

Untersuchungen zum Einfluss der dynamischen Reckalterung auf die mediumgestützte Risskorrosion von niedriglegierten Stählen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser

Von der Fakultät Maschinenbau der Universität Stuttgart
zur Erlangung der Würde eines Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)
genehmigte Abhandlung

vorgelegt von
Dipl.-Ing. Bastian Devrient
aus Erlangen

Hauptberichter: Prof. Dr.-Ing. E. Roos, MPA Universität Stuttgart
Mitberichter: Prof. Dr.-Ing. H.-J. Maier, Universität Paderborn
Tag der mündlichen Prüfung: 24. Mai 2007

2007
Materialprüfungsanstalt (MPA) Universität Stuttgart

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
1.1 Hintergrund	1
1.2 Zielsetzung	4
2. Theoretische Grundlagen	7
2.1 Niedriglegierte Stähle	7
2.1.1 Zusammensetzung der untersuchten Werkstoffe	7
2.1.2 Mechanische Eigenschaften	8
2.1.3 Physikalische Eigenschaften	9
2.2 Dynamische Reckalterung	9
2.2.1 Phänomenologische Beschreibung	9
2.2.2 Modelle unstetiger Verformung	14
2.2.2.1 PORTEVIN-LE CHATELIER-Effekt	14
2.2.2.2 COTTRELL-Modell	16
2.2.2.3 MCCORMICK-Modell	18
2.2.3 Abschätzende Berechnungen	19
2.2.4 Eigenschaftsveränderungen betroffener Werkstoffe	20
2.3 Linearelastische Bruchmechanik	22
2.4 Mediumgestützte Risskorrosion	24
2.4.1 Spannungsrisskorrosion (SpRK)	24
2.4.2 Schwingungsrisskorrosion (SwRK)	26
2.4.3 Dehnungsinduzierte Risskorrosion (DRK)	27
2.4.4 Diskussion der Einflussgrößen	29
2.4.4.1 Einfluss des Werkstoffs	29
2.4.4.2 Mediumseinfluss	30
2.4.4.3 Mechanische Belastung	31
2.4.5 Rissfortschrittsmodelle	32
2.4.5.1 Dissolution-Modell	32
2.4.5.2 Mechanical-Fracture-Modell	33
2.4.5.3 Slip-Step-Dissolution-Modell	33
2.4.6 Kenntnisstand zur mediumgestützten Risskorrosion	35
2.5 Vergleichende Risswachstumsversuche	45

3. Experimentelle Methoden	51
3.1 Mechanische Versuche	51
3.1.1 Langsame Zugversuche an Laborluft	51
3.1.2 Langsame Zugversuche im Medium	51
3.1.3 Elektrochemisches Rauschen	53
3.1.4 Ermüdungsversuche	55
3.1.5 Dynamische Härteprüfung	55
3.1.6 Internal Friction Messungen	56
3.2 Metallographie	58
3.2.1 Probenpräparation	58
3.2.2 Bildgebende Verfahren	59
3.2.3 EBSD-Messungen	59
3.2.4 Rauigkeitsmessungen	61
3.2.5 Topographieanalyse	61
4. Ergebnisse	63
4.1 SSRT-Versuche an Laborluft	63
4.1.1 Untersuchungen an Grundwerkstoffen	63
4.1.1.1 Ergebnisse am Werkstoff 15 NiCuMoNb 5	63
4.1.1.2 Ergebnisse am Werkstoff 22 NiMoCr 3 7	64
4.1.1.3 Ergebnisse am Werkstoff SA 508 Cl.2	64
4.1.1.4 Vergleich der Grundwerkstoffe	64
4.1.2 Untersuchungen an Schweißzusatzwerkstoffen	68
4.1.2.1 Ergebnisse am Werkstoff FOX DMO IG	68
4.1.2.2 Ergebnisse am Werkstoff FOX DMO KB	68
4.1.2.3 Ergebnisse am Werkstoff Tenacito 65 R	68
4.1.2.4 Vergleich der Schweißzusatzwerkstoffe	68
4.2 Analyse von „serrations“ in σ - ϵ -Kurven	71
4.3 Dehnratenempfindlichkeit	73
4.3.1 Schweißzusatzwerkstoffe	74
4.3.2 Grundwerkstoffe	75
4.4 Oberflächenanalyse von Rundzugproben	78
4.4.1 Oberflächenaufnahmen von Rundzugproben	78
4.4.2 Rauigkeitsmessungen	81
4.4.3 Analyse der Topographie (Stereobildpaare)	83
4.5 Ermüdungsversuche an Laborluft	88
4.5.1 Schweißzusatzwerkstoffe	89
4.5.2 Grundwerkstoffe	93
4.6 Dynamische Härtemessungen	94
4.7 Internal Friction Messungen	98
4.8 Langsame Zugversuche im Medium	101
4.8.1 Schweißzusatzwerkstoffe	102
4.8.2 Grundwerkstoffe	103

4.8.3	Vergleich der Ergebnisse	105
4.9	Oberflächen von Rundzugproben im HTW	106
4.10	Rissinitiierungsverhalten im Medium	112
4.11	Mikrostruktur	115
4.11.1	Mikroanrissbildung	115
4.11.2	Charakterisierung plastischer Verformung	116
4.11.3	Verformung unter Mediumseinfluss	122
4.11.4	Bruchmechanikproben im Medium	123
4.12	Bruchflächenanalyse	125
4.12.1	Rundzugproben	125
4.12.2	Ermüdungsproben	126
4.12.3	Bruchmechanikproben	128
5.	Diskussion	131
5.1	Messung der Reckalterungsempfindlichkeit	131
5.1.1	Werkstoffprüfung an Luft	131
5.1.2	Prüfung unter HTW-Mediumseinfluss	134
5.1.3	Quasi-Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung	137
5.2	Einfluss auf das Verformungsvermögen	137
5.3	DSA-Effekt in Korrosionsmodellen	139
5.3.1	Rissinitiierung	140
5.3.2	Risswachstum	144
5.4	Wechselwirkung mit Neutronenbestrahlung	147
5.5	Bewertung des Werkstoffeinsatzes	149
6.	Zusammenfassung	151
	Anhang	155

