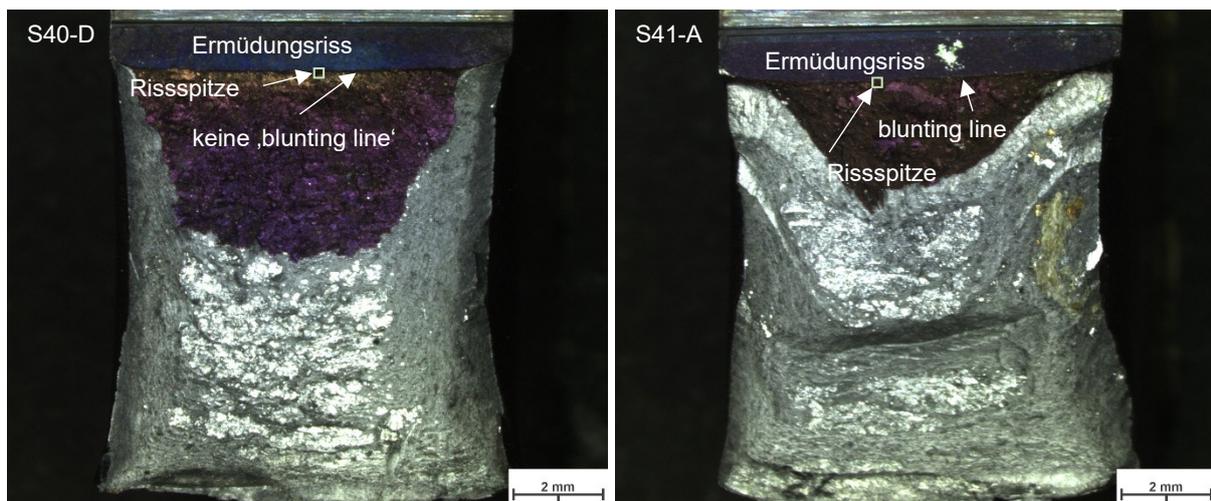
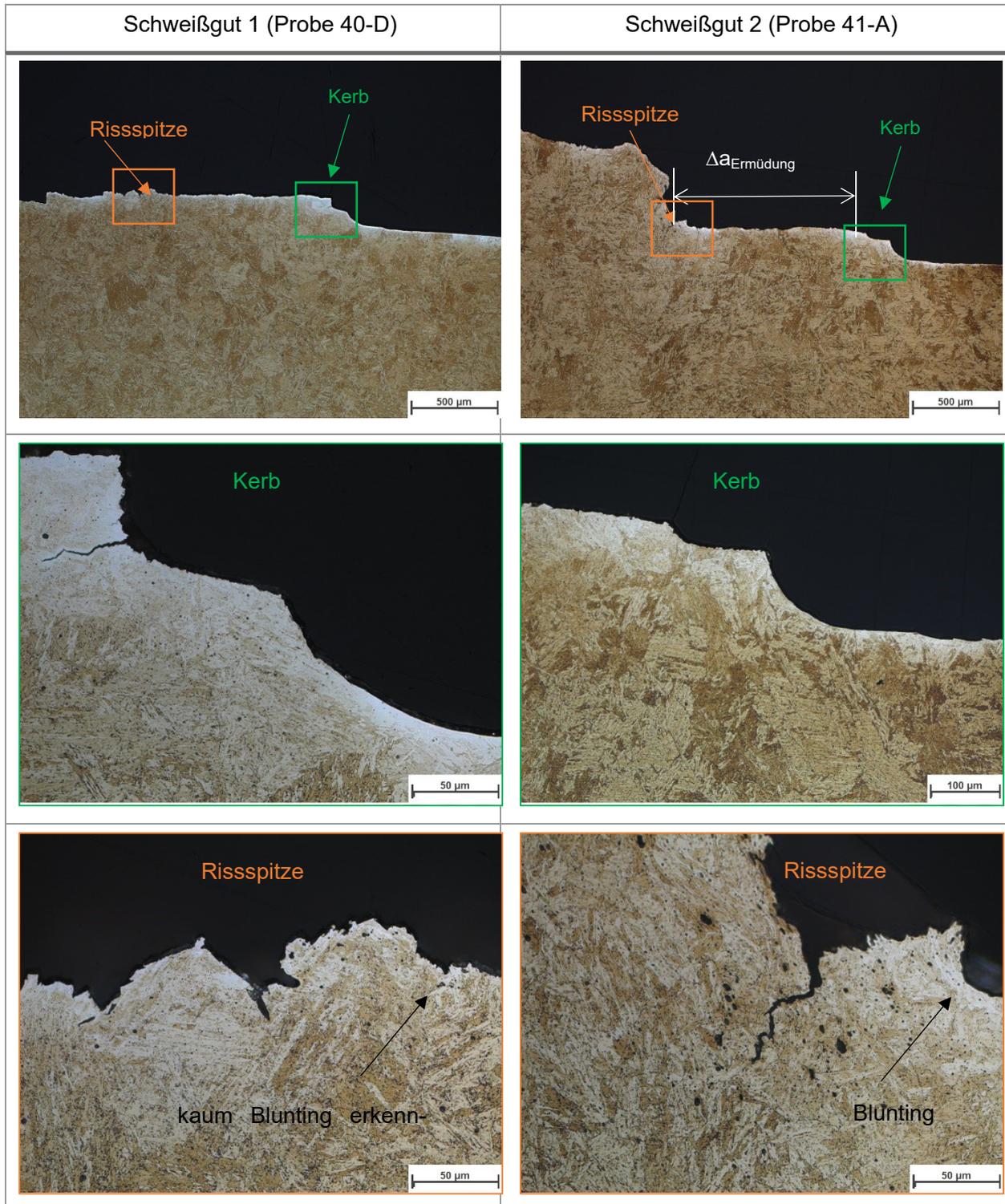


Abbildung 5-29: Übersichtsbilder für REM Aufnahmen. Gesamte Bruchflächen (li.) Probe S40-D aus SG1, (re.) Probe S41A aus SG2.

Zwischen den einzelnen Arbeitsschritten wurden die Proben immer wieder einem „Heat-Tinting“ unterzogen. Durch die verschiedenen Anlassfarben sollte zum Beispiel der Rissfortschritt auswertbar werden. Zusätzlich sollte die Rissabstumpfung (blunting line) als feine helle Linie genau zwischen Ermüdungsriss und Rissfortschritt zu erkennen sein.

Eigentlich sind die Anlassfarben nichts anderes als Oxidationsprodukte welche einen Belag über die eigentliche Bruchfläche ziehen. Das erleichtert die visuelle Auswertung, erschwert jedoch die Durchführung von REM-Untersuchungen. In Tabelle 5-7 werden die Schlibfbilder aus Kerbgrund und Risssspitze miteinander verglichen.

Tabelle 5-7: Vergleich der schlechtesten Bruchzähigkeitswerte beider Schweißgüter – Mikrostruktur in der Risssspitze. Exemplarisch ist in SG2 der Ermüdungsriss eingezeichnet.



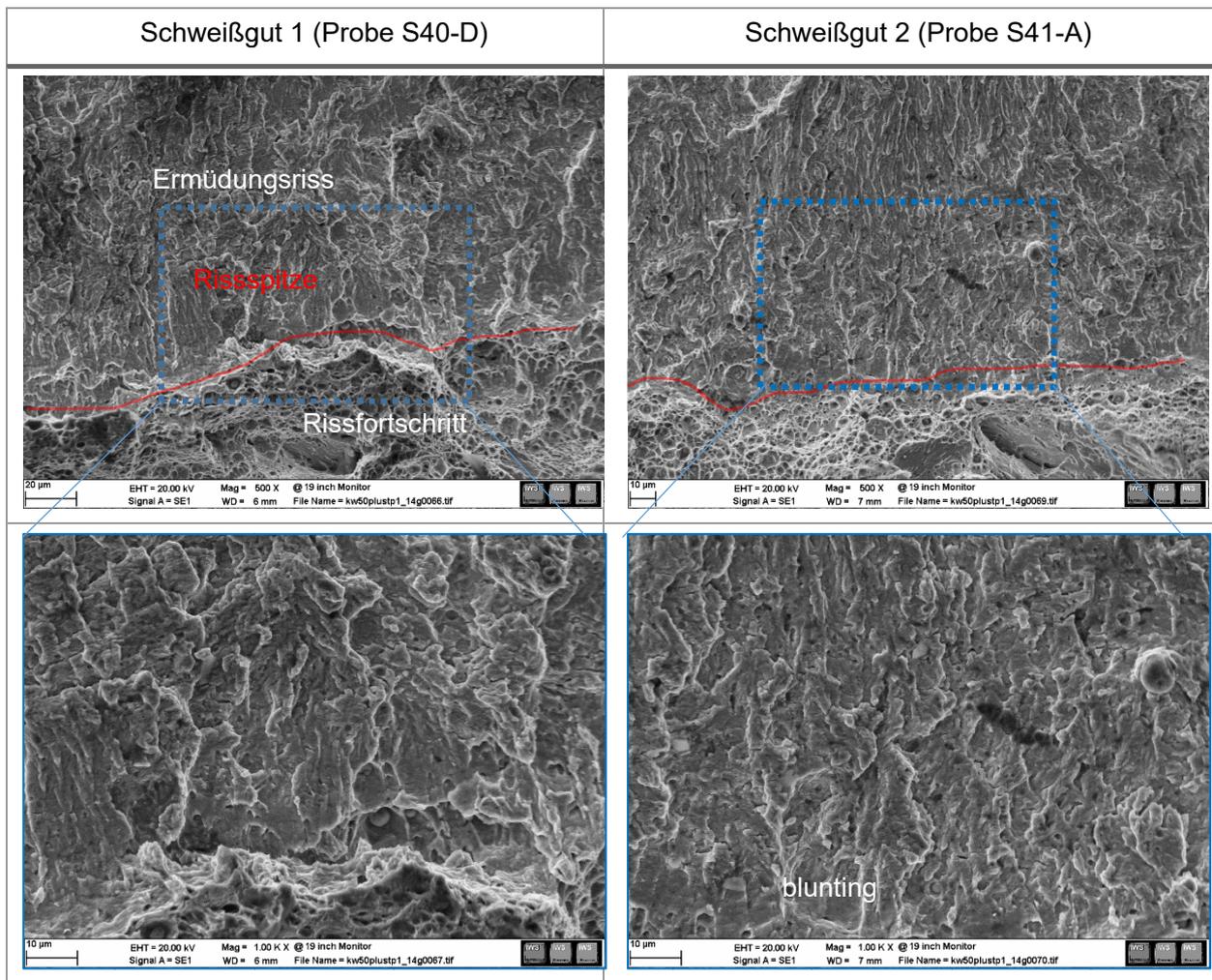
Der Kerbgrund beider Proben hat jeweils eine kleinere Kerbe in einer größeren Kerbe. Das kommt daher, dass beim Fertigen der mechanischen Kerbe (größere Kerbe) noch der „Rasierklingschnitt“ zur Kerbschärfung verwendet wird (kleinere Kerbe). Die Lage der Rissspitze war in beiden Fällen nicht einfach zu finden, sie wurde anhand der definierten Länge des Ermüdungsrisses und an der ersten signifikanten Verformung an dieser Stelle erkannt.

Im Profil ist die eigentliche Rissspitze nur durch einen Punkt repräsentiert. Da bei den zerklüfteten Profilloberflächen aber schwer zu sehen ist, an welchem Punkt die mechanische Belastung startet, wurde entschieden den gesamten Bereich der ersten signifikanten Verformung als Rissspitze zu designieren, wie in Reihe drei von Tabelle 5-7 zu sehen ist. Die fest definierte Länge des eingebrachten Ermüdungsrisses war Hauptentscheidungskriterium für die „Soll-Lage“ der Rissspitze.

Die Abstumpfung der scharfen Rissspitze zu Beginn der Rissausbreitung wird in der Bruchmechanik als „blunting“ bezeichnet. An der Rissspitze in SG2 ist dieses als eine Mulde mit verdichteter Struktur vor dem Grat zu erkennen. Bei dem Schlibbild aus SG1 ist nichts sichtbar, das „blunting“ könnte sich jedoch auch an der Gegenseite zur betrachteten Probe zeigen, welche nicht zu einem Schliff weiter verarbeitet wurde.

In Tabelle 5-8 werden REM-Bilder beider Schweißgüter genau in der Rissspitzenlage verglichen.

Tabelle 5-8: Mikrostruktur in der Rissspitze der Bruchmechanik Proben – REM-Aufnahmen.



REM Bilder mit visualisierten Sekundärelektronen (SE), wie in Tabelle 5-8, lassen Rückschlüsse auf die Topografie einer Probe zu. So sind höhere Bereiche, welche näher an der Betrachtungsebene liegen heller und tiefere Bereiche vergleichsweise dunkler. Damit lässt sich erkennen, dass sich der duktile Bereich nach der „blunting line“ in SG2 mehr in Richtung Bildebene erhebt als bei SG1 (Tabelle 5-8, Zeile 1), trotz größerem Arbeitsabstand (WD=Working distance – sichtbar in den Fußzeilen der Bilder).

In Zeile 2 von Tabelle 5-8 sind weitere Vergrößerungen aus der Risspitze zu sehen. Die Topografie der Rissspitzenoberfläche scheint in SG2 etwas verzweigter als in SG1. Die BM-Werte von SG1 waren in diesem Fall vergleichsweise schlechter als von SG2, was durch kleine Unterschiede im Bruchverhalten sichtbar wird. Jedoch hatten beide Proben während der stabilen Rissausbreitung, un stabile „pop-in“ Sequenzen. Diese lokalen Instabilitäten wirken sich bei beiden Schweißgütern nachteilig auf die bruchmechanischen Kennwerte aus.

Wie zuvor erwähnt erschwert die Oxidationsschicht, welche durch das „Heat Tinting“ entstanden ist, ein genaues Abgrenzen der einzelnen Bereiche. In der ersten Tabellenreihe kann man den Rissspitzenverlauf über die gescannte Breite erkennen. Dieser bildet so eine Art Graben, welcher den Ermüdungsriss, auch erkennbar an den riefenförmigen Erhebungen, vom Beginn des stabilen Rissfortschrittes trennt. Die auf die Ermüdungsbruchfläche projizierte Länge der Ausrundung in Ligamentrichtung kann im REM identifiziert werden und wird als Stretch-Zonen-Weite (SZW) bezeichnet [233].

Während des Ausrundens der Risspitze entstehen bereits Poren durch Brechen von Einschlüssen oder durch Ablösen des Matrixmaterials von Einschlüssen. Neuentstandene und bereits vorhandene Poren wachsen und koaleszieren, wobei dazwischen Stege aus Matrixmaterial zurückbleiben. Als Initiierung des Risses wird allgemein der Zeitpunkt angesehen, wenn die ersten Stege zwischen der ausgerundeten Risspitze und den vor der Risspitze entstandenen Poren reißen [234]. Die quantitative Vermessung der SZW (stretched zone width) würde REM 3D Aufnahmen, mehrere gescannte Bereiche aus einer Probe und Desoxydationsbehandlungen erfordern, daher wird im Bericht vor allem die Lage der Risspitze erörtert und nicht die SZW bestimmt. Abbildung 5-30 zeigt exemplarisch wie in BM-Proben eines P91 Grundwerkstoffes die SZW von Weidner [235] mit einigem Aufwand bestimmt wurde.

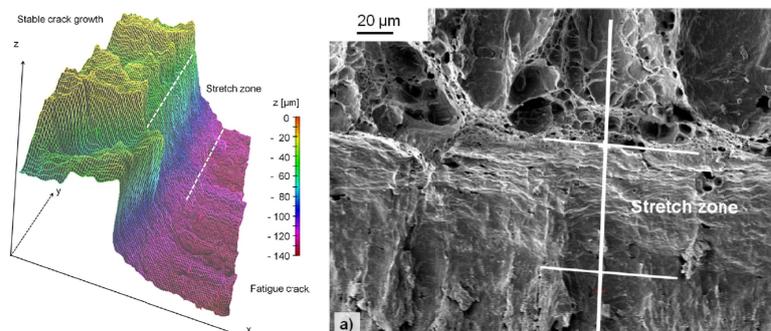


Abbildung 5-30: Exemplarische Vermessung einer SZW in einem P91 Werkstoff aus einer Veröffentlichung von Weidner [235].

## 5.6.2 Vergleich der besten Bruchzähigkeitswerte

Die Proben S40-B aus SG1 und S41-D aus SG2 erzielten bei den BM-Versuchen die besten Bruchzähigkeitswerte, sie werden in diesem Kapitel miteinander verglichen. In Abbildung 5-31 sind die Übersichtsbilder zu diesen Proben nebeneinander dargestellt.

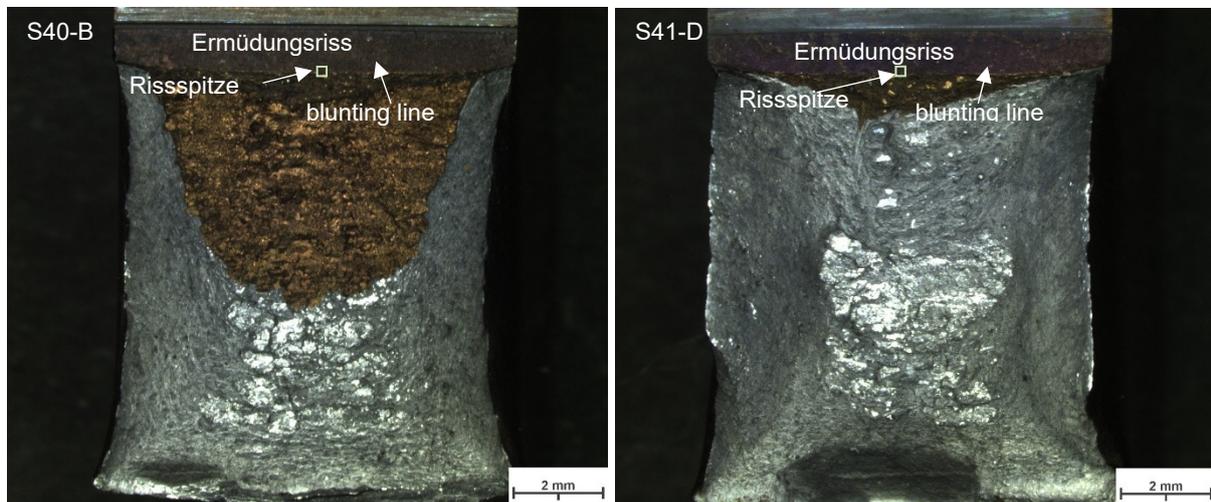


Abbildung 5-31: Übersichtsbilder für REM Aufnahmen. Gesamte Bruchflächen (li.) Probe S40-B aus SG1, (re.) Probe S41-D aus SG2.

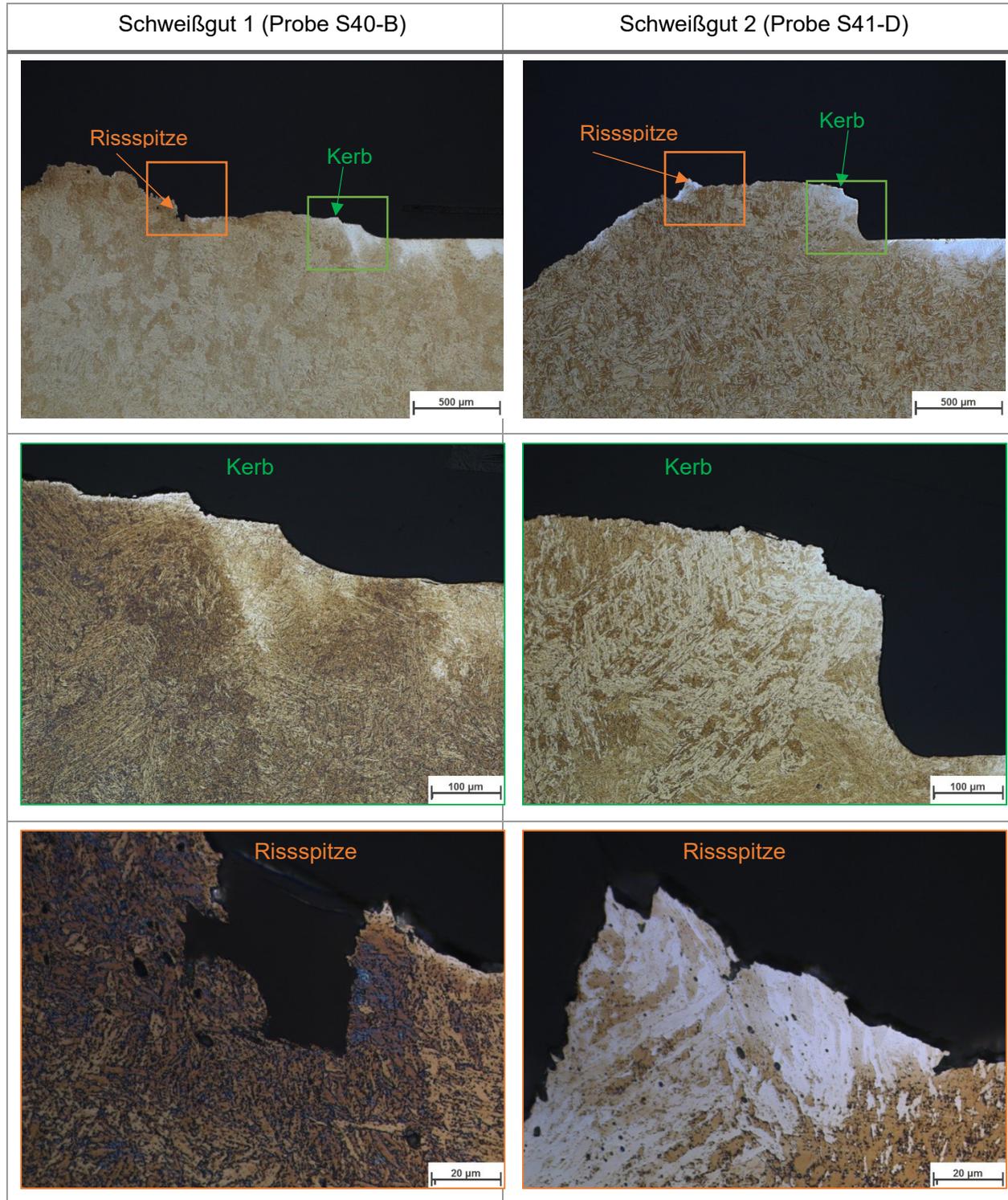
Im Vergleich zu den Bildern der schlechtesten BM-Proben aus Abbildung 5-29 kommt in diesen bruchmechanischen Proben aus Abbildung 5-31 kein „pop-in“, welches durch sprunghafte, instabile Rissausbreitung charakterisiert ist, vor. Hier ist bei beiden Proben (SG1 und 2) die Rissabstumpfung „blunting“ als feine helle Linie genau zwischen Ermüdungsriss und Rissfortschritt zu erkennen. Der Bereich der stabilen Rissausbreitung (dunkelbraun) ist bei Schweißgut 1 und 2 vergleichbar. Markantester Unterschied ist der große Bereich der instabilen Rissausbreitung (ockerfarben) in SG1, der jedoch erst zum Prüfungsende hin auftrat.

In Tabelle 5-9 sind jeweils die Querschliffe der Proben mit den besten gemessenen BM-Werten dargestellt. Die Seitenansichten von Kerben und Riss zeigen bei den beiden Schweißgütern ein unterschiedliches Profil. Die Bereiche der Kerben und der Risspitzen sind jeweils in den Reihen 2 und 3 vergrößert dargestellt.

Die Lage der Risspitzen wird wieder anhand der definierten Länge des Ermüdungsrisses und an der ersten signifikanten Verformung an dieser Stelle erkannt.

Die Abstumpfung bzw. Plastifizierung der Risspitze ist bei SG2 etwas markanter. Insgesamt ist sie bei den Proben, SG1 und SG2 mit besseren Zähigkeitswerten ausgeprägter als bei den Proben mit schlechteren Werten.

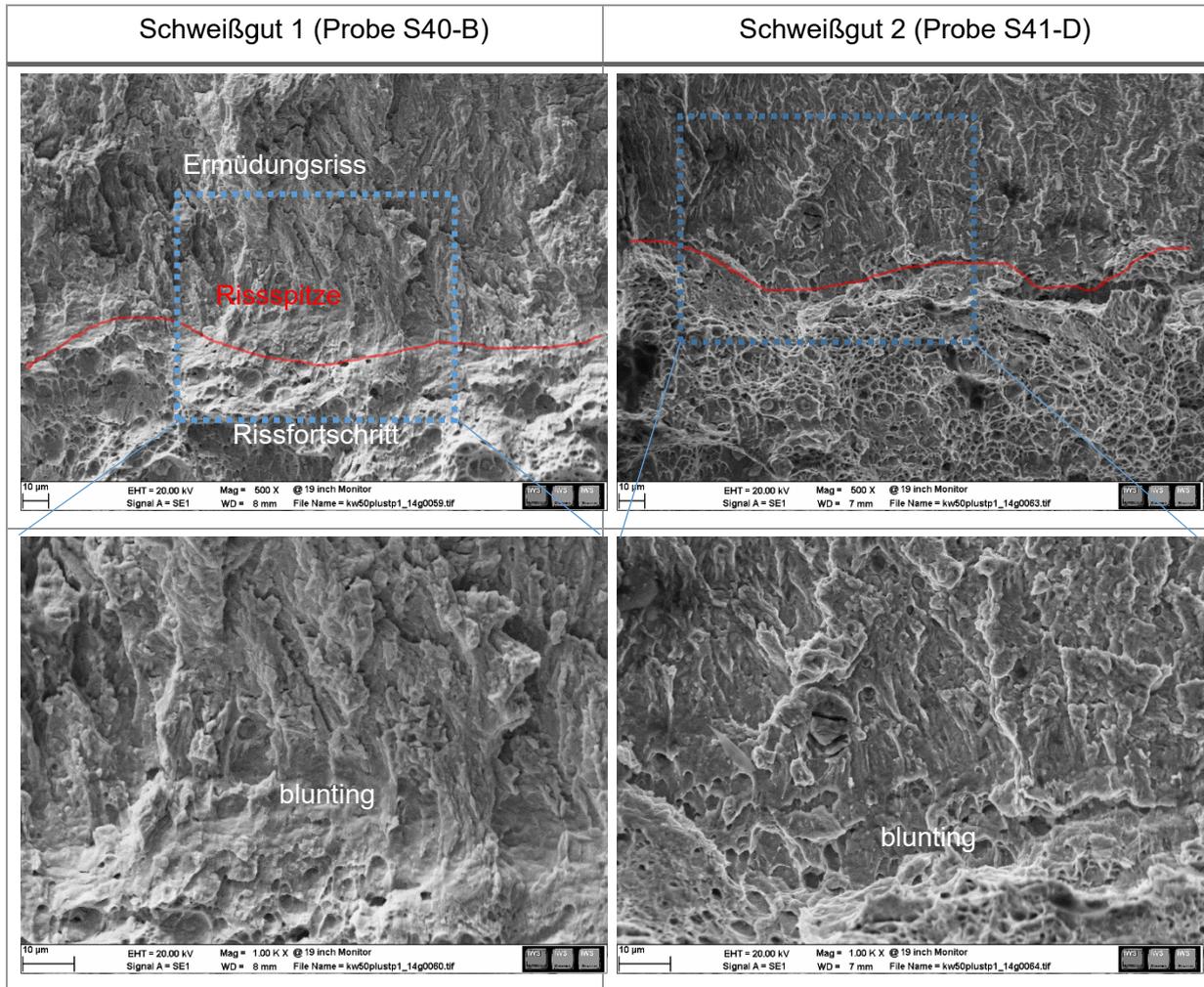
Tabelle 5-9: Vergleich der besten Bruchzähigkeitswerte beider Schweißgüter - Mikrostruktur in der Risspitze.



Es sieht in den Rissspitzenbildern so aus, als ob in den zäheren Proben beider Schweißgüter mehr plastische Verformung in der Spitze, zu Beginn des Belastungsversuches stattfindet.

In Tabelle 5-10 werden REM-Bilder beider Schweißgüter genau in der Rissspitzenlage verglichen. Wiederum ist in SG2 (rechts) ein ausgeprägter duktiler Bereich zu Beginn der Rissausbreitung im Vergleich zu SG1 (links) erkennbar. Die Risspitze liegt bei SG2 regelrecht in einem Canyon, was aber vor allem mit dem betrachteten Bereich und der betrachteten „Bruchhälfte“ zu tun hat.

Tabelle 5-10: Mikrostruktur in der Risspitze der Bruchmechanik Proben – REM-Aufnahmen



In Zeile 2 ist bei beiden Proben die Rissabstumpfung (blunting) gut erkennbar. Die Topografie der Risspitzenoberfläche unterscheidet sich bei beiden Schweißgütern nicht sehr stark.

### 5.6.3 Diskussion

Obwohl der instrumentierte Kerbschlagbiegeversuch (KV) und der bruchmechanische Versuch nicht direkt miteinander vergleichbar sind, nehmen beide Bezug auf Mikrorisse. In einer Auswertungsgrafik Abbildung 5-19 (rechts) auf Seite 113 werden beim instrumentierten KV vier Bereiche definiert, die mit einer unterschiedlichen Ausprägung von Mikrorissen einhergehen. Die Bereiche I und II (wo sich erste Mikrorisse bilden) sind in der Vergleichsauswertung beider Schweißgüter Abbildung 5-22 auf Seite 116 nahezu identisch. Erst bei Bereich III, wo sich die Mikrorisse ausbreiten kommt es zu Unterschieden, wobei eine größere Durchbiegung auf ein duktileres Verhalten schließen lässt.

Bei den Risspitzenbildern aus den bruchmechanischen Versuchen sieht es jedoch so aus, als ob in den zäheren Proben mehr plastische Verformung in der Spitze genau zu Beginn des Belastungsversuches stattfindet, wo im eigentlich elastischen Bereich das Verhalten aller Proben gleich sein sollte.

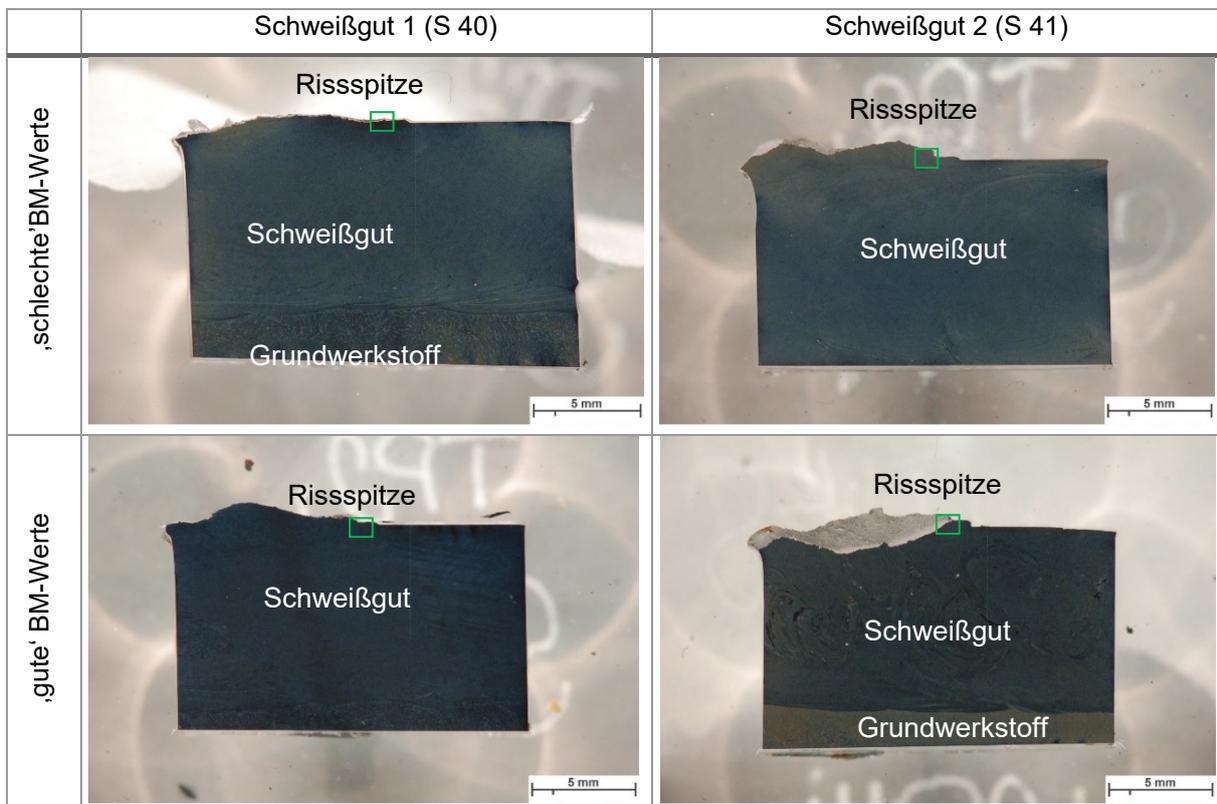
Es wird vermutet, dass die unterschiedlichen Belastungsarten, quasi-statisch in der bruchmechanischen Risspitzenbelastung, und dynamisch beim instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch für dieses Verhalten verantwortlich sind. Im bruchmechanischen Versuch hat die Mikrostruktur in der Probe an der Risspitze Zeit sich zu verdichten (blunting), wenn die strukturellen Eigenschaften es zulassen.

Beim instrumentierten KV erfolgt die Risseinleitung sofort, wenige Millisekunden nach der schlagartigen Belastung, wo an der Kerbspitze eine Spannung entsteht welche über einen theoretisch elastischen Bereich hinausgeht. Als Resultat bilden sich die Unterschiede bei den Schweißgütern mit vergleichbaren Kerbschlagarbeitswerten erst im plastischen Bereich III der Kraft-Durchbiegungskurve aus.

Das führt zum Schluss, dass es im bruchmechanischen Versuch durch den unendlich scharfen Riss keinen elastischen Bereich geben kann, weil dies der Spannungszustand nicht zulässt. Es ist also nur plastische Verformung oder eine sofortige Ausbildung von Mikrorissen möglich.

Als Fazit dieser Untersuchungen sind Unterschiede in den Risspitzen der vier im Detail betrachteten Proben zwar erkennbar, aber die Unterschiede in deren Lage sind nicht so ausgeprägt, wie aus den unterschiedlichen Werten zu erwarten ist. Tabelle 5-11 zeigt die Kerblagen aller vier bruchmechanischen Proben.

Tabelle 5-11: Makroskopischer Vergleich der Risspitzenlagen aller vier untersuchen Proben



Im abschließenden makroskopischen Vergleich wird festgestellt, dass der Kerb immer in Richtung des Schweißbades gelegt wurde. Das erkennt man daran, dass der Übergang von Schweißgut zu Grundwerkstoff relativ gerade verläuft.

Diese Lage der Probe im Schweißgut ist auch der Grund dafür, dass man in den LIM1 Übersichtsbildern, Tabelle 5-7 Seite 126, und Tabelle 5-9 Seite 130, jeweils erste Reihe, keine langen, dendritischen Strukturen erkennen kann, weil man die Dendriten „von oben“ betrachtet. Weiters kann man davon ausgehen, dass die statistische Lage der Riss Spitze bei guten BM-Werten wie in SG2 nicht immer vorteilhaft und bei schlechten BM-Werten wie in SG1 nicht immer nachteilig ist.

Ein daraus abgeleiteter Erklärungsversuch, warum es zu so großen Unterschieden in den bruchmechanischen Werten zwischen Proben aus SG1 und SG2 kommt und warum selbst Proben der gleichen Art so streuen ist dieser: Befinden sich in unmittelbarer Nähe zur Riss Spitze Gefügeanteile die mehr plastische Verformung zulassen, bildet sich die abgestumpfte Zone (blunting) stärker aus. Daraufhin beginnen zunächst mehrere Risse in der oben beschriebenen Art, dass während des Ausrundens der Riss Spitze Poren durch Brechen von Einschlüssen oder Ausscheidungen entstehen. Durch Zusammenwachsen der Poren entstehen dann Risse wobei die lokale Dichte an Poren bzw. an Ausscheidungen oder Einschlüssen dann die Ausbreitung der Hauptrissfront mitbestimmen.

Sprödigkeit in einem angelassenen martensitischen und bainitischen Gefüge wird lt. Literatur [37] auch durch feine Karbidausscheidungen an Korngrenzen verursacht. Tendenziell sind diese Karbidausscheidungen, welche vor allem Versetzungsbewegungen aufhalten und dabei weniger plastische Verformung zulassen vermehrt in Schweißgut 1 vorhanden.

Zum Vergleich sind in Tabelle 4-5, Seite 94, die gemessenen Gehalte an Chromkarbiden von Zeitstandproben beider Schweißgüter einander gegenübergestellt. Auch bei den Simulationsergebnissen zeichnen sich hier Unterschiede zwischen den Schweißgütern ab, wonach SG2 weniger Karbide enthält. Diese Ausscheidungen, welche im Stande sind Versetzungsbewegungen aufzuhalten und Korngrenzen zu „pinnen“, wirken sich sehr günstig auf das Kriechverhalten aus. Ihr Einfluss auf die Bruchzähigkeit ist, wie aus den BM Versuchen zu sehen, nachteilhaft.