Verzeichnis verwendeter Abkürzungen:

a	Risslänge
a_0	Gitterkonstante
Δa	Rissverlängerung
A	Bruchdehnung
ABI	Automated Ball Indentation
ASTM	American Society of Testing and Materials
BWR-VIP	Boiling Water Reactor Vessel and Internals Project
B&PVC XI	Boiling and Pressure Vessel Code, Section XI
B	Breite einer Bruchmechanikprobe (CT-Probe)
b	BURGERS-Vektor
$c_{r,\Theta}$	Fremdatomkonzentration um eine Versetzung
c_V	Anzahl der Leerstellen
CT	Compact Tension Specimen
CERT	Constant Extension Rate Tensile (Test)
CF	Corrosion Fatigue (Korrosionsermüdung)
CL	Constant Load (Konstante Belastung)
CMOD	Crack Mouth Opening Displacement (Rissöffnungsverschiebung)
c_{FA}	Konzentration an Fremdatomen
d	Netzebenenabstand im Gitter
d_A	Aufspaltungsweite eines Stapelfehlers
d_K	Korngröße
D	Diffusionskoeffizient
da/dN	Zyklisch basierte Risswachstumsrate
da/dt	Zeitlich basierte Risswachstumsrate
DO	Dissolved Oxygen (Gelöster Sauerstoffgehalt)
DOM	Dreidimensionales Oberflächenmodell
DRK	Dehnungsinduzierte Risskorrosion
DSA	Dynamic Strain Ageing (Dynamische Reckalterung)
DWR	Druckwasserreaktor
E	Potential
EAC	Environmentally Assisted Cracking (Mediumgestützte Risskorrosion)
EBSD	Electron Back Scatter Diffraction
EDX	Energy Dispersive X-Ray Analysis (Energie Dispersive Röntgen - Analyse)

<i>ECP</i>	Electrochemical Corrosion Potential (Korrosionspotential)
ϵ	Dehnung
ϵ_f	Bruchdehnung
ϵ_{el}	Elastische Dehnung
ϵ_{pl}	Plastische Dehnung
$\Delta\epsilon$	Dehnungsschwingbreite
$\dot{\epsilon}$	Dehnrage
E_{grenz}	Grenzpotential für mediumgestützte Risskorrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem HTW
E_{SF}	Stapelfehlerenergie
ΔE	Zur Überwindung eines Hindernisses durch Versetzung benötigter Energiebetrag
F	Kraft
F_A	FARADAYSche Konstante
FA	Fremdatom
G	Schubmodul
G_B	GIBBSsche-Enthalpie
GW	Grundwerkstoff
HTW	Hochtemperaturwasser
I	Strom
<i>IFC</i>	Internal Friction Coefficient
k	BOLTZMANN-Konstante
K_I	Spannungsintensitätsfaktor im Rissöffnungsmodus I
K_{IC}	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor im Rissöffnungsmodus I
K_{ISCC}	Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors für Spannungsrissskorrosion
κ	Elektrische Leitfähigkeit
KTA	Kerntechnischer Ausschuß
LAS	Low Alloy Steel (Niedriglegierter Stahl)
LCF	Low Cycle Fatigue (Kurzzeitermüdung)
LEBM	Linearelastische Bruchmechanik
LWR	Leichtwasserreaktor
λ	Wellenlänge
M	TAYLOR-Faktor
N_{tot}	Gesamter Stickstoffgehalt
N_f	Zyklenzahl bis zum Bruch
NHE	Standard Hydrogen Electrode (Standard Wasserstoff Elektrode)
ν	Schwingungsfrequenz einer Versetzung vor Hindernis

PLE	PORTEVIN-LE CHATELIER-Effekt
ΔQ	Bindungsenthalpie
ΔQ_B	Bildungsenthalpie
ΔQ_{ZG}	Aktivierungsenergie der Diffusion über den Zwischengittermechanismus
R	Spannungsverhältnis (Quotient aus minimaler zu maximaler Belastung)
R_{eH}	Obere Streckgrenze
REM	Rasterelektronenmikroskop
RDB	Reaktordruckbehälter
R_a	Mittlere Rauhtiefe
R_m	Zugfestigkeit
R_{max}	Maximale Rauhtiefe
$R_{p0.2}$	0,2 %-Dehngrenze
R_z	Rauhigkeit: Abstand zwischen höchstem Berg und tiefstem Tal
RT	Raumtemperatur
ρ	Versetzungsdichte
ρ_m	Versetzungsdichte mobiler Versetzungen
ρ_0	Versetzungsdichte des lösungsgeglühten Kristalls
SG	Schweißgut (Schweißzusatzwerkstoff)
SpRK	Spannungsrissskorrosion
SSRT	Slow Strain Rate Tensile (Test)
SwRK	Schwingungsrissskorrosion
SWR	Siedewasserreaktor
σ	Spannung
σ_{YS}	Fließspannung
$\Delta\sigma$	Spannungsschwingbreite
T	Temperatur
T_h	Homologe Temperatur
T_s	Schmelzpunkt in Kelvin
τ	Schubspannung
τ_{GP}	Athermische Schubspannungskomponente
τ_{TS}	Thermische Schubspannungskomponente
τ_R	Reibspannung
Θ	Dehnratenempfindlichkeit
V	Aktivierungsvolumen
$v_{D,FA}$	Driftgeschwindigkeit von Fremdatomen
$v_{G,V}$	Ableitgeschwindigkeit von Versetzungen

v_{\perp}	Versetzungsgeschwindigkeit
v_{Riss}	Rissfortschrittsgeschwindigkeit
\perp	Stufenversetzung
W	Welligkeit
WEZ	Wärmeeinflusszone
Z	Brucheinschnürung

Summary

1. Introduction

Service experience and some experimental results have assumed a possible effect of dynamic strain ageing (DSA) on the environmentally-assisted cracking (EAC) of low alloy steels (LAS) in oxygenated high-temperature water (HTW). To achieve an improved understanding, a laboratory study was initiated to investigate the influence of DSA of two relevant weld filler metals and two base metals in an oxygenated HTW environment.

The plastic deformation of LAS is significantly influenced by their individual susceptibility to DSA. Interstitial atoms of N or C in the steel matrix can change the mechanical properties like ductility and strength by interaction with moving dislocations during plastic deformation. The degree of DSA is depending on temperature and strain rate during plastic deformation. Under critical parameter combinations (T , $\dot{\epsilon}$) strength increases while ductility decreases. Furthermore, the interaction of dislocations and interstitial atoms can lead to a localization of plastic deformation which results in planar gliding processes. Slip bands in LAS heats with a high susceptibility to DSA show significantly higher slip steps during plastic deformation as compared to heats with low susceptibility to DSA. Since the basic mechanism of EAC of LAS in HTW is slip-step-dissolution, slip behavior is of crucial nature for the kinetics of crack initiation and crack growth.

The instant thesis concerns on deformation behavior, slip characterization regarding distribution and size, and crack initiation behavior in oxygenated HTW environment. Analysis of slip steps by advanced techniques for surface morphology investigation showed that the maximum height of slip steps is in the range of freshly formed magnetite layers on LAS in oxygenated HTW. This supports the active effect of localized deformation on EAC in heats of high susceptibility to DSA. The exposure to oxygenated HTW with additional mechanical loading under critical combinations of temperature and strain rate of LAS with high, intermediate and low susceptibility to DSA in Slow Strain Rate Tensile (SSRT) Tests showed preferential crack initiation in the areas of coarse slip bands due to localized deformation. Furthermore, a continuous transition of the corrosion potential to negative values was observed during the SSRT-Test which is obviously caused by a higher rate of oxide rupture compared to the rate of repassivation in LAS with higher susceptibility to DSA. Thus, it is concluded that crack initiati-

on smooth surfaces with subsequent crack advance will preferentially occur if LAS have a high degree of susceptibility to DSA. Finally, the processes of crack initiation and crack growth depending on the effect of DSA are discussed based on the slip-step dissolution model.

2. Materials

The materials used for this parameter study project on DSA are high strength, fine-grained LAS, which are for instance used for the feed water piping system of BWR plants. Two different weld filler metal types FOX DMO KB (E Mo B 20 +, according to DIN 8575) and Tenacito 65 R (E SY 50 76 Mn 1 NiMo B H5, according to DIN 8529) were investigated. The investigated weld material originates from especially fabricated block welds (350 x 90 x 70 mm) with equivalent weld filler electrode types as used in plants, which were manufactured to create large volumes offering enough material for specimen preparation. After welding, the blocks were post-weld heat treated (stress relief annealed) according to the field parameters that are applied for plant components (FOX DMO KB, 550 °C / 3 h and Tenacito 65 R, 610°C / 3 h). Beside the weld filler metals two commonly used base metals DIN 22 NiMoCr 3 7 (German Mat.-No. 1.6751) and SA 508 Cl.2 (\approx 1.6751) were included. Those base metals are widely used for reactor pressure vessel and piping in light water reactors. Details concerning the chemical compositions of the materials used in this study is shown in Table S.1.

Tab. S.1: *Chemical composition of investigated LAS (in wt.-% or wt.-ppm; A: 22 Ni-MoCr 3 7, B: SA 508 Cl.2, C: FOX DMO KB and D: Tenacito 65 R).*

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Al	N_{total}	N_{free}
	wt.-%									ppm	
A	0.22	0.20	0.91	0.008	0.007	0.88	0.42	0.53	0.018	80	3
B	0.21	0.27	0.69	0.005	0.004	0.78	0.38	0.63	0.015	110	2
C	0.10	0.65	1.10	0.020	0.020	0.20	0.20	0.60	0.006	50	36
D	0.05	0.30	1.40	0.012	0.020	1.20	-	0.40	0.005	50	15

3. Experimental Procedures

3.1 SSRT-Tests in Air

In order to analyze the degree of susceptibility to DSA, SSRT-Tests were performed in air at strain rates in the range of 10^{-6} to 10^{-3} s $^{-1}$ at selected temperatures until fracture. The tests were carried out in the temperature range from room temperature ($T = 25$ °C) up to $T = 290$ °C. Further SSRT-Tests were performed under DSA critical test conditions until a certain amount of plastic strain (e.g. $\epsilon_{pl} = 2, 4, 6, 8$ and 10 %) to analyze the strain localization and the deformed spe-

cimen surfaces. Finally the strain-rate sensitivity was derived from SSRT-Tests with constant temperature and phase-wise changing strain rate. Serrations in stress-strain-curves beyond the yield strength are a clear indication of susceptibility to DSA and their appearance can hence be a qualitative criterion to assess the presence of susceptibility to DSA. Serrations are also indicative for negative strain-rate sensitivity resulting in instability of plastic deformation. However, the absence of serrations is not necessarily a clear evidence for the absence of DSA and must therefore be assessed carefully.

3.2 Surface Analysis

Since plastic deformation of crystalline material leads to gliding of dislocations, slip steps occur on deformed material surfaces. Slip step height (SSH) correlates to the number of dislocations, contributing to plastic deformation on active slip bands. During planar plastic deformation due to DSA the number of dislocations on active gliding bands should increase and cause increased SSH in comparison with more homogeneous plastic deformation. Thus the degree of SSH were analyzed to quantify the different susceptibility to DSA of the LAS using SEM images and Stereo Picture Pairs (StPP) for calculation of digital surface models (DOM). From those data sets the roughness, waviness and SSH was determined depending on deformation parameters, namely strain rate and temperature.

3.3 EBSD-Measurements

In this project, the measurement of localized deformation due to DSA was a major ambition. Therefore the EBSD technique was used to determine the plastic deformation behavior of the several LAS after plastic deformation in SSRT-Tests. The longitudinal micro sections for EBSD mappings were prepared with deformation free metallographical and electrochemical preparation techniques. The EBSD mappings were performed with an electron beam spot size of 70 nm ending up in a lateral step size of approximately 500 nm and 250 nm for higher resolution patterns, respectively. Hence inverse pole figures, strain band contrast and miss-orientation angle deviation provided by EBSD technique were used to distinguish between LAS with high and low susceptibility to DSA.

3.4 Internal Friction Measurements

Since DSA in LAS is associated with diffusion of interstitials such as N and C in LAS, the internal friction (IF) technique is suitable for evaluation of the amounts of free N and C atoms. Further their interactions with moving dislocations while plastic deformation gives reasonable results for interstitial dislocation interaction. IF experiments were performed in the temperature range from 90 K to 500 K and between RT and 700 K with an inverted torsion pendulum. The oscillating strain amplitude was approx. 10^{-5} and heating rate 2 K/min. The block-shaped

samples (0.2-0.7 x 1.5-2 x 50 mm) were machined from the weld blocks and base materials, respectively. First the as delivered and second a cold worked condition (5 % deformation by twisting at RT) were studied to reveal the so called Snoek-Köster (cold work) IF peaks related to the reorientation of interstitial atoms in the close vicinity of dislocations.