## 6. Modellbildung und Simulation

### 6.1 Mikrostruktursimulation

#### 6.1.1 Abschätzung des Gefüges

Ist die genaue chemische Zusammensetzung von Metallen bekannt, kann man durch empirische, semi-empirische und physikalische Zusammenhänge Rückschlüsse auf Gefüge und Umwandlungsverhalten von Metallen ziehen. Dies lässt sich fortführen bis hin zur Abschätzung von physikalischen Eigenschaften über kommerzielle Softwareprodukte wie beispielsweise J-MatPro. In den folgenden Unterkapiteln werden mögliche Vorhersagen, welche aufgrund der chemischen Zusammensetzung getätigt werden können beleuchtet.

##### 6.1.1.1 Schäfflerdiagramm

Aus der chemischen Analyse ist die Lage der Legierung im Schäfflerdiagramm berechenbar, was eine Abschätzung des zu erwartenden Gefüges ermöglicht.

Das Nickel-Äquivalent und das Chrom-Äquivalent geben Aufschluss über die möglichen Gefügeanteile. Nickel ist ein Austenitbildner, Chrom dagegen ein Ferritbildner. Trägt man das Nickel-Äquivalent über dem Chrom-Äquivalent in einem Diagramm nach Schäffler [21] auf, kann man die jeweils auftretenden Gefügeanteile an Martensit, Austenit und Ferrit ablesen. Modifizierte Diagramme [24] berücksichtigen auch Stickstoff. Da Stickstoff (N) ein stark Austenit stabilisierendes Legierungselement ist, geht es mit dem Faktor 30 in das Nickel-Äquivalent ein. Die Äquivalente für beide Schweißgüter und für den Grundwerkstoff wurden unter Berücksichtigung von Stickstoff in Tabelle 6-1 errechnet.

Tabelle 6-1: Errechnung der Chrom und Nickeläquivalente der Schweißgüter und des Grundwerkstoffes, nach [29].

CB2 Ti-FD 4956 u. 4957, Vgl. zu CB2 GW									
Berechnung :	Chrom-Äquivalent = %Cr + %Mo + 1,5 x %Si + 0,5 x %Nb + 2 x %Ti								
	Nickel-Äquivalent = %Ni + 30 x %C + 0,5 x %Mn + 30 x %N								
Werkstoff;	CB2 Ti-FD 4956			CB2 Ti-FD 4957			GW		
Besonderheiten	Verbrennungsanalyse und Funkenspektrometrie						Schmelzanalyse		
Zusammensetzung	Ist-Analyse	Bereich der Norm-Analyse SG		Ist-Analyse	Bereich der Norm-Analyse		Ist-Analyse	Bereich der Norm-Analyse GW	
	%	Min. %	Max. %	%	Min. %	Max. %	%	Min. %	Max. %
Kohlenstoff - C	0,141	0,090	0,120	0,106	0,090	0,120	0,140	0,120	0,140
Silizium - Si	0,160	0,000	0,300	0,210	0,000	0,300	0,260	0,200	0,300
Mangan - Mn	0,950	0,600	0,800	0,710	0,600	0,800	0,860	0,800	1,000
Chrom - Cr	8,730	8,300	9,200	8,510	8,300	9,200	9,520	9,000	10,000
Molybdän - Mo	1,450	0,950	1,050	1,440	0,950	1,050	1,490	1,400	1,600
Nickel - Ni	0,190	0,400	0,600	0,750	0,400	0,600	0,160	0,100	0,200
Niob - Nb	0,033	0,030	0,040	0,028	0,030	0,040	0,059	0,050	0,070
Titan - Ti	0,028	0,000	0,000	0,029	0,000	0,000	0,002	0,000	0,002
Stickstoff - N	0,020	0,030	0,040	0,019	0,030	0,040	0,027	0,015	0,030
Berechnete Äquivalente	Ist-Analyse SG1 4956	Bereich der Norm-Analyse SG		Ist-Analyse SG2 4957	Bereich der Norm-Analyse		Ist-Analyse GW	Bereich der Norm-Analyse GW	
		Min.	Max.		Min.	Max.		Min.	Max.
Nickel-Äquivalent	5,50	4,30	5,80	4,86	4,30	5,80	5,60	4,55	5,80
Chrom-Äquivalent	10,49	9,27	10,72	10,34	9,27	10,72	11,43	10,73	12,09

Vor allem für die schweißtechnische Verarbeitung von Stählen kann das Schöfflerdiagramm nützliche Gefügeinformationen liefern [29]. Schweißgut 1 mit dem niedrigeren Nickel Anteil (0,2%) hat ein höheres Nickel Äquivalent als Schweißgut 2 (0,75% Ni). Das kommt daher, dass der Kohlenstoffanteil bei SG1 um 0,04% höher ist als bei SG2, und Kohlenstoff mit einem Faktor 30 in die Berechnung des Nickel Äquivalents eingeht.

Aus der Lage der Chrom- und Nickeläquivalente im Schöfflerdiagramm kann man deren mögliche Gefügebestandteile ersehen. Die Bereiche der Normanalysen sind mit farbigen Rechtecken eingegrenzt, siehe Abbildung 6-1.

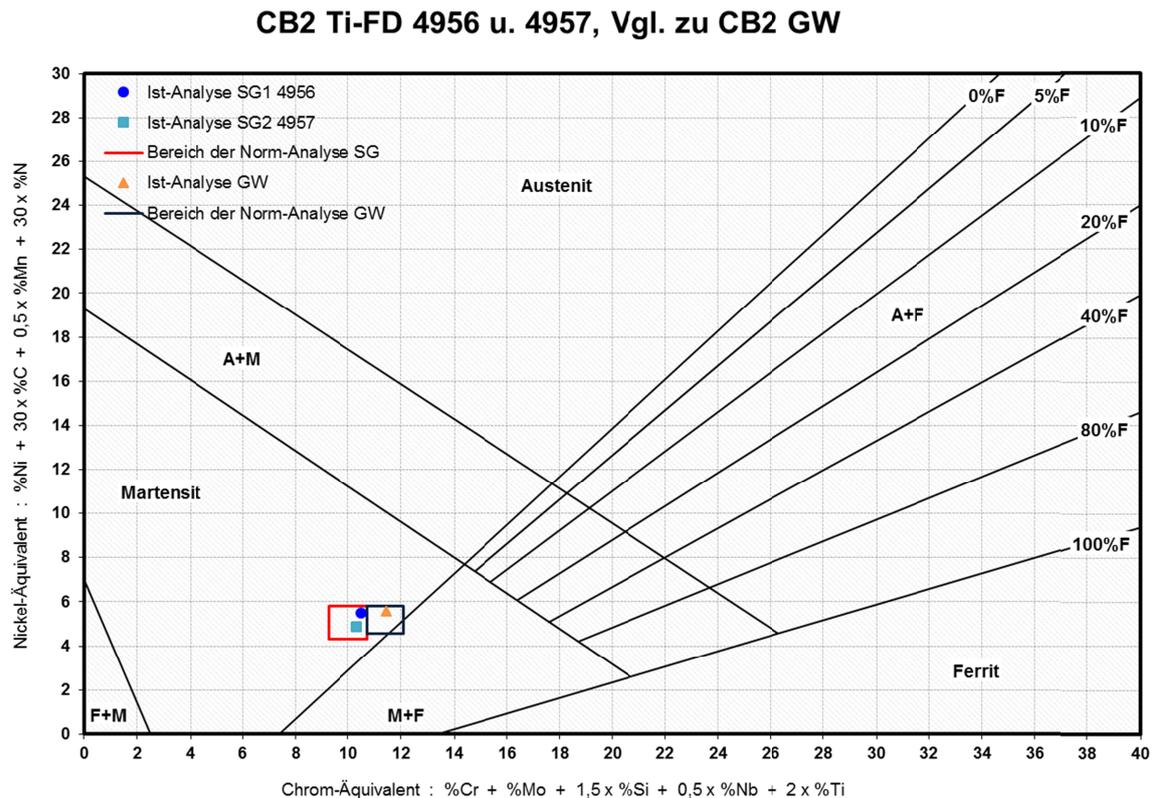


Abbildung 6-1: Mögliche Gefügebestandteile der Schweißgüter und des Grundwerkstoffes CB2, als Vorlage für Tabelle und Grafik diente Referenznummer [29].

### 6.1.2 Abschätzung von physikalischen Eigenschaften mittels J-MatPro®

Für dieses kommerzielle Produkt ist die chemische Analyse eines Materials wichtigster Eingabeparameter. Neben Umwandlungstemperaturen, Phasengleichgewichten und CCT (continuous cooling transformation) oder TTT (time temperature transformation) Diagrammen, können auch physikalische Eigenschaften abgeschätzt werden.

Verwendet wurde die Version J-MatPro3.0 [236]. Für die Schweißgüter 1 und 2 sind Datentabellen mit physikalischen Eigenschaften in Abhängigkeit von der Temperatur im Anhang D auf der Seite XXVII dargestellt. Gerechnet wurde im „General Steel“ Modus, Tabelle 27 und im „Stainless Steel“ Modus, Tabelle 28.

Die Unterschiede in den Eigenschaften zwischen den Schweißgütern sind in beiden Berechnungsmodi nicht gravierend. Dichte, Moduln und thermische Eigenschaften sind fast ident, auch die elektrischen Eigenschaften sind vergleichbar.

Die Phasenverteilungen sind unterschiedlicher als bei den Vergleichsberechnungen mit MatCalc, siehe folgendes Kapitel. So würde sich bei einer Zeitstandtemperatur von 620°C bei SG2 die Phase  $M_6C$  bilden, bei SG1 hingegen nicht. Der Phasenanteil von  $M_{23}C_6$  wäre bei SG1 wesentlich höher (3,08%) als bei SG2 (2,22%). Das System generiert Titanitrid, da in den Berechnungsroutinen dieser J-MatPro Version keine Oxide berücksichtigt werden können.

Da im „General Steel“ Modus keine Laves Phase berücksichtigt werden kann, wurde auch im „Stainless-Modus“ gerechnet. Vergleicht man nun die Dichte, die Moduln und den thermischen Expansionskoeffizienten, gibt es zwischen den Werten des „allgemeinen“ und des „rostfrei“ Berechnungsmodus kaum Unterschiede. Nur bei der thermischen Leitfähigkeit und den elektrischen Eigenschaften kommt es zu großen Abweichungen; so ist beispielsweise die thermische Leitfähigkeit bei Raumtemperatur in SG1 28,59 W/m<sup>2</sup>K im „stainless mode“ allerdings nur 22,73 W/m<sup>2</sup>K.

Durch die einfach zu bedienende Benutzeroberfläche ist es naheliegend, dass physikalische Daten für weiterführende Simulationen mit Forge, Deform oder Magma, über J-Mat-Pro ermittelt werden. Bei der Berechnung thermodynamischer Gleichgewichte und auch von CCT und TTT Diagrammen ist jedoch, wie bei jeder „Simulations-Black-Box“, Vorsicht angebracht. Es gibt bei dieser Software sehr wenig Entscheidungsspielraum, beispielsweise in der Auswahl der Phasen und in der Wahl der zu verwendenden Modelle. Die errechneten CCT und TTT Diagramme sind nicht sehr aussagekräftig, daher werden die Ergebnisse hier nicht weiter erläutert. Zusammenfassend wird festgestellt, dass in diesem Programm auf Berechnungsroutinen kaum Einfluss genommen werden kann. Es scheint für Gusswerkstoffe optimiert zu sein. Besonderheiten der Schweißgüter, wie sehr schnelles Aufheizen und Abkühlen oder Gefügeinhomogenitäten, können in der getesteten Version nicht berücksichtigt werden. Positiva sind die schnelle Abschätzung von physikalischen Eigenschaften und die Beachtung von Korngrößen in der Berechnung.

### 6.1.3 Gleichgewichtsrechnungen mittels MatCalc

Haupteingabeparameter für die Software MatCalc [5] ist ebenfalls die chemische Zusammensetzung des Stahles. Die Software MatCalc® (Materials Calculator) ist ein thermodynamisches Berechnungs- und Simulationsprogramm mit CALPHAD basierten Datenbanken. Begriffe sind in Kapitel 2.2.3. auf Seite 26 erklärt. Das Programm fußt auf den Grundgleichungen der Thermodynamik und der Energieerhaltungssätze. Dabei werden Gleichgewichtszustände simuliert, das heißt der Zeitfaktor wird außer Acht gelassen und es wird ein Zustand nach quasi „unendlichen Zeiten“ dargestellt.

Für die Gleichgewichtsberechnungen, sowie auch für die Scheil- und Kinetiksimulationen wurden die Datenbanken des MatCalc Teams in den aktuellen Versionen als mc\_fe.tdb und als mc\_fe.ddb verwendet [237].

In Abbildung 6-2 werden Gleichgewichtsrechnungen von Ausscheidungsphasen gezeigt, dabei werden der CB2 Grundwerkstoff und untersuchte Schweißgüter miteinander verglichen. Um das Verhalten der (relevanten) Ausscheidungsphasen im Gleichgewicht genauer studieren zu können, wurden Bereiche herausgezoomt und gegenübergestellt.

Die Skalierung der y-Achse erfolgte hier linear. In der linken Spalte sind Grundwerkstoff und beide Schweißgüter bis zu einem Bereich von etwas über 3% Phasenanteil dargestellt, in der rechten Spalte sind die Phasenanteile bis zu maximal 0,4% dargestellt, um auch die Phasen, die nur in sehr geringen Mengen vorkommen, genau vergleichen zu können.

Auffallend ist in der linken Spalte im SG2 der geringere Phasenanteil von  $M_{23}C_6$ . Die Laves-Phase ist in allen drei Werkstoffen vergleichbar, allerdings in SG1 etwas niedriger als in SG2 und GW. In der rechten Spalte sieht man, dass der Z-Phasenanteil im Grundwerkstoff im Vergleich zu den Schweißgütern höher ist. Die Anteile der Oxide und Sulfide sind, bedingt durch den etwas höheren S und O Anteil, bei den Schweißgütern geringfügig höher.

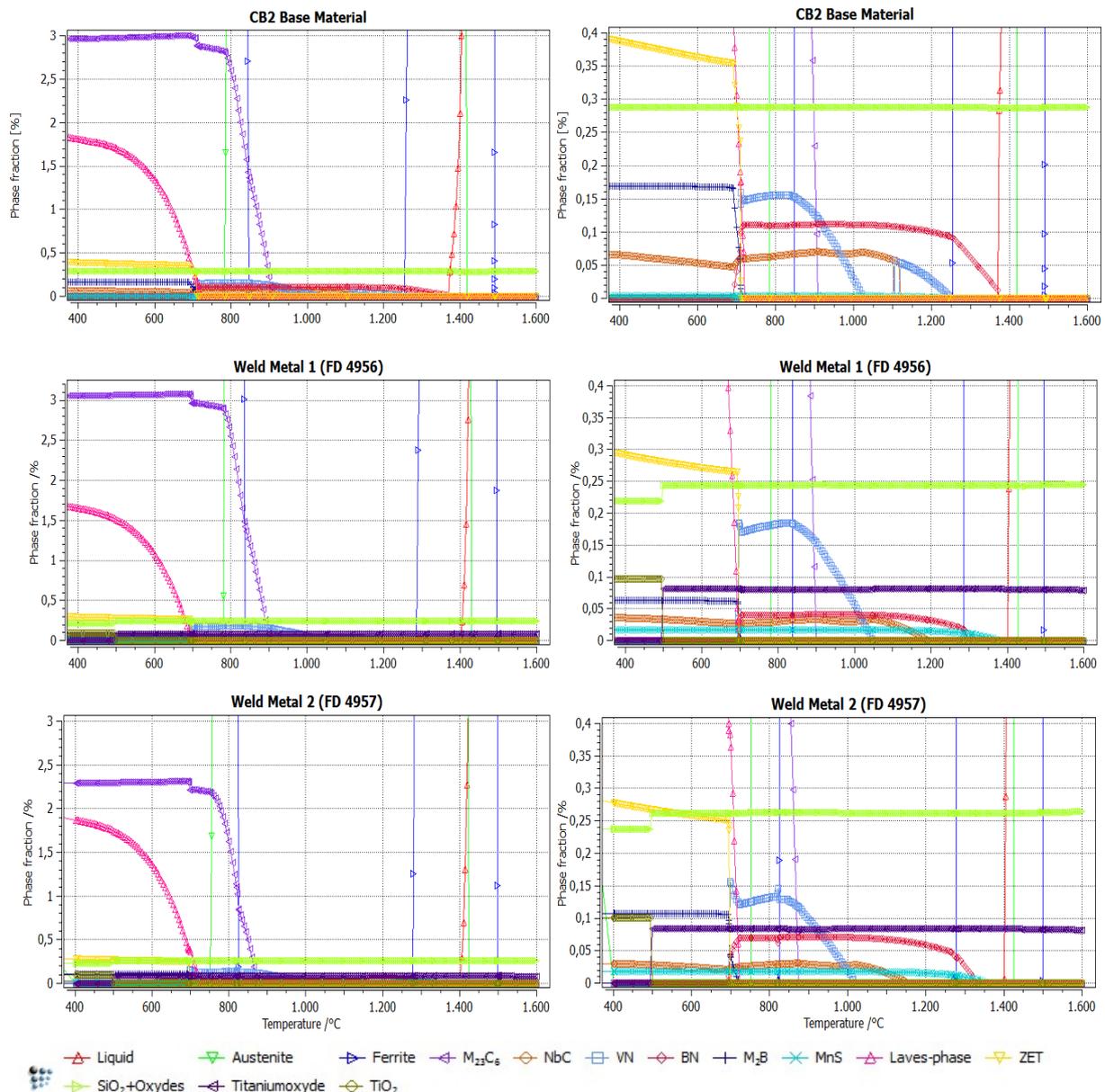


Abbildung 6-2: Vergleichsdarstellung Grundwerkstoff und Schweißgüter. Links bis zu einem Phasenanteil von 3%; rechts bis zu einem Phasenanteil von max. 0,4%. Erste Reihe Grundwerkstoff CB2; zweite Reihe SG1, dritte Reihe SG2.

Die Anteile der Bornitride (BN) und Boride ( $M_2B$ ) sind bedingt durch die niedrigeren Borgehalte in den Schweißgütern niedriger. Bornitride und MX-Teilchen scheiden sich zudem im Grundwerkstoff bei etwas höheren Temperaturen als in den Schweißgütern aus. Die MX Ausscheidungen in den Schweißgütern zeigen minimale Unterschiede, darauf wird jedoch im Kapitel zu den kinetischen Simulationen noch genauer eingegangen.

In Tabelle 6-2 sind die Phasenanteile der wichtigsten Phasen bei einer betriebsrelevanten Temperatur von 625°C von Grundwerkstoff und beiden Schweißgütern dargestellt.

Tabelle 6-2: Vergleich der Gleichgewichts-Phasenanteile von Grundwerkstoff und Schweißgütern bei 625°C

Phasenanteile [%] bei 625°C	Matrix (Ferrit)	$M_{23}C_6$	Laves	Z-Phase	Oxyde	$M_2B$	NbC	MnS
CB2	94,97	2,99	1,17	0,36	0,29	0,17	0,051	0,003
SG1	95,34	3,07	0,88	0,27	0,32	0,062	0,029	0,017
SG2	95,76	2,31	1,18	0,26	0,32	0,11	0,023	0,018

In den Gleichgewichtsphasen sind geringe Anteilsunterschiede feststellbar, bei  $M_{23}C_6$ , Laves und Z-Phase kommt es zu Abweichungen. Von den MX Phasen ist bei 625°C nur die NbC Phase stabil, da die VN Phase im Gleichgewicht zur Z-Phase umgewandelt wird. MnS kommt laut Rechnung nur in sehr kleinen Mengen vor.

In Tabelle 6-3 sind die Phasenanteile der Werkstoffe bei theoretischer Raumtemperatur im Vergleich dargestellt. In der Gleichgewichtsrechnung setzt man die unteren Temperaturgrenzen auf 400°C oder auf 300°C, darunter ändert sich in der Berechnung der Gibbschen Energien nichts mehr. Da unter 400°C die Diffusionsraten sehr klein werden und die Ergebnisse sich kaum mehr verändern, wird angenähert dass die chemischen Zusammensetzungen der Phasen bei Raumtemperatur identisch sind.

Tabelle 6-3: Vergleich der Gleichgewichts-Phasenanteile von Grundwerkstoff und Schweißgütern bei RT.

Phasenanteile [%] bei RT	Matrix (Ferrit)	$M_{23}C_6$	Laves	Z-Phase	Oxyde	$M_2B$	NbC	MnS
CB2	93,66	2,97	2,56	0,40	0,17	0,17	0,065	0,000
SG1	94,51	3,06	1,76	0,31	0,24	0,063	0,037	0,017
SG2	94,95	2,29	1,96	0,29	0,35	0,11	0,031	0,018

Es ist zu erkennen, dass im Vergleich zwischen 625°C und theoretischer Raumtemperatur kaum Unterschiede auftreten. Ausnahmen sind die Laves-Phasen und die Z-Phasen da verschieben sich die Phasenanteile bei niedrigerer Temperatur zu höheren Werten.

Auch die chemischen Zusammensetzungen der Phasen können errechnet werden. Sie bewegen sich für diese Legierungen in einem recht engen Streuband, wie für  $M_{23}C_6$  in Tabelle 6-4 exemplarisch dargestellt ist. Bei den anderen Ausscheidungsphasen liegen die Zusammensetzungen bei allen drei Werkstoffen ähnlich nahe beieinander. Sobald die Zusammensetzungen bei höheren Temperaturen betrachtet werden, sind veränderte Zusammensetzungen durch erhöhte Diffusion zu erwarten.

Tabelle 6-4: Durch MatCalc errechnete chem. Zusammensetzung von  $M_{23}C_6$ , Gleichgewicht bei RT.

$M_{23}C_6$ bei RT	Cr	C	Mo	Fe	Mn	Ni
CB2	67,76	20,69	8,41	3,03	0,1	0,006
SG1	67,34	20,69	9,09	2,71	0,16	0,006
SG2	67,57	20,69	8,85	2,73	0,13	0,02

### 6.1.4 Erstarrungssimulation

In Abbildung 6-3 ist die Erstarrungssimulation beider Schweißgüter im Vergleich dargestellt. Bei Grundwerkstoff und Schweißgütern erstarren als erstes die Matrixphasen  $\delta$ -Ferrit und Austenit aus der Flüssigphase.

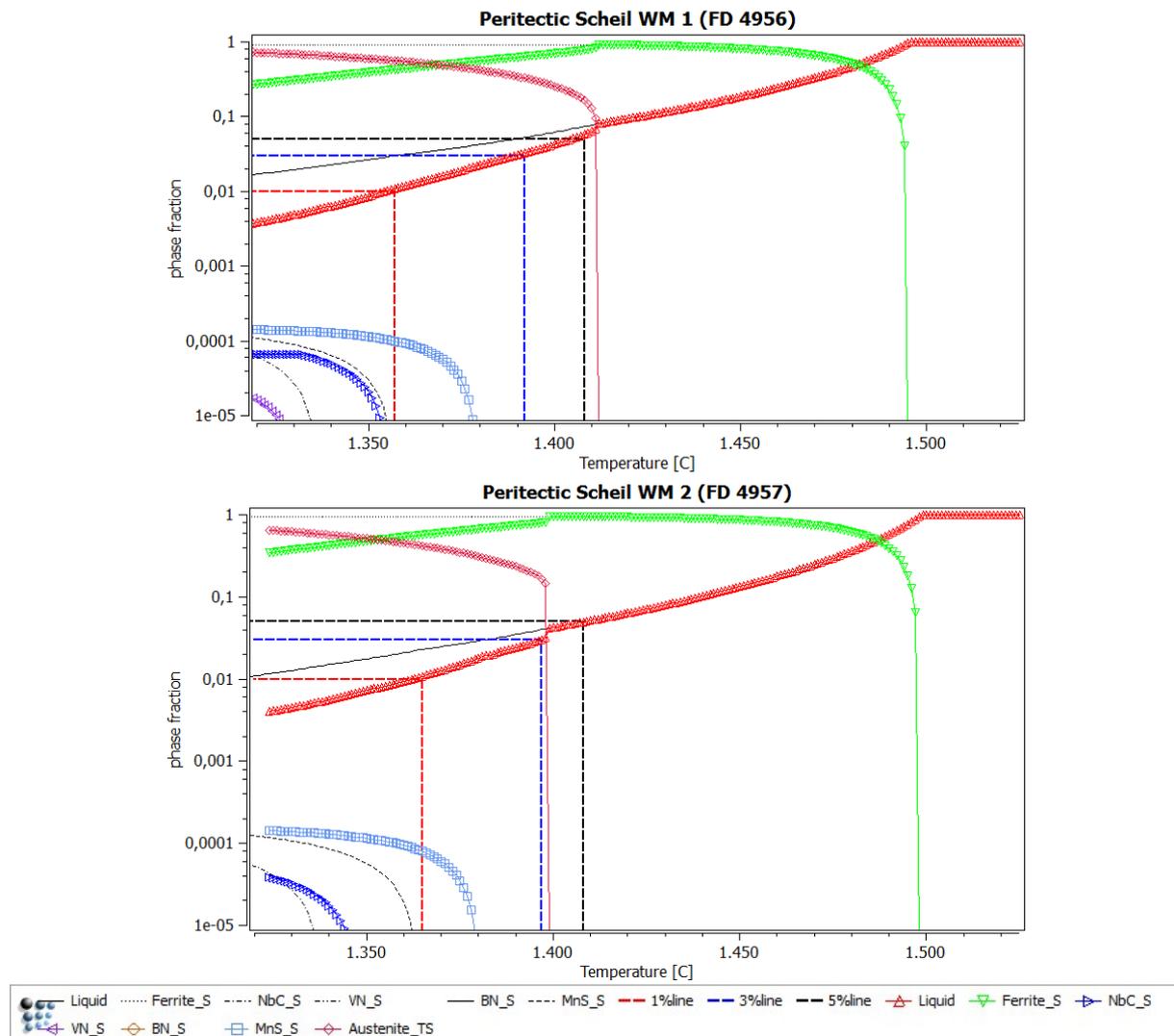


Abbildung 6-3: Scheil-Vergleichssimulation zwischen SG1 und SG2 (als WM1 und WM2) mit Berücksichtigung der peritektischen (solid-solid) Transformation und der Darstellung der transformierten Austenit-Matrixphase.

In den Simulationen für den Grundwerkstoff bildet sich als erste Ausscheidungsphase NbC etwas unter 1.350°C, bevor die 3% Restflüssigkeitsgrenze erreicht wird. BN und NbC (und in Spuren MnS) würden sich bei sehr langsamer Abkühlung (bis zur 1% Restflüssigkeitsgrenze) auch primär bilden. Eine Erklärung der Grundannahmen in der Erstarrungssimulation ist in 2.2.4. ab Seite 26 zu finden. Die Rückdiffusion der interstitiellen Elemente wurde berücksichtigt, ebenso die „solid-solid“ Transformation.

In beiden Schweißgütern kommen bis 3% Restschmelze keine primären Ausscheidungen zum Vorschein, das würde dafür sprechen, dass im Schweißprozess keine primären Ausscheidungen entstehen. Ausnahmen sind die Oxide, welche in der Scheilrechnung nicht berücksichtigt werden können und als Einschlüsse zu betrachten sind. Ein weiterer Sonderfall ist das Element Titan. Es kann angenommen werden, dass alles vorhandene Titan als Titanoxid gebunden ist. Wäre dies nicht der Fall, würden sich Restgehalte primär als (Ti,V)N, also als primäre MX Nitride ausscheiden. Titanitride wurden bei den Mikrostrukturuntersuchungen nicht gefunden.

### 6.1.5 Ausscheidungskinetik

Zur Simulation von Phasengleichgewichten werden thermodynamische Berechnungen eingesetzt. Zur Erstarrungssimulation wird das Scheil-Modell verwendet und zur Ausscheidungsrechnung werden weitere Modellansätze verwendet. Das Fundament auf dem das Simulationspaket aufbaut ist die Thermodynamik welche mit freien Gibbs Energien und chemischen Potentialen rechnet.

Bei Ausscheidungskinetikrechnungen spielt die Wärmebehandlung, mit den jeweiligen Temperaturen, Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeiten eine wichtige Rolle. Die Auswahl der entstehenden Phasen ist bei kinetischen Berechnungen selbst zu treffen. Mikrostrukturuntersuchungen, Literaturstudien und thermodynamische Gleichgewichtsberechnungen erleichtern die Phasenauswahl, oft bleiben dennoch Unsicherheiten in den Annahmen und kleine Änderungen haben große Auswirkungen auf die Ergebnisse. Auch die zur Simulation gewählten Modelle der Zeit- bzw. Temperaturabhängigkeit beeinflussen die Ergebnisse entscheidend. Somit relativiert sich der alleinige Einfluss der chemischen Analyse.

Für nachfolgende Berechnungen wurde die MatCalc Version im „prebeta release“ 5.61(rel0.069) verwendet. Als thermodynamische Datenbank wurde die mc\_fe\_v2.050.tdb und als Diffusionsdatenbank wurde die mc\_fe\_v2.006.ddb genützt.

Die Temperaturführung für beide Schweißgüter ist in Abbildung 6-4 dargestellt. Wenn das Schweißgut simuliert wird kann nicht von Raumtemperatur als Startpunkt (wie beim Grundwerkstoff) ausgegangen werden, sondern von einer Temperatur über der Schmelze – hier wurde der Startpunkt bei 1600°C gesetzt. Die Spitzentemperaturen der Mehrlagenschweißung wurden mit 1300, 1000 und 700°C festgelegt. Die Schweißung wurde mit einer  $t_{8/5}$  Zeit von 20s und einer Zwischenlagentemperatur von 260°C simuliert. Sie wurde mit einer „Soaking-Behandlung“ von 4 h bei 250°C ergänzt. Die Wärmebehandlungen wurden analog zu den real durchgeführten gerechnet. Die Betriebstemperatur wurde mit 625°C für 100.000 h simuliert.

Die Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeiten wurden bei allen im Ofen durchgeführten Prozessen auf 80°C/h beim Aufheizen und auf 100°C/h beim Abkühlen eingestellt. Die Aufheiztemperatur wurde beim Schweißen auf 1000K/s und ab Phasenumwandlung auf 800K/s gesetzt.

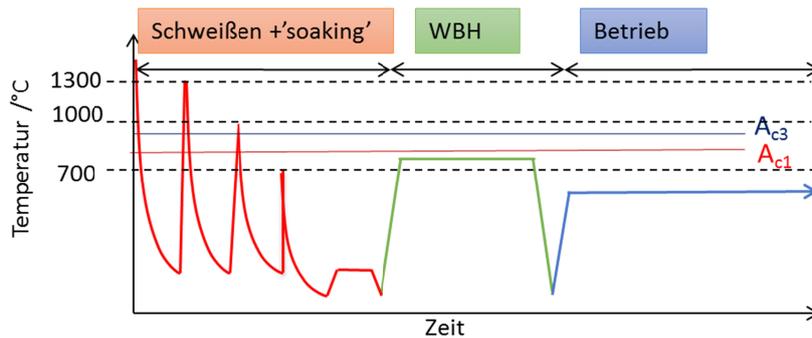


Abbildung 6-4: Temperaturführung der Ausscheidungssimulation für beide Schweißgüter.

Im Script zur Simulation, das sich im Anhang E, ab Seite XXVIII befindet, wurden die einzelnen Phasen möglichst an bekannte Mechanismen der Phasenbildung angepasst. So wurde für die Laves-Phase an den Korngrenzen beispielsweise ein anderes Verteilungsmodell gewählt als für die Karbide an den Korngrenzen. Die „frühen Karbide“ wurden an den Subkorngrenzenkanten nukliert. Um das Verhalten der MX Ausscheidungen besser abzubilden und insgesamt die Triebkraft zur Karbidbildung, und die daraus resultierende zu starke Vergrößerung zu Beginn der Betriebssimulation, etwas zu reduzieren, wurden die Versetzungsdichten für Austenit auf  $1 \cdot 10^{11}$   $1/m^2$  und für Martensit auf  $1 \cdot 10^{14}$   $1/m^2$  festgelegt. Eine Entwicklung der Versetzungsdichte wurde in den Simulationen nicht berücksichtigt – angenommene Werte entsprachen dem vermuteten „Versetzungsdichte Endwert“ nach langer Betriebszeit. Für weitere Berechnungen können alle Parameter der Temperaturführung in den bestehenden Simulationsskripten verändert werden, um damit eventuelle Auswirkungen auf die Ausscheidungskinetik zu beobachten.

Durchgeführt und verglichen wurde dies bei den untersuchten Wärmebehandlungen. Die Ausscheidungssimulationen wurden zuerst mit der langen WBH\_L ( $730^\circ\text{C}$ , 24h) durchgeführt, danach wurden die Graphen im Simulationsprogramm „eingefroren“. Die Ausscheidungssimulation mittels Script wurde mit der kurzen WBH\_S ( $730^\circ\text{C}$ , 8h) noch einmal durchgeführt, durch das „Einfrieren“ der ersten Ergebnisse im Plot war eine überlagerte Darstellung möglich.

### 6.1.5.1 Phasenanteile

Abbildung 6-5 zeigt zwei Vergleiche von simulierten Ausscheidungsphasenanteilen, oben von Schweißgut 1 und unten von Schweißgut 2. Die durchgezogenen Linien zeigen die Simulationsergebnisse bei langer Wärmebehandlung (24h), die strichlierten Linien zeigen die Ergebnisse bei kurzer WBH (8h). Die gemessenen Phasenanteile sind eingefügt, die Abkürzung „Exp“ in der Legende bezeichnet die experimentell, mittels TEM gemessenen Ausscheidungen. Die simulierte Phase MX bezeichnet die Mischphase Nb,V(C,N) wobei M für das Metallatom (hier Nb oder V) und X für das interstitielle Atom (hier C oder V) steht. Diese Beschreibung wurde nicht auf NbC und VN abgeändert damit der Mischcharakter dieser Phase klar ersichtlich bleibt.

Da zur Vergleichbarkeit der experimentellen Daten mit den Gleichgewichtsrechnungen eine Unterscheidung getroffen werden muss, wurde die Mischphase mithilfe ihres Nukleationsortes bzw. –zeitpunktes unterschieden. MX(aust) nukliert in der definierten Ausscheidungsdomäne Austenit, diese Phase entspricht den NbC Ausscheidungen. Die simulierte Phase MX(mart) nukliert in der Ausscheidungsdomäne Martensit, diese Phase entspricht den VN Ausscheidungen.

In Schweißgut 1 sind drei Messzeitpunkte (Exp.-Daten zu drei verschiedenen Zeiten) eingetragen. Gemäß TEM Untersuchungen welche im as welded, im wärmebehandelten Zustand (730°C/24h) und nach 6500 h bei 625°C im Kriechofen durchgeführt wurden. Von Schweißgut 2 wurde nur der Zustand nach etwa 6500 h im Kriechofen betrachtet. Die Zeitachse (x-Achse) ist logarithmisch dargestellt.

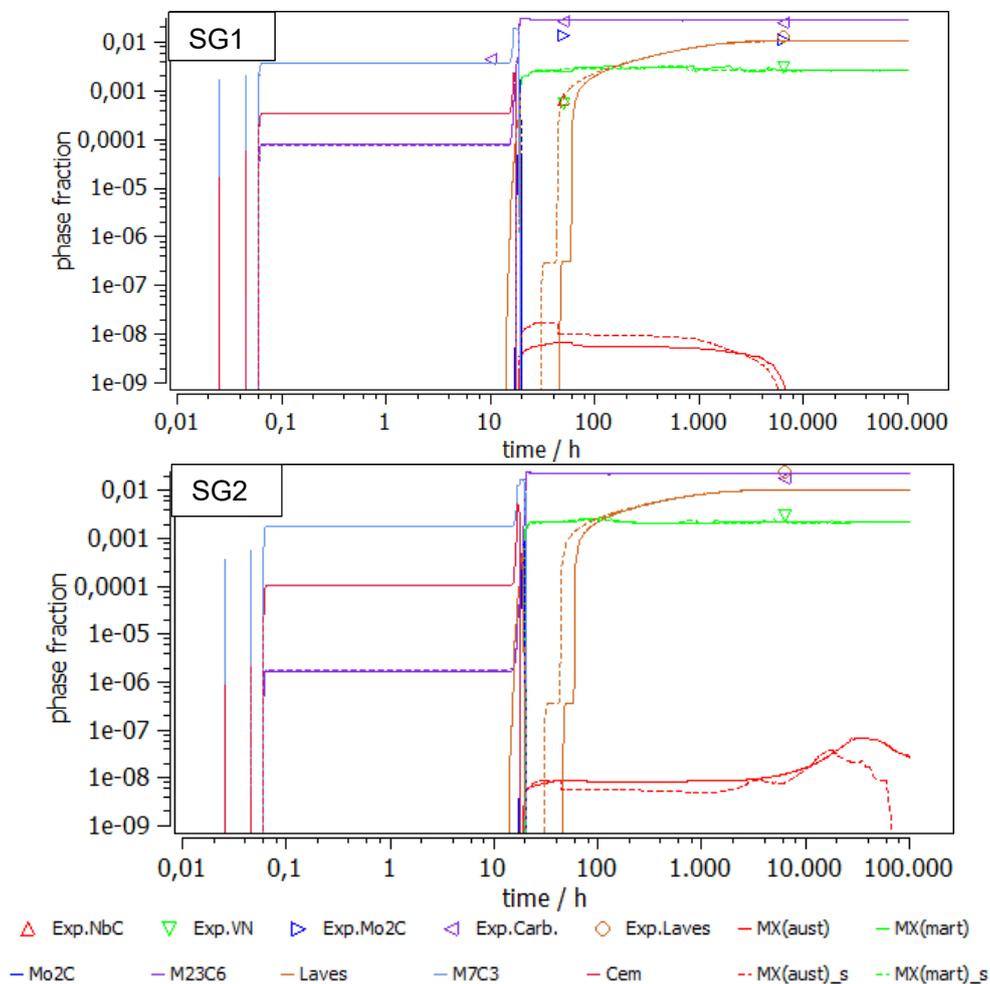


Abbildung 6-5: Phasenanteile der einzelnen Ausscheidungen im Vergleich mit gemessenen Anteilen (Exp.), WBH\_L (durchgezogen) versus WBH\_S (strichliert); (oben) SG1; (unten) SG2; MX(aust) entspricht den NbC Ausscheidungen und MX(mart) den VN Ausscheidungen.