3.5 Dynamic Hardness Measurements

The automated indentation technique, comparable to former automated ball indentation, facilitates the observation of plastic deformation while performing instrumented hardness measurements. In those dynamic hardness measurements (DHM) an indenter (e.g. hard metal ball) is pressed into the material of interest while the load and indentation depth is continuously monitored. The qualitative evaluation of load versus indentation depth in DHM is obviously equal to serrations in SSRT-Test. Further some quantitative values e.g. Young's modulus and Martens hardness can be calculated for material comparison purposes.

3.6 SSRT-Test in oxygenated HTW

SSRT-Tests in oxygenated HTW have been performed in once-through refreshing systems with full environmental control and digital data acquisition. The volume of the autoclave is approximately 18 l. The flow rate was about 8 l/h ending up in an average exchange rate of roughly 0.5 per hour. According to the objectives, the nominal test environment was oxygenated HTW relevant for BWR normal water chemistry, while oxygen content was increased for reasons of conservatism. The mechanical load was applied by a screw-driven electromechanical tensile test machine. The water chemistry parameters at the inlet position of the test rig were: i) Electrical Conductivity: $\kappa \leq 0.1 \mu\text{S}/\text{cm}$, ii) Dissolved Oxygen: $DO = 400 \text{ ppb}$ and iii) Temperature: $T = 150, 200, 250 \text{ }^\circ\text{C}$. The corrosion potential of the LAS specimens were monitored using a high-temperature balanced Ag/AgCl-Electrode. In correlation to the SSRT-Tests in air the specimens were loaded at a strain rate of $\dot{\epsilon} = 2.3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ until a total strain of $\epsilon_{\text{tot}} = 0.12$ was reached. Afterwards the specimen were unloaded and the surface was analyzed regarding the interaction of strain localization due to DSA and the processes of crack initiation in LAS exposed/strained in oxygenated HTW.

3.7 Metallography

A polished specimen surface condition was necessary for post test analysis of SSH, distance and width after SSRT-Tests in air and oxygenated HTW environment, respectively. Therefore the gauge length of tensile specimens were ground with SiC-Paper and finally polished with diamond suspension before the performed SSRT-Tests resulting in smooth surface roughness of approx. $R_a \approx 0.05 \mu\text{m}$. Furthermore all specimens were treated very carefully to avoid plastic deformation

due to the post-test preparation techniques, which is especially for EBSD-analysis of localized strain due to DSA very important.

4 Results

4.1 SSRT in Air

4.1.1 Plastic Deformation Behavior

Concerning DSA the plastic deformation behavior of LAS is heavily affected by interstitials. The interaction of moving dislocations with interstitials and the periodical processes of dislocation bonding at interstitials and their subsequent escape cause macroscopic fluctuations in stress-strain-curve. These serrations occur if the gliding velocity of dislocations is approximately equal to drift velocity of interstitials (see Equ. 1). While in SSRT-Tests with constant strain rate, the slip velocity of dislocations is proportional to the strain rate, the drift velocity of the interstitials is consequently proportional to diffusion coefficient and thus strongly temperature dependent. The drift velocity of N interstitials in LAS depending on temperature in Fig. S.1 was calculated using representative physical data for LAS. Thus for every applied strain rate a maximum DSA influence on plastic deformation occurs if Equ. 1 is fulfilled.

$$\dot{\epsilon} \propto v_D \approx v_I \propto \exp\left(-\frac{\Delta H}{k \cdot T}\right) \quad (1)$$

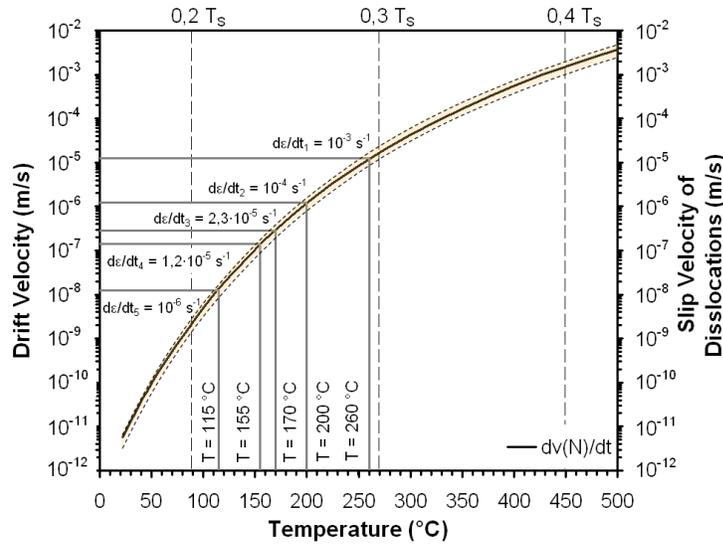


Fig. S.1: Correlation between dislocation gliding and interstitial drift velocity.

Several stress-strain-curves have been measured to investigate the influence and interaction of temperature and strain rate on the plastic deformation behavior of LAS. In Fig. S.2 some representative stress-strain-curves at constant strain rate but varying temperature of the LAS with highest and lowest susceptibility to DSA are compared. While for the weld metal FOX DMO KB strong serrations were observed at temperatures of $T = 150$ to 215 °C the base metal 22 NiMoCr 3 7 showed no serrations. The occurrence of serrations is used to qualitatively define susceptibility to DSA in so called susceptibility-maps with high and low DSA influence on plastic deformation of LAS (see Fig. S.3 B). The DSA susceptibility-maps can be used to define critical parameter combinations of temperature and strain rate. Quantitative values of parameters as e.g. yield strength and due to the higher plastic strain the ultimate tensile strength (UTS) are used to measure DSA hardening effect depending on strain rate and temperature. The onset and peak hardening due to DSA is measured from plots of normalized UTS versus temperature as shown in Fig. S.3 A. This information is finally used to calculate activation energies for onset and peak hardening due to DSA which are in the same order as literature data for the four investigated LAS.

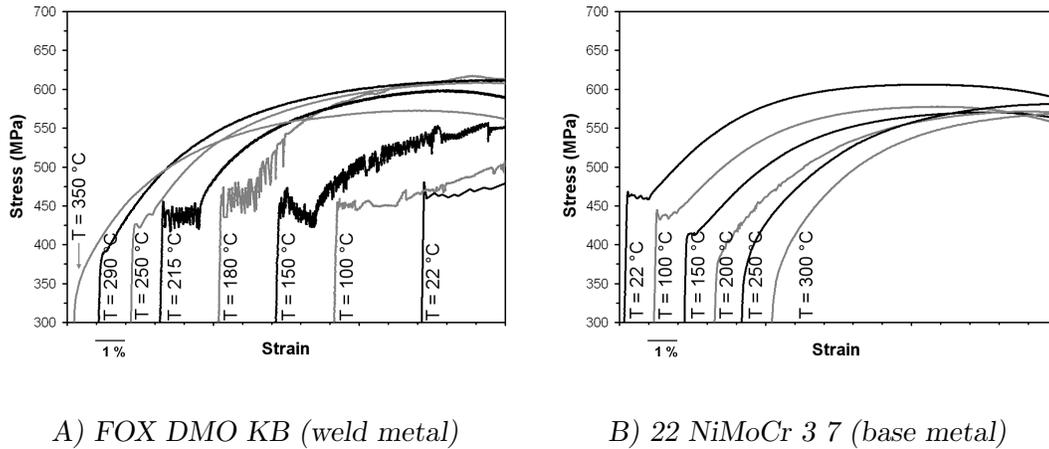
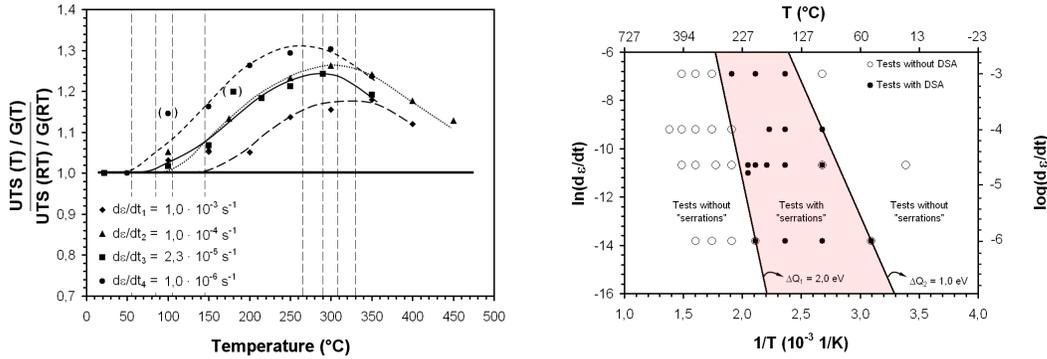


Fig. S.2: Selected Stress-Strain-Curves of a) LAS with highest DSA susceptibility in direct comparison to b) LAS with lowest susceptibility to DSA at $\dot{\epsilon} 2.3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ and different temperatures.

4.1.2 Surface Analysis

The plastic deformation on few activated slip bands due to DSA results in an increasing number of active dislocations per slip band. Since the number of dislocations is correlated with the SSH, localized deformation should lead to coarse slip steps on analyzed specimen surfaces as measured on strained tensile specimens (see Fig. S.4). Those experiments were performed at DSA critical deformation parameters e.g. temperature and strain rate. Using the StPP-Method the calcu-



A) Normalized ultimate tensile strength

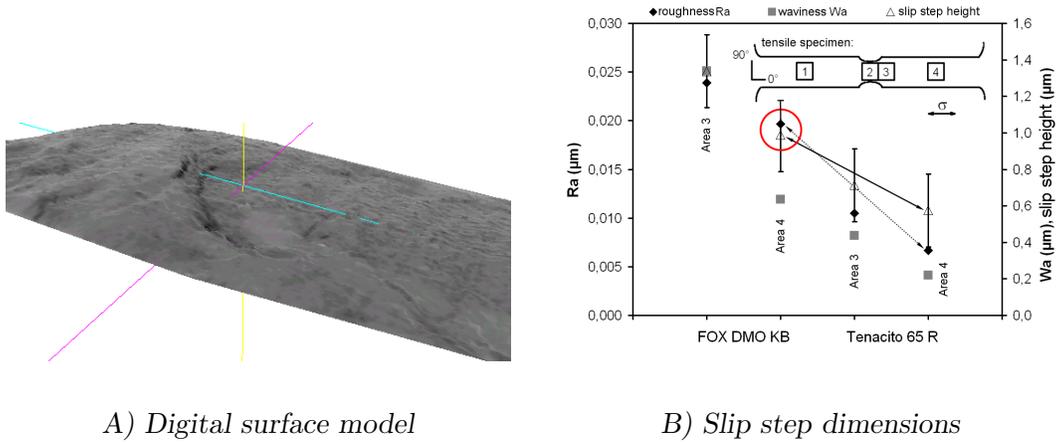
B) $\dot{\epsilon}$ versus $1/T$

Fig. S.3: Hardening due to DSA depending on strain rate and temperature for the LAS with highest DSA susceptibility (FOX DMO KB).

lated DOMs at several specimen positions (1 to 4) clearly indicate coarse slip steps with an average SSH of $1 \mu\text{m}$ and a maximum value of $3 \mu\text{m}$ for the most DSA susceptible material at the uniform deformed gauge length indicated as positions 1 and 4 in Fig. S.4 B. With respect to the thickness of freshly formed oxide layers and the kinetics of oxide film growth on LAS in oxygenated HTW (Fig. S.9) the observed dimensions of analyzed slip steps may penetrate the oxide film thickness for strong DSA susceptible LAS. The SSH in less DSA susceptible LAS are instead not sufficient for localized oxide film rupture. This discussion becomes very important since the passive corrosion protection of LAS is based on integrity of the topotactic magnetite layer. The thickness of the topotactic oxide layer is conservatively assumed to be half the thickness of formed oxide layer. Thus in strong DSA susceptible LAS localized plastic deformation cause local oxide film rupture at coarse slip steps. Finally localized oxide film rupture obviously leads to local corrosion with increased anodic current density.