Die Dauer der WBH hat hier keinen Einfluss auf die Langzeitentwicklung der Phasenanteile der vorkommenden Ausscheidungen. Ausgenommen davon sind die simulierten MX(aust), welche den NbC-Ausscheidungen entsprechen. Sie kommen lt. Simulation in einer Größenordnung <1 ppm vor, sind also de facto nicht vorhanden. Auch in den untersuchten Zeitstandproben wurden keine NbC Ausscheidungen gefunden.

### 6.1.5.2 Radian

Bei Radian und Teilchendichten hat die Dauer der WBH kaum einen Einfluss auf die Langzeitentwicklung der Ausscheidungen. Ausnahme sind hier die MX Ausscheidungen in SG2, hier ist ein etwas größerer Radius der VN bei kurzer WBH am Ende der Laufzeit zu erwarten.

In Abbildung 6-6 sind die durchschnittlichen Radien der gemessenen und der simulierten Ausscheidungen in Schweißgut 1 und 2 einander gegenübergestellt. Die durchgezogenen Linien zeigen wiederum die Simulationsergebnisse bei langer Wärmebehandlung (24h), die strichlierten Linien zeigen die Ergebnisse bei kurzer WBH (8h). Die gestrichelten Linien zeigen die Ergebnisse bei kurzer WBH (8h).

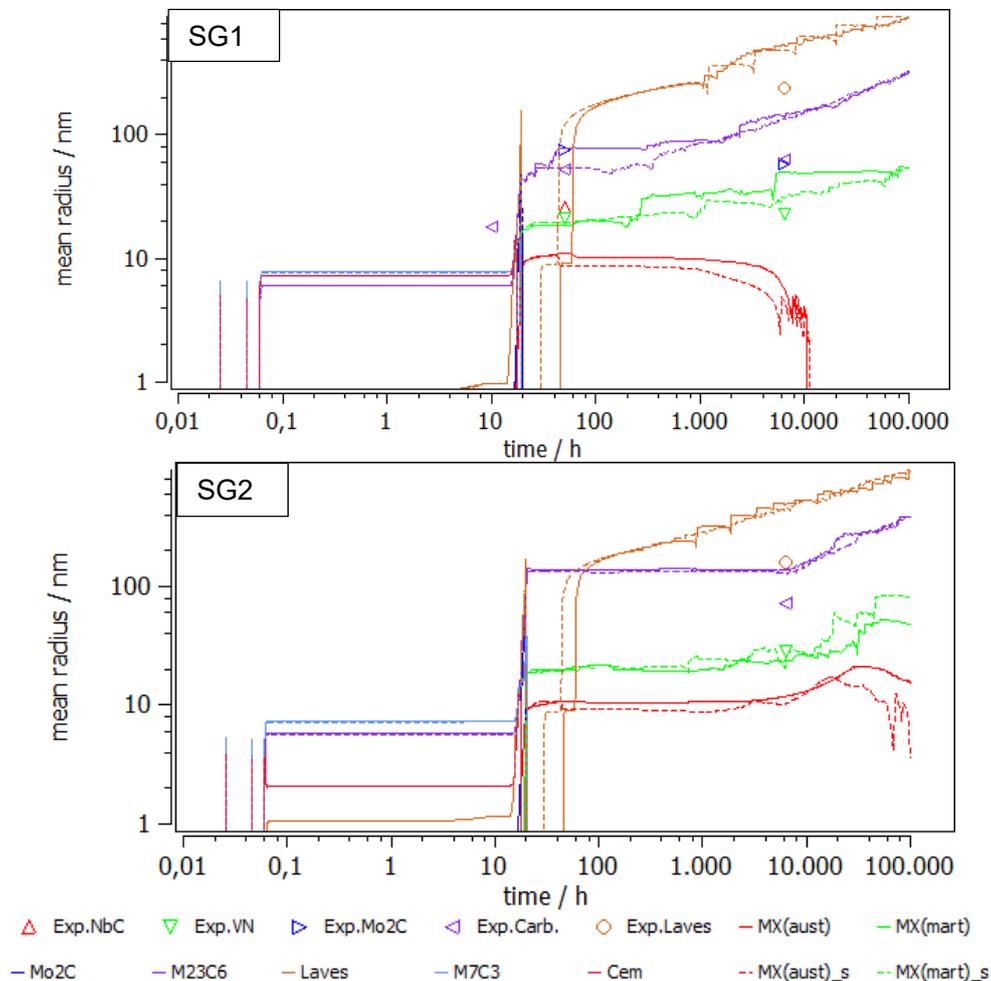


Abbildung 6-6: Durchschnittliche Radien der einzelnen Ausscheidungen im Vergleich mit gemessenen Anteilen (Exp.); (oben) SG1; (unten) SG2. Strichlierte Linien WBH\_S, durchgezogene Linien WBH\_L. MX(aust) entspricht den NbC Ausscheidungen und MX(mart) den VN Ausscheidungen.

Die Lavesphase vergrößert am stärksten und ist auch in der Simulation bei beiden Schweißgütern die größte Ausscheidung. Die Vergrößerung ist relativ unabhängig von der Dauer der WBH, die Entwicklung in den beiden Schweißgütern ist fast ident. Weil bei den Messwerten aufgrund der direkten Darstellbarkeit in MatCalc Mittelwerte gebildet wurden, sind die statistischen Schwankungen zwischen den einzelnen Messungen nicht sichtbar. Die teils stufenförmige Entwicklung ist ein Stabilitätsproblem im Simulationsalgorithmus und hat keine praktische Relevanz.

Chromkarbide ( $M_{23}C_6$ ) vergrößern in der Simulation in den ersten 10.000 h trotz Anpassungen der Nukleationsorte relativ stark. Bei langer WBH im SG1 wachsen sie zu Beginn etwas stärker als bei kurzer WBH, diese Entwicklung gleicht sich aber bis Ende der Laufzeit wieder aus.

In SG2 vergrößern die  $M_{23}C_6$  zu Beginn der Zeitstandbelastung stärker, bleiben bis 10.000 h stabil, danach verläuft die Entwicklung annähernd parallel zu SG1. Die Entwicklung der ersten 10.000 h entspricht den qualitativen Beobachtungen in den FEG-SEM Untersuchungen, das heißt, dass bei etwa 6.500h Betrieb die Karbide in SG2 noch kleiner als die in SG1 sind. Am Ende der Laufzeit nach 100.000h werden die  $M_{23}C_6$  in SG2 etwas größer.

MX(mart) Ausscheidungen (überwiegend Vanadiumnitride) verhalten sich in der Simulation je nach WBH und Schweißgut etwas unterschiedlich. Hier würde in SG1 die lange WBH in den ersten paar tausend Stunden eine ungünstigere Entwicklung, mit etwas größeren Partikeln einleiten. Bis Ende der Laufzeit ist die Entwicklung bei beiden WBH's wieder ausgeglichen. Bei SG2 vergrößern ab etwa 10.000h die MX bei kurzer WBH etwas stärker als bei langer WBH.

### 6.1.5.3 Teilchendichten

Abbildung 6-7 stellt die Teilchendichten beider Schweißgüter bei beiden Wärmebehandlungen gegenüber. Wiederum werden gemessene und simulierte Ausscheidungsanteile verglichen.

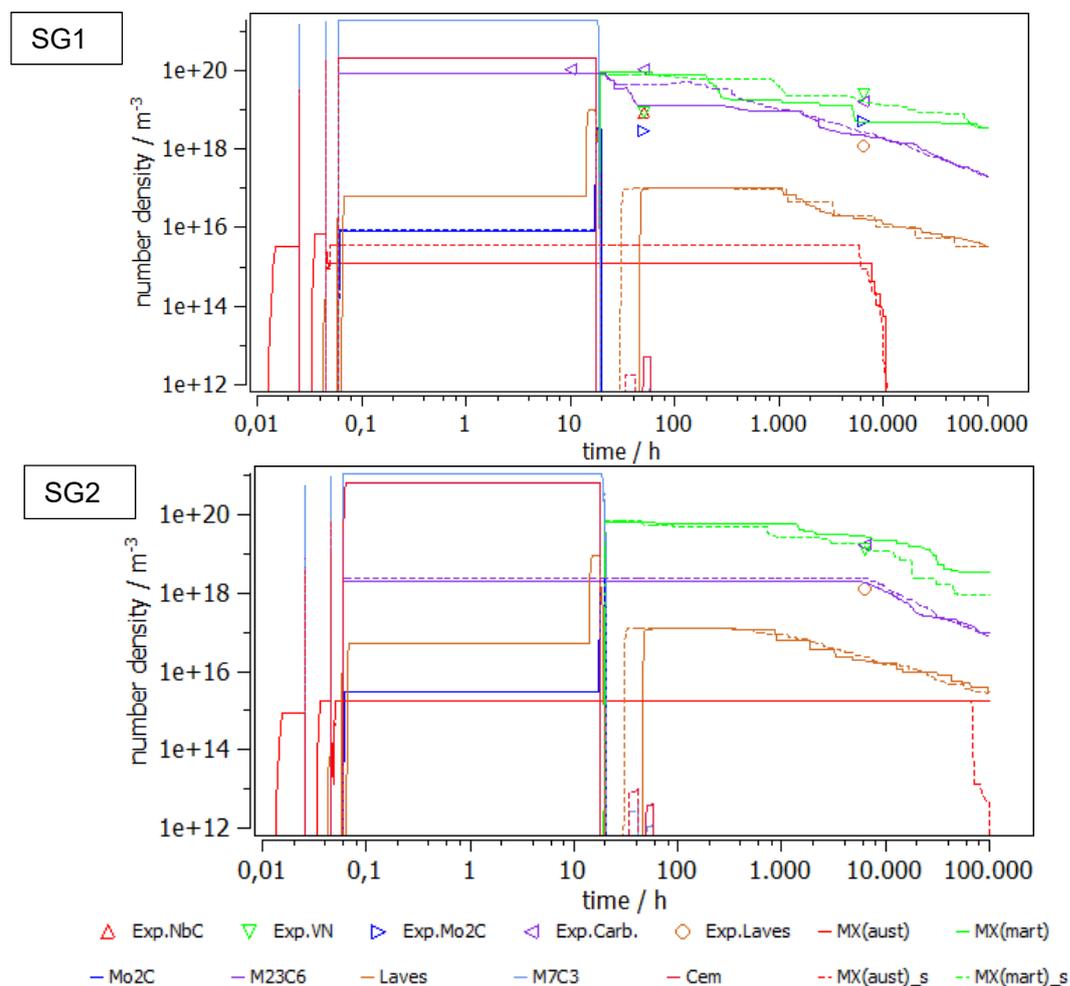


Abbildung 6-7: Teilchendichten der einzelnen Ausscheidungen im Vergleich mit gemessenen Anteilen (Exp.); (oben) SG1; (unten) SG2. Strichlierte Linien WBH\_S, durchgezogene Linien WBH\_L. MX(aust) entspricht den NbC Ausscheidungen und MX(mart) den VN Ausscheidungen.

Die simulierte Entwicklung verläuft bei der Teilchendichte umgekehrt zum Radius. Mit zunehmender Alterung werden die Ausscheidungen auf eine Volumseinheit bezogen weniger, weil sie größer werden. An dieser Stelle sei erwähnt, dass der Parameter Teilchendichte im Vergleich zu Phasenanteil oder Radius am ungenauesten über 2D Betrachtungen bestimmt werden kann.

Analog zu den Radien hat die Dauer der WBH kaum einen Einfluss auf die Entwicklung der Teilchendichten von  $M_{23}C_6$  und Laves-Phase. Ein kleiner Einfluss auf die Entwicklung der MX Ausscheidungen ist wie bei den durchschnittlichen Ausscheidungsradien vorhanden. Hier ist bei SG1 eine kurze WBH bis etwa 80.000h vorteilhafter, danach wären die MX der langen WBH stabiler. Bei SG2 ist die Mikrostrukturentwicklung, nach anfänglich gleicher Entwicklung, nach langer WBH ein wenig stabiler.

#### 6.1.5.4 Vergleich simulierte mit gemessenen Ausscheidungen

Sowohl bei den MatCalc Simulationen als auch bei den Messungen sind in SG1 deutlich mehr Chromkarbide als in SG2 vorhanden. Die simulierten Radien und Teilchendichten sind ebenfalls bei SG1 höher als bei SG2. Bei den gemessenen Radien und Teilchendichten sind SG1 und SG2 nahe beieinander. Zwischen errechneten und gemessenen Werten kommt es zu relativen Abweichungen. Dies lässt darauf schließen, dass für Chromkarbide noch ein Optimierungspotential bezüglich der verwendeten Modelle (Nukleationsort und/oder Vergrößerung) besteht.

Tabelle 6-5: Vergleich der TEM-Messergebnisse und der MatCalc Simulationen von den Zeitstandproben (6500h bei 625°C ausgelagert) beider Schweißgüter.

SG1	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius	SG2	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius
	[wt. %]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]		[wt. %]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
<i>Cr-karbide Messung</i>	2,54	1,59E+19	63,3	<i>Cr-karbide Messung</i>	1,80	1,63E+19	72,0
$M_{23}C_6$ MatCalc	2,91	2,60E+18	136,4	$M_{23}C_6$ MatCalc	2,35	2,37E+18	127,8
<i>VN Messung</i>	0,30	2,43E+19	23,1	<i>VN Messung</i>	0,30	1,29E+19	28,3
VN MatCalc	0,26	1,60E+19	31,3	VN MatCalc	0,22	1,37E+19	26,9
<i>Laves Messung</i>	1,28	1,21E+18	237,8	<i>Laves Messung</i>	2,47	1,26E+18	159,7
Laves MatCalc	1,04	2,04E+16	481,5	Laves MatCalc	1,04	2,32E+16	454,5
<i>M<sub>2</sub>X Messung</i>	1,10	5,35E+18	58,4				
$M_2X$ MatCalc	0,00	0,00E+00	0,0				

Die gemessenen Phasenanteile der MX-Ausscheidungen sind bei beiden Schweißgütern ident und bei simulierten Anteilen nahe beieinander. Teilchendichten sind bei SG1 simuliert und gemessen höher als bei SG2. Bei gemessenen Radien sind die von SG1 minimal kleiner

Der gemessene Anteil der Laves-Phase ist in SG2 wesentlich höher als in SG1. Die simulierten Anteile sind bei beiden Schweißgütern ident. Die Teilchendichte ist bei beiden Schweißgütern vergleichbar, jedoch ist die Laves-Phase in Schweißgut 1 größer. Dieser größere Radius ist vor allem durch die Auswertungen aus Serie 5 begründbar, wo ein einzelnes Laves-Teilchen etwa 470 nm groß ist.

## 6.2 Festigkeit

In der Dissertation Holzer [102], wird die 0,2% Dehngrenze eines kriechfesten Chromstahles mithilfe von MatCalc ermittelt. In abgewandelter Form kann dieses Konzept auch auf die simulierten Schweißgüter angewendet werden. Da alle verwendeten und errechneten Variablen in MatCalc auch als Funktionsplots ausgegeben werden können ist ein schneller Überblick über die Entwicklung ermittelter Größen möglich.

Auch eine Abschätzung der Kriechfestigkeit über das Back-Stress Konzept [18] ist möglich. Basis dafür sind die Ausscheidungssimulationen, da vor allem die Ausscheidungsverfestigung für die Kriechfestigkeit eine große Rolle spielt. Ausscheidungen hindern Versetzungen und Subkorngrenzen an der Bewegung, somit wird im Material plastische Deformation während dem Kriechen verhindert. Außerdem werden durch kleine Ausscheidungen Korngrenzen und Subkorngrenzen ‚gepinnt‘ und eine vorteilhafte Mikrostruktur bleibt während des Kriechens länger bestehen.

### 6.2.1 Dehngrenze

Die 0,2% Dehngrenze wird mittels Überlagerung der einzelnen Verfestigungsanteile ermittelt. Diese werden im Programm MatCalc mit der Ausscheidungssimulation mitberechnet. Die einzelnen Beiträge zur Festigkeit können einzeln und als Summenparameter ausgegeben werden. Diese Beiträge hängen auch von der Definition der Ausscheidungsdomänen (Austenit und Martensit) ab. In Tabelle 6-6 sind die Parameter zusammenfassend dargestellt.

Tabelle 6-6: Verwendete Parameter zur Definition der Ausscheidungsdomänen in den MatCalc Simulationen

Domäne	Austenit	Martensit	
		SG1	SG2
Korngröße	100 $\mu\text{m}$	50 $\mu\text{m}$	40 $\mu\text{m}$
Subkorngröße (Martensitlatten)	-	0,5 $\mu\text{m}$ +(Längenfaktor: 50)	
Versetzungsdichte	1e11 $\text{m}^{-2}$	1e14 $\text{m}^{-2}$	

In Abbildung 6 8 werden die errechneten Dehngrenzen von SG1 und SG2 einander gegenübergestellt. Im oberen Bild ist die Temperaturführung dargestellt, die Festigkeitssimulationen von SG1 und SG2 sind darunter. Die Zeitachse ist in logarithmischer Skala aufgetragen. Die Festigkeitswerte ergeben sich in Abhängigkeit von der Temperaturführung. Rote, strichlierte Linien, welche ins Gesamtbild eingefügt wurden, stellen je das Ende des Schweißvorganges und das Ende der Wärmebehandlung dar. Auch bei den realen Schweißungen wurden die Festigkeiten „as welded“ und „nach Wärmebehandlung“ ermittelt.

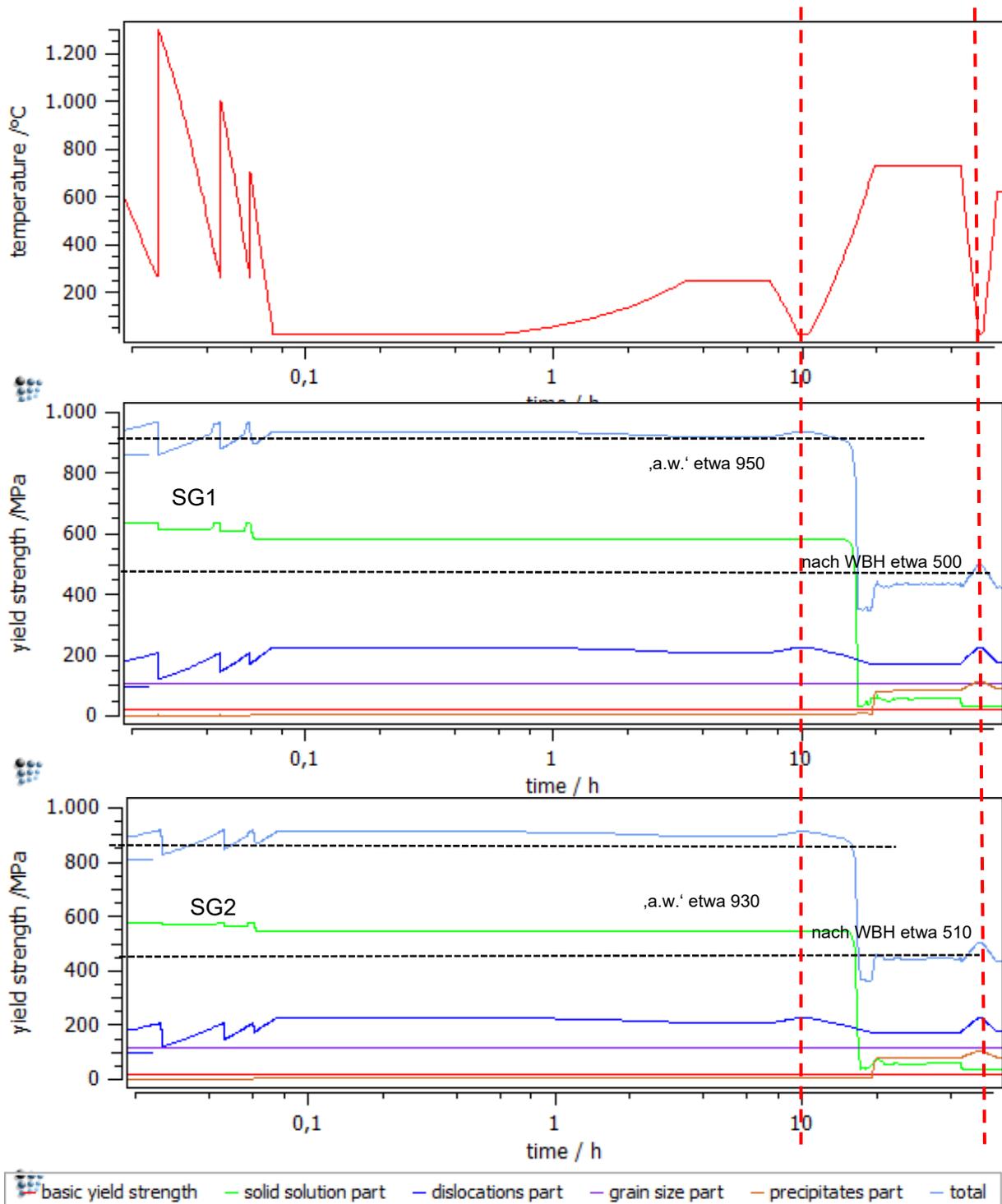


Abbildung 6-8: Gegenüberstellung der errechneten Dehngrenzen von SG1 und SG2; ‚a.w.‘ bedeutet as welded.

Die ermittelten Werte werden in Tabelle 6 7 mit den bei Raumtemperatur aus den Zugversuchen ermittelten Dehngrenzen gegenübergestellt. Vergleichsweise wurde auch die Dehngrenze für die kurze Wärmebehandlung ermittelt. Es wurden bei den Simulationen dieselben Kurvenverläufe und Werte erzielt.

Tabelle 6-7: Vergleich der Dehngrenzen von SG1 und SG2 im ‚as welded‘ Zustand und nach WBH. Gegenüberstellung der Werte aus den Zugversuchen und aus den MatCalc Simulationen.

Dehngrenze	‚as welded‘		Nach WBH_L	
	SG1	SG2	SG1	SG2
Zugversuch	950	962	578	617
MatCalc	950	930	500	510

Die aufsummierten gerundeten Werte beider Schweißgüter im Zustand „as welded“ (a.w.) und nach WBH 730°C/24 h wurden eingefügt, diese gelten jeweils bei Raumtemperatur. Die errechneten Dehngrenzen Werte für SG2 sind im „as welded“ Zustand etwas geringer und nach WBH etwas höher als für SG1. Die Gesamtwerte (total) setzen sich aus folgenden Anteilen zusammen.

- Basiswert für bcc\_Struktur (basic yield strength),
- Mischkristallverfestigung (solid solution part),
- Kaltverfestigung (dislocations part),
- Korngrenzenverfestigung (grain size part) und
- Ausscheidungsverfestigung (precipitates part)

Die errechneten Werte im „as welded“ Zustand stimmen der Größenordnung nach gut mit jenen aus den Zugversuchen überein. Tendenziell wird hier jedoch eine niedrigere Dehngrenze für SG2 errechnet, was bei den durchgeführten Zugversuchen nicht bestätigt wurde. Nach langer WBH waren die gemessenen Dehngrenzen bei SG2 höher als bei SG1 und auch in der Simulation wird diese Tendenz wiedergegeben. Größenordnungsmäßig gibt es eine Übereinstimmung, und die Tendenz, dass für SG2 höhere Dehngrenzen resultieren, stimmt auch.

Die Festigkeitswerte nach WBH werden in diesen Simulationen deutlich zu niedrig errechnet, vielleicht auch, weil einzelne Festigkeitsparameter noch unter- oder überschätzt werden. Was nicht berücksichtigt werden kann ist die Gefügestruktur, wie beispielsweise die Kornorientierung. Korngröße und Versetzungsdichte werden in diesen Berechnungen nur als Konstanten geführt, für Austenit und Martensit werden aber unterschiedliche Werte verwendet, siehe Tabelle 6-6.

## 6.2.2 Zeitstandfestigkeit

Mit dem Back-Stress Konzept wird errechnet, wie eine äußere Belastung mit der Mikrostruktur interagiert, dabei sind vor allem Ausscheidungen und Grenzflächen eines Materials von Bedeutung. Selbst wenn die Ausscheidungssimulation läuft und nachvollziehbare Ergebnisse bringt, können Festigkeitsparameter zum Teil nicht wiedergegeben werden. Hierbei muss eingeräumt werden dass sich die recht komplexe numerische Festigkeitssimulation von MatCalc im Entwicklungsstadium befindet.

In Abbildung 6-9 sind die zwei Einzelkomponenten des Back-Stress in getätigten Simulationen dargestellt. Der Beitrag der VN (MX) Ausscheidungen ist hier nach ersten Abschätzungen, zu niedrig. Der Beitrag der Laves-Phase zeigt bis etwa 1000 h einen starken Anstieg und danach einen Abfall des Back-Stress.

Die numerischen Diskontinuitäten im Graphen entwickeln sich ähnlich wie in den Radien und Teilchendichten der Ausscheidungssimulationen, siehe Abbildung 6-6 und Abbildung 6-7.

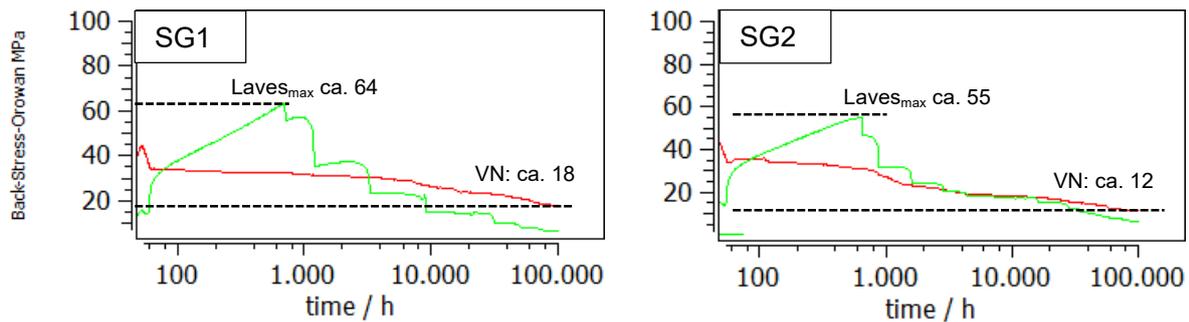


Abbildung 6-9: Gegenüberstellung der errechneten Back-Stress Entwicklungen zweier Ausscheidungsphasen von SG1 und SG2 im Betrieb.

Der Anteil der MX-Ausscheidungen am Back-Stress ist in SG1 höher und fällt weniger ab (auf etwa 18 MPa nach 100.000h) als in SG2 (auf etwa 12 MPa nach 100.000 h). Dafür bleibt in SG2 der Festigkeitsbeitrag der Laves Phase etwas stabiler. Um die Anteile am Back-Stress von den Karbiden zu ermitteln, müssen die Festigkeitsparameter in der Simulation nochmals überarbeitet werden. Ein Auftreten der Z-Phase ist im CB2 Stahl bisher nicht dokumentiert. Es fehlen noch geeignete Modelle zur Entstehungssimulation dieses thermodynamisch stabilen CrV Nitrids. Aus diesen Gründen wird von einer Berücksichtigung dieser Phase auch bei den Festigkeitssimulationen abgesehen.

Sofern sich die getätigten Back-Stress Auswertungen für eine Beurteilung der beiden Schweißgüter heranziehen lassen, würde man dem Schweißgut 1 ein vorteilhafteres Zeitstandverhalten vorhersagen als SG2, weil die VN-Ausscheidungen in diesem Material stabiler bleiben. Bei den bisher durchgeführten Kriechversuchen wurde dieses Ergebnis bestätigt.

### 6.3 Zähigkeit

Die Modellbildung zur mechanisch-technologischen Materialeigenschaft der Zähigkeit wurde nur im Ansatz durchgeführt. Gefundene Modellierungsansätze sind daher im Ausblick genauer erläutert.

## 7. Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden Mehrlagen-Schweißgüter aus rutiltem CB2-Fülldraht ausführlich untersucht. Zwei Legierungsvariationen mit nominal 0,2 und 0,7% Nickelgehalt wurden betrachtet, und zwei verschiedene Wärmebehandlungszeiten bei 730°C nach dem Schweißen, mit einer „kurzen“ Dauer von 8 Stunden und einer „langen“ Dauer von 24 Stunden, wurden einander gegenübergestellt.

Folgende Fragestellungen stellten sich zu Beginn der Arbeit

- 1) Inwiefern wird die Mikrostruktur von einer optimierten, chemischen Zusammensetzung (Nickelgehalt) und von der Wärmebehandlung beeinflusst?
- 2) Wie verändern sich die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit von optimierter, chemischer Zusammensetzung (Nickelgehalt) und Wärmebehandlung?
- 3) Welcher Zusammenhang zwischen Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften ist aus den Untersuchungen und Simulationen ableitbar?

Diese Fragen werden im Folgenden in den Kapiteln 7.1 bis 7.3 erläutert

### 7.1 Mikrostruktur in Abhängigkeit von Nickelgehalt und Wärmebehandlung

Bei lichtmikroskopischen Untersuchungen waren zwischen SG1 (0,2% Ni) und SG2 (0,7% Ni) bei ersten Bildern keine Unterschiede feststellbar. Die Dendriten waren in Ausprägung und Größe vergleichbar, auch in den umgekörrnten Zonen war der Gefügehäbitus gleich. Erst bei Vermessung der Korngrößen waren systematische, kleine Unterschiede zu erkennen. Bei SG1 stellte sich eine durchschnittliche Korngröße von 50µm, bei SG2 von 40µm ein.

Die unterschiedlichen, betrachteten Wärmebehandlungen waren am metallografischen Schliff sowohl makroskopisch (nach Adler-Ätzung) als auch unter dem Mikroskop gut erkennbar. Im „as welded“ Zustand war ein ausgeprägtes martensitisches Gefüge mit klarer Dendritenstruktur, wo sich eine jede Schweißraupe klar von der nächsten abgrenzte, vorherrschend. Bei der „kurzen“ Wärmebehandlung von 8h zeigte sich ein angelassenes, martensitisches Gefüge, wo die Konturen der Schweißraupen nicht mehr so scharf voneinander abgegrenzt waren. Bei der „langen“ Wärmebehandlung von 24h war der Anlaseffekt noch verstärkt, die Übergänge zwischen den Schweißraupen waren zum Teil nicht mehr erkennbar.

Elektronenmikroskopische Untersuchungen, vor allem TEM Untersuchungen an Ausscheidungen offenbarten Unterschiede zwischen beiden Schweißgütern. TEM Untersuchungen wurden von beiden Schweißgütern nur an zeitstandbelasteten Proben durchgeführt. Für die Auswertung hat dies den Vorteil, dass sich die Ausscheidungen zum Teil vergrößert haben und somit besser unterscheidbar sind, Ergebnisse siehe Tabelle 4-5 auf Seite 94.

- Die Phasenanteile der gemessenen Chromkarbide sind bei Schweißgut 2 deutlich niedriger als von Schweißgut 1. Die gemessenen Radien und Teilchendichten sind vergleichbar.
- Die Phasenanteile der MX-Ausscheidungen sind bei beiden Schweißgütern fast identisch ebenso Radien und Teilchendichten.

- Der Anteil der Laves-Phase ist in Schweißgut 2 wesentlich höher als in Schweißgut 1. Die Teilchendichte ist bei beiden Schweißgütern vergleichbar, jedoch ist die Laves-Phase in Schweißgut 1 gröber.
- Markantester Unterschied zwischen den Schweißgütern ist, dass bei Schweißgut 1 auch  $M_2X$  Teilchen gefunden wurden, in Schweißgut 2 hingegen nicht.

## 7.2 Mechanische Eigenschaften in Abhängigkeit von Ni-Gehalt und Wärmebehandlung

Härtevergleiche zeigten nur relativ kleine Unterschiede zwischen beiden Schweißgütern. Nach langer Wärmebehandlung hatte SG2 geringfügig höhere Härtewerte als SG1. Auch bei den Zugversuchen nach langer Wärmebehandlung waren die Festigkeitswerte  $R_m$  und  $R_{p0.2}$  bei SG2 höher als bei SG1. Bei kurzer WBH waren diese Werte bei beiden Schweißgütern vergleichbar. Ähnlich verhielten sich Bruchdehnung und Brucheinschnürung, diese waren nach langer WBH bei SG2 minimal höher.

Bei den Kerbschlagbiegeversuchen schnitten die Proben aus Schweißgut 2 besser ab als die Proben aus Schweißgut 1. In SG2 hatte die Dauer der Wärmebehandlung weniger Einfluss auf die Übergangstemperatur als bei SG1. Aus der Auswertung der instrumentierten Versuche konnten folgende bruchmechanische Informationen gewonnen werden. Das Verhalten aller vier Proben (SG1, SG2 bei WBH\_S und WBH\_L) bei einer Temperatur ist im linear-elastisch-plastischen Bereich, bis zu  $F_{gy}$  deckungsgleich. Erst im nichtlinear plastischen Bereich bei der Bildung von Mikrorissen kommt es zu Unterschieden. In der Probe mit der niedrigsten Kerbschlagzähigkeit (SG1, WBH\_S) beginnt der Steilabfall, bzw. die instabile Rissausbreitung am frühesten bzw. nach der kürzesten Durchbiegung. Die Rissauffangkraft liegt bei allen vier Proben auf gleicher Höhe. Von ausgewählten Bruchflächen der Kerbschlagproben wurden REM Aufnahmen gemacht und Partikel an der Bruchfläche mittels EDX analysiert. In den duktilen Brüchen der Kerbschlagarbeit-Hochlage wurden vor allem Einschlüsse nichtmetallischer und oxydischer Art detektiert.

Aus bruchmechanischer Sicht zeigt SG2 allgemein mehr plastische Verformung an den betrachteten Risspitzen als SG1. Selbst beim Vergleich der schlechtesten bruchmechanischen Ergebnisse unterschieden sich die Risspitzen von beiden Schweißgütern insofern, dass bei SG1 weniger Rissabstumpfung (blunting zone) festgestellt werden konnte. Das Verhalten nach Risseinleitung scheint nach Überwindung der Rissabstumpfung jedoch unabhängig von der ursprünglichen Risspitze zu sein.

## 7.3 Simulationen und Zusammenhang zw. Mikrostruktur und mech. Eigenschaften.

MatCalc Gleichgewichtsberechnungen ergaben für den Grundwerkstoff und die beiden Schweißgüter recht vergleichbare Resultate. Kleine Abweichungen in den Legierungszusammensetzungen wirken sich auf die berechneten Phasenanteile aus. Die Abweichung im Nickelgehalt zwischen den zwei Schweißgütern spiegelt sich vor allem in veränderten „Stabilitätstemperaturen“ der Phasen und niedrigeren Austenitisierungstemperaturen im nickelreicheren SG2 wieder.

Scheil-Gulliver Erstarrungssimulationen wurden durchgeführt um damit auf primäre Ausscheidungen schließen zu können. Im CB2 Grundwerkstoff kann es zur Bildung von primären Niobkarbiden kommen, für die Schweißgüter konnten keine primären Ausscheidungen ermittelt werden. Bei Berücksichtigung der peritektischen Transformation verschieben sich die Phasengrenzen in Richtung „noch unwahrscheinlichere Bildung“ von Primärausscheidungen.

Die MatCalc Ausscheidungssimulationen wurden während der Projektdauer mehrfach angepasst, größten Einfluss auf die Entwicklung von Radius und Teilchendichte hatten Veränderungen in den Nukleationsorten. Bei Simulationsvergleichen zwischen kurzer und langer WBH nivellieren sich anfängliche Unterschiede in den Ausscheidungsentwicklungen bei einem Betrachtungszeitraum von 100.000h. Die MX Ausscheidungen bleiben nach längerer WBH tendenziell etwas stabiler. Im Vergleich zwischen SG1 und SG2 sind die simulierten Phasenanteile an Chromkarbiden und an MX Teilchen bei SG1 höher. Die Phasenanteile an Laves Phase sind bei SG2 höher. In Summe zeigt die simulierte Ausscheidungsentwicklung von SG1 auf 100.000h ein etwas stabileres Verhalten.