4.1.3 EBSD-Measurements

Since SEM with field emission cathodes is available in combination with EBSD-Technique, satisfying resolution can be used for small scale strain analysis. Therefore, micro sections of strained specimens were carefully prepared using electrochemical preparation methods. Inverse pole figures (IPF) of field material, especially weld metals as investigated in this project, are difficult to interpret for instance due to segregation of slag at grain boundaries. Therefore, the IPF were optimized using computer based models which reduce the non-detachable data points and missing measurements. Those models are commonly used for crystallographic grain size calculations to reduce classes with extremely small grain size (see Fig. S.5 A). Of course, such data modification is not admitted



A) Digital surface model

B) Slip step dimensions

Fig. S.4: Roughness, waviness and slip step height determined from digital surface models, which were calculated from stereo picture pairs of the specimen surfaces deformed in SSRT-Tests.

if different crystallographic orientation should locally be determined to measure localized deformation. IPF of strained specimens were hence not optimized using computer models and non-detachable areas remained in IPF as black data points. Quantitatively, those non-detachable areas can also be used as indication for localized strain since the EBSD-method needs a kind of parameterization in form of a parameter called miss-orientation angle deviation. This defines a maximum level of deviation in different crystallographic values based on used dataset for solving KIKUCHI-Patterns.

The localized strain becomes visible by different colors indicating different crystallographic orientations in IPF maps or using the grain boundary rotation angle contrast (picture on the mid-hand right in Fig. S.5). Different orientations are indicated by different colors, respectively. Consequently, if different orientations occur within one grain due to the existence of small angle grain boundaries, they are indicated by different colors within one grain. They might be classified in small-angle ($0-5^\circ$) and high-angle ($15-180^\circ$) grain boundaries as suggested in Fig. S.5.

Using this contrast the amount of small angle grain boundaries in a certain area might apprehend as indication of high dislocation density caused by localized deformation due to DSA which mostly occurred for the strong DSA susceptible LAS. For those materials high resolution EBSD-Measurements of certain single grains were performed to analyze the localized plastic deformation in detail. Plastically deformed areas were identified using the grain boundary rotation angle and the miss-orientation angle deviation (MOD) respectively (see Fig. S.5). Thus it can be concluded that localized plastic deformation increases with increasing the DSA susceptibility and of course with amount of macroscopic induced plastic strain due to performed SSRT-Tests.

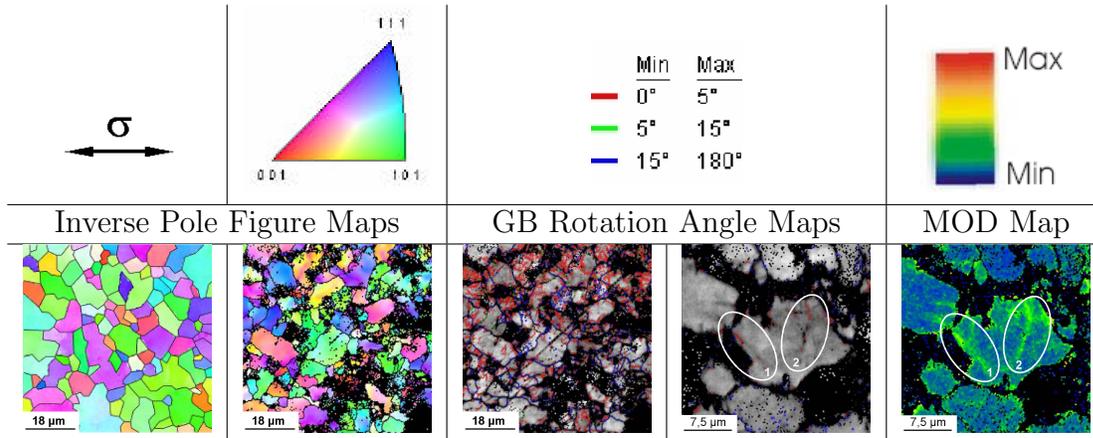


Fig. S.5: EBSD-Measurements of A) not deformed and B - E) 10 % plastic deformed material.

4.2 Internal Friction Measurements

In order to analyze the interaction of interstitials and dislocations some measurements on temperature dependencies of internal friction were carried out by using a low frequency inverted pendulum in the temperature ranges from 90 to 500 K and from room temperature (RT) to 700 K as shown in Fig. S.6 A. The black curve corresponds to as delivered state of studied LAS, the blue curve was obtained after approx. 5 % deformation by twisting at RT and the red curve represents the second run after the previous measurement of a deformed specimen. The red curve corresponds to the „tempered state“ of the studied LAS because they were heated up to 500 K in the first run (blue curve).

In the as delivered state a remarkable IF-peak was measured only for the most susceptible LAS FOX DMO KB, while the deformed state induces a series of IF-peaks. Shoulder-like peaks below RT are probably caused by fresh dislocations generated during plastic deformation. These peaks were observed in all studied steels, while they are suppressed in the case of FOX DMO KB. Peaks in the vicinity of RT are caused by C and N Snoek relaxation processes and they become well developed after deformation due to dislocation depinning and escape of interstitials into solid solution. Peaks observed in the range of 350 to 400 K can be caused by interstitial-substitution atom interactions. Finally peaks observed around 470 K and above correspond to the Snoek-Köster relaxation caused by interstitial-dislocation interaction. These peaks become more pronounced in the „tempered state“, because heating to 500 K during the first run of deformed LAS leads to completion of the formation of interstitial atmospheres around dislocations. Measured activation enthalpy values obtained for the LAS are summarized in Fig S.6 B. The values are reasonably close to the value of 1.6 eV for C in iron. However, calculating the activation enthalpy from all four data points for each LAS the strong DSA susceptible materials seem to have unreasonably high

values (more than 4 eV). It seems that the Snoek-Köster peaks in these LAS are unstable due to C and N redistribution between bainitic and ferritic phases even during the second run of the measurement. However this can also be an indication for the strong susceptibility to DSA of the affected LAS.