Der Zusammenhang zwischen Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften wurde auf Basis der Ausscheidungssimulationen betrachtet. Mit Hilfe von Festigkeitsmodellen die in MatCalc integriert sind wurden die 0,2% Dehngrenzen abgeschätzt. Eine gute Übereinstimmung zwischen simulierten Werten und gemessenen Dehngrenzen wurde vor allem für die zuggeprüften „as welded“ Proben erreicht. Auch die Tendenz von SG2 zu etwas höheren Festigkeitswerten im Vergleich zu SG1 wurde simulativ bestätigt.

Mit Hilfe der Orowan'schen Schwellenspannung, dem sogenannten Back-Stress, kann für eine jede Ausscheidungsgruppe ein Bezug zur Kriechfestigkeit hergestellt werden. Der Back-Stress gilt als Maß für den inneren Widerstand der Mikrostruktur gegen äußere Spannungen bei geringen Belastungen und langen Zeiten. Die Zeitstandfestigkeit kann über diesen Parameter zumindest vergleichsweise abgeschätzt werden. Im Vergleich von beiden untersuchten Schweißgütern ergibt sich eine bessere Kriechfestigkeit für SG1.

Der eigentliche Hintergrund für die Nickelvariation war die Vermutung aus Backstress-Rechnung bzw. die Beobachtung aus früheren Arbeiten, dass bei einem niedrigeren Ni-Gehalt bessere Zeitstandfestigkeiten erzielt werden können. Dies wurde durch die vorliegenden Untersuchungen bestätigt.

## 8. Ausblick

### 8.1 Festigkeitsbetrachtungen

Eine intensive Beschäftigung mit den Festigkeitsparametern, und eine generelle Weiterentwicklung der Teilfestigkeiten und deren korrekte Überlagerung sind anzustreben für genauere Vorhersagen der Festigkeit. Die gegenseitigen Abhängigkeiten sind meist auf die gleichen Parameter, wie Versetzungsdichte, Korngröße und Grenzflächenenergien zurückzuführen. Weitere Optimierungsmaßnahmen:

- Eine treffendere Modellierung von komplexeren und sich in der Zusammensetzung verändernden Phasen, wie beispielsweise Z-Phase oder Laves-Phase, würde vor allem für die Abschätzung der Zeitstandfestigkeit Vorteile eröffnen.
- Eine Erweiterung zum Back-Stress Modell, welches beispielsweise die Entwicklung der Versetzungsdichte berücksichtigt, könnte die Schwellenspannung zur Abschätzung der Zeitstandfestigkeit genauer wiedergeben.
- Auf Basis der Grenzflächenenergie und auch der Versetzungsdichte als Mikrostrukturparameter können auch andere mechanische Eigenschaften, welche über diese Parameter definierbar sind in das Programm aufgenommen werden.

### 8.2 Zähigkeitsbetrachtungen

Hauptidee hinter einem physikalischen Modellierungsansatz ist, die Beanspruchungsseite (Temperatur, Spannung, Verformungsgeschwindigkeit) der Widerstandsseite (Gefüge, Temperatur, Energie zur Schaffung neuer Oberflächen,...) gegenüberzustellen, siehe Abbildung 8-1. Dieser Ansatz ist dem Beremin-Modell und zwar dem globalen Konzept sehr ähnlich, siehe Kapitel 2.4.3.2 ab Seite 54. Mit diesem Konzept sind Spaltbruchvorgänge beschreibbar, sie stellen eine klare Übergangsbedingung zwischen Versagen und „nicht-Versagen“. Wenn die Belastung größer wird als der innere Widerstand, den ein Material entgegensetzen kann, kommt es zum Bruch.

Auf der Belastungsseite sind nach Beremin die angreifenden Kräfte klar definiert und zwar durch den Spannungszustand, den Dehnungszustand und durch eine innere Variable. Auf der Widerstandsseite gibt es jedoch nur eine nicht näher definierte Materialfunktion, die vor allem von externen Parametern, wie der Temperatur abhängig ist. Was auch nicht eingeht in das betrachtete Modell von Beremin ist das plastische Verhalten des Materials, bevor es zum Versagen kommt (daher zählt es ganz allgemein auch zu den Spaltbruchmodellen).

Gegenüber den klassischen Spaltbruchmodellen ist gerade die betrachtete „Materialseite“ oder Widerstandsseite noch ausbaubar. Laut eigenen Überlegungen sind dies Parameter die sowohl Mikrostruktur als auch mechanische Eigenschaften beschreiben können.

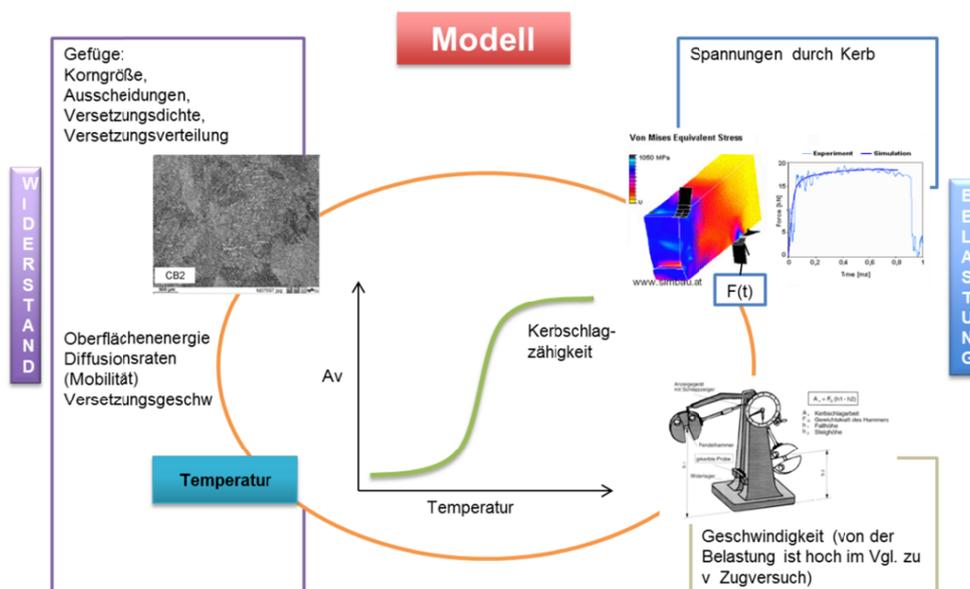


Abbildung 8-1: Modellansatz der eine Belastungssituation einem inneren Widerstand aus dem Material entgegengesetzt.

Parameter die sowohl Mikrostruktur als auch mechanische Eigenschaften beschreiben können sind:

1. Die Grenzflächenenergie  $\gamma$
2. die Versetzungsdichte  $\rho$

Diese Ideen sind eigentlich nicht neu, sondern zählen zu den ältesten der Materialwissenschaft. Griffith fand den Zusammenhang zwischen Grenzflächenenergie (bzw. Oberflächenenergie) und Bruchspannung. Taylor formulierte den Zusammenhang zwischen Schubspannung und Versetzungsdichte.

Während es zu den Zeiten der Fundamentaltheorien nicht möglich war Grenzflächenenergien oder auch Versetzungsdichten rechnerisch zu ermitteln, gibt es mittlerweile aus Mikrostrukturmodellen eine Reihe von physikalisch nachvollziehbaren Ansätzen, diese Parameter rechnen oder simulieren zu können.

**Modellvorschlag:** Mithilfe von MatCalc Simulationen die Grenzflächenenergien in einem theoretischen Gefüge berechnen – die am meisten kritische Grenzflächenenergie beispielsweise an inkohärenten Teilchen bestimmen und daraus die Bruchspannung errechnen und zwar mit dem Ansatz von Irwin und Orowan, welcher auch einen plastischen Anteil berücksichtigt.

Zur Ermittlung des plastischen Anteiles können ergänzende Untersuchungen auf der Materialprüfseite durchgeführt werden. Beispielsweise die Analyse der plastischen Zone beim Bruchmechanischen Versuch, oder auch die Betrachtung des plastischen Bereichs in der Kraft – Durchbiegungskurve des instrumentierten Kerbschlagbiegeversuches. Werden Parameter wie Versetzungsdichteänderung bei schlagartiger Belastung oder lokale Grenzflächenenergien in der Risspitze besser verstanden und in richtiger Weise kombiniert, ist eine Abschätzung der Zähigkeit möglich.

## 9. Literaturverzeichnis

- [1] IEA, World Energy Outlook 2013, OECD, International Energy Agency, France, 2013.
- [2] R. Viswanathan, U.S.-Program on Materials Technology for USC Power Plants, EPRI-Conference, USA. (2004).
- [3] M. Staubli, R. Hanus, T. Weber, Mayer K-H., Kern T-U., The European efforts in development of new high temperature casting materials, COST 536, Proceedings of the 8th Liège Conference. European Commission, Université de Liège, (Part II). Vol. 53 (2006) 855-870.
- [4] E. Brauné, H. Cerjak, S. Caminada, C. Jochum, P. Mayr, J. Pasternak, Weldability and Properties of new Creep Resistant Materials for use in Ultra Supercritical coal fired Power Plants. Proceedings of the 8th Liège Conference: Materials for Advanced Power Engineering. (2006) 871-891.
- [5] E. Kozeschnik, <http://matcalc.tuwien.ac.at/> Documentation and Examples, Vienna. April, 2015.
- [6] H. Cerjak, P. Mayr, Zum Einfluss des Schweißens auf das Kriechverhalten moderner Stähle für die thermische Energieerzeugung, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. 38 (2007) 510-514.
- [7] C. Schlacher, Untersuchung des Kriech- und Schädigungsverhaltens von Schweißverbindungen eines martensitischen borlegierten 9 % Cr-Stahls, Diss. TU Graz. (2015) 133 S.
- [8] H. Cerjak, G. Dimmler, P. Hofer, E. Kozeschnik, E. Letofsky, C. Pein, J. Rajek, B. Schaffernak, B. Sonderegger, P. Weinert, A comprehensive approach to the development and improvement of 9-12% Cr steels - Report, status & outlook, Proc. Int. Conf. Adv. Mater. Technol. for Fossil Power Plants. (2005) 1042-1063.
- [9] J. Hald, Metallurgy and creep properties of new 9-12%Cr steels, Steel Res. 67 (1996) 369-374.
- [10] R.W. Vanstone, Microstructure and Creep Mechanisms in Advanced 9-12% Cr Creep Resisting Steels – a Collaborative Investigation in Cost 501/3 WP11 in: Materials for Advanced Power Engineering, Materials for advanced power engineering. Part 1 (1994) 465-473.
- [11] K.H. Mayer, C. Berger, R.B. Scarlin, New Steels and Manufacturing Processes for Critical Components in Advanced Steam Power Plants: European Commission Cost Physical Sciences, Office for Official Publ. of the Europ. Communities, Luxembourg, 1996.
- [12] E.U. Klotz, Mechanische Eigenschaften und Gefügestabilität von warmfesten 9-12% Chromstählen mit Mikroduplexstruktur, Diss. ETH Nr. 13270. (1999).
- [13] E. Letofsky, Verhalten von Schweißverbindungen moderner Kraftwerkswerkstoffe; (COST501/III/WP11-A3), Diss. TU Graz. (2001) VII, 354 S.
- [14] B. Sonderegger, Charakterisierung der Substruktur in modernen Kraftwerkswerkstoffen mittels der EBSD Methode, Diss. TU Graz. (2005) 306 S.
- [15] B. Schaffernak, Charakterisierung von 9 - 12 % Cr-Stählen mittels thermodynamischer Modellrechnungen, Diss. TU Graz. (2000) 227 S.
- [16] P. Hofer, Mikrostrukturelle Analyse als Basis für die Entwicklung neuer Kraftwerkswerkstoffe am Beispiel von G-X12CrMoWVNbN 10-1-1, Diss. TU Graz. (1999).

- [17] P. Weinert, Modellierung des Kriechens von ferritisch/martensitischen 9-12% Cr-Stählen auf mikrostruktureller Basis, Diss. TU Graz. (2001).
- [18] G. Dimmler, Quantifizierung der Kriech- und Zeitstandfestigkeit von 9-12% Cr-Stählen auf mikrostruktureller Basis, Diss. TU Graz. (2003) 364 S.
- [19] H. Rajek, Computer simulation of precipitation kinetics in solid metals and application to the complex power plant steel CB8, Diss. TU Graz. (2005) III, 160 S.
- [20] P. Mayr, Evolution of microstructure and mechanical properties of the heat affected zone in B-containing 9% chromium steels, Diss. TU Graz. (2007).
- [21] A.L. Schaeffler, Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metal, Metal Progress. 56, Nr.11 (1949) 680.
- [22] M.C.T. Bystram, Some Aspects of Stainless Alloy Metallurgy und their Application to Welding Problems, British Welding Journal. 3, No. 2 (1956) 41-46.
- [23] U. Dilthey, Verhalten Der Werkstoffe Beim Schweißen; Schweißtechnische Fertigungsverfahren, Springer, Berlin [u.a.], 2005.
- [24] A.A. Rechsteiner, Metallkundliche und metallurgische Grundlagen zur Entwicklung stickstoffreicher, zäher, hochfester austenitischer Stähle, PhD, ETH-Zürich. (1994).
- [25] K. Matthes, W. Schneider, Schweißtechnik: Schweißen Von Metallischen Konstruktionswerkstoffen, 5., neu bearbeitete Auflage ed., Hanser Verlag, München, 2012.
- [26] H. Schneider, Investment casting of high-hot strength 12% chrome steel, Foundry Trade J. 108 (1960) 562-564.
- [27] J. Oñoro, Martensite microstructure of 9–12%Cr steels weld metals, J. Mater. Process. Technol. 180 (2006) 137-142.
- [28] S.H. Ryu, J. Yu, A new equation for the Cr equivalent in 9 to 12 pct Cr steels, Metallurgical and Materials Transactions A. 29 (1998) 1573-1578.
- [29] D. Lober, <http://www.metallograf.de>, am 10. 12. 2013.
- [30] C.J. Long, W.T. DeLong, The ferrite content of austenitic stainless steel weld metal, Welding Journal. 52 (7) (1973) 281-297.
- [31] P. Patriarca, S.D. Harkness, J.M. Duke, L.R. Cooper, U.S. Advanced Materials Development, Program for Steam Generators, Nuclear Technology. 28 (March 1976, Number 3) 516-536.
- [32] R.H. Kaltenhauser, Improving the engineering properties of ferritic stainless steels. Metals Engineering Quarterly. 11 (2) (1971) 41-47.
- [33] L. Coudreuse, Hydrogen attack resistance of new generation Cr-Mo and Cr-Mo-V steels, in Proc: Creusot-Loire Seminar on 'New Generation Cr-Mo and Cr-Mo-V steels for use in refining reactors in Europe'. (1992).
- [34] J. Oñoro, Weld metal microstructure analysis of 9–12% Cr steels, Int. J. Pressure Vessels Piping. 83 (2006) 540-545.
- [35] T. Tanaka, H. Sakurai, H. Morimoto, T. Miyake, D. Coutsouradis, Development of Welding Consumables for 9Cr-1.8W Steel Designed for USC Boiler Tubes and Pipes, (1994) 395-404.

- [36] M. Schirra, H. Finkler, Das Umwandlungsverhalten der ferritisch-martensitischen Stähle mit 8 - 14 % Cr, Wissenschaftliche Berichte / Forschungszentrum Karlsruhe in der Helmholtz-Gemeinschaft, FZKA ; 6730. (2002).
- [37] H. Bargel, G. Schulze, Werkstoffkunde, Springer, Berlin, Heidelberg, 2012.
- [38] D.P. Koistinen, R.E. Marburger, A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels, *Acta Metallurgica*. 7 (1959) 59-60.
- [39] P. Nusskern, Prozesssimulation der Herstellung einsatzgehärteter pulvermetallurgischer Bauteile, Diss. Karlsruher Institut für Technologie KIT. (2013).
- [40] C.H. Gür, Handbook of Thermal Process Modeling of Steels, CRC Press [u.a.], Boca Raton, Fla. [u.a.], 2009.
- [41] H. Yang, H.K.D.H. Bhadeshia, Austenite grain size and the martensite-start temperature, *Scr. Mater.* 60 (2009) 493-495.
- [42] J.C. Fisher, J.H. Hollomon, D. Turnbull, Nucleation, *J. Appl. Phys.* 19 (1948) 775-784.
- [43] J.W. Christian, Chapter 21 - Characteristics of Martensitic Transformations, in: J.W. Christian (Ed.), *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*, Pergamon, Oxford, 2002, pp. 961-991.
- [44] W. Steven, A.G. Haynes, The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low-alloy Steel, *Journal of the Iron and Steel Institute (JISI)*. 183 (1956) 349-359.
- [45] A. Aghajani Bazazi, Evolution of microstructure during long-term Creep of a tempered martensite ferritic steel, Diss. Ruhr-Universität Bochum. (2009).
- [46] E.C. Bain, New York Paper - The Nature of Martensite (with Discussion), *AIME Transactions, Steel Div.* 70. (1924) 25-46.
- [47] G. Heinemann, Virtuelle Bestimmung des Verfestigungsverhaltens von Bändern und Blechen durch verformungsinduzierte Martensitbildung bei metastabilen rostfreien austenitischen Stählen, Diss. ETH-Zürich. (2004).
- [48] B. Maaß, Strukturbildungsprozesse bei der Herstellung und funktionelle Eigenschaften pseudoelastischer Ni-Ti-Cu-(X)-Formgedächtnislegierungen, Diss. Ruhr-Universität Bochum. (2012).
- [49] H. Funakubo, *Shape Memory Alloys*, C R C Press LLC, 1987.
- [50] J. Frenzel, E.P. George, A. Dlouhy, C. Somsen, M.F.X. Wagner, G. Eggeler, Influence of Ni on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys, *Acta Materialia*. 58 (2010) 3444-3458.
- [51] M. Zarinejad, Y. Liu, Dependence of Transformation Temperatures of NiTi-based Shape-Memory Alloys on the Number and Concentration of Valence Electrons, *Advanced Functional Materials*. 18 (2008) 2789-2794.
- [52] J. Frenzel, J. Pfetzinger, K. Neuking, G. Eggeler, On the influence of thermomechanical treatments on the microstructure and phase transformation behavior of Ni-Ti-Fe shape memory alloys, *Materials Science and Engineering: A*. 481-482 (2008) 635-638.
- [53] H.K. Danielsen, Z-phase in 9-12% Cr Steels, PhD Thesis, Technical University of Denmark. (2007) 1-65.

- [54] L. Kaufmann, H. Bernstein, *Computer Calculation of Phase Diagrams*, Academic Press, New York, London, 1970.
- [55] E. Kozeschnik, J. Svoboda, F.D. Fischer, Modified Evolution Equations for the Precipitation Kinetics of Complex Phases in Multi-Component Systems, *Calphad Journal*, Elsevier Science, Amsterdam. 28 (2004) 379-382.
- [56] E. Scheil, Bemerkung zur Schichtkristallbildung. *Z Metallkd.* 34 (1942) 70-72.
- [57] G.H. Gulliver, The quantitative effect of rapid cooling upon the constitution of binary alloys, *J.Inst.Met.* 9 (1913).
- [58] E. Kozeschnik, W. Rindler, B. Buchmayr, Scheil-Gulliver simulation with partial redistribution of fast diffusers and simultaneous solid-solid phase transformations, *Int. J. Mater. Res.* 98 (2007) 826-831.
- [59] M. Pudar, S. Zamberger, K. Spiradek-Hahn, R. Radis, E. Kozeschnik, Computational analysis of precipitation during continuous casting of microalloyed steel, *Steel Res. Int.* 81 (2010) 372-380.
- [60] S. Zamberger, M. Pudar, K. Spiradek-Hahn, M. Reischl, E. Kozeschnik, Numerical simulation of the evolution of primary and secondary Nb(CN), Ti(CN) and AlN in Nb-microalloyed steel during continuous casting, *Int. J. Mater. Res.* 103 (2012) 680-687.
- [61] W. Rindler, E. Kozeschnik, B. Buchmayr, Computer simulation of the brittle-temperature-range (BTR) for hot cracking in steels, *Steel Res.* 71 (2000) 460-465.
- [62] K.C. Russell, Nucleation in solids: The induction and steady state effects, *Adv. Colloid Interface Sci.* 13 (1980) 205-318.
- [63] C. Zener, Theory of Growth of Spherical Precipitates from Solid Solution, *J. Appl. Phys.* 20 (1949) 950-953.
- [64] I.M. Lifshitz, V.V. Slyozov, The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions, *Journal of Physics and Chemistry of Solids.* 19 (1961) 35-50.
- [65] C. Wagner, Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen (Ostwald-Reifung), *Zeitschrift für Elektrochemie, Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie.* 65 (1961) 581-591.
- [66] E. Kozeschnik, *Modeling Solid-State Precipitation*, 1. publ. ed., Momentum-Pr, New York, 2013.
- [67] B. Sonderegger, E. Kozeschnik, H. Leitner, H. Clemens, J. Svoboda, F.D. Fischer, Computational analysis of the precipitation kinetics in a complex tool steel, *IJMR.* 99 (2008) 410-415.
- [68] L. Onsager, Reciprocal Relations in Irreversible Processes. I. *Phys.Rev.* 37 (1931) 405-426.
- [69] F.D. Fischer, J. Svoboda, H. Petryk, Thermodynamic extremal principles for irreversible processes in materials science, *Acta Materialia.* 67 (2014) 1-20.
- [70] J. Svoboda, F.D. Fischer, P. Fratzl, E. Kozeschnik, Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates: I: Theory, *Materials Science and Engineering: A.* 385 (2004) 166-174.
- [71] R. Becker, Die Keimbildung bei der Ausscheidung in metallischen Mischkristallen, *Annalen der Physik.* 424 (1938) 128-140.

- [72] D. Turnbull, Impurities and Imperfections, American Society of Metals, Metals Park, Ohio. (1955) 121-143.
- [73] B. Sonderegger, E. Kozeschnik, Generalized Nearest-Neighbor Broken-Bond Analysis of Randomly Oriented Coherent Interfaces in Multicomponent Fcc and Bcc Structures, Metallurgical and Materials Transactions A. 40 (2009) 499-510.
- [74] B. Sonderegger, E. Kozeschnik, Size dependence of the interfacial energy in the generalized nearest-neighbor broken-bond approach, Scr. Mater. 60 (2009) 635-638.
- [75] R. Schnitzer, R. Radis, M. Nöhler, M. Schober, R. Hochfellner, S. Zinner, E. Povoden-Karadeniz, E. Kozeschnik, H. Leitner, Reverted austenite in PH 13-8 Mo maraging steels, Mater. Chem. Phys. 122 (2010) 138-145.
- [76] E. Povoden-Karadeniz, E. Kozeschnik, Simulation of precipitation kinetics and precipitation strengthening of B2-precipitates in martensitic PH 13-8 Mo steel, ISIJ Int. 52 (2012) 610-615.
- [77] B. Sonderegger, E. Kozeschnik, Interfacial Energy of Diffuse Phase Boundaries in the Generalized Broken-Bond Approach, Metallurgical and Materials Transactions A. 41 (2010) 3262-3269.
- [78] G. Stechauner, E. Kozeschnik, Thermo-kinetic modeling of Cu precipitation in  $\alpha$ -Fe, Acta Materialia. 100 (2015) 135-146.
- [79] A.S. Kumar, B.R. Kumar, G.L. Datta, V.R. Ranganath, Effect of microstructure and grain size on the fracture toughness of a micro-alloyed steel, Materials Science and Engineering: A. 527 (2010) 954-960.
- [80] M. Rahman, M. Albu, N. Enzinger, On the Modelling of Austenite Grain growth in Micro-Alloyed HS Steel S700MC, Modeling of Weld Phenomena 10. Verl. der Techn. Univ. Graz (2013) 623-636.
- [81] M. Maalekian, R. Radis, M. Militzer, A. Moreau, W.J. Poole, In situ measurement and modeling of austenite grain growth in a Ti/Nb microalloyed steel, Acta Mater. 60 (2012) 1015-1026.
- [82] P.A. Beck, Grain Growth in High-Purity Aluminum and in an Aluminummagnesium Alloy, Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers. 175 (1948) 372-400.
- [83] C.S. Smith, L. Guttman, Measurement of Internal Boundaries in 3-Dimensional Structures by Random Sectioning, Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers. 197(1) (1953) 81-87.
- [84] H. Hu, B.B. Rath, On the time exponent in isothermal grain growth, Metallurgical Transactions. 1, Issue 11 (1970) 3181-3184.
- [85] C. Zener, Private communication to C.S. Smith, Trans AIME. 175 (1948) 15-51.
- [86] A.M. Barnes, Effect of composition and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of modified 9%Cr-1%Mo weld metals, TWI Research Board Document. (1995).
- [87] B. Berger, Dissimilar Schweißen von Guss-Stücken (Konstruktionsschweißungen) NIBAS 625 mit warmfestem Cr-Stahl COST CB2, Diplomarbeit, TU-Graz, IWS. (2011).
- [88] S. Baumgartner, R. Schnitzer, M. Schuler, FCAW of creep resistant steels for operating temperatures up to 620°C, 7th Asia Pacific IIV, International Congress Singapur. (2013).

- [89] H. Schabereiter, R. Dörfler, J. Ziegerhofer, Einsparungspotentiale bei der schweißtechnischen Fertigung chemisch beständiger Anlagen durch den Einsatz von Fülldrahtelektroden, Schweiß- & Prüftechnik. 04 (2000) 51-57.
- [90] R. Vallant, Optimierung von Schlacken beim MAG-Schweißen mit Nickelbasis-Fülldrahtelektroden der Typen NiCr 70/20 und 70/15. Dissertation, TU Graz. (2003).
- [91] S. Baumgartner, R. Schnitzer, M. Schuler, E. Schmidne-Kelity, C. Lochbichler, Flux cored wires for welding advanced 9-10% Cr-Steels, 7th International Conference on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants. (2013).
- [92] J.S. Seo, K.H. Kim, H.J. Kim, C.H. Lee, Characteristics of inclusions in rutile-type FCAW weld metal, Welding in the World. 57 (2013) 65-77.
- [93] R.O. Ritchie, J.F. Knott, J.R. Rice, On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel, J. Mech. Phys. Solids. 21 (1973) 395-410.
- [94] K. Seo, Y.M. Kim, G.M. Evans, H.J. Kim, C.H. Lee, Formation of Mn-depleted zone in Ti-containing weld metal. 67th IIWAnnual Assembly, Doc. IX-2490-14. (2014).
- [95] A. Ghosh, S. Sahoo, M. Ghosh, R.N. Ghosh, D. Chakrabarti, Effect of microstructural parameters, microtexture and matrix strain on the Charpy impact properties of low carbon HSLA steel containing MnS inclusions, Materials Science and Engineering: A. 613 (2014) 37-47.
- [96] L. Müller, Gefüge und Zähigkeit von ferritischem Schweißgut aus hyperbaren Schweißverbindungen, Diss. TU Hamburg. (1988).
- [97] M. Streitenberger, Nichtmetallische Einschlüsse im MAG-Schweißgut, Wiss. Z. Techn. Univ Magdeburg 35. Heft 3 (1991) 26-32.
- [98] R. Bürgel, H.J. Maier, T. Niendorf, Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen Und -Beschichtungen, Vieweg+Teubner (GWV), Wiesbaden, 2011.
- [99] C.M. Hsiao, T.Y. Zhang, Microstructure and Properties of Materials, In: J. C. M. Li (Ed. ), World Scientific. (2000) 179-333.
- [100] T. Fujita, Current progress in advanced high Cr ferritic steels for high-temperature applications, ISIJ Int. 32 (1992) 175-181.
- [101] P. Warczok, E. Kozeschnik, [http://matcalc.tuwien.ac.at/index.php/documentation/doku.php?id=techpapers:mprops:ssol\\_strengt\\_h](http://matcalc.tuwien.ac.at/index.php/documentation/doku.php?id=techpapers:mprops:ssol_strengt_h), 2015/05/11 (Last modified: 2015/05/07).
- [102] I. Holzer, Modelling and Simulation of Strengthening in Complex Martensitic 9-12% Cr Steel and a Binary Fe-Cu Alloy, PhD. ed., Verl. der Techn. Univ. Graz, Graz, 2010.
- [103] J. Hald, Creep strength and ductility of 9 to 12% chromium steels, Mater High Temp. 21 (2004) 41-46.
- [104] J. Hald, L. Korcakova, H.K. Danielsen, K.V. Dahl, Thermodynamic and kinetic modelling: Creep resistant materials, Materials Science and Technology. 24 (2008) 149-158.
- [105] F. Abe, Strengthening mechanisms in steel for creep and creep rupture, Creep-Resistant Steels, Woodhead Publ., Cambridge, 2008, pp. 179-3004.

- [106] P. Polcik, Modellierung des Verformungsverhaltens der warmfesten 9-12% Chromstähle im Temperaturbereich von 550-650°C, PhD, Erlangen, Shaker Verlag. (1998).
- [107] D. McLean, Resistance to hot deformation, *Trans. Metall. Soc. AIME.* 242 (1968) 1193-1203.
- [108] R. Sandström, On recovery of dislocations in subgrains and subgrain coalescence, *Acta Metallurgica.* 25 (1977) 897-904.
- [109] E.O. Hall, The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results, *Proceedings of the Physical Society Section B.* 64 (1951) 747-753.
- [110] N.J. Petch, The Cleavage Strength of Polycrystals, *Journal of the Iron and Steel Institute.* 174 (1953) 25-28.
- [111] K. Maruyama, K. Sawada, J.I. Koike, Strengthening mechanisms of creep resistant tempered martensitic steel, *ISIJ Int.* 41 (2001) 641-653.
- [112] F. Abe, *Creep-Resistant Steels*, Woodhead Publ., Cambridge, 2008.
- [113] G.I. Taylor, Plastic strain in metals, *J. Inst. Met.* 62 (1938) 307-324.
- [114] F. Abe, Precipitate design for creep strengthening of 9% Cr tempered martensitic steel for ultra-supercritical power plants, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 9 (2008).
- [115] T. Gladman, Precipitation hardening in metals, *Materials Science and Technology.* 15 (1999) 30-36.
- [116] B. Sonderegger, I. Holzer, E. Kozeschnik, C. Sommitsch, Particle distance distributions and their effect on precipitation strengthening, *Computer Methods in Materials Science.* 11, No. 1 (2011) 148-153.
- [117] S. Maropoulos, J.D.H. Paul, N. Ridley, Microstructure–property relationships in tempered low alloy Cr–Mo–3·5Ni–V steel, *Mater. Sci. Technol.* 9 (1993) 1014-1020.
- [118] J. Irvine, T.N. Baker, The influence of rolling variables on the strengthening mechanisms operating in niobium steels, *Materials Science and Engineering.* 64 (1984) 123-134.
- [119] Q. Li, Modeling the microstructure–mechanical property relationship for a 12Cr–2W–V–Mo–Ni power plant steel, *Materials Science and Engineering: A.* 361 (2003) 385-391.
- [120] C.E. Lacy, M. Gensamer, The tensile properties of alloyed ferrites, *Trans. Am. Soc. Met.* 32 (1944) 88-110.
- [121] E. Cerri, E. Evangelista, S. Spigarelli, P. Bianchi, Evolution of microstructure in a modified 9Cr–1Mo steel during short term creep, *Materials Science and Engineering: A.* 245 (1998) 285-292.
- [122] C.H. Young, H.K.D.H. Bhadeshia, Strength of mixtures of bainite and martensite, *Mater. Sci. Technol.* 10 (1994) 209-214.
- [123] C.R. Hutchinson, M. Gouné, A. Redjaïmia, Selecting non-isothermal heat treatment schedules for precipitation hardening systems: An example of coupled process–property optimization, *Acta Materialia.* 55 (2007) 213-223.
- [124] L. Issler, H. Ruoß, P. Häfele, *Festigkeitslehre: Grundlagen*, [Brosch. Ausg.], 2. Aufl ed., Springer, Berlin [u.a.], 1997.

- [125] A.G. Charpy, Note sur l'essai des métaux à la flexion par choc de barreaux entaillés, Mémoire et compte-rendus de la Société des ingénieurs civils de France. (1901).
- [126] DIN EN ISO 148, Metallische Werkstoffe - Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy - Teil 1: Prüfverfahren (ISO 148-1:2009); Teil 2: Prüfung der Prüfmaschinen (Pendelschlagwerke), Stahl und Eisen. EN ISO 148 (2009).
- [127] W.W. Seidel, F. Hahn, Werkstofftechnik: Werkstoffe; Eigenschaften; Prüfung; Anwendung, 1. Aufl. ed., Carl Hanser Fachbuchverlag, 2012.
- [128] M. Schuler, R. Rauter, K. Kerschbaumer, N. Enzinger, The instrumented Charpy impact test for a detailed investigation of the fracture behaviour, IWS, TU Graz. Poster for the Materials Day 2013 (2013).
- [129] N. Enzinger, Skriptum Bruchmechanik, TU-Graz. IWS (VO 303.016) (2011).
- [130] W. Weißbach, M. Dahms, Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung, 17. überarb. u. aktualisierte Aufl. ed., Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2010.
- [131] B. Buchmayr, Werkstoff- Und Produktionstechnik Mit Mathcad: Modellierung Und Simulation in Anwendungsbeispielen, Springer, Berlin [u.a.], 2002.
- [132] E. Roos, K. Maile, Werkstoffkunde Für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2015.
- [133] L. Tóth, H.P. Rossmann, T.A. Siewert, Historical background and development of the Charpy test, ESIS Publ. 30 (2002) 3-19.
- [134] M.L. Williams, G.A. Ellinger, Investigation of Fractured Steel Plates Removed from Welded Ships, National Bureau of Standards Report. (1948).
- [135] BS 7910:1999, Guide on methods for assessing the acceptability of flaws in fusion welded structures - Annex J: Use of the results of Charpy V-notch impact tests to indicate fracture toughness levels, British Standards Institute, London, UK. (1999).
- [136] G. Hofer, C.C. Hung, Ü Günes, Eine mathematische Funktion für die Beschreibung der Ergebnisse aus Kerbschlagbiegeversuchen, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. 8 (1977) 109-111.
- [137] ÖNORM EN ISO 14556, Stahl - Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy (V-Kerb) - Instrumentiertes Prüfverfahren, ON-K 021, Stahl und Eisen. EN ISO 14556 (2007).
- [138] T.L. Anderson, Fracture Mechanics; Fundamentals and Applications, CRC Press, Boca Raton, Fla. [u.a.], 1991.
- [139] A.A. Griffith, The Phenomena of Rupture and Flow in Solids, Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character. 221 (1921) 163-198.
- [140] C.E. Inglis, Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners, Transactions of the Institute of Naval Architects. 55 (1913) 219-241.
- [141] G.R. Irwin, Fracture Dynamics, Fracturing of metals, Cleveland, OH; American Society for Metals. (1948) 147-166.
- [142] E. Orowan, Fracture and strength of solids, Reports on Progress in Physics. 12 (1949) 185.

- [143] A.H. Cottrell, *The Mechanical Properties of Matter*, The mechanical properties of matter Wiley series on the science and technology of materials ed., Wiley, Michigan, 1964.
- [144] O. Kolednik, The yield stress gradient effect in inhomogeneous materials, *Int. J. Solids Structures*. 37 (2000) 781-808.
- [145] M.C. Zhao, J.L. Li, T.Y. Zeng, H. Xiaofang, Y.C. Zhao, A. Atrens, The ductile to brittle transition for C-Mn steel with an ultrafine grain ferrite/cementite microstructure, *Mater. Sci. Eng. A*. 528 (2011) 7228-7237.
- [146] G.I. Taylor, *The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I. Theoretical*, Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character. 145 (1934) 362-387.
- [147] V. Volterra, Sur l'équilibre des corps élastiques multiples connexes, *Annales scientifiques de l'École Normale Supérieure, Société mathématique de France*. 24 (1907) 401-517.
- [148] W. Weibull, *A Statistical Theory of the Strength of Materials*, Ingeniors Vetenskaps Akademiens Handlingar. 151-3 (1939) 45-55.
- [149] A. Khalili, K. Kromp, Statistical properties of Weibull estimators, *J. Mater. Sci.* 26 (1991) 6741-6752.
- [150] G. Bernauer, *Einsatz mikromechanischer Schädigungsmodelle im spröde-duktilen Übergangsbereich*, Diss. Universität Karlsruhe. (1997).
- [151] R. Peierls, The size of a dislocation, *Proceedings of the Physical Society*. 52 (1940) 34.
- [152] F.R.N. Nabarro, Dislocations in a simple cubic lattice. *Proceedings of the Physical Society*. 59 (1947) 256.
- [153] J.R. Rice, G.F. Rosengren, Plane strain deformation near a crack tip in a power-law hardening material, *J. Mech. Phys. Solids*. 16 (1968) 1-12.
- [154] J.R. Rice, Dislocation nucleation from a crack tip: An analysis based on the Peierls concept, *J. Mech. Phys. Solids*. 40 (1992) 239-271.
- [155] M.F. Ashby, The deformation of plastically non-homogeneous materials, *Philosophical Magazine*. 21 (1970) 399-424.
- [156] A. Arsenlis, D.M. Parks, Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density, *Acta Materialia*. 47 (1999) 1597-1611.
- [157] H. Gao, Y. Huang, Geometrically necessary dislocation and size-dependent plasticity, *Scr. Mater.* 48 (2003) 113-118.
- [158] W.D. Nix, H. Gao, Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity, *J. Mech. Phys. Solids*. 46 (1998) 411-425.
- [159] A. Nazari, J.M. Aghazadeh, Modelling impact resistance of functionally graded steels with crack divider configuration. *Mater. Sci. Technol.* 26 (2010) 1377-1383.
- [160] C.H. Gür, İ Yildiz, Non-destructive investigation on the effect of precipitation hardening on impact toughness of 7020 Al-Zn-Mg alloy, *Materials Science and Engineering: A*. 382 (2004) 395-400.