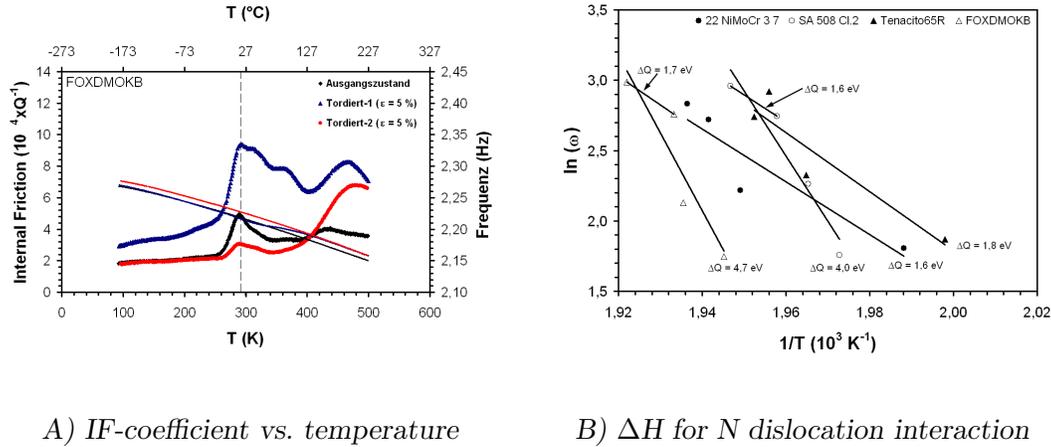


Fig. S.6: Obtained results from IF-Measurements in correlation to DSA.

4.3 Dynamic Hardness Measurements

Since the plastic deformation behavior is affected by DSA, SSRT-Tests are very common to test the susceptibility to DSA. However those experiments are costly and material consuming. An adequate testing technique of material under plastic deformation but with respect to rare test material is the instrumented indentation technique. Measured load versus indentation depth depending on deformation parameters as indentation rate, which is somewhat equal to strain rate in SSRT-Tests, and temperature provide reasonable data on the degree of susceptibility to DSA.

In Fig. S.7 several indentation curves are compared, which were measured on LAS with low (Tenacito 65 R) and high (FOX DMO KB) susceptibility to DSA, respectively. Despite of a deformation parameter combination for jerky flow the load-indentation depth curves of LAS with low susceptibility to DSA are smooth, while results of highly DSA susceptible LAS show strong interstitial-dislocation interaction. The observed „saw tooth“ shaped curves are somewhat similar to „serrations“ in stress-strain-curves, which derive from jerky flow due to periodic dislocation depinning and escape from interstitials. However, the jerky flow effects in stress-strain-curves from tensile tests belong to a larger tested volume since the complete gauge length is plastically strained in SSRT-Tests. The plastically deformed volume in DHM is significantly smaller and the observed „serrations“ derive from less volume. Thus, the detection window of parameter combination regarding indentation rate and T is smaller for DHM than for tensile testing.

The observed serrations become weaker and finally disappear if the temperature is increased or decreased at a constant indentation rate. The same observation was made if temperature is kept constant and the indentation rate changes. Hence DSA susceptibility can be qualitatively determined with DHM at elevated temperatures and different indentation rates as from tensile testing.

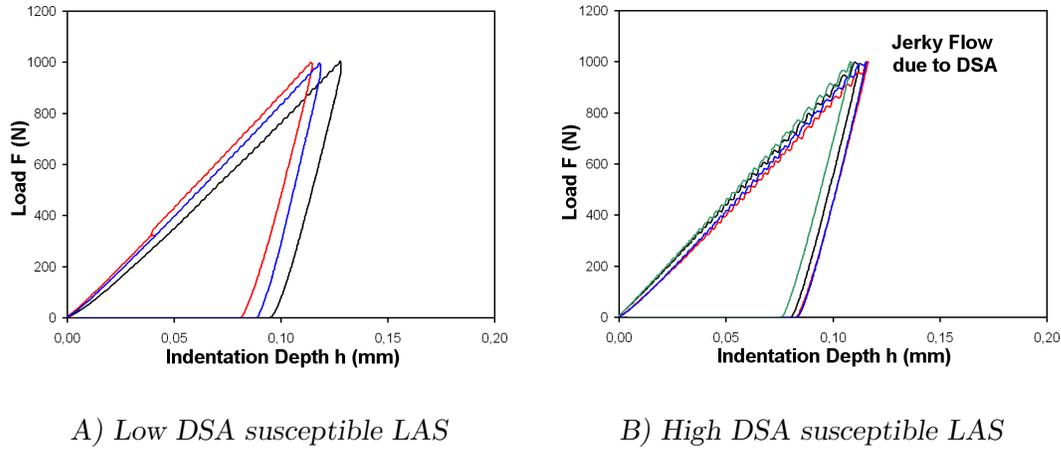
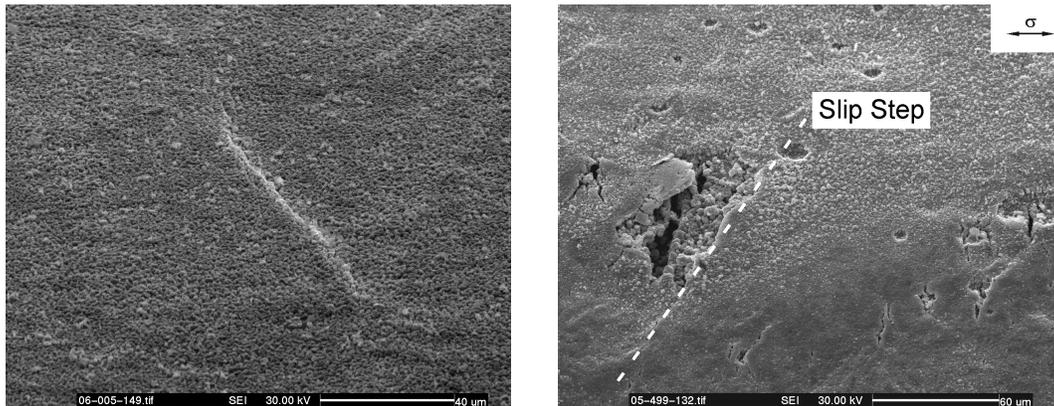


Fig. S.7: Obtained results from IF-Measurements in correlation to susceptibility of LAS to DSA.

4.4 SSRT-Tests in oxygenated HTW

Investigations concerning the interaction of DSA and crack initiation processes of LAS in oxygenated HTW were performed using SSRT-Tests under critical parameters derived from SSRT-Tests in air as shown in Fig. S.3 A. Those round bar specimens were tested at a constant strain rate of $\dot{\epsilon} = 2.3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, a dissolved oxygen content of $DO = 400 \text{ ppb}$ and an electrical conductivity of $\kappa \leq 0.1 \mu\text{S}/\text{cm}$ at inlet position of the used refreshing system, respectively. The SSRT-Specimens were pre-oxidized in oxygenated HTW for approx. 200 h of exposure time to test specimen with steady-state oxide films. On the surface of gauge length the specimens were also surface polished for post-test analysis of the surface. As shown in Fig. S.8 B crack initiation starts in strong DSA susceptible LAS adjacent to coarse slip steps due to distinctive oxide film rupture.