- [161] A.A. Baron, A thermodynamic model for fracture toughness prediction, *Eng. Fract. Mech.* 46 (1993) 245-251.
- [162] A. Needleman, J.R. Rice, Plastic creep flow effects in the diffusive cavitation of grain boundaries, *Acta Metallurgica.* 28 (1980) 1315-1332.
- [163] A. Needleman, V. Tvergaard, An analysis of ductile rupture in notched bars, *J. Mech. Phys. Solids.* 32 (1984) 461-490.
- [164] V. Tvergaard, A. Needleman, Effect of material rate sensitivity on failure modes in the Charpy V-notch test, *J. Mech. Phys. Solids.* 34 (1986) 213-241.
- [165] A.L. Gurson, Continuum Theory of Ductile Rupture by Void Nucleation and Growth: Part I—Yield Criteria and Flow Rules for Porous Ductile Media, *Journal of Engineering Materials and Technology.* 99 (1977) 2-15.
- [166] S. Münstermann, W. Bleck, P. Langenberg, Mikromechanische Modellierung der Hochlagenzähigkeit von normalisierten und vergüteten hochfesten Feinkornbaustählen. 20. Aachener Stahlkolloquium Werkstofftechnik "Zukunft für Stahl - Stahl ist Zukunft", 17. -18. 03. 2005, Aachen. (2005) 145-157.
- [167] C. Ruggieri, Numerical investigation of constraint effects on ductile fracture in tensile specimens, *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering.* 26 (2004) 190.
- [168] A. Rossoll, C. Berdin, C. Prioul, Charpy impact test modelling and local approach to fracture, *ESIS Publ.* 30 (2002) 445-452.
- [169] Z.L. Zhang, C. Thaulow, J. Ødegård, A complete Gurson model approach for ductile fracture, *Eng. Fract. Mech.* 67 (2000) 155-168.
- [170] F.M. Beremin, A. Pineau, F. Mudry, J.C. Devaux, Y. D'Escatha, P. Ledermann, A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel, *MTA.* 14 (1983) 2277-2287.
- [171] J. Heerens, Rißabstumpfung, Spaltbruch im Übergangsbereich und stabiles Rißwachstum - untersucht mit Methoden der nichtlinearen Bruchmechanik, GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH. Bericht Nr. GKSS 90/E/31 (1990).
- [172] J. Lemaitre, Local approach of fracture, *Eng. Fract. Mech.* 25, Nr. 5/6 (1986) 523-537.
- [173] A. Andrieu, A. Pineau, J. Besson, D. Ryckelynck, O. Bouaziz, Beremin model: Methodology and application to the prediction of the Euro toughness data set, *Eng. Fract. Mech.* 95 (2012) 102-117.
- [174] B. Tanguy, J. Besson, R. Piques, A. Pineau, Ductile to brittle transition of an A508 steel characterized by Charpy impact test. Part II: Modeling of the Charpy transition curve, *Eng. Fract. Mech.* 72 (2005) 413-434.
- [175] A. Rossoll, C. Berdin, P. Forget, C. Prioul, B. Marini, A local approach to cleavage fracture of A508 steel. Conference: ECF 12, At University of Sheffield, UK. 2 (1998) 14-18.
- [176] W. Böhme, G. Bernauer, W. Schmitt, Scatter of a ferritic steel in the transition region analyzed by Charpy tests and dynamic tensile tests, *Nucl. Eng. Des.* 188 (1999) 149-154.
- [177] G. Rousselier, Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture, *Nucl. Eng. Des.* 105 (1987) 97-111.

- [178] M. Springmann, M. Kuna, Identification of material parameters of the Rousselier model by non-linear optimization, *Computational Materials Science*. 26 (2003) 202-209.
- [179] G. Bernauer, W. Brocks, W. Schmitt, Modifications of the Beremin model for cleavage fracture in the transition region of a ferritic steel, *Eng. Fract. Mech.* 64 (1999) 305-325.
- [180] J. Besson, S. Leclercq, V. Gaffard, A.F. Gourgues-Lorenzon, Analysis of creep lifetime of a ASME Grade 91 welded pipe, *Eng. Fract. Mech.* 76 (2009) 1460-1473.
- [181] H. Gao, Y. Huang, W.D. Nix, J.W. Hutchinson, Mechanism-based strain gradient plasticity—I. Theory, *J. Mech. Phys. Solids*. 47 (1999) 1239-1263.
- [182] Y. Huang, H. Gao, W.D. Nix, J.W. Hutchinson, Mechanism-based strain gradient plasticity—II. Analysis, *J. Mech. Phys. Solids*. 48 (2000) 99-128.
- [183] A. Nazari, S.M. Mojtahed Najafi, Prediction Charpy impact energy of bcc and fcc functionally graded steels in crack divider configuration by strain gradient plasticity theory, *Computational Materials Science*. 50 (2011) 3178-3183.
- [184] Zhenyu Xue, M. T. A. Saif, Yonggang Huang, The strain gradient effect in microelectromechanical systems (MEMS), *Journal of Microelectromechanical Systems*. 11 (2002) 27-35.
- [185] C. Han, H. Gao, Y. Huang, W.D. Nix, Mechanism-based strain gradient crystal plasticity, *MRS Online Proceedings Library Archive*. 821 (2004) P6.1 (6 pages).
- [186] D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Oxford University Press [u.a.], Oxford, 2000.
- [187] B. Hwang, T. Lee, S. Park, C. Oh, S. Kim, Correlation of austenite stability and ductile-to-brittle transition behavior of high-nitrogen 18Cr–10Mn austenitic steels, *Materials Science and Engineering: A*. 528 (2011) 7257-7266.
- [188] K. Wallin, P. Nevasmaa, A. Laukkanen, T. Planman, Master Curve analysis of inhomogeneous ferritic steels, *Eng. Fract. Mech.* 71 (2004) 2329-2346.
- [189] J.M. Barsom, S.T. Rolfe, Correlations between KIC and Charpy V-Notch test results in the transition temperature range. *ASTM Spec. Tech. Publ.* (1970) 281-302.
- [190] S. Suresh, Y. Sugimura, T. Ogawa, Fatigue cracking in materials with brittle surface coatings, *Scripta Metallurgica et Materialia*. 29 (1993) 237-242.
- [191] T.L. Becker Jr., R.M. Cannon, R.O. Ritchie, Statistical fracture modeling: crack path and fracture criteria with application to homogeneous and functionally graded materials, *Eng. Fract. Mech.* 69 (2002) 1521-1555.
- [192] J.W. Hutchinson, Singular behaviour at the end of a tensile crack in a hardening material, *J. Mech. Phys. Solids*. 16 (1968) 13-31.
- [193] J.A. Joyce, R. Tregoning, Evaluation of a method to characterize material inhomogeneity in ferritic steels within the ductile-to-brittle transition regime, *Eng. Fract. Mech.* 78 (2011) 2870-2884.
- [194] B.B. Mandelbrot, D.E. Passoja, A.J. Paullay, Fractal character of fracture surfaces of metals, *Nature*. 308 (1984) 721-722.
- [195] W. Leister, H. Müller, A. Stösser, *Fotorealistische Computeranimation*. Mit 182 Z.T. Farbigen Abb, Springer, Berlin, Heidelberg [usw.], 1991.

- [196] L.M. Alves, Fractal geometry concerned with stable and dynamic fracture mechanics, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 44 (2005) 44-57.
- [197] Y. Prawoto, M.N. Tamin, A new direction in computational fracture mechanics in materials science: Will the combination of probabilistic and fractal fracture mechanics become mainstream? *Computational Materials Science.* 69 (2013) 197-203.
- [198] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker, *Mechanisches Verhalten Der Werkstoffe*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2012.
- [199] M.F. Ashby, A first report on deformation-mechanism maps, *Acta Metallurgica.* 20 (1972) 887-897.
- [200] G. Dimmler, P. Weinert, H. Cerjak, Extrapolation of short-term creep rupture data-The potential risk of over-estimation, *Int. J. Press. Vessels Pip.* 85 (2008) 55-62.
- [201] B. Reppich, Ein auf Mikromechanismen abgestütztes Modell der Hochtemperaturfestigkeit und Lebensdauer für teilchengehärtete Legierungen, *Z. Metallkd.* 73 (1982) 697-705.
- [202] E. Arzt, M.F. Ashby, Threshold stresses in materials containing dispersed particles, *Scripta Metallurgica.* 16 (1982) 1285-1290.
- [203] G. Dimmler, P. Weinert, H. Cerjak, Analysis of steady state creep behaviour of 9-12% chromium ferritic-martensitic steels, *Mater. Sci. Technol.* 20 (2004) 1525-1530.
- [204] S.T. Mandziej, A. Výrostková, M. Solar, Accelerated Creep Testing of new Creep Resisting weld Metals, *Materials and Technology.* 42 (2008) 13-25.
- [205] S.T. Mandziej, Accelerated Creep Testing of new Steels for Power Generation and Chemical Processing, *Proceeding; Metal 2010.* (2010).
- [206] S.T. Mandziej, Simulative Accelerated Creep Test on Gleeble, *Mater. Sci. Forum.* 638-642 (2010) 2646-2651.
- [207] S.T. Mandziej, Low-cycle thermal-mechanical fatigue as an accelerated creep test, *Procedia Engineering.* 2 (2010) 349-358.
- [208] E. Kozeschnik, I. Holzer, Precipitation during heat treatment and service: Characterization, simulation and strength contribution, *Creep-Resistant Steels, 2008*, pp. 305-328.
- [209] DIN EN ISO 15614, Anforderung und Qualifizierung von Schweißverfahren für metallische Werkstoffe - Schweißverfahrensprüfung - Teil 1: Lichtbogen- und Gasschweißen von Stählen und Lichtbogenschweißen von Nickel und Nickellegierungen, (2004).
- [210] A. Sarić, Charakterisierung der Wärmeeinflusszone von Mehrlagenschweißungen, TU-Graz, IWS, Diplomarbeit. (2014).
- [211] M. Schuler, S. Baumgartner, R. Schnitzer, N. Enzinger, Creep investigation and simulation of CB2 joints using similar rutile CB2-flux cored wire, *Welding in the World* DOI: 10. 1007/s40194-014-0169-0. (2014).
- [212] S. Baumgartner, M. Schuler, R. Schnitzer, N. Enzinger, Influence of Nickel on the Mechanical Properties of a CB2 Flux Cored Wire Weld Metal, in: J. Lecomte-Beckers, O. Dedry, J. Oakey, B. Kuhn (Eds.), *Materials for Advanced Power Engineering 2014*, Schriften des Forschungszentrums Jülich, Reihe Energie & Umwelt / Energy & Environment ed., Forschungszentrum Jülich GmbH, Jülich, 2014, pp. 171-179.

- [213] S. Baumgartner, M. Schuler, A. Holy, R. Schnitzer, N. Enzinger, Dissimilar Welding of the Creep Resistant Steels CB2 and P92 with Flux Cored Wires, 67th IIW Annual Assembly, Doc. IX-C-1039-14. (2014).
- [214] Abnahmeprüfzeugnis, Grundwerkstoff CB2, GX13CrMoCoVNbNB 10-1-1; Schmelze Nr. 504384, voestalpine Gießerei Traisen GmbH. CA1060/T (13.03.2012).
- [215] Prüfberichte, CB2-Ti-FD; No. 4956, No. 4957, Böhler Edelstahl GmbH&Co KG. 12A411812, 12A77898 (07.11.2012).
- [216] SEP 1680, Aufstellung von Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubildern für Eisenlegierungen, Stahl-Eisen-Prüfblätter des Vereines Deutscher Eisenhüttenleute. 1680 (1990).
- [217] B. Krenmayr, Experimentelle Parameterfindung für die Modellierung von Zähigkeit und Festigkeit, Diplomarbeit, TU Graz. (2015).
- [218] DIN 50125, Prüfung metallischer Werkstoffe - Zugproben, Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN. DIN 50125 (2004).
- [219] R. Rauter, Implementierung instrumentierter Kerbschlagbiegeversuch, Bachelorarbeit, IWS, TU-Graz am 25. 04. (2013).
- [220] W. Böhme, Möglichkeiten und Grenzen des instrumentierten Kerbschlagbiegeversuchs. Ergebnisse eines Ringtests, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. 32 (2001) 520-524.
- [221] E. van Walle, Evaluating Materials Properties by Dynamic Testing, ESIS Publication 20 ed., John Wiley & Sons, UK, 1996.
- [222] ASTM E 1820-08, Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, ASTM International. E 1820-08 (2008).
- [223] H. Yang, H.K.D.H. Bhadeshia, Uncertainties in dilatometric determination of martensite start temperature, Mater. Sci. Technol. 23 (2007) 556-560.
- [224] ÖNORM EN ISO 643, Stahl - Mikrophotographische Bestimmung der scheinbaren Korngröße, ON-K 021, Stahl und Eisen. EN ISO 643:2003 (2003).
- [225] M. Schuler, Zwischenbericht: Drittes Forschungsjahr / EM (elektronenmikroskopische Untersuchungen), internal, not published. Bericht\_J3B2 (10/2014).
- [226] GATAN, [http://www.gatan.com/imaging/dig\\_micrograph.php](http://www.gatan.com/imaging/dig_micrograph.php), (Version 12/2013).
- [227] M. Schuler, S. Baumgartner, R. Schnitzer, N. Enzinger, Modelling mechanical properties of 9% chromium weld metals, 67th IIW Annual Assembly, Korea, Doc. II-1883-14. (2014).
- [228] M. Schuler, C. Ramskogler, S. Baumgartner, R. Schnitzer, N. Enzinger, Simulation of microstructure and modelling of mechanical properties of CB2 flux cored wires weld metal. in: J. Lecomte-Beckers, O. Dedry, J. Oakey, B. Kuhn (Eds.), Materials for Advanced Power Engineering 2014, Schriften des Forschungszentrums Jülich;Reihe Energie & Umwelt / Energy & Environment ed., Forschungszentrum Jülich GmbH, Jülich, 2014, pp. 189-198.
- [229] C. Lochbichler, E. Schmidtne-Kelity, S. Baumgartner, Latest Developments of Cast Materials and Welding Consumables for Coal-fired Steam Turbines Components / Nickel-base Alloy A625 and CB2 Steel for the A-USC Technology, Power Gen. (2013).

[230] S. Baumgartner, G. Posch, P. Mayr, Welding advanced martensitic creep-resistant steels with boron containing filler metal, *Weld. World*. 56 (2012) 2-9.

[231] H. Herold, M. Streitenberger, G.P. Cammarota, A. Casagrande, A. Morn, G. Garagnani, Use of instrumented charpy impact tests for the determination of fracture toughness values, *Praktische Metallographie/Practical Metallography*. 47 (2010) 34-44.

[232] W.L. Server, Instrumented Charpy test review and application to structural integrity, European Structural Integrity Society, Elsevier, 2002, pp. 205-212.

[233] H. Blumenauer, G. Pusch, Technische Bruchmechanik, 3. Aufl ed., Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1993.

[234] M. Schödel, Bruchmechanische Untersuchungen der Rissöffnung bei stabilem Risswachstum in dünnem Blech aus Al 5083, Diss. TU Hamburg. (2006) 1-141.

[235] A. Weidner, T. Mottitschka, H. Biermann, S. Henkel, Determination of stretch zone width and height by powerful 3D SEM imaging technology, *Eng. Fract. Mech.* 108 (2013) 294-304.

[236] sentesoftware, JMatPro®, [www.sentesoftware.co.uk/home.aspx](http://www.sentesoftware.co.uk/home.aspx), 3.0 (2006).

[237] E. Povoden-Karadeniz, Thermodynamic and diffusion mobility databases mc\_fe\_v2.050.tdb and mc\_fe\_v2.006.ddb for thermokinetic precipitation simulations using MatCalc. Vienna, Unpublished results. Personal Communication (2015).

# ANHANG

## Inhaltsverzeichnis

A.	Ergänzende Darstellungen.....	III
A.1.	Probenblech, 3-D-Darstellung .....	III
A.2.	Untersuchungsmatrix mit Probenschlüssel .....	III
A.3.	Bruchmechanik – SENB Probenform .....	IV
A.4.	Chemische Analyse, gesamt.....	IV
A.5.	Dilatometerversuche .....	V
A.6.	Metallografie.....	VII
A.6.1.	Vergleich Grundwerkstoff verschiedene WBH .....	VII
A.6.2.	Vergleich der ‚as welded‘ Proben .....	VIII
B.	Elektronenmikroskopische Untersuchungen .....	IX
B.1.	Probe SG_1L_M.....	IX
B.2.	Zeitstandprobe SG1 Z51 .....	X
B.3.	Zeitstandprobe SG2 M11 .....	XIII
B.4.	Auswertungen .....	XV
B.4.1.	Probe SG_1_M – W97 (as welded).....	XV
B.4.1.1.	Auswertung EFTEM Bilder.....	XV
B.4.1.2.	Vergleich mit MatCalc Simulationen .....	XV
B.4.2.	Probe mit WBH SG_1L_M – Z57.....	XVI
B.4.2.1.	Auswertung EFTEM Bilder.....	XVI
B.4.2.2.	Vergleich mit MatCalc Simulationen .....	XVI
B.4.3.	Zeitstandprobe Z51 .....	XVII
B.4.3.1.	Auswertung EFTEM Bilder.....	XVII
B.4.3.2.	Vergleich mit MatCalc Simulationen .....	XVII
B.4.4.	Zeitstandprobe M11.....	XVIII
B.4.4.1.	Auswertung EFTEM Bilder.....	XVIII
B.4.4.2.	Vergleich mit MatCalc Simulationen .....	XVIII
B.4.5.	FEG SEM Darstellung SG1 .....	XIX
C.	Tabellen - Kerbschlagbiegeversuche .....	XX
C.1.	Programmplot Messprotokoll.....	XXIII
C.2.	Vergleichsgrafik Schweißgüter .....	XXIV
C.3.	Skizze einer SENB-Probe .....	XXVI
D.	J-Mat-Pro Vergleich: .....	XXVII
E.	MatCalc Script zur Ausscheidungssimulation .....	XXVIII

## A. Ergänzende Darstellungen

### A.1. Probenblech, 3-D-Darstellung

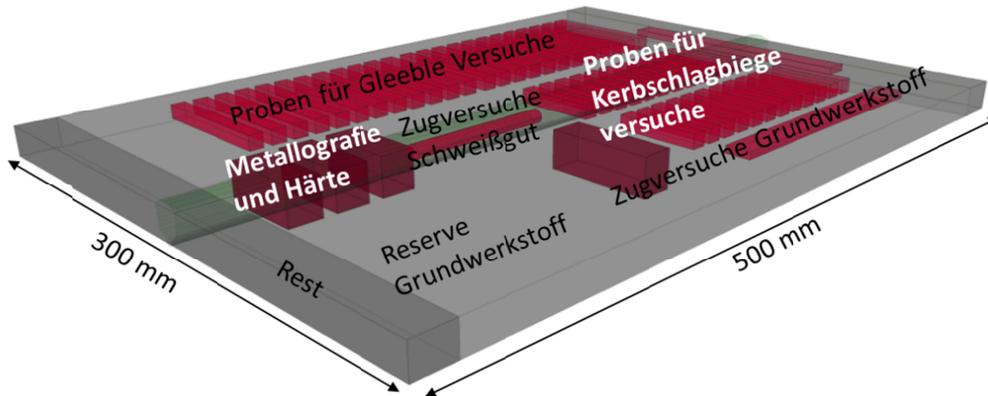


Abbildung 1: Grafische Darstellung der Probenlagen im geschweißten Blech, Schweißnaht in der Mitte angedeutet.

### A.2. Untersuchungsmatrix mit Probenschlüssel

Tabelle 1: Untersuchungsmatrix mit Bezeichnungsschlüssel: Jeweils obere Zeilen → systematische Probenbezeichnung; untere Zeilen → Zuordnung der Probenstempelung.

Matrix	Aus Probenblech	Untersuchung	chem. Analyse		Metallografie/Härte		Metallografie		Kerbschlagarbeit		Rundzugprobe		Flachzugprobe_quer		Bruchmechanik		Erklärung
			Kürzel	C	MH	M	A1-12	ZR	ZF	B1-5							
GW	1	GW_1	GW_1_C BK1,2	aus SG Schliffen W100	Z51	GW_1_A1-12 W98 u. Z50	GW_1_ZR	GW_1_ZF W99 u. Z49	GW_1_B1-5	Grundwerkstoff							
Geschweißte Proben	1	SG_1	SG_1_C 4956	SG_1_MH W96	SG_1_M W97	SG_1_A1-12 W95	SG_1_ZR W94	SG_1_ZF W92	SG_1_B1-5	Schweißgut 1: 0,2% Nickel							
	2	SG_2	SG_2_C 4957	SG_2_MH Z47	SG_2_M Z48	SG_2_A1-12 Z46	SG_2_ZR Z45	SG_2_ZF Z43	SG_2_B1-5	Schweißgut 2: 0,7% Nickel							
Geschweißte Proben mit PWHT	1S	SG_1S	SG_1S_C 4454_A25	SG_1S_MH A27	SG_1S_M A28	SG_1S_A1-12 A26	SG_1S_ZR A25	SG_1S_ZF A24	SG_1S_B1-5	Schweißgut 1 mit PWHT 730°C, 8 h							
	1L	SG_1L	SG_1L_C 4456_Z54	SG_1L_MH Z56	SG_1L_M Z57	SG_1L_A1-12 Z55	SG_1L_ZR Z54	SG_1L_ZF Z52	SG_1L_B1-5 S40	Schweißgut 1 mit PWHT 730°C, 24 h							
	2S	SG_2S	SG_2S_C 4453_C3	SG_2S_MH C5	SG_2S_M C6	SG_2S_A1-12 C4	SG_2S_ZR C3	SG_2S_ZF C2	SG_2S_B1-5	Schweißgut 2 mit PWHT 730°C, 8 h							
	2L	SG_2L	SG_2L_C 4455_C11	SG_2L_MH C13	SG_2L_M C14	SG_2L_A1-12 C12	SG_2L_ZR C11	SG_2L_ZF C10	SG_2L_B1-5 S41	Schweißgut 2 mit PWHT 730°C, 24 h							
GW mit PWHT	1S	GW_1S		GW_1S_MH A31		GW_1S_A1-12 A30		GW_1S_ZF A29	GW_1S_B1-5	Grundwerkstoff mit PWHT 730°C, 8 h							
	1L	GW_1L		GW_1L_MH Z60		GW_1L_A1-12 Z58		GW_1L_ZF Z59	GW_1L_B1-5	Grundwerkstoff mit PWHT 730°C, 24 h							
	2S	GW_2S		GW_2S_MH C9		GW_2S_A1-12 C8		GW_2S_ZF C7	GW_2S_B1-5	Grundwerkstoff mit PWHT 730°C, 8 h							
	2L	GW_2L		GW_2L_MH C17		GW_2L_A1-12 C16		GW_2L_ZF C15	GW_2L_B1-5	Grundwerkstoff mit PWHT 730°C, 24 h							

D Dokumentiert  
R Redundant

6 Probenbleche, Bezeichnungen 1, 2, 1S, 1L, 2S, 2L (Fettgedruckt)

### A.3. Bruchmechanik – SENB Probenform

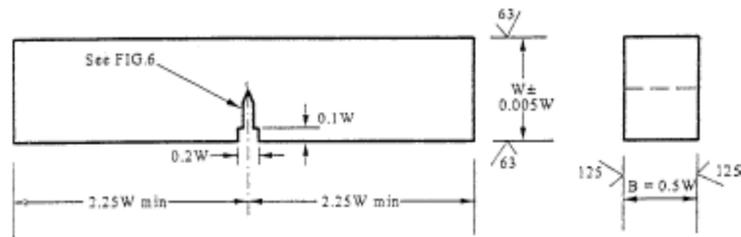


Abbildung 2: Empfohlene SENB (Single Edge Notched Bend) Probenform. Die Buchstaben B und W beziehen sich auf die Dicke (B) und Breite (W) der Probe, die in bestimmten Verhältnissen zueinander stehen müssen. Die Anmerkung ‚See FIG.6‘ bezieht sich auf die Kerbform die verschiedene Ausprägungen haben kann..

### A.4. Chemische Analyse, gesamt

Tabelle 2: Chemische Zusammensetzungen von Grundwerkstoff CB2 und untersuchten Schweißgütern. Alle Angaben in Gewichtsprozent.

Werkstoff	CB2-GW	Rutiler Schweißzusatzwerkstoff CB2 Ti-FD					
Nr. It. Probenraster	GW_1_C	SG_1_C	SG_2_C	SG_1S_C	SG_1L_C	SG_2S_C	SG_2L_C
Böhler Nr.	BK1,2	4956	4957	4454_A25	4456_Z54	4453_C3	4455_C11
C	0,14	0,141	0,106	0,133	0,129	0,107	0,112
Si	0,26	<b>0,16</b>	<b>0,21</b>	<b>0,15</b>	<b>0,16</b>	<b>0,19</b>	<b>0,19</b>
Mn	0,86	<b>0,95</b>	<b>0,71</b>	<b>0,91</b>	<b>0,92</b>	<b>0,68</b>	<b>0,68</b>
P	0,011	0,009	0,007	0,009	0,008	0,008	0,008
S	0,001	0,0049	0,0052	0,0047	0,0047	0,0051	0,005
Cr	9,52	8,73	8,51	8,54	8,47	8,8	8,73
Mo	1,49	1,45	1,44	1,4	1,38	1,48	1,48
<b>Ni</b>	0,16	<b>0,19</b>	<b>0,75</b>	<b>0,17</b>	<b>0,16</b>	<b>0,72</b>	<b>0,74</b>
Nb	0,059	0,033	0,028	0,031	0,031	0,029	0,029
N	0,027	0,02	0,019	0,019	0,021	0,019	0,019
V	0,2	0,2	0,2	0,2	0,21	0,21	0,2
Co	0,97	0,95	0,93	0,89	0,88	0,94	0,96
Ti	0,002	0,028	0,029	0,029	0,031	0,034	0,03
Al	0,018	(0,005)	(0,005)	0,005	0,005	0,005	0,005
Bor	0,011	<b>0,0041</b>	<b>0,007</b>	<b>0,0048</b>	<b>0,0041</b>	<b>0,0067</b>	<b>0,0067</b>
Cu	0,06	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
W	0	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
O	n.A.	0,061	0,065	0,067	0,069	0,065	0,065

\* rot gekennzeichnet sind alle Werte welche kleiner / gleich der definierten Bestimmungsgrenze der jeweiligen Untersuchungsmethode sind. Bestimmungsgrenzen sind in den internen Böhler-Prüfberichten zu finden.

n.A. ...nicht angegeben

## A.5. Dilatometerversuche

Tabelle 3: Auswertung der Dilatometerversuche SG1 und SG2

Werkstoff SG1 (U58) und SG2 (U65)

Datum: 23.06.2013

Bestimmung der  $A_c$  Temperaturen: Eine Probe laut SEP-Norm bis 1000°C und frei abkühlen:

01\_SEP\_U58 und 01\_SEP\_U65

Vier Proben mit schnellst möglicher Aufheizrate ( $T_p$  bis 1300°C) und Abkühlung mit  $t_{8/5}=20s$ :

01\_bis 04\_U58 und 01\_bis 04\_U65

Werkstoff	Probe	Beginn der Austenitbildung $A_{c1}$ [°C]	Ende der Austenitbildung $A_{c3}$ [°C]	Martensitstarttemperatur $M_s$ [°C]	Martensitendtemperatur $M_f$ [°C]	$t_{8/5}$ - Zeit [s]
SG1	01_SEP_U58	<b>817</b>	<b>890</b>	389	231	
	01_U58	884	977	374	214	20
	02_U58	851	952	363	200	20
	03_U58	863	985	366	212	20
	04_U58	832	971	360	198	20
	<b>Mittelwert</b>	858	971	<b>366</b>	<b>206</b>	
	<b>Standardabw.</b>	22	14	6	8	
SG2	01_SEP_U65	<b>785</b>	<b>878</b>	416	260	
	01_U65	845	984	389	238	20
	02_U65	853	968	377	225	20
	03_U65	875	969	392	216	20
	04_U65	909	1020	385	225	20
	<b>Mittelwert</b>	871	985	<b>386</b>	<b>226</b>	
	<b>Standardabw.</b>	29	24	7	9	

Tabelle 4: Experimentell mittels Dilatometer gemessene Umwandlungstemperaturen verglichen mit berechneten oder abgeschätzten Übergangstemperaturen.

Umwandlungstemp.	$A_{c1}$ [°C]	$A_{c3}$ [°C]	$M_s$ [°C]	$M_f$ [°C]
<b>GW – experimentell</b>	<b>812</b>	<b>912</b>	<b>368</b>	<b>156</b>
Berechnet	792	853	272	
<b>SG1 – experimentell</b>	<b>817</b>	<b>890</b>	<b>366</b>	<b>206</b>
Berechnet	780	836	285	
<b>SG2 – experimentell</b>	<b>785</b>	<b>878</b>	<b>386</b>	<b>226</b>
Berechnet	752	825	303	
<b>Berechnungstool</b>	<b>MatCalc</b>		<b>J-MatPro</b>	

Tabelle 5: Auswertung der Dilatometerversuche CB2 – WEZ - (DA Saric)

1) Drei Proben laut ASTM A1033-10 bis 1000°C und frei abkühlen: Datum: 23.04.2013

01\_ASTM1033-10 bis 03\_ASTM1033-10

2) Drei Proben mit schnellst möglicher Aufheizrate (bis 1300°C) und Abkühlung mit  $t_{8/5}=20s$ :

01\_Tp=1300\_t85\_20s bis 03\_Tp=1300\_t85\_20s

3) Drei Proben (vier Versuche) mit  $v=100$  K/s bis 1300°C und  $t_{8/5}=12s$ :

01\_Tp=1300\_t85\_12s bis 04\_Tp=1300\_t85\_12s

Probenbezeichnung Labor	Probenbezeichnung laut Probenplan	Beginn der Austenit- bildung Ac1 [°C]	Ende der Austenitbil- dung Ac3 [°C]	Martensitstarttempe- ratur Ms [°C]	Martensitendtempe- ratur Mf [°C]	$t_{8/5}$ - Zeit [s]
01_ASTM1033-10	D01_ASTM	812	910	403	2)	91
02_ASTM1033-10	D02_ASTM	813	920	394	214	92
03_ASTM1033-10 1)	D03_ASTM	810	907	395	228	105
	Mittelwert	<b>812</b>	<b>912</b>	398	221	96
	Standardabw.	2	7	5	128	8
01_Tp=1300_t85_20	D01_SZ1	966	1106	366	155	20
02_Tp=1300_t85_20	D02_SZ1	977	1112	363	154	20
03_Tp=1300_t85_20	D03_SZ1	958	1108	375	160	20
	Mittelwert	967	1109	<b>368</b>	<b>156</b>	20
	Standardabw.	9	3	6	4	0
01_Tp=1300_t85_12	D01_SZ2	Fehlversuch				
02_Tp=1300_t85_12	D02_SZ2	Versuch ungültig (weiterer Versuch mit der Probe 01_Tp=1300_t85_12)				
03_Tp=1300_t85_12	D03_SZ2	927	978	371	175	12
04_Tp=1300_t85_12	D04_SZ2	924	976	367	195	12
	Mittelwert	925	977	<b>369</b>	<b>185</b>	12
	Standardabw.	534	1	3	14	0

1) Beim ersten Versuch wurde der Versuch beim 700°C aus nicht bekannten Gründen automatisch abgebrochen.

Die Probe 03\_ASTM A1033-10 wurde darauf nochmals mit gleichen Parametern gestartet.

2) Auswertung nicht möglich.

## A.6. Metallografie

### A.6.1. Vergleich Grundwerkstoff verschiedene WBH

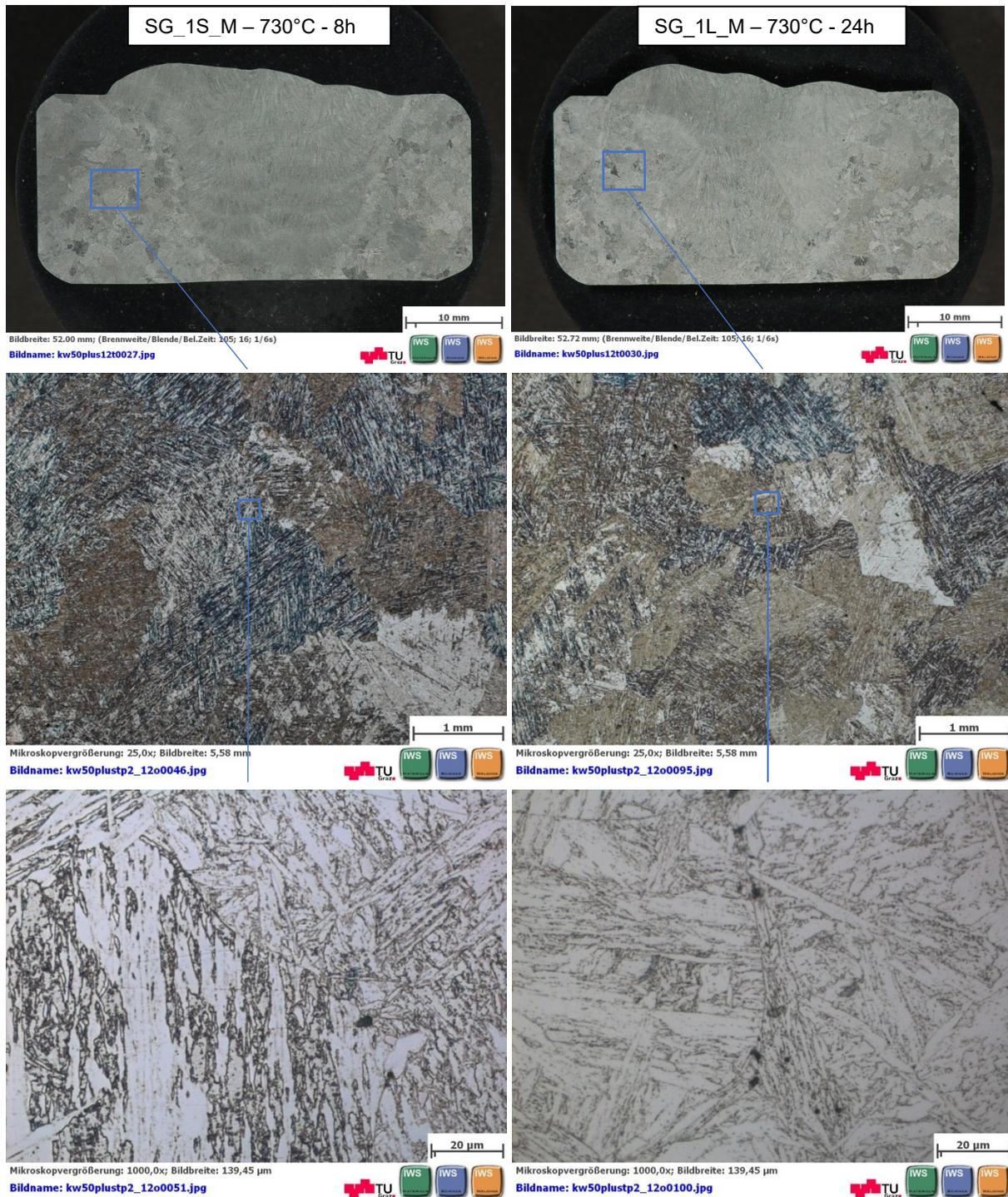


Abbildung 3: Vergleich des Grundwerkstoffes bei 2 verschiedenen Wärmebehandlungen; Makro (erste Reihe) Adler Wischätzung, Mikroskopiebilder (Reihen 2 und 3) Ätzung Vilella.

## A.6.2. Vergleich der ‚as welded‘ Proben

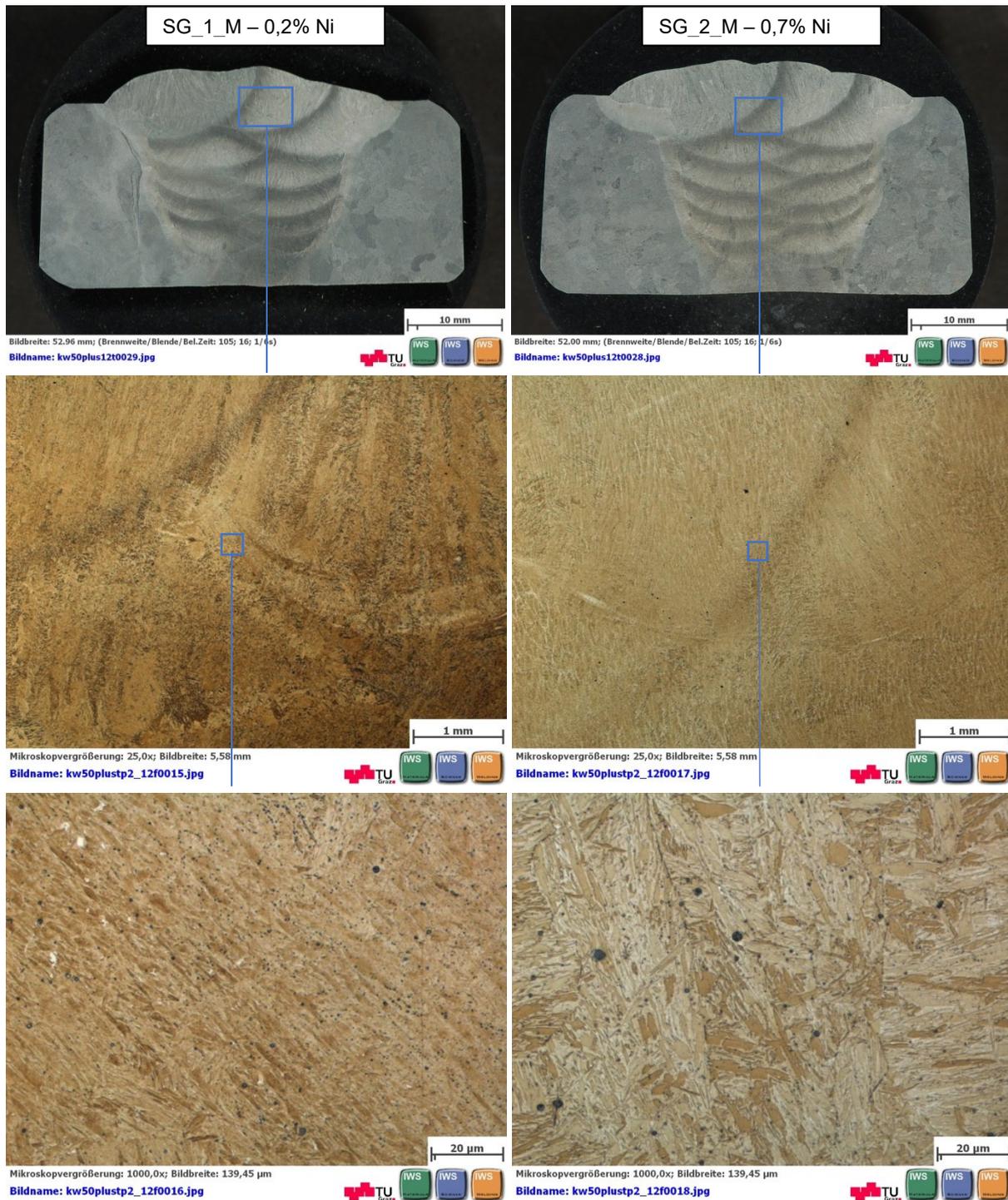


Abbildung 4: Vergleich von zwei geschweißten Proben – SG mit verschiedenen Nickelgehalten – oben: Makro-aufnahmen, Mitte und unten: Lichtmikroskopieaufnahmen

## B. Elektronenmikroskopische Untersuchungen

### B.1. Probe SG\_1L\_M

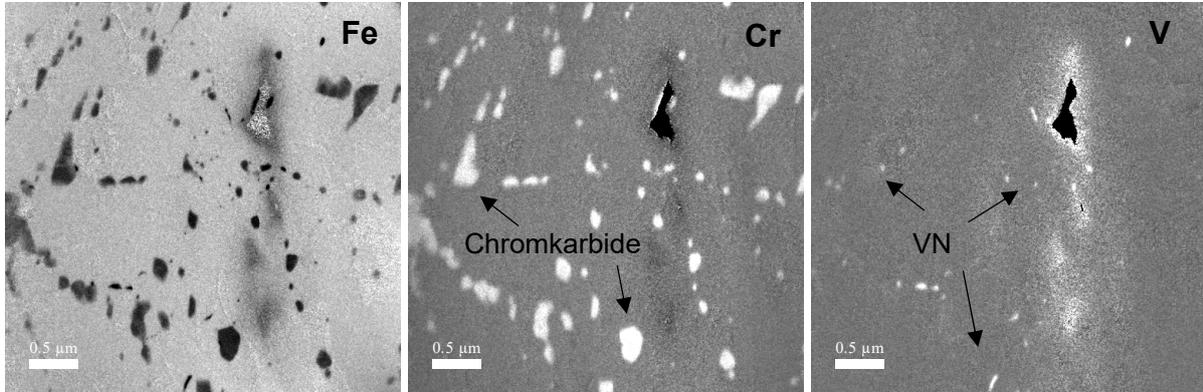


Abbildung 5: EFTEM Bilder der Probe SG\_1L\_M (Z57); Aufnahmeserie 8 – Elemente Maps. In Eisenmap (Fe) sind viele Ausscheidungen zu erkennen - differenzierbar in Chromcarbide und vanadiumreiche Ausscheidungen mittels Cr und V Map.

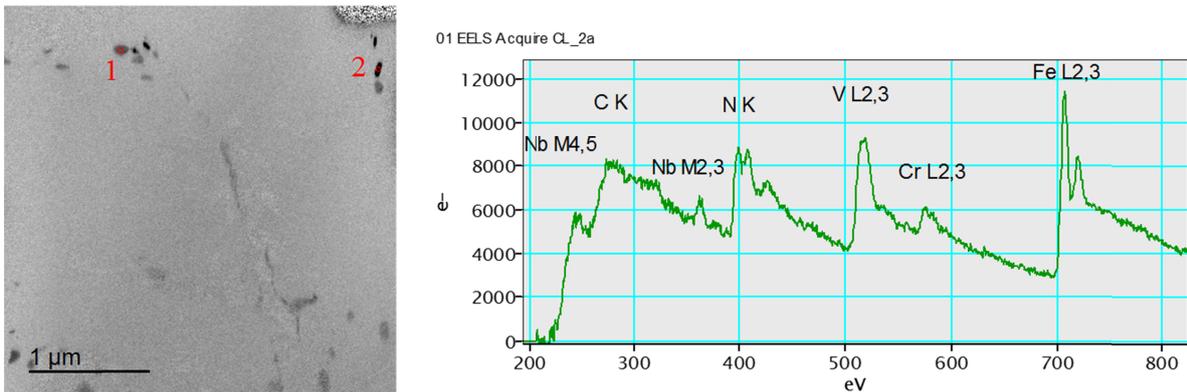


Abbildung 6: Probe SG\_1L\_M (Z57) – Serie 1; (li.) Fe-M Jump ratio EFTEM-Bild; (re.) EELS zur Charakterisierung eines Chromkarbides (Bremspektrum korrigiert) – Punkt 1.

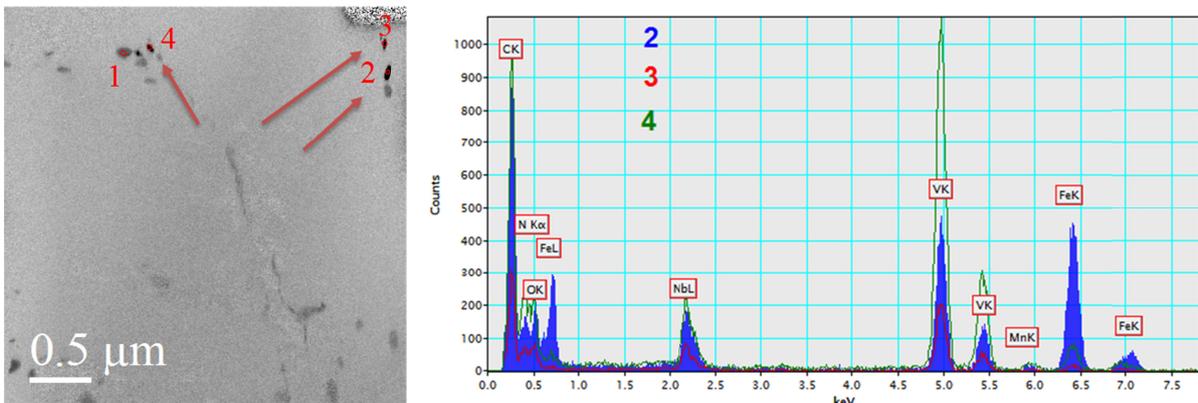


Abbildung 7: Probe SG\_1L\_M (Z57) – Serie 1; (li.) Fe-M Jump ratio EFTEM-Bild; (re.) EDX Analyse: Charakterisierung von MX (V,Nb,C,N) Teilchen – Spots 2, 3 und 4 im Vergleich überlagert.

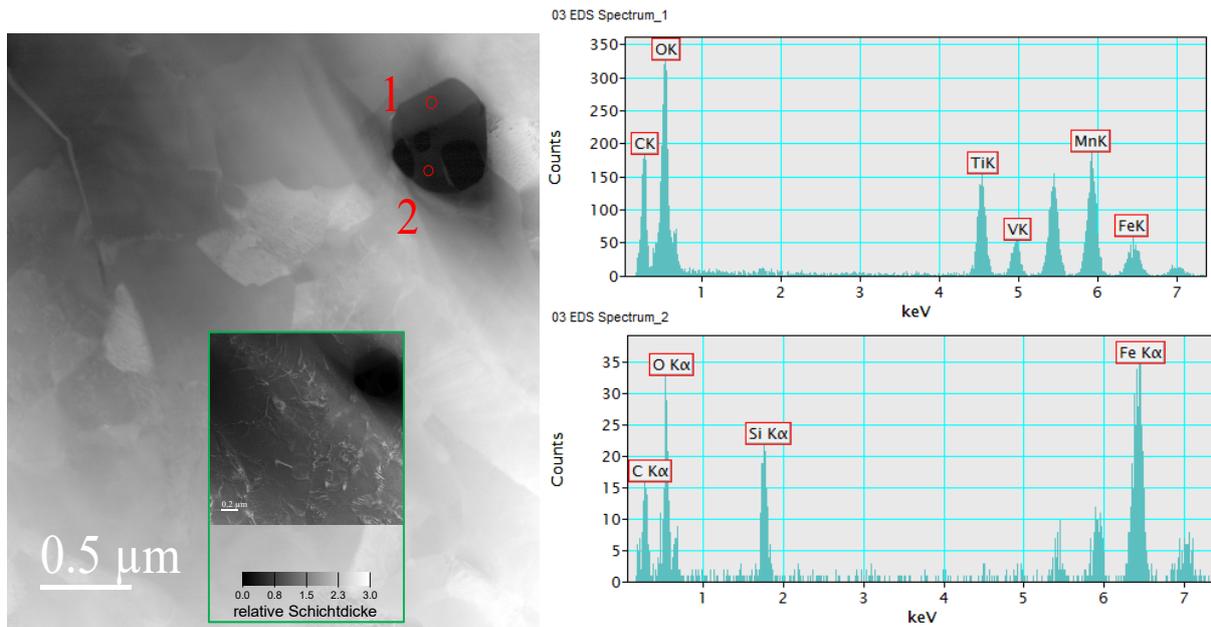


Abbildung 8 (li.) Probe SG\_1L\_M (Z57) – Detail aus Serie 6; Ausschnitt in ,high angle annular dark field (HAADF) image / (re.) EDXS zur Charakterisierung und quantitativen Analyse eines Einschlusses Spot 1 und Spot 2 zeigen Oxide.

## B.2. Zeitstandprobe SG1 Z51

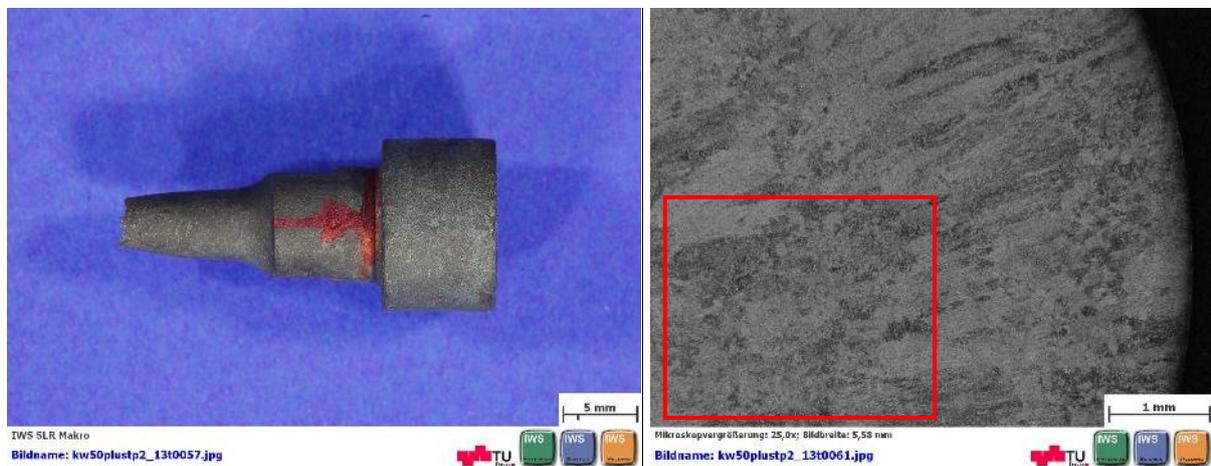


Abbildung 9: Zeitstandprobe Z51 mit exemplarischer Darstellung des entnommenen Bereiches (re.) lichtmikroskopische Darstellung des etwa 7mm<sup>2</sup> großen Bereiches.

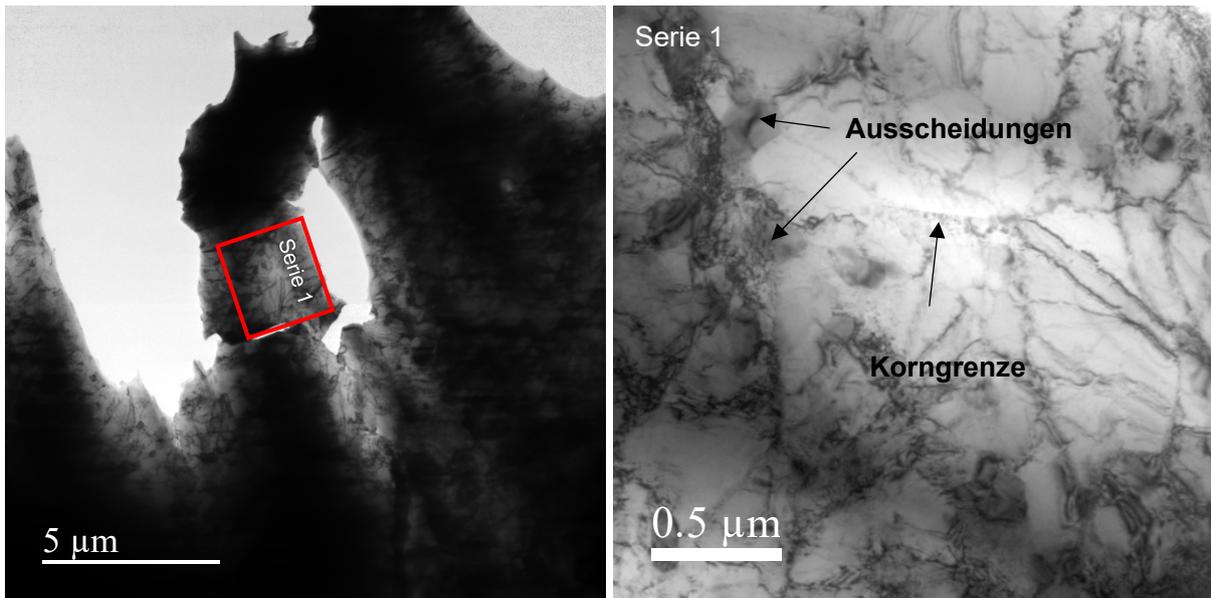


Abbildung 10: Hellfeldbild Probe Z51 (li) Übersicht mit Ausschnitt der Serie 1 (90° gedreht); (re.) Hellfeldbild mit Ausscheidungen, Korngrenzen und Artefakten.

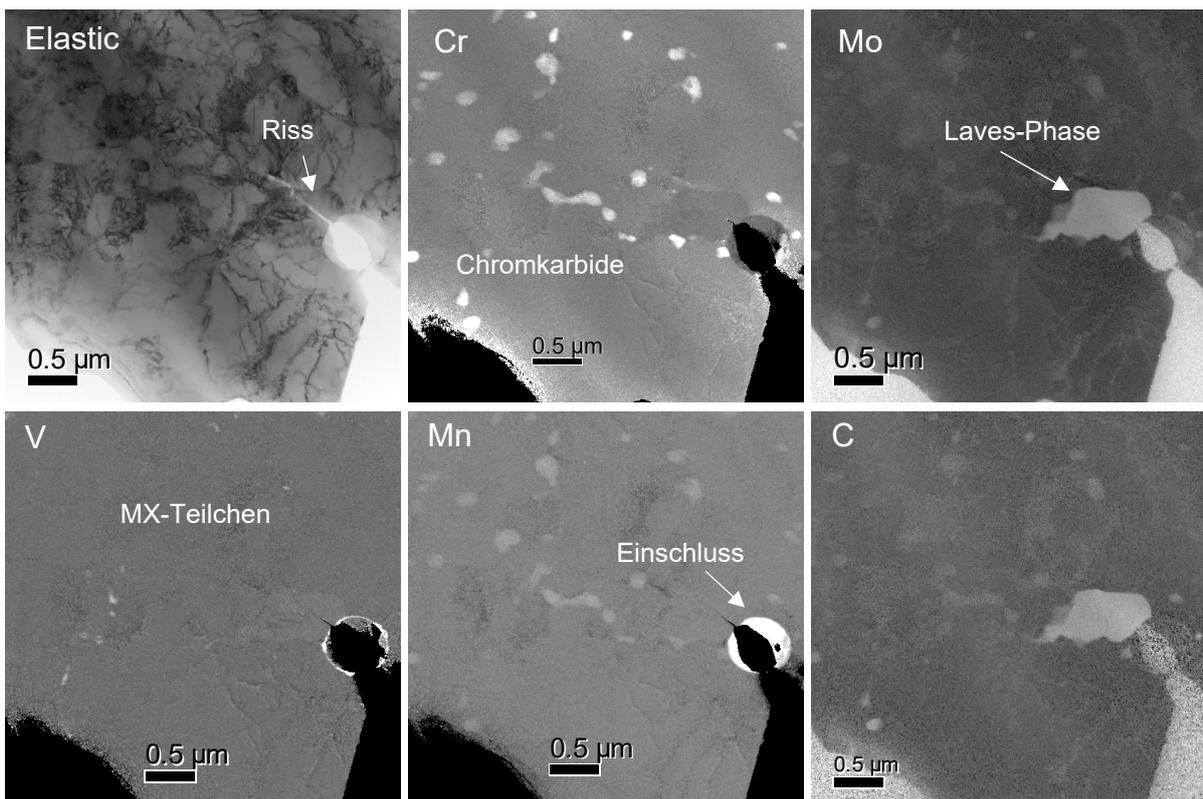


Abbildung 11: EFTEM Bilder der Z51; Aufnahmeserie 5 – Elemente Maps. Chromkarbide, Laves-Phase, MX Teilchen bzw. Vanadiumnitrid Ausscheidungen, und Rissverlauf durch Einschluss und Ausscheidung

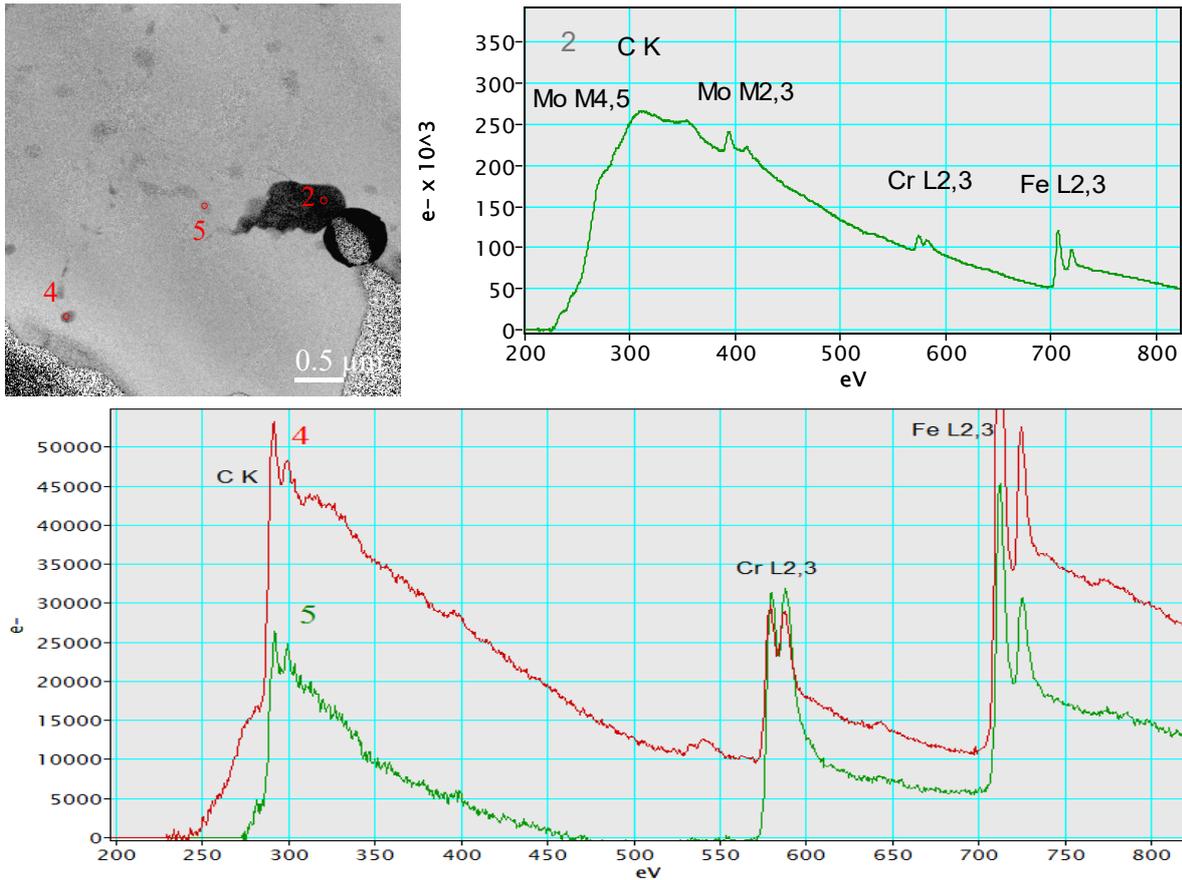


Abbildung 12: : Probe Z51 – Serie 5; (oben li.) Fe-M Jump ratio EFTEM-Bild; (oben re.) EELS von Punkt 2 zur Charakterisierung der Laves-Phase; (unten) EELS der Punkte 4 und 5 überlagert – Ausscheidungen charakterisiert als Chromkarbide.

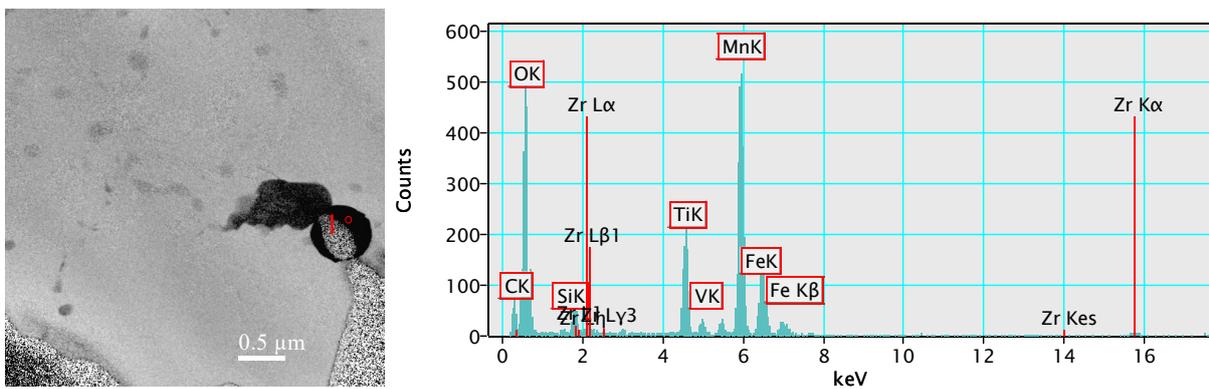


Abbildung 13: Einschluss in Probe Z51; (li.) Fe-Map mit Spotposition; (re.) EDX Spektrum mit Zirkoniumanteilen

## B.3. Zeitstandprobe SG2 M11

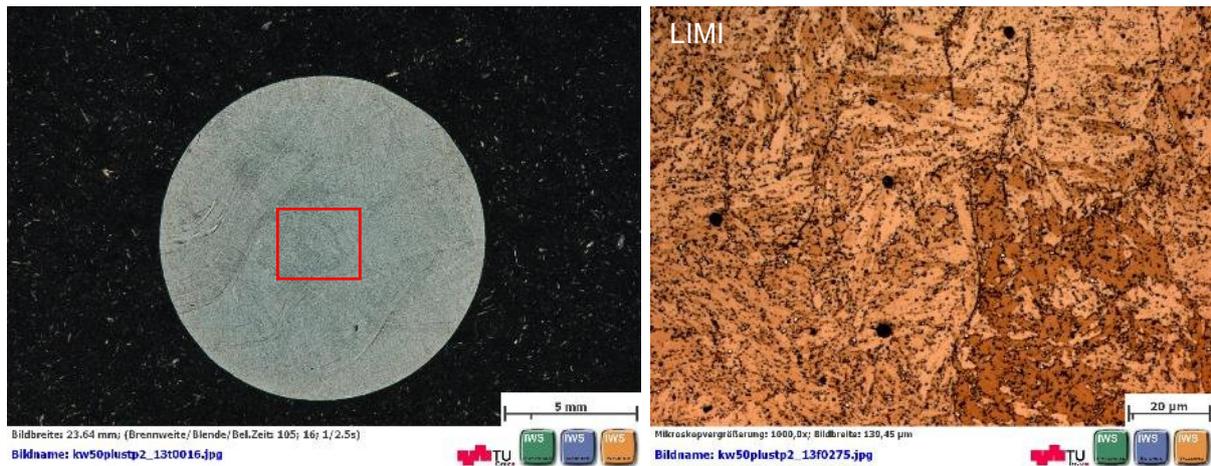


Abbildung 14: Zeitstandprobe M11 aus SG2 mit exemplarischer Darstellung des entnommenen Bereiches (li.); lichtmikroskopische Darstellung aus der Mitte der Probe, Ätzung: Lichtenegger-Bloech (re.)

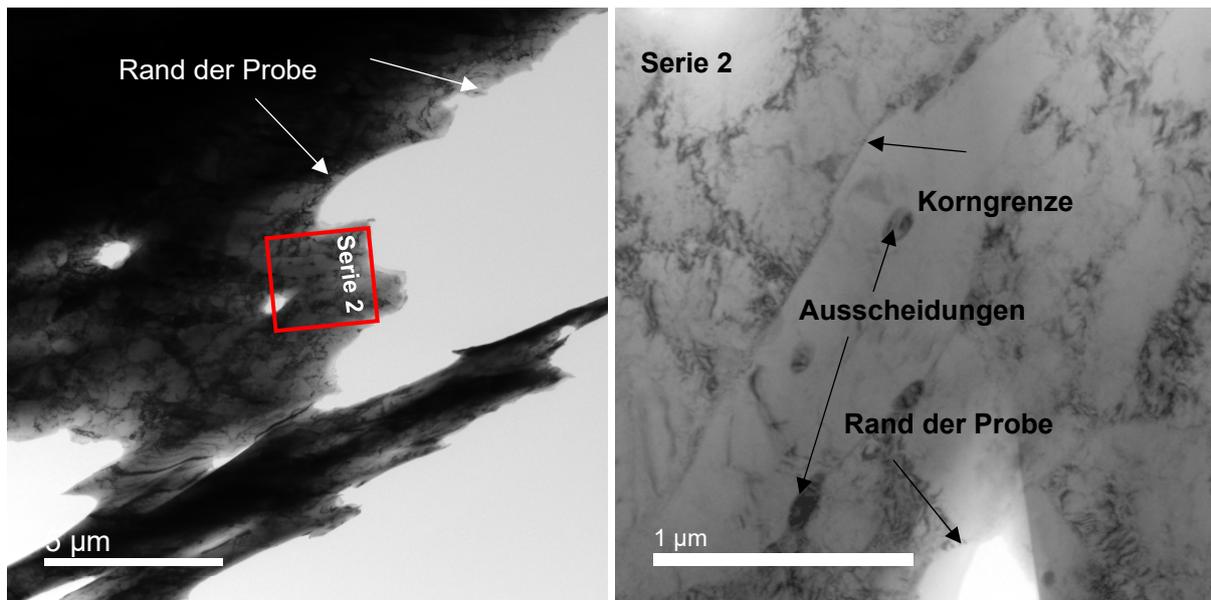


Abbildung 15: Hellfeldbild Probe M11 (li.) Übersicht mit Ausschnitt der Serie 2 (90° gedreht); (re.) Hellfeldbild mit Ausscheidungen und Korngrenzen.

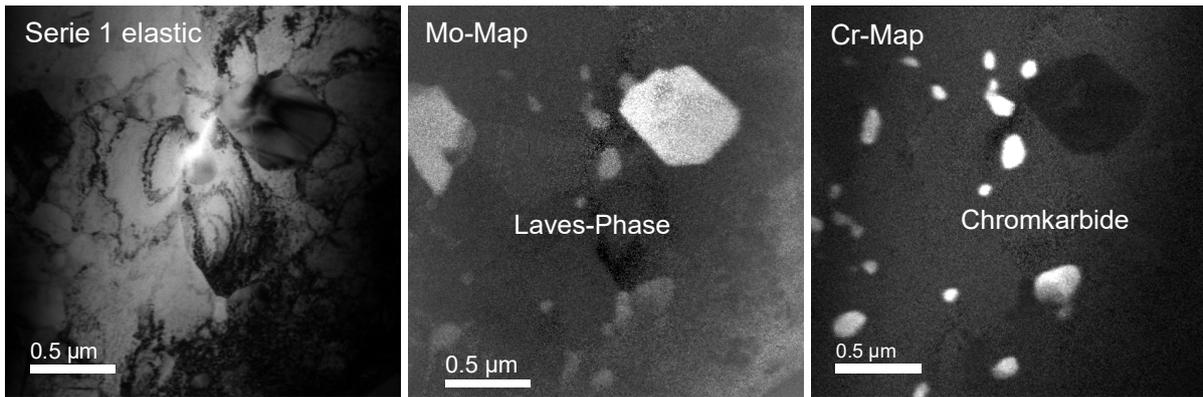


Abbildung 16: EFTEM Bilder der Probe M11; Aufnahmeserie 1 – Elemente Maps. Laves-Phase, und Chromkarbid Ausscheidungen.

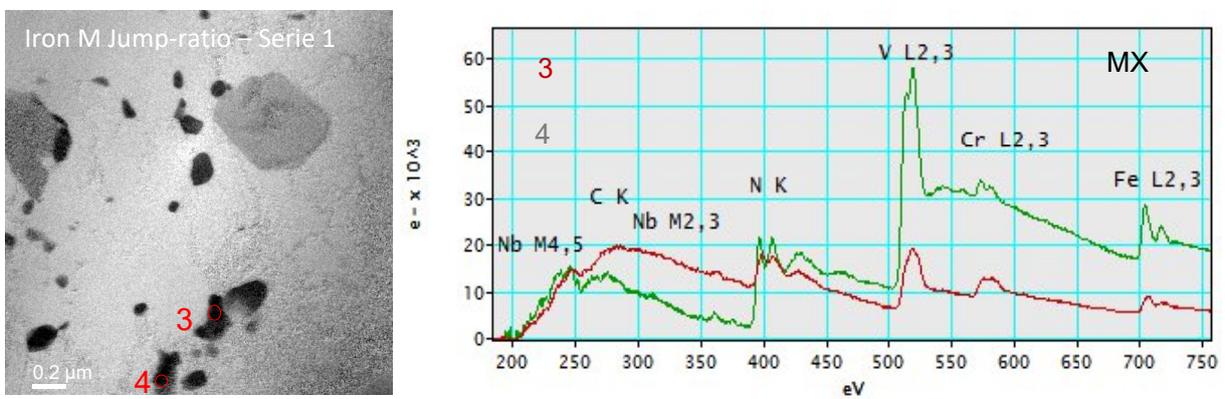


Abbildung 17: Probe M11 – Serie 1; (li.) Fe-M Jump ratio EFTEM-Bild; (re) EELS der Punkte 3 und 4 zur Charakterisierung von MX Ausscheidungen (Bremspektren korrigiert).

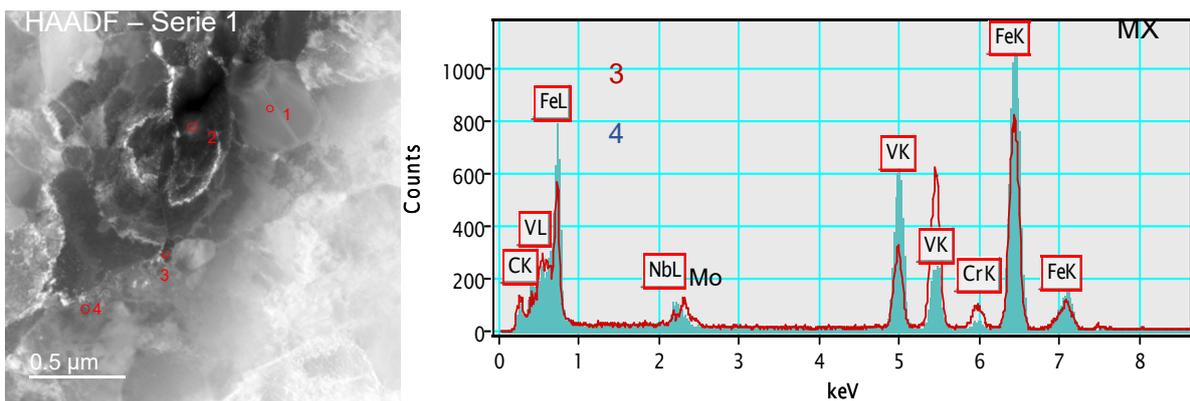


Abbildung 18: Probe M11 – Serie 1; EDX Spektren zur Charakterisierung und quantitativen Analyse von MX Ausscheidungen überlagert, Messpunkte 3 und 4.

## B.4. Auswertungen

### B.4.1. Probe SG\_1\_M – W97 (as welded)

#### B.4.1.1. Auswertung EFTEM Bilder

Tabelle 6: Auswertung der wichtigsten Mikrostrukturparameter von sechs untersuchten Serien (Gesichtsfelder) der unbehandelten Probe des Schweißgutes 1. Chromhaltige und manganhaltige Ausscheidungen konnten ausgewertet werden.

Probe SG_1L_M - Z57	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius
	[wt. %]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
Serie 1	0,22	3,30E+19	21,4
Serie 2	1,17	2,74E+20	16,1
Serie 3	0,47	1,83E+20	15,0
Serie 4	0,29	6,43E+19	16,6
Serie 5	0,19	6,97E+19	16,3
Serie 6	0,45	3,14E+19	22,8
<b>Cr-haltig (Mittelw. aus Serien 1-6)</b>	<b>0,46</b>	<b>1,09E+20</b>	<b>18,0</b>
Standardabweichung (1-6)	0,33	8,93E+19	2,9
<b>Mn-haltig nur in Serie 3</b>	<b>0,04</b>	<b>5,60E+18</b>	<b>26,9</b>

#### B.4.1.2. Vergleich mit MatCalc Simulationen

Tabelle 7: Gemessene Ausscheidungen von Chromkarbiden und Mangansulfiden mit MatCalc Simulationen verglichen – Zustand as welded, vor PWHT.

Probe SG_1_M - W97	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius
	[wt. %]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
<b>Chromkarbide Messung</b>	<b>0,46</b>	<b>1,09E+20</b>	<b>18,0</b>
Chromkarbide MatCalc	0,41	7,18E+20	7,8
<b>Mangansulfide Messung</b>	<b>0,04</b>	<b>5,60E+18</b>	<b>26,9</b>
Mangansulfide MatCalc	0,02	1,88E+16	90,2

## B.4.2. Probe mit WBH SG\_1L\_M – Z57

## B.4.2.1. Auswertung EFTEM Bilder

Tabelle 8: Auswertung aller Bilderserien der Probe SG\_1L\_M (Z57); (links) Chromium-Map; (rechts) Vanadium-Map; Mittelwerte und Standardabweichungen angegeben.

Probe Z57 - Ausw. Cr- Map	Phasen- anteil	Teilchen- dichte	Radius	Probe Z57 - Ausw. V-Map	Phasen- anteil	Teilchen- dichte	Radius
	[wt. %]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]		[wt. %]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
Serie 1	0,942	1,51E+19	32,6	Serie 1	0,113	5,77E+18	26,3
Serie 2	0,917	1,51E+19	51,8	Serie 2	0,000	0,00E+00	0,0
Serie 3	1,401	5,67E+19	32,1	Serie 3	0,022	7,27E+18	18,0
Serie 4	2,707	2,23E+19	41,5	Serie 4	0,017	3,68E+18	22,4
Serie 5	6,062	7,56E+20	71,8	Serie 5	0,104	1,29E+19	26,2
Serie 6	2,072	2,38E+19	50,8	Serie 6	0,058	1,61E+19	17,5
Serie 7	1,783	8,06E+18	77,4	Serie 7	0,035	2,07E+18	34,6
Serie 8	4,379	2,63E+19	55,9	Serie 8	0,126	7,74E+18	32,9
Serie 9	3,649	3,92E+19	58,9	Serie 9	0,019	1,81E+19	11,3
<b>Cr-karbide Mittelw.</b>	<b>2,657</b>	<b>1,07E+20</b>	<b>52,5</b>	<b>VN Mittelw.</b>	<b>0,055</b>	<b>8,18E+18</b>	<b>21,0</b>
<i>Cr-Karbide St.abw.</i>	<i>1,640</i>	<i>2,30E+20</i>	<i>14,8</i>	<i>VN St.abw.</i>	<i>0,045</i>	<i>5,91E+18</i>	<i>10,2</i>

Tabelle 9: Auswertung der Probe SG\_1L\_M (Z57); (links) M<sub>2</sub>C Ausscheidungen in Serie 2; (rechts) NbC Ausscheidungen in Serie 4.

Probe Z57 - Ausw. nach EELS-Def.	Phasenan- teil	Teilchen- dichte	Radius	Probe Z57 - Ausw. Nb u. C Map	Phasenan- teil	Teilchen- dichte	Radi- us
	[%]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]		[%]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
M <sub>2</sub> C (Serie 2)	1,417	2,99E+18	76,6	NbC (Serie 4)	0,067	8,46E+18	25,9

## B.4.2.2. Vergleich mit MatCalc Simulationen

Tabelle 10: Vergleich gemessener Ausscheidungen mit MatCalc Simulationen – Probe SG\_1L\_M (Z57), 24h bei 730°C wärmebehandelt.

Probe SG_1L_M - Z57	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius
	[wt. %]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
<b>Cr-karbide Messung</b>	<b>2,66</b>	<b>1,07E+20</b>	<b>52,5</b>
Cr-karbide MatCalc	2,93	1,30E+19	77,9
<b>VN Messung</b>	<b>0,05</b>	<b>8,18E+18</b>	<b>21,0</b>
VN MatCalc	0,26	9,23E+19	18,3
<b>NbC Messung</b>	<b>0,07</b>	<b>8,46E+18</b>	<b>25,9</b>
NbC MatCalc	0,00	1,26E+15	10,9
<b>M<sub>2</sub>X Messung</b>	<b>1,42</b>	<b>2,99E+18</b>	<b>76,6</b>
M <sub>2</sub> X MatCalc	0,00	0,00E+00	0,0

## B.4.3. Zeitstandprobe Z51

## B.4.3.1. Auswertung EFTEM Bilder

Tabelle 11: Auswertung aller Bilderserien der Probe Z51; (links) Chromium-Map; (rechts) Vanadium-Map; Mittelwerte und Standardabweichungen angegeben.

Auswertung Z51 Cr-Map	Phasenanteil [%]	Teilchendichte [1/m <sup>3</sup> ]	Radius [nm]	Auswertung Z51 V-Map	Phasenanteil [%]	Teilchendichte [1/m <sup>3</sup> ]	Radius [nm]
Serie 1	3,326	3,00E+19	48,6	Serie 1	0,245	6,25E+19	17,5
Serie 2	5,067	2,20E+19	73,7	Serie 2	0,380	2,05E+19	28,3
Serie 3	1,058	1,21E+19	59,8	Serie 3	0,194	1,27E+19	26,4
Serie 4	1,548	9,07E+18	60,7	Serie 4	0,119	2,20E+19	13,2
Serie 5	1,690	6,65E+18	73,6	Serie 5	0,573	3,86E+18	30,0
<b>Mittelw.</b>	<b>2,538</b>	<b>1,59E+19</b>	<b>63,3</b>	<b>Mittelw.</b>	<b>0,302</b>	<b>2,43E+19</b>	<b>23,1</b>
<i>St.abw.</i>	<i>1,477</i>	<i>8,74E+18</i>	<i>9,5</i>	<i>St.abw.</i>	<i>0,160</i>	<i>2,02E+19</i>	<i>6,6</i>

Tabelle 12: Auswertung der Probe Z51; (links) M<sub>2</sub>X Ausscheidungen; (rechts) Laves Phase.

Auswertung Z51 M <sub>2</sub> X	Phasenanteil [%]	Teilchendichte [1/m <sup>3</sup> ]	Radius [nm]	Auswertung Z51 Laves	Phasenanteil [%]	Teilchendichte [1/m <sup>3</sup> ]	Radius [nm]
Serie 1	1,102	2,81E+18	73,3	Serie 2	1,009	4,87E+17	186,9
Serie 2	1,105	7,89E+18	43,5	Serie 4	0,439	3,07E+18	58,3
<b>Mittelw.</b>	<b>1,103</b>	<b>5,35E+18</b>	<b>58,4</b>	Serie 5	2,381	7,46E+16	468,2
<i>St.abw.</i>	<i>0,002</i>	<i>2,54E+18</i>	<i>14,9</i>	<b>Mittelw.</b>	<b>1,276</b>	<b>1,21E+18</b>	<b>237,8</b>
				<i>St.abw.</i>	<i>0,815</i>	<i>1,33E+18</i>	<i>171,2</i>

## B.4.3.2. Vergleich mit MatCalc Simulationen

Tabelle 13: Vergleich gemessener Ausscheidungen mit MatCalc Simulationen – Probe Z51, 6500h bei 625°C.

Probe Z51	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius
	[wt. %]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
<b>Cr-karbid Messung</b>	<b>2,54</b>	<b>1,59E+19</b>	<b>63,3</b>
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> MatCalc	2,91	2,60E+18	136,4
<b>VN Messung</b>	<b>0,30</b>	<b>2,43E+19</b>	<b>23,1</b>
VN MatCalc	0,26	1,60E+19	31,3
<b>M<sub>2</sub>X Messung</b>	<b>1,10</b>	<b>5,35E+18</b>	<b>58,4</b>
M <sub>2</sub> X MatCalc	0,00	0,00E+00	0,0
<b>Laves Messung</b>	<b>1,28</b>	<b>1,21E+18</b>	<b>237,8</b>
Laves MatCalc	1,04	2,04E+16	481,5

## B.4.4. Zeitstandprobe M11

## B.4.4.1. Auswertung EFTEM Bilder

Tabelle 14: Auswertung aller Bilderserien der Probe M11; (links) Chromium-Map; (rechts) Vanadium-Map; Mittelwerte und Standardabweichungen angegeben.

Auswertung M11 Cr-Map	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius	Auswertung M11 V-Map	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius
	[%]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]		[%]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
Serie 1	3,105	2,74E+19	59,0	Serie 1	1,263	2,10E+19	39,0
Serie 2	0,680	9,81E+18	50,5	Serie 2	0,251	7,96E+18	37,4
Serie 3	1,425	2,27E+19	52,7	Serie 3	0,059	3,50E+18	27,0
Serie 4	1,684	2,02E+19	43,4	Serie 4	0,166	2,26E+19	25,4
Serie 5	2,313	8,93E+18	118,3	Serie 5	0,120	1,40E+19	20,9
Serie 6	1,581	1,93E+19	46,6	Serie 6	0,161	1,35E+19	28,1
Serie 7	1,824	5,48E+18	133,6	Serie 7	0,047	7,71E+18	20,4
<b>Mittelw.</b>	<b>1,802</b>	<b>1,63E+19</b>	<b>72,0</b>	<b>Mittelw.</b>	<b>0,295</b>	<b>1,29E+19</b>	<b>28,3</b>
<i>St.abw.</i>	<i>0,699</i>	<i>7,56E+18</i>	<i>34,7</i>	<i>St.abw.</i>	<i>0,400</i>	<i>6,57E+18</i>	<i>6,8</i>

Tabelle 15: Auswertung der Probe M11 – Laves-Phase.

Auswertung M11 Laves-Phase	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius
	[%]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
Serie 1	7,734	7,03E+17	310,9
Serie 4	1,217	1,94E+18	51,8
Serie 5	0,878	1,14E+18	129,0
Serie 6	1,224	2,06E+18	97,3
Serie 7	1,308	4,50E+17	209,5
<b>Mittelw.</b>	<b>2,472</b>	<b>1,26E+18</b>	<b>159,7</b>
<i>St.abw.</i>	<i>2,635</i>	<i>6,45E+17</i>	<i>91,5</i>

## B.4.4.2. Vergleich mit MatCalc Simulationen

Tabelle 16: Vergleich gemessener Ausscheidungen mit MatCalc Simulationen – Probe M11, 6500h bei 625°C.

Probe M11	Phasenanteil	Teilchendichte	Radius
	[wt. %]	[1/m <sup>3</sup> ]	[nm]
<b>Cr-karbid Messung</b>	<b>1,80</b>	<b>1,63E+19</b>	<b>72,0</b>
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> MatCalc	2,35	2,37E+18	127,8
<b>VN Messung</b>	<b>0,30</b>	<b>1,29E+19</b>	<b>28,3</b>
VN MatCalc	0,22	1,37E+19	26,9
<b>Laves Messung</b>	<b>2,47</b>	<b>1,26E+18</b>	<b>159,7</b>
Laves MatCalc	1,04	2,32E+16	454,5

## B.4.5. FEG SEM Darstellung SG1

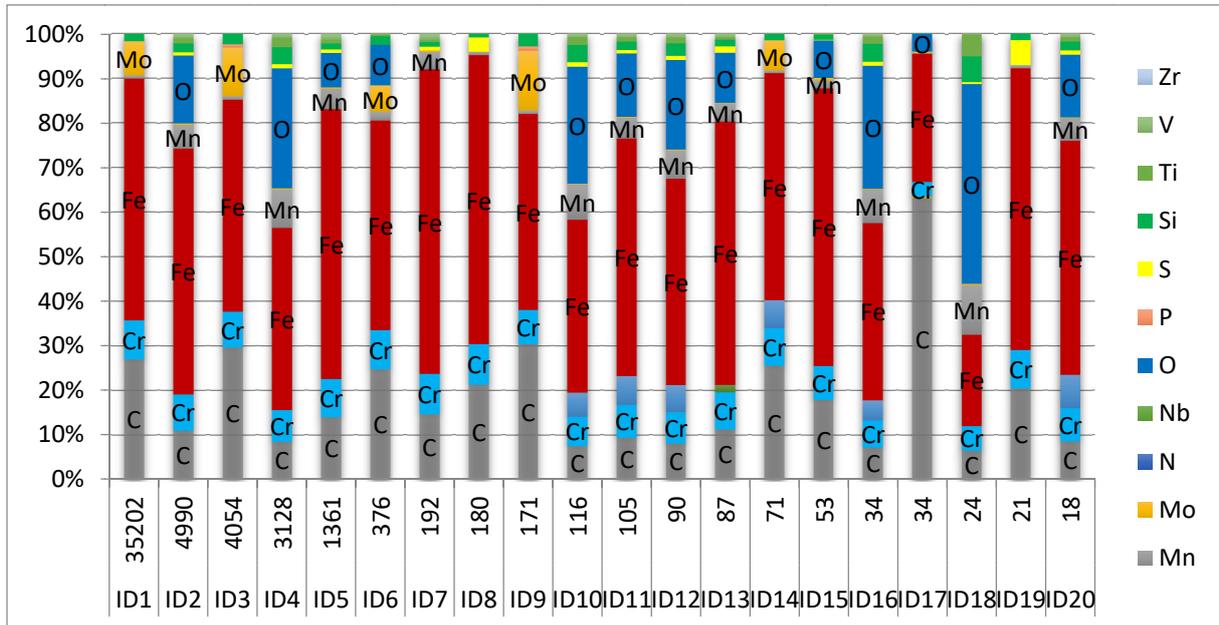


Abbildung 19: Elementenverteilungen (in at%) in gemessenen Partikeln der Zeitstandprobe SG1 – Z51; x\_Achse: definierte ID's mit Anzahl der Teilchen (zB. 35.202 Teilchen haben die Zusammensetzung von ID1)

## C. Tabellen - Kerbschlagbiegeversuche

Table 17 (3-seitig): Messwerte Kerbschlagbiegeversuche und errechnete Werte.

Serie	Versuchsnummer	Probennummer	Prüf-temp. /°C	Analoge Anzeige /J	T <sub>Ü</sub> /°C	A <sub>VÜ</sub> /J	T <sub>27</sub> /°C
SG1 - W95	010	W95	-10	5	141	17	205
	004	W95/1	25	5	141	17	205
	005	W95/2	25	5	141	17	205
	006	W95/3	25	4	141	17	205
	015	W95	60	9	141	17	205
	023	W95/1	100	7	141	17	205
	024	W95/2	100	8	141	17	205
	045	W95/1	160	21	141	17	205
	046	W95/2	160	23	141	17	205
	066	W95	200	27	141	17	205
(unbehandelt) 12 Proben	102	W95	300	26	141	17	205
	104	W95	400	30	141	17	205
SG2 - Z46	012	Z46	-10	6	129	19	166
	007	Z46/1	25	-	129	19	166
	008	Z46/2	25	8	129	19	166
	009	Z46/3	25	9	129	19	166
	016	Z46	60	6	129	19	166
	025	Z46/1	100	14	129	19	166
	026	Z46/2	100	11	129	19	166
	047	Z46/1	160	25	129	19	166
	048	Z46/2	160	29	129	19	166
	067	Z46	200	30	129	19	166
(unbehandelt) 12 Proben	103	Z46	300	30	129	19	166
	105	Z46	400	30	129	19	166
SG1 - A26	095	A26	-50	5	56	54	23
	074	A26/1	-30	7	56	54	23
	075	A26/2	-30	6	56	54	23
	009	A26	-10	20	56	54	23
	010	A26/1	25	18	56	54	23
	011	A26/2	25	39	56	54	23
	012	A26/3	25	19	56	54	23
	017	A26	60	64	56	54	23
	027	A26/1	100	83	56	54	23
	028	A26/2	100	78	56	54	23
(WBH1) 12 Proben	049	A26/1	160	105	56	54	23
	050	A26/2	160	112	56	54	23
SG1 - Z55	098	Z55	-50	4	37	57	15
	080	Z55/1	-30	15	37	57	15
	081	Z55/2	-30	11	37	57	15
	011	Z55	-10	12	37	57	15
	013	Z55/1	25	34	37	57	15
	014	Z55/2	25	54	37	57	15
	015	Z55/3	25	44	37	57	15
	020	Z55	60	80	37	57	15
	029	Z55/1	100	97	37	57	15
	030	Z55/2	100	95	37	57	15
(WBH2) 12 Proben	051	Z55/1	160	107	37	57	15
	052	Z55/2	160	112	37	57	15

Serie	Versuchsnummer	Probennummer	Prüf-temp. /°C	Analoge Anzeige /J	T <sub>Ü</sub> /°C	A <sub>VÜ</sub> /J	T <sub>27</sub> /°C	
SG2 - C4	099	C4	-50	3	39	55	15	
	082	C4/1	-30	7	39	55	15	
	083	C4/2	-30	7	39	55	15	
	006	C4	-10	10	39	55	15	
	016	C4/1	25	41	39	55	15	
	017	C4/2	25	36	39	55	15	
	018	C4/3	25	36	39	55	15	
	018	C4	60	67	39	55	15	
	031	C4/1	100	99	39	55	15	
	032	C4/2	100	99	39	55	15	
	(WBH1) 12 Proben	053	C4/1	160	106	39	55	15
	054	C4/2	160	106	39	55	15	
SG2 - C12	101	C12	-50	5	32	61	7	
	076	C12/1	-30	6	32	61	7	
	077	C12/2	-30	6	32	61	7	
	013	C12	-10	16	32	61	7	
	019	C12/1	25	34	32	61	7	
	020	C12/2	25	49	32	61	7	
	021	C12/3	25	58	32	61	7	
	019	C12	60	85	32	61	7	
	033	C12/1	100	111	32	61	7	
	034	C12/2	100	102	32	61	7	
	(WBH2) 12 Proben	055	C12/1	160	123	32	61	7
	056	C12/2	160	121	32	61	7	
GW - W98	005	W98	-10	25	44	46	-2	
	006	W98	-10	27	44	46	-2	
	007	W98	-10	22	44	46	-2	
	008	W98	-10	26	44	46	-2	
	001	W98	25	37	44	46	-2	
	002	W98	25	34	44	46	-2	
	003	W98	25	40	44	46	-2	
	004	W98	25	38	44	46	-2	
	009	W98	150	76	44	46	-2	
	010	W98	150	68	44	46	-2	
	011	W98	150	79	44	46	-2	
	12 Proben	012	W98	150	66	44	46	-2
GW - Z50	094	Z50	-50	10	44	46	-2	
	072	Z50	-30	12	44	46	-2	
	003	Z50/1	-10	31	44	46	-2	
	005	Z50/2	-10	24	44	46	-2	
	001	Z50/1	25	33	44	46	-2	
	002	Z50/2	25	37	44	46	-2	
	003	Z50/3	25	33	44	46	-2	
	021	Z50/1	100	70	44	46	-2	
	022	Z50/2	100	71	44	46	-2	
	043	Z50/1	160	80	44	46	-2	
	044	Z50/2	160	88	44	46	-2	
	12 Proben	065	Z50	200	84	44	46	-2

Serie	Versuchsnummer	Probennummer	Prüf-temp. /°C	Analoge Anzeige /J	T <sub>Ü</sub> /°C	A <sub>VÜ</sub> /J	T <sub>27</sub> /°C	
GW - A30	096	A30	-50	8	38	46	-2	
	078	A30/1	-30	12	38	46	-2	
	079	A30/2	-30	14	38	46	-2	
	004	A30	-10	22	38	46	-2	
	022	A30/1	25	34	38	46	-2	
	023	A30/2	25	38	38	46	-2	
	024	A30/3	25	39	38	46	-2	
	035	A30/1	100	77	38	46	-2	
	036	A30/2	100	75	38	46	-2	
	057	A30/1	160	82	38	46	-2	
	(WBH1)	058	A30/2	160	85	38	46	-2
	12 Proben	068	A30	200	76	38	46	-2
GW - C8	100	C8	-50	11	38	46	-2	
	084	C8/1	-30	15	38	46	-2	
	085	C8/2	-30	21	38	46	-2	
	002	C8	-10	27	38	46	-2	
	028	C8/1	25	52	38	46	-2	
	029	C8/2	25	44	38	46	-2	
	030	C8/3	25	38	38	46	-2	
	039	C8/1	100	71	38	46	-2	
	040	C8/2	100	77	38	46	-2	
	061	C8/1	160	92	38	46	-2	
	(WBH1)	062	C8/2	160	91	38	46	-2
	12 Proben	070	C8	200	79	38	46	-2
GW - Z58	106	Z58	-70	4	33	50	-4	
	097	Z58	-50	16	33	50	-4	
	073	Z58	-30	17	33	50	-4	
	008	Z58	-10	31	33	50	-4	
	025	Z58/1	25	36	33	50	-4	
	026	Z58/2	25	42	33	50	-4	
	027	Z58/3	25	36	33	50	-4	
	037	Z58/1	100	78	33	50	-4	
	038	Z58/2	100	82	33	50	-4	
	059	Z58/1	160	85	33	50	-4	
	(WBH2)	060	Z58/2	160	85	33	50	-4
	12 Proben	069	Z58	200	92	33	50	-4
GW - C16	007	C16	-10	31	33	50	-4	
	031	C16/1	25	50	33	50	-4	
	032	C16/2	25	49	33	50	-4	
	033	C16/3	25	44	33	50	-4	
	001	C16	25	47	33	50	-4	
	002	C16	25	40	33	50	-4	
	003	C16	25	46	33	50	-4	
	041	C16/1	100	85	33	50	-4	
	042	C16/2	100	89	33	50	-4	
	063	C16/1	160	86	33	50	-4	
	(WBH2)	064	C16/2	160	91	33	50	-4
	12 Proben	071	C16	200	95	33	50	-4

### C.1. Programmplot Messprotokoll

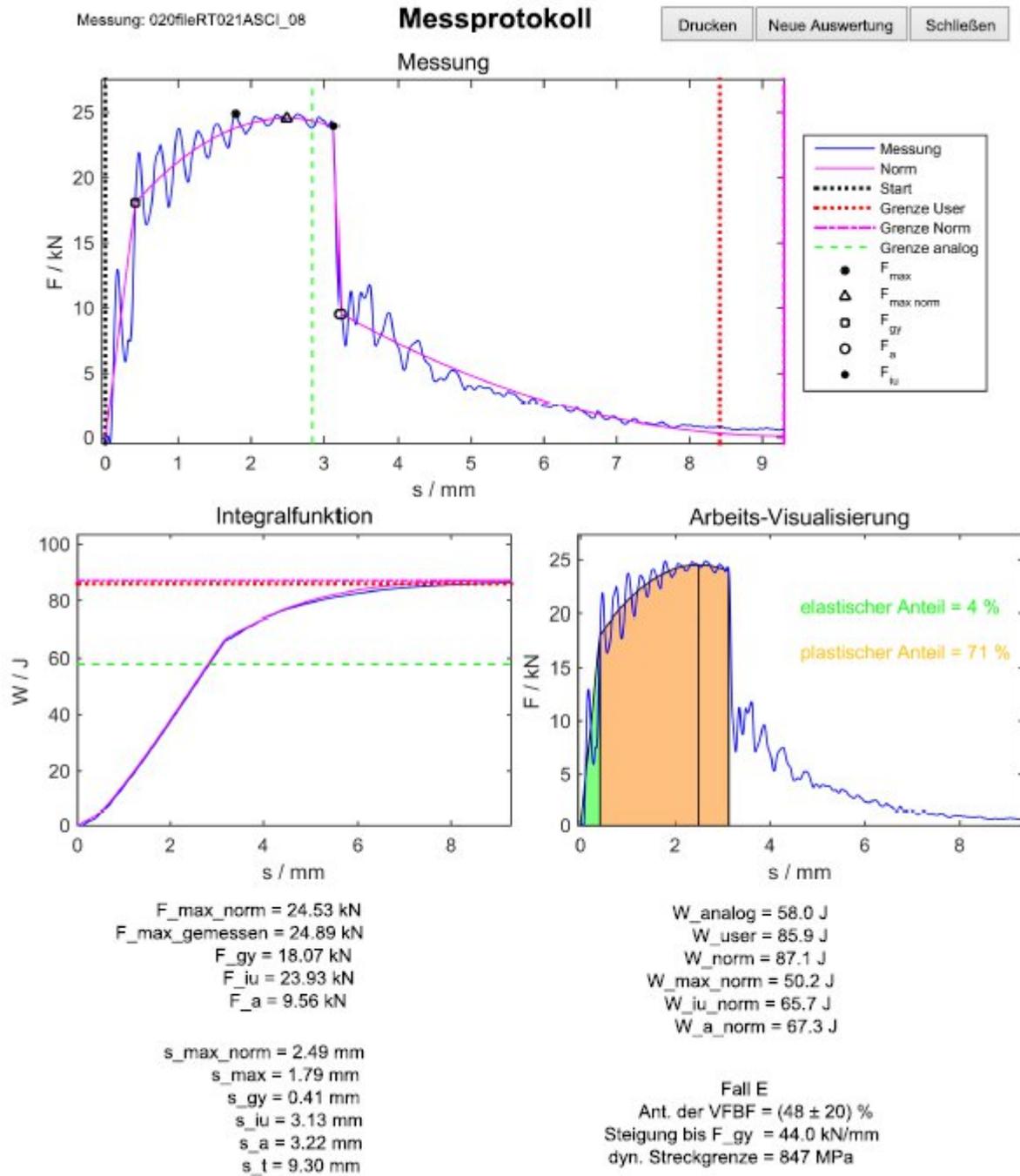


Abbildung 20: Beispiel für ein ausgedrucktes Messprotokoll für Probe SG2\_L bei RT.

## C.2. Vergleichsgrafik Schweißgüter

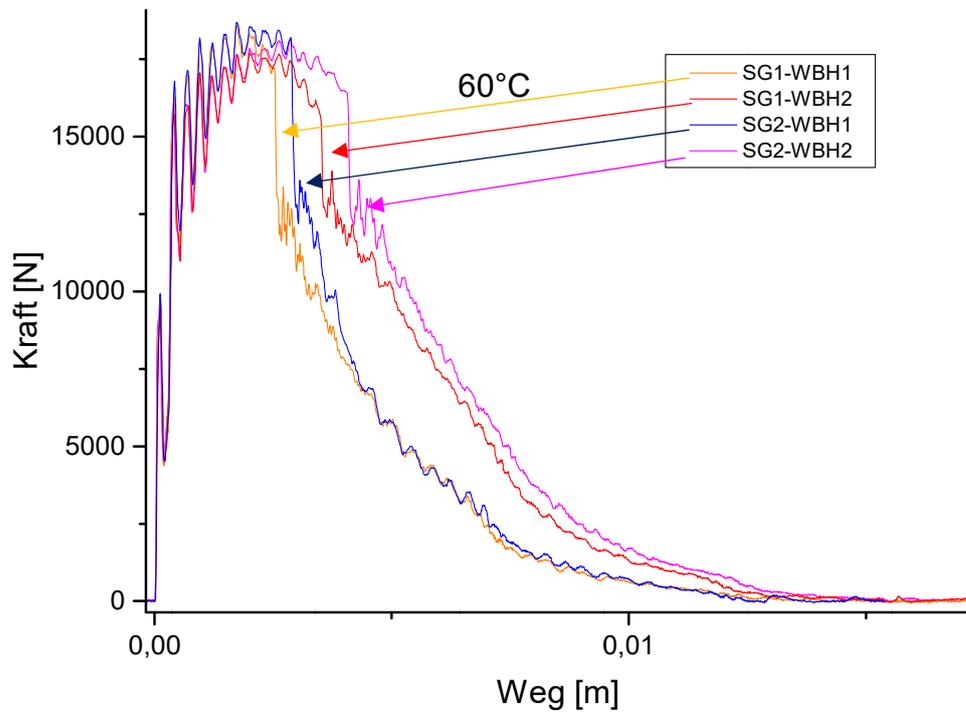


Abbildung 21: Vergleich von Kraft-Durchbiegungskurven aller zwei Schweißgüter bei beiden WBH, Proben-Prüftemperatur 60°C.

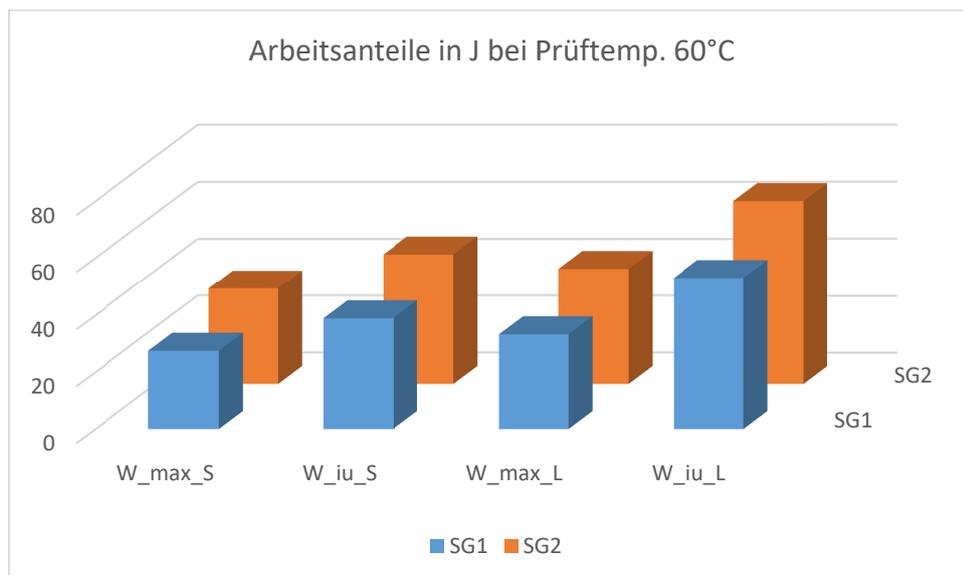


Abbildung 22: Vergleich der Arbeitsanteile bei beiden Schweißgütern mit beiden Wärmebehandlungen; Prüftemp. 60°C: \_S (kurze WBH); \_L (lange WBH)

$W_{max}$ ... Arbeitsanteil bis zur Maximalkraft der Ausgleichsfunktion;

$W_{iu}$ ... Arbeitsanteil bis zur Risseinleitkraft.

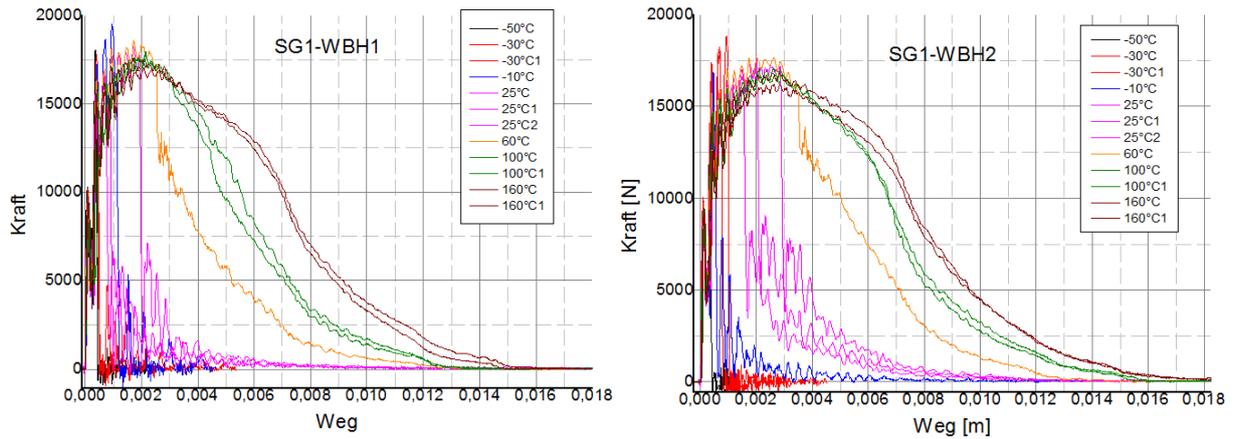


Abbildung 23: Darstellung der instrumentierten Versuche von Schweißgut 1 über alle Prüftemperaturen; links WBH\_S; rechts WBH\_L.

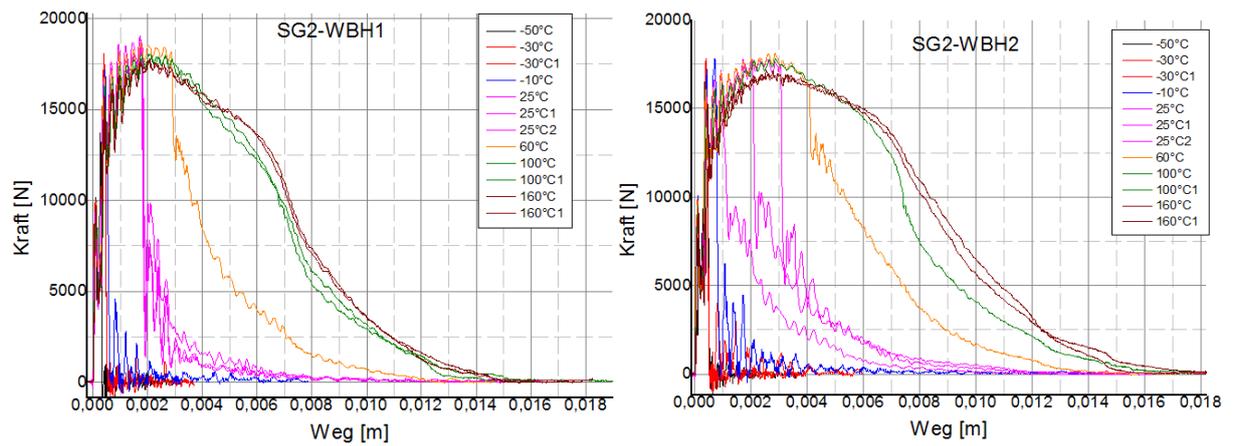


Abbildung 24: Darstellung der instrumentierten Versuche von Schweißgut 2 über alle Prüftemperaturen; ; links WBH\_S; rechts WBH\_L.

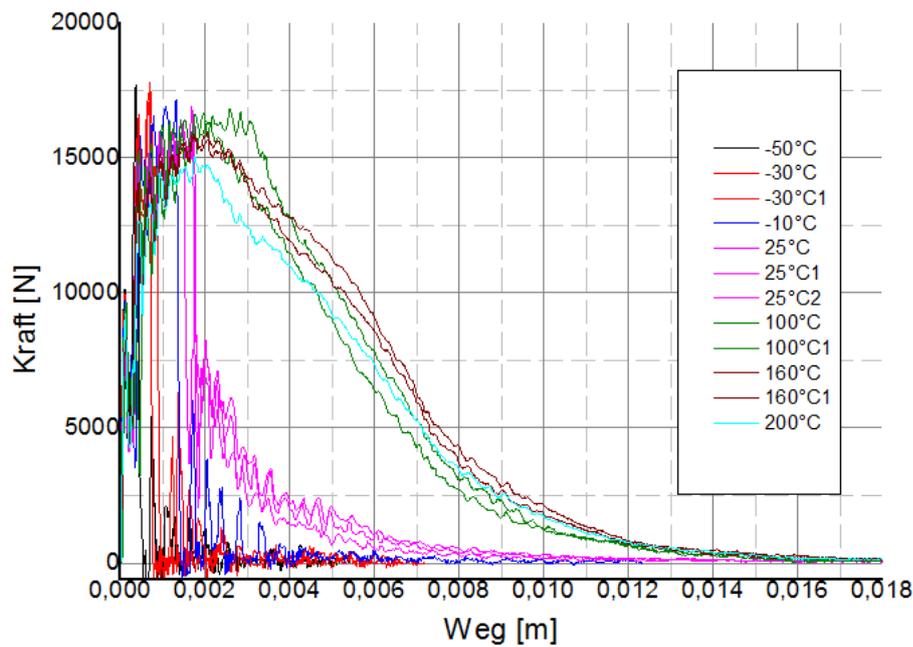


Abbildung 25: Darstellung der instrumentierten Versuche einer Grundwerkstoffprüfreihe über alle Prüftemperaturen

### C.3. Skizze einer SENB-Probe

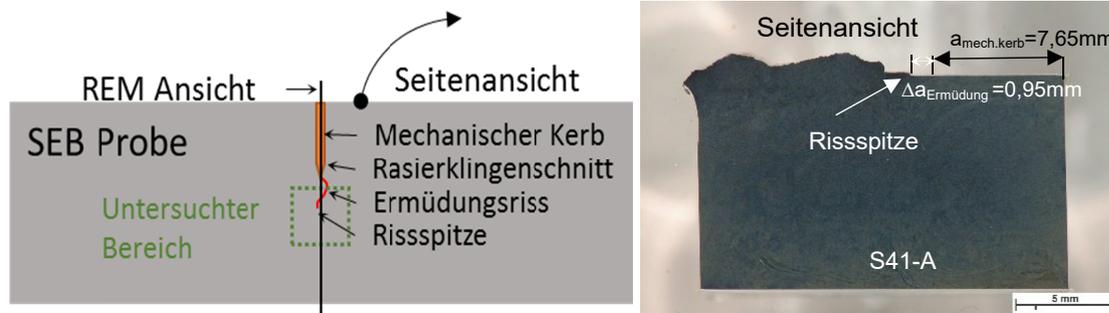


Abbildung 26: (li.) Skizze einer SENB-Probe zur Darstellung des untersuchen Bereiches um die Risspitze, (re.) Querschliff einer gebrochenen BM-Probe.

## D. J-Mat-Pro Vergleich:

Heat treated at 620.0 C		SG1								Phase distribution: FERRITE 96.66% M23C6 3.08% TiN 0.14% M3P 0.05% M(C,N) 0.0291% ALN 0.0179% MNS 0.0169%
Temperature (C)		RT	100.0	200.0	300.0	400.0	500.0	600.0	700.0	
Young's Modulus (E) (GPa)		215.51	210.5	203.82	197.13	190.44	183.74	177.05	170.35	
Bulk Modulus (K) (GPa)		170.9	169.2	166.86	164.43	161.91	159.28	156.54	153.7	
Shear Modulus (G) (GPa)		83.54	81.42	78.61	75.81	73.02	70.25	67.5	64.76	
Poisson's Ratio		0.29	0.29	0.3	0.3	0.3	0.31	0.31	0.32	
Thermal Conductivity (W/(m*K))		28.59	26.91	25.27	24.25	23.8	23.86	24.41	25.4	
Electrical Resistivity (Ohm*m)		2.56E-7	3.4E-7	4.59E-7	5.79E-7	6.93E-7	7.94E-7	8.76E-7	9.39E-7	
Electrical Conductivity (1/(Ohm*m))		3.91E6	2.94E6	2.18E6	1.73E6	1.44E6	1.26E6	1.14E6	1.07E6	
Thermal Expansion Coeff. (1/K)		1.18E-5	1.23E-5	1.3E-5	1.37E-5	1.43E-5	1.5E-5	1.56E-5	1.63E-5	
Density (g/cm^3)		7.82	7.8	7.77	7.74	7.71	7.67	7.64	7.6	

Heat treated at 620.0 C		SG2								Phase distribution: FERRITE 97.41% M23C6 2.22% M6C 0.14% TiN 0.13% M3P 0.0359% M(C,N) 0.024% MNS 0.018% ALN 0.0173%
Temperature (C)		RT	100.0	200.0	300.0	400.0	500.0	600.0	700.0	
Young's Modulus (E) (GPa)		214.79	209.78	203.09	196.41	189.72	183.02	176.33	169.63	
Bulk Modulus (K) (GPa)		170.73	169.04	166.72	164.3	161.79	159.18	156.46	153.63	
Shear Modulus (G) (GPa)		83.23	81.11	78.3	75.5	72.71	69.94	67.19	64.45	
Poisson's Ratio		0.29	0.29	0.3	0.3	0.3	0.31	0.31	0.32	
Thermal Conductivity (W/(m*K))		28.59	26.89	25.23	24.2	23.72	23.77	24.3	25.28	
Electrical Resistivity (Ohm*m)		2.55E-7	3.4E-7	4.59E-7	5.8E-7	6.95E-7	7.97E-7	8.8E-7	9.43E-7	
Electrical Conductivity (1/(Ohm*m))		3.91E6	2.94E6	2.18E6	1.72E6	1.44E6	1.25E6	1.14E6	1.06E6	
Thermal Expansion Coeff. (1/K)		1.18E-5	1.23E-5	1.3E-5	1.36E-5	1.43E-5	1.5E-5	1.56E-5	1.63E-5	
Density (g/cm^3)		7.83	7.8	7.78	7.74	7.71	7.68	7.65	7.61	

Abbildung 27: Vergleich von physikalischen Eigenschaften von Schweißgut 1 und 2 – gerechnet im Stahl Modus von J-MatPro.

Heat treated at 620.0 C		SG1								Phase distribution: FERRITE 96.64% M23C6 3.14% M(C,N) 0.14% LAVES 0.0548% ALN 0.0162%
Temperature (C)		RT	100.0	200.0	300.0	400.0	500.0	600.0	700.0	
Young's Modulus (E) (GPa)		215.51	210.5	203.82	197.13	190.44	183.75	177.05	170.36	
Bulk Modulus (K) (GPa)		170.91	169.21	166.87	164.44	161.91	159.29	156.55	153.7	
Shear Modulus (G) (GPa)		83.54	81.42	78.61	75.81	73.02	70.26	67.5	64.76	
Poisson's Ratio		0.29	0.29	0.3	0.3	0.3	0.31	0.31	0.32	
Thermal Conductivity (W/(m*K))		22.73	23.52	24.67	25.88	27.13	28.4	29.69	30.98	
Electrical Resistivity (Ohm*m)		3.21E-7	3.89E-7	4.7E-7	5.43E-7	6.08E-7	6.67E-7	7.21E-7	7.7E-7	
Electrical Conductivity (1/(Ohm*m))		3.11E6	2.57E6	2.13E6	1.84E6	1.65E6	1.5E6	1.39E6	1.3E6	
Thermal Expansion Coeff. (1/K)		1.18E-5	1.23E-5	1.3E-5	1.37E-5	1.43E-5	1.5E-5	1.56E-5	1.63E-5	
Density (g/cm^3)		7.82	7.8	7.77	7.74	7.71	7.67	7.64	7.6	

Heat treated at 620.0 C		SG2								Phase distribution: FERRITE 97.25% M23C6 2.37% LAVES 0.24% M(C,N) 0.14% ALN 0.016%
Temperature (C)		RT	100.0	200.0	300.0	400.0	500.0	600.0	700.0	
Young's Modulus (E) (GPa)		214.79	209.78	203.1	196.41	189.72	183.03	176.33	169.64	
Bulk Modulus (K) (GPa)		170.76	169.07	166.75	164.33	161.82	159.21	156.49	153.66	
Shear Modulus (G) (GPa)		83.23	81.11	78.29	75.5	72.71	69.94	67.19	64.45	
Poisson's Ratio		0.29	0.29	0.3	0.3	0.3	0.31	0.31	0.32	
Thermal Conductivity (W/(m*K))		22.69	23.46	24.59	25.78	27.02	28.27	29.54	30.82	
Electrical Resistivity (Ohm*m)		3.22E-7	3.9E-7	4.71E-7	5.45E-7	6.1E-7	6.7E-7	7.24E-7	7.74E-7	
Electrical Conductivity (1/(Ohm*m))		3.11E6	2.57E6	2.12E6	1.84E6	1.64E6	1.49E6	1.38E6	1.29E6	
Thermal Expansion Coeff. (1/K)		1.18E-5	1.23E-5	1.3E-5	1.36E-5	1.43E-5	1.5E-5	1.56E-5	1.63E-5	
Density (g/cm^3)		7.83	7.81	7.78	7.75	7.71	7.68	7.65	7.61	

Abbildung 28: Vergleich von physikalischen Eigenschaften von Schweißgut 1 und 2 – gerechnet im Rostfreistahl Modus von J-MatPro.

## E. MatCalc Script zur Ausscheidungssimulation

All lines and word beginning with ,'\$' are just comments for documentation and not necessary for the program routine.

```
@$ *****
@$ ***** GENERAL INFORMATION *****
@$ *****
$ Application example - Simulation of heat treatment and welding cycle of
$ a CB2 (9% Cr steel) similar flux cored wire - welding of the last pass!
$ 3 welding cycles

$ Author: Schuler
$ Creation date: 25.03.2014
$ revision date:08.04.2014; 21.08.2014; 12.12.2014; 02.2015

$ New setup 3 cycles, simulation changed
$ Driving Force Model (Default ist SSFK size-class based)
$ 20141202 - Skript with chemistry of old creep samples - without Zet...
$ 20141203 - Changes with Erwin: Subgrain size 0.5e-5m, m7c3 on subrainboundary edges
$ 20141204 - Changes in heat treatment; hcp as Mo2C defined
$ 20141205 - Laves phase nukleation changed, other model than m23c6
$ 20141209 - hcp nukleation changed, just one nukleation site; hcp with shape factor
$ 20141212 - soaking with 4h, tablepositions adapted; hcp on m(subgrain edges), x(subgrain corners)

@$ *****
@$ ***** SETUP INFORMATION *****
@$ *****
new-workspace
set-workspace-info +Simulation of heat treatment and welding cycle of a
set-workspace-info +CB2-similar filler metal
set-workspace-info +FILLER METAL 1 (low nickel)
set-workspace-info +FILLER METAL 2 (high nickel)
set-workspace-info +Selected elements: C Si Mn Cr Fe Ni Mo V Nb Co B N
set-workspace-info +Matrix phases: Ferrite (BCC_A2), Austenite (FCC_A1)
set-workspace-info +Precipitate phases: Carbonitrides: MX, Carbides: M7C3, M23C6, M3C(Cementite)
set-workspace-info +Hexagonal Structure: Mo2C; Intermetallic: Laves_phase
set-workspace-info +Multipass Welding: T - from 1600°C to RT at t8/5=20s; 3 peak temperatures;
set-workspace-info +PWHT at 730°C for 24 h
set-workspace-info +Service at 625°C for and 10000h
set-workspace-info +-----
set-workspace-info +More information about MatCalc on
set-workspace-info + http://www.matcalc.at
set-workspace-info +-----
use-module core          $ select core module for kinetic simulation
@$ *****
@$ ***** SYSTEM SETUP *****
@$ *****
open-thermodyn-database mc_fe_v2.036.tdb          $ Thermodynamic database

move-gui-window c show          $ bring console window to front
send-dialog-string "PLEASE SELECT WELD MATERIAL FROM THE CONSOLE WINDOW ..."

$ selection of calc variants
set-variable-value weld_material 1          $ default value for steel grade

echo n          $ do not display in console window
send-console-string
send-console-string Select weld material
send-console-string 1 ... CB2-Ti-FD low nickel content
send-console-string 2 ... CB2-Ti-FD high nickel content

input-variable-value weld_material "Please select weld material (1 or 2): "
echo y          $ reset display in console window
$ show console window and notify user to perform selection
move-gui-window c show          $ bring console window to front
```

```

$*****
$ GLOBAL VARIABLES
$*****
set-variable-value npc 25          $ number of precipitate classes
set-variable-value mdef_aust 1     $ matrix diff. enhancement value
set-variable-value mdef_mart 1     $ matrix diff. enhancement value
set-variable-value mdef_sgb 5      $ matrix diff. enhancement at subgrain bound.for the early carbides

set-variable-value t_p1 1300       $ Peak temperature 1
set-variable-value t_p2 1000       $ Peak temperature 2
set-variable-value t_p3 700        $ Peak temp 3
set-variable-value t_85 20         $ T 8/5 time
set-variable-value t_zl 260        $ interpass temperature
set-variable-value T_soak 250      $ soaking temperature after welding
set-variable-value T_a 730         $ Annealing temperature
set-variable-value T_s 625         $ service temperature

if (weld_material==1)
  set-variable-value T_ms 389       $ Martensite start temperature
  set-variable-value T_mss 366      $ Ms in Welding Cycle
  set-variable-value T_trans 817    $ reaustenitization temperature
  set-variable-value T_a1w 858      $ A1 in welding cycle
elseif (weld_material==2)
  set-variable-value T_ms 416       $ Martensite start temperature
  set-variable-value T_mss 386      $ Ms in Welding Cycle
  set-variable-value T_trans 785    $ reaustenitization temperature
  set-variable-value T_a1w 848      $ A1 in welding cycle (Wert angepasst)
endif

set-variable-value sf_m7c3 5        $ shape factor for m7c3 precipitates
set-variable-value sf_cem 5         $ shape factor for cementite precipitates
set-variable-value sf_laves 0.5     $ shape factor for laves_phase precipitates
set-variable-value sf_hcp 0.5       $ shape factor for mo2c precipitates

set-variable-string scale_range 1e10..1e23 $ unified scaling for histogram windows
$ *****
$ DATABASES, CHEMICAL COMPOSITION, SELECTED PHASES
$ *****
select-elements C Cr Co Mn Mo N Nb Ni Si V          $ select elements and phases
set-reference-element Fe
select-phases bcc_a2 fcc_a1 cementite hcp_a3 m23c6 m7c3 laves_phase

read-thermodyn-database
$ system setup creep samples (chem composition-old; creep samples)
if (weld_material==1)
  enter-composition wp c=0.137 cr=9.00 mn=0.98 n=0.023 si=0.16 v=0.2 nb=0.034 mo=1.52
  enter-composition wp ni=0.2 co=0.95
elseif (weld_material==2)
  enter-composition wp c=0.111 cr=8.4 mn=0.73 n=0.019 si=0.19 v=0.2 nb=0.029 mo=1.39
  enter-composition wp ni=0.72 co=0.92
endif

read-mobility-database mc_fe_v2.006.ddb           $ read diffusion data
$$$$*****
CHANGE PHASE STATUS ETC.
*****$$$$
change-phase-status laves_phase#01 f s s          $ suspend laves_phase#01
change-phase-status hcp_a3 f s s                 $ suspend hcp_a3 and two kids
change-phase-status hcp_a3#02 f s s
change-phase-status hcp_a3#03 f s s
change-phase-status hcp_a3#01 m /:Mo:C:/:       $ change phase constituents of hcp_03

$$$$*****
HEAT TREATMENTS, VARIABLES, TABLES & FUNCTIONS
*****
----- HEAT TREATMENTS -----
the WELDING starts above the solution temperature of the precipitates and continues to cool down to RT. $$
$create heat treatment part I: welding

```

create-heat-treatment ht

```
append-ht-segment ht                $ segment 0 (cooling to RT)
edit-ht-segment ht . d n austenite    $ define precipitation domain
edit-ht-segment ht . s 1600           $ define start temperature
edit-ht-segment ht . 1 T_mss 300/t_85 $ [800°C-500°C]/t_85s = cooling rate [°C/s]
edit-ht-segment ht . c cooling to martensite start temperature with t_85

append-ht-segment ht                $ segment 1 (cooling to T_zl)
edit-ht-segment ht . d n martensite
edit-ht-segment ht . 1 T_zl 12
edit-ht-segment ht . c cooling from martensite start temperature to interpass temperature

append-ht-segment ht                $ segment 2 (heating to A1)
edit-ht-segment ht . 1 T_a1w 1000
edit-ht-segment ht . c heating from interpass temperature to A1 temperature

append-ht-segment ht                $ segment 3 (heating to T_p1)
edit-ht-segment ht . d n austenite
edit-ht-segment ht . 1 T_p1 800
edit-ht-segment ht . c heating from A1 temperature to the first peak temperature

append-ht-segment ht                $ segment 4 (cooling to T_ms)
edit-ht-segment ht . 1 T_mss 300/t_85
edit-ht-segment ht . c cooling from first peak temperature to martensite start temperature with t_85

append-ht-segment ht                $ segment 5 (cooling to ZL)
edit-ht-segment ht . d n martensite
edit-ht-segment ht . 1 T_zl 12
edit-ht-segment ht . c cooling from martensite start temperature to interpass temperature

append-ht-segment ht                $ segment 6 (heating to A1)
edit-ht-segment ht . 1 T_a1w 1000
edit-ht-segment ht . c heating from Interpass temperature to A1 temperature

append-ht-segment ht                $ segment 7 (heating to T_p2)
edit-ht-segment ht . d n austenite
edit-ht-segment ht . 1 T_p2 800
edit-ht-segment ht . c heating from A1 temperature to the second peak temperature

append-ht-segment ht                $ segment 8 (cooling to T_ms)
edit-ht-segment ht . 1 T_mss 300/t_85
edit-ht-segment ht . c cooling from second peak temperature to martensite start temperature with t_85

append-ht-segment ht                $ segment 9 (cooling to ZL)
edit-ht-segment ht . d n martensite
edit-ht-segment ht . 1 T_zl 12
edit-ht-segment ht . c cooling from martensite start temperature to interpass temperature

append-ht-segment ht                $ segment 10 (heating to T_p3)
edit-ht-segment ht . 1 T_p3 1000
edit-ht-segment ht . c heating from Interpass temperature to third peak temperature

append-ht-segment ht                $ segment 11 (cooling to T_ms)
edit-ht-segment ht . 1 T_mss 300/t_85
edit-ht-segment ht . c cooling from third peak temperature to martensite start temperature with t_85

append-ht-segment ht                $ segment 12 (cooling to RT)
edit-ht-segment ht . 1 25 12
edit-ht-segment ht . c cooling from martensite start temperature to RT

append-ht-segment ht                $ segment 13(isothermal holding RT/ 1800 sec)
edit-ht-segment ht . 2 0 1800
edit-ht-segment ht . c isothermal holding for half an hour at RT

append-ht-segment ht                $ segment 14(soaking for avoiding hydrogen embrittlement)
edit-ht-segment ht . 1 T_soak 80/3600
edit-ht-segment ht . c heating up for soaking treatment
```

```

append-ht-segment ht                                $ segment 15 (isothermal holding)
edit-ht-segment ht . 2 0 4*3600
edit-ht-segment ht . c isothermal holding for 4 hours

append-ht-segment ht                                $ segment 16 (cooling down to RT)
edit-ht-segment ht . 1 25 100/3600
edit-ht-segment ht . c cooling from martensite start temperature to RT

append-ht-segment ht                                $ segment 17(isothermal holding RT/ 1h)
edit-ht-segment ht . 2 0 3600
edit-ht-segment ht . c isothermal holding for an hour at RT
$----- END OF PART I: WELDING -----$
$----- PART II: TEMPERING PWHT-----$
append-ht-segment ht                                $ append segment 18 "tempering"
edit-ht-segment ht . 1 T_a 80/3600                  $ Tend + heating rate (80K/h)
edit-ht-segment ht . c Heating to annealing temperature $ comment

append-ht-segment ht                                $ append segment 19
edit-ht-segment ht . 2 0 24*3600                    $ Rate + time
edit-ht-segment ht . c annealing for 24 hours        $ comment

append-ht-segment ht                                $ segment 20 (cooling to T_ms)
edit-ht-segment ht . 1 T_ms 100/3600
edit-ht-segment ht . c cooling from 730°C to martensite start temperature

append-ht-segment ht                                $ segment 21 (cooling to RT)
edit-ht-segment ht . d n martensite
edit-ht-segment ht . 1 25 80/3600
edit-ht-segment ht . c cooling from martensite start temperature to RT

append-ht-segment ht                                $ segment 22 (isothermal holding RT/ 2h)
edit-ht-segment ht . 2 0 2*3600
edit-ht-segment ht . c isothermal holding for 2 hours at RT
$----- END OF PART II: TEMPERING PWHT-----$
$----- PART III: Service -----$
append-ht-segment ht                                $ append segment 23 (heating up)
edit-ht-segment ht . 1 T_s 80/3600                  $ tend + heating rate
edit-ht-segment ht . c heating to service temperature $ comment

append-ht-segment ht                                $ append segment 24
edit-ht-segment ht . 2 0 100000*3600                $ isothermal + time
edit-ht-segment ht . c holding temperature for 100000 h $ comment
$----- END OF PART III: SERVICE -----$

$----- TABLES -----
$ experimental data for Carbides and VN for WM 1 at625°C
$ r=radii, f=phase fraction, n=number density

if (weld_material==1)
create-global-table exp_f_mxn                        $ create new table (measured phase fraction of mx NbC precipitates)
add-table-entry exp_f_mxn 180000 0.00067

create-global-table exp_r_mxn                        $ create new table (measured radius of mx NbC precipitates)
add-table-entry exp_r_mxn 180000 2.59e-8

create-global-table exp_n_mxn                       $ create new table (measured number density of mx NbC precipitates)
add-table-entry exp_n_mxn 180000 8.46e18

create-global-table exp_f_mvx                        $ create new table (measured phase fraction of mx VN precipitates)
add-table-entry exp_f_mvx 180000 0.00055
add-table-entry exp_f_mvx 23000000 0.00302

create-global-table exp_r_mvx                       $ create new table (measured radius of mx VN precipitates)
add-table-entry exp_r_mvx 180000 2.1e-08
add-table-entry exp_r_mvx 23000000 2.31e-08

```

```
create-global-table exp_n_mxv          $ create new table (measured number density of mx VN precipitates)
add-table-entry exp_n_mxv 180000 8.18e18
add-table-entry exp_n_mxv 23000000 2.43e19

create-global-table exp_f_carbides      $ create new table (measured phase fraction of carbide precipitates)
add-table-entry exp_f_carbides 36000 0.0046          $ exp. data for welding
add-table-entry exp_f_carbides 180000 0.02657        $ exp. data for tempering
add-table-entry exp_f_carbides 23000000 0.0254       $ exp. data for service

create-global-table exp_r_carbides      $ create new table (measured radius of carbide precipitates)
add-table-entry exp_r_carbides 36000 1.80e-8         $ exp. data for welding
add-table-entry exp_r_carbides 180000 5.25e-8        $ exp. data for tempering
add-table-entry exp_r_carbides 23000000 6.33e-8      $ exp. data for service

create-global-table exp_n_carbides      $ create new table (measured number density of carbide precipitates)
add-table-entry exp_n_carbides 36000 1.09e20         $ exp. data for welding
add-table-entry exp_n_carbides 180000 1.07e20        $ exp. data for tempering
add-table-entry exp_n_carbides 23000000 1.59e19      $ exp. data for service

create-global-table exp_f_m2x          $ create new table (measured phase fraction of m2x precipitates)
add-table-entry exp_f_m2x 180000 0.01417
add-table-entry exp_f_m2x 23000000 0.011

create-global-table exp_r_m2x          $ create new table (measured radius of m2x precipitates)
add-table-entry exp_r_m2x 180000 7.66e-8
add-table-entry exp_r_m2x 23000000 5.84e-8

create-global-table exp_n_m2x          $ create new table (measured number density of m2x precipitates)
add-table-entry exp_n_m2x 180000 2.99e18
add-table-entry exp_n_m2x 23000000 5.35e18

create-global-table exp_f_laves        $ create new table (measured phase fraction of laves phase precipitates)
add-table-entry exp_f_laves 23000000 0.01276

create-global-table exp_r_laves        $ create new table (measured radius of laves phase precipitates)
add-table-entry exp_r_laves 23000000 237.8e-9

create-global-table exp_n_laves        $ create new table (measured number density of laves phase precipitates)
add-table-entry exp_n_laves 23000000 1.21e18

elseif (weld_material==2)
create-global-table exp_f_mxn          $ create new table (measured phase fraction of mx NbC precipitates)
just data for service
add-table-entry exp_f_mxn 23000000 0

create-global-table exp_r_mxn          $ create new table (measured radius of mx NbC precipitates)
add-table-entry exp_r_mxn 23000000 0

create-global-table exp_n_mxn          $ create new table (measured number density of mx NbC precipitates)
add-table-entry exp_n_mxn 23000000 0

create-global-table exp_f_mxv          $ create new table (measured phase fraction of mx VN precipitates)
add-table-entry exp_f_mxv 23000000 0.00295

create-global-table exp_r_mxv          $ create new table (measured radius of mx VN precipitates)
add-table-entry exp_r_mxv 23000000 28.3e-9

create-global-table exp_n_mxv          $ create new table (measured number density of mx VN precipitates)
add-table-entry exp_n_mxv 23000000 1.29e19

create-global-table exp_f_carbides      $ create new table (measured phase fraction of carbide precipitates)
add-table-entry exp_f_carbides 23000000 0.01802     $ exp. data for service

create-global-table exp_r_carbides      $ create new table (measured radius of carbide precipitates)
add-table-entry exp_r_carbides 23000000 72e-9       $ exp. data for service
```

```

create-global-table exp_n_carbides      $ create new table (measured number density of carbide precipitates)
add-table-entry exp_n_carbides 23000000 1.63e19 $ exp. data for service

create-global-table exp_f_m2x          $ create new table (measured phase fraction of m2x precipitates)
add-table-entry exp_f_m2x 23000000 0

create-global-table exp_r_m2x          $ create new table (measured radius of m2x precipitates)
add-table-entry exp_r_m2x 23000000 0

create-global-table exp_n_m2x          $ create new table (measured number density of m2x precipitates)
add-table-entry exp_n_m2x 23000000 0

create-global-table exp_f_laves        $ create new table (measured phase fraction of laves phase precipitates)
add-table-entry exp_f_laves 23000000 0.02472

create-global-table exp_r_laves        $ create new table (measured radius of laves phase precipitates)
add-table-entry exp_r_laves 23000000 159.7e-9

create-global-table exp_n_laves        $ create new table (measured number density of laves phase precipitates)
add-table-entry exp_n_laves 23000000 1.26e18
endif
$*****
$ PRECIPITATION DOMAINS, PRECIPITATES
$*****$
$----- PRECIPITATION DOMAINS -----$

create-precipitation-domain austenite      $ austenite is precipitation domain = matrix;
set-precipitation-parameter austenite x fcc_a1      $ matrix phase of domain austenite
set-precipitation-parameter austenite t d e 1e11    $ dislocation density (=1e11 m^-2)
set-precipitation-parameter austenite t g 100e-6    $ austenite grain size (=100e-6 m)
set-precipitation-parameter austenite s e s mdef_aust $ matrix diffusion enhancement in austenite

create-precipitation-domain martensite     $ new matrix: martensite
set-precipitation-parameter martensite x bcc_a2     $ define matrix structure
set-precipitation-parameter martensite t d e 1e14   $ dislocation density 1e14
$ vermutete 'Endversetzung' wird verwendet, oder (=3e15 m^-2) lt. Messungen am Synchrotron - Mail Schafner vom 6.10.2014

if (weld_material==1)
set-precipitation-parameter martensite t g 50e-6    $ martensite grain size. Messungen Golser und Preißl im Sommer 2013
elseif (weld_material==2)
set-precipitation-parameter martensite t g 40e-6    $ martensite grain size. Messungen Golser und Preißl im Sommer 2013
endif

set-precipitation-parameter martensite t s 0.5e-6   $ subgrain size.
set-precipitation-parameter martensite t o 50       $ subgrain elongation factor
set-precipitation-parameter martensite s e s mdef_mart $ matrix diffusion enhancement in martensite

$----- PRECIPITATE PHASES IN AUSTENITE -----$
create-new-phase fcc_a1#01 p MX(aust)      $ new precipitate phase NbC in austenite
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p0 c npc $ use variable npc for # of prec. classes
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p0 d austenite $ precipitation domain (matrix phase)
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p0 n s d $ nucleation sites at dislocations
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p0 n p y austenite $ restrict nucleation to precipitation domain
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p0 N R Y $ restrict nucleation to valid CNT regime

$----- PRECIPITATE PHASES IN MARTENSITE -----$
create-new-phase fcc_a1#01 p MX(mart)      $ new precipitate phase VN in martensite
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p1 c npc $ use variable npc for # of prec. classes
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p1 d martensite $ precipitation domain (matrix phase)
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p1 n s d $ nucleation sites at dislocations
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p1 n p y martensite $ restrict nucleation to precipitation domain
set-precipitation-parameter fcc_a1#01_p1 N R Y $ restrict nucleation to valid CNT regime

```

```

create-new-phase hcp_a3#01 p Mo2C          $ new precipitate phase hcp in martensite
set-precipitation-parameter hcp_a3#01_p0 c npc          $ use variable npc for # of prec. classes
set-precipitation-parameter hcp_a3#01_p0 d martensite   $ precipitation domain (matrix phase)
set-precipitation-parameter hcp_a3#01_p0 n s mx        $ nucleation sites are at subgrain boundary edges
set-precipitation-parameter hcp_a3#01_p0 n p y martensite $ restrict nucleation to precipitation domain
set-precipitation-parameter hcp_a3#01_p0 N R Y         $ restrict nucleation to valid CNT regime
set-precipitation-parameter hcp_a3#01_p0 s m s mdef_sgb $ individual matrix diff. enh. factor
set-precipitation-parameter hcp_a3#01_p0 s m i mdef_sgb $ individual matrix diff. enh. factor
set-precipitation-parameter hcp_a3#01_p0 H Y sf_hcp     $ use shape factor for mo2c

create-new-phase m23c6 p M23C6            $ new precipitate phase M23C6 in martensite
set-precipitation-parameter m23c6_p0 c npc          $ use variable npc for # of prec. classes
set-precipitation-parameter m23c6_p0 d martensite   $ precipitation domain (matrix phase)
set-precipitation-parameter m23c6_p0 n s g          $ nucleation sites are at grain boundaries
set-precipitation-parameter m23c6_p0 n p y martensite $ restrict nucleation to precipitation domain
set-precipitation-parameter m23c6_p0 N R Y         $ restrict nucleation to valid CNT regime

create-new-phase laves_phase p Laves      $ new precipitate phase Laves in martensite
set-precipitation-parameter laves_phase_p0 c npc    $ use variable npc for # of prec. classes
set-precipitation-parameter laves_phase_p0 d martensite $ precipitation domain (matrix phase)
set-precipitation-parameter laves_phase_p0 n s g    $ nucleation sites are at grain boundaries
set-precipitation-parameter laves_phase_p0 n p y martensite $ restrict nucleation to prec.- domain
set-precipitation-parameter laves_phase_p0 N R Y    $ restrict nucleation to valid CNT regime
set-precipitation-parameter laves_phase_p0 N M G    $ nucleation - diffusion geometry conical (grain boundary)
set-precipitation-parameter laves_phase_p0 H Y sf_laves $ use shape factor for laves-phase

create-new-phase m7c3 p M7C3              $ new precipitate phase M7C3 in martensite
set-precipitation-parameter m7c3_p0 c npc          $ use variable npc for # of prec. classes
set-precipitation-parameter m7c3_p0 d martensite   $ precipitation domain (matrix phase)
set-precipitation-parameter m7c3_p0 n s m          $ nucleation sites at subgrain boundary edges
set-precipitation-parameter m7c3_p0 h y sf_m7c3    $ set aspect ratio (shape factor)
set-precipitation-parameter m7c3_p0 n p y martensite $ restrict nucleation to precipitation domain
set-precipitation-parameter m7c3_p0 N R Y         $ restrict nucleation to valid CNT regime
set-precipitation-parameter m7c3_p0 s m s mdef_sgb $ matrix diff. enhancement factor (substitutional)
set-precipitation-parameter m7c3_p0 s m i mdef_sgb $ matrix diff. enhancement factor (interstitial)

create-new-phase cementite p Cem          $ new precipitate cementite in martensite
set-precipitation-parameter cementite_p0 c npc     $ use variable npc for # of prec. classes
set-precipitation-parameter cementite_p0 d martensite $ precipitation domain (matrix phase)
set-precipitation-parameter cementite_p0 n s m     $ nucleation sites at subgrain boundary edges
set-precipitation-parameter cementite_p0 h y sf_cem $ set aspect ratio (shape factor)
set-precipitation-parameter cementite_p0 n p y martensite $ restrict nucleation to prec. domain
set-precipitation-parameter cementite_p0 N R Y    $ restrict nucleation to valid CNT regime
set-precipitation-parameter cementite_p0 s m s mdef_sgb $ individual matrix diff. enh. factor
set-precipitation-parameter cementite_p0 s m i mdef_sgb $ individual matrix diff. enh. factor

$$$$
***** OUTPUT WINDOWS, PLOTS, ETC. *****
$$$$

new-gui-window p1                          $ generate new plot: temperature
$remember window ID to address it correctly later in the script
set-variable-value buffer_window_id active_frame_id $ assign to variable

set-gui-window-property . x stepvalue       $ default x-axis variable (time)
set-gui-window-property . s u y           $ use default x-axis for all plots: yes
set-gui-window-property . s t time / h    $ default x-axis title
set-gui-window-property . s Y log         $ x-axes in log scale
set-gui-window-property . s S 0,01..     $ scaling from 0.01 (because it is log)
set-gui-window-property . s f 1/3600     $ scaling factor 1/3600 to convert [s] --> [h]
set-gui-window-property . n 2            $ 2 plot columns

set-plot-option . s n b t$c               $ add series: temperature
set-plot-option . s m -1 t$c T            $ define series legend
set-plot-option . a y 1 t temperature /°C $ y-axis title
set-plot-option . l n                    $ no legend

create-new-plot x .                        $ create new plot: phase fractions

```

```

set-plot-option . l a y                $ replace variable names by kinetic alias
set-plot-option . s n b f_prec$*      $ add all series: phase fractions of prec.
set-plot-option . s n t exp_f_mxn      $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_f_mxn Exp.NbC $ rename
set-plot-option . s n t exp_f_m xv     $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_f_m xv Exp.VN
set-plot-option . s n t exp_f_m2x      $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_f_m2x Exp.Mo2C
set-plot-option . s n t exp_f_carbides $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_f_carbides Exp.Carb.
set-plot-option . s n t exp_f_laves   $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_f_laves Exp.Laves
set-plot-option . a y 1 t phase fraction $ change y-axis title
set-plot-option . a y 1 y log          $ use logarithmic scale for y-axis
set-plot-option . a y 1 s 1e-9..      $ scale the y-axis from 1e-6..
set-plot-option . l b                  $ show legend at the bottom of the figure

create-new-plot x .                    $ create new plot: mean radii
set-plot-option . l a y                $ replace variable names by kinetic alias
set-plot-option . s n b r_mean$*      $ add all series: mean radii of precipitates
set-plot-option . s n t exp_r_mxn      $ show tables
set-plot-option . s m -1 exp_r_mxn Exp.NbC
set-plot-option . s n t exp_r_m xv     $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_r_m xv Exp.VN
set-plot-option . s n t exp_r_m2x      $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_r_m2x Exp.Mo2C
set-plot-option . s n t exp_r_carbides $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_r_carbides Exp.Carb.
set-plot-option . s n t exp_r_laves   $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_r_laves Exp.Laves
set-plot-option . a y 1 t mean radius / nm $ change y-axis title
set-plot-option . a y 1 y log          $ use logarithmic scale for y-axis
set-plot-option . a y 1 f 1e9         $ scaling factor is 1e9
set-plot-option . a y 1 s 1..         $ scale the y-axis from 1..
set-plot-option . l b                  $ show legend at the bottom of the figure

create-new-plot x .                    $ create new plot: number densities
set-plot-option . l a y                $ replace all variable names by kinetic alias
set-plot-option . s n b num_part$*    $ add all series: number densities of precipitates
set-plot-option . s n t exp_n_mxn      $ show tables
set-plot-option . s m -1 exp_n_mxn Exp.NbC
set-plot-option . s n t exp_n_m xv     $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_n_m xv Exp.VN
set-plot-option . s n t exp_n_m2x      $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_n_m2x Exp.Mo2C
set-plot-option . s n t exp_n_carbides $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_n_carbides Exp.Carb.
set-plot-option . s n t exp_n_laves   $ add table 'Exp.'
set-plot-option . s m -1 exp_n_laves Exp.Laves
set-plot-option . a y 1 t number density / m<sup>-3</sup> $ change y-axis title
set-plot-option . a y 1 y log          $ use logarithmic scale for y-axis
set-plot-option . a y 1 s 1e10..      $ scale the y-axis from 1e10..
set-plot-option . l b                  $ show legend at the bottom of the figure

move-gui-window . 50 10 700 950       $ move window to new position and resize
update-gui-windows .                  $ update the GUI window

$----- HISTOGRAMM -----$
new-gui-window p5                      $ new precipitation distribution plot window
set-gui-window-property . n 2          $ 2 plot columns
set-gui-window-property . s u y        $ use default x-axis for all plots: yes
set-gui-window-property . s t radius / nm $ title of x-axis
set-gui-window-property . s Y log      $ x-axes in log scale
set-gui-window-property . s f 1e9      $ scaling factor
set-plot-option . l a y                $ replace variable names by kinetic alias
set-plot-option . s n p fcc_a1#01_p0   $ add series: precipitate distribution
set-plot-option . s n p fcc_a1#01_p1   $ add series: precipitate distribution
set-plot-option . a y 1 s #scale_range $ scale the y-axis from ...

```

```

set-plot-option . a y 1 y log           $ use logarithmic scale for y-axis
set-plot-option . a y 1 t number density $ change y-axis title
set-plot-option . a x 1 s 1..500        $ scale the x-axis from 1..500

create-new-plot p .                     $ create new plot: precipitate distribution
set-plot-option . l a y                 $ replace variable names by kinetic alias
set-plot-option . s n p m23c6_p0        $ add series: precipitate distribution
set-plot-option . a y 1 s #scale_range   $ scale the y-axis from ...
set-plot-option . a y 1 y log           $ use logarithmic scale for y-axis
set-plot-option . a y 1 t number density $ change y-axis title
set-plot-option . a x 1 s 1..1500       $ scale the x-axis from 1..1500

create-new-plot p .                     $ create new plot: precipitate distribution
set-plot-option . l a y                 $ replace variable names by kinetic alias
set-plot-option . s n p m7c3_p0         $ add series: precipitate distribution
set-plot-option . s n p cementite_p0    $ add series: precipitate distribution
set-plot-option . a y 1 s #scale_range   $ scale the y-axis from ...
set-plot-option . a y 1 y log           $ use logarithmic scale for y-axis
set-plot-option . a y 1 t number density $ change y-axis title
set-plot-option . a x 1 s 1..1000       $ scale the x-axis from 1..1000

create-new-plot p .                     $ create new plot: precipitate distribution
set-plot-option . l a y                 $ replace variable names by kinetic alias
set-plot-option . s n p Laves_phase_p0  $ add series: precipitate distribution
set-plot-option . s n p hcp_a3#01_p0    $ add series: precipitate distribution
set-plot-option . a y 1 t number density $ change y-axis title
set-plot-option . a y 1 s #scale_range   $ scale the y-axis from ...
set-plot-option . a y 1 y log           $ use logarithmic scale for y-axis
set-plot-option . a x 1 s 1..3000       $ scale the x-axis from 1..3000

move-gui-window . 135 10 750 700        $ move window to new position and resize
update-gui-windows .                   $ update the GUI window

$ bring output window to front ...
move-gui-window 0 25 50 750 740        $ move output window to new position / resize
move-gui-window 0 hide                  $ first 'hide' to be able to ...
move-gui-window 0 show                  $ ... bring output window to front

$$$$*****
***** START PRECIPITATE SIMULATION *****
*****$$$$

set-temperature-celsius 1250            $ define something
set-automatic-startvalues                $ initiate equil. calc. (estimate variables)
calculate-equilibrium                    $ calculate equilibrium state

$ speed up simulations, modify numerical parameters
set-simulation-parameter c n f 1.0       $ maximum radius growth from 0.2 to 1.0
set-simulation-parameter c n g 1.0

set-simulation-parameter u 10

$----- START PRECIPITATE SIMULATION PART I II and III -----$
rename-current-buffer ht                 $ rename buffer for heat treatment
set-gui-window-property buffer_window_id b ht $ attach to buffer window
set-simulation-parameter t h ht 10       $ temperature profile from HT, max. T-step
set-simulation-parameter s r             $ starting condition for prec. sim.: reset

start-precipitate-simulation             $ let's go with part I II and II

create-calc-state after_ht               $ save state after simulation

$$$$*****
***** PRECIPITATE SIMULATION FINISHED *****
*****$$$$

```