Regarding DSA indicating occurrence of serrations the measured stress-strain-curves from SSRT-test in oxygenated HTW are quantitatively similar to stress-strain-curves from SSRT-Tests in air. Further DSA induced strain hardening due to interaction of dislocations and interstitials is in same range. However, the most important difference is the interaction of strain localization and magnetite oxide film rupture (see Fig. S.9).

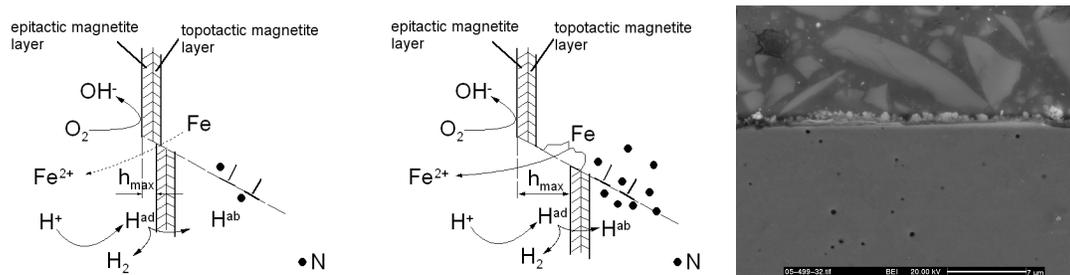


A) Slip step on oxidized surface B) Crack initiation adjacent to slip step

Fig. S.8: Surface analysis of tensile strained DSA susceptible material.

Hence, the oxide layers were analyzed in cross sections regarding the observed shallow pitting and slip step formation on the tensile specimen surface. The measured oxide film thickness is in the range of literature data and as assumed there is no indication for an effect of susceptibility to DSA on formation of magnetite. But the crack initiation in high DSA susceptible LAS occurs adjacent to coarse slip steps as shown in Fig. S.8 B.

Within those experiments it can be clearly confirmed that a significantly localized deformation in high DSA susceptible LAS has significant influence on the crack initiation behavior. The „normal“ behavior with low DSA influence causes several cracks, while in the high DSA susceptible LAS only some cracks with sharp and obviously active crack tips were observed.



A) Low susceptibility B) High susceptibility C) Experimental validation

Fig. S.9: Interaction of slip step height and oxide layer thickness.

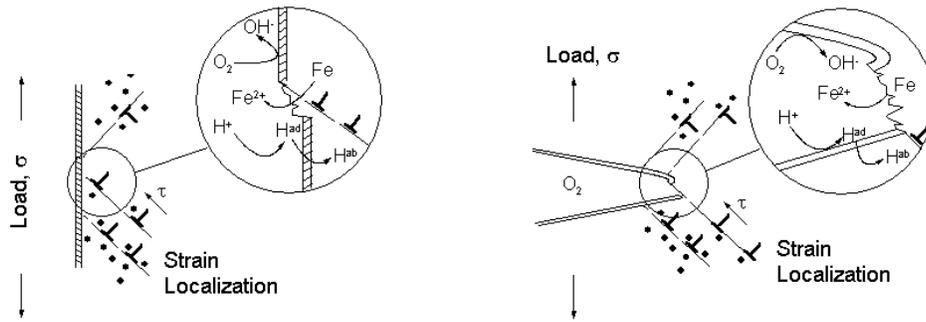
5 Discussion

5.1 Plastic Deformation Behavior

The influence of DSA on the environmentally-assisted degradation of LAS in oxygenated HTW obviously derives from the reduced plasticity and possibly increased strength. The plastic deformation in the affected LAS is localized to some slip systems which are activated under the external load due to the interaction of interstitials with dislocations. Hence, the dislocation movement is localized to a certain area the slip steps on surfaces as grain boundaries or free specimen surface respectively increase due to the increasing number of active dislocations at one slip plane. Since a dislocation is correlated to a slip step of one BURGERS-Vector the SSH increases with the number of active dislocations in the slip plane. As measured in this thesis, the SSH is approx. in the same order as the thickness of freshly formed oxide layers on LAS in oxygenated HTW. Furthermore, the maximum slip steps were significantly higher than the protective topotactic layer of magnetite on LAS. The increase in strength or the reduction in ductility is based on the bonding of dislocations at interstitials resulting in a localized brittleness of the affected LAS. Localized brittleness in LAS was in the past correlated with the cathodic corrosion reaction due to absorption of H atoms to the LAS lattice. This theory is somehow under discussion due to the fact that at elevated temperatures most of the H atoms in smooth traps are activated and will not contribute to an embrittlement. The DSA influences at relevant combinations of deformation parameters regarding strain rate and temperature lead, according to the observations in this thesis, also to „quasi-cleavage“ crack advance and correlating areas on fractured specimen surfaces.

5.2 EAC-Model with influence of DSA

The EAC of LAS is described based on the slip-step dissolution model. However discussions of localized embrittlement are obvious if high susceptibility to DSA enhances the environmental degradation processes. DSA reduces plasticity in the material and causes strain localization to small areas adjacent to volumes, which are blocked by Nitrogen interstitials. At given macroscopic strain due to external load the microscopic strain is somewhat higher due to the amount of cumulative strain at small areas in DSA susceptible LAS. In contrast to low DSA susceptible LAS the localized oxide film rupture during crack initiation processes highly affects anodic corrosion in strong DSA susceptible LAS. Discussing crack initiation, coarse slip steps lead to areas with severe oxide film rupture and a reduced repassivation rate due to self triggering degradation under continuous localized plastic deformation. During plant service plastic strain may be caused by macroscopic transients in load and temperature during startup and less pronounced during steady state operation where spontaneous localized plastic deformation might occur (see Fig. S.10 A).



A) Crack initiation with DSA influence B) Crack Growth with DSA influence

Fig. S.10: EAC in DSA susceptible LAS exposed to oxygenated HTW.

If a crack is already present and crack propagation occurs in DSA susceptible LAS, the plastic zone at the crack tip shows also localized plastic deformation and somewhat coarse slip steps at the crack tip (see Fig. S.10 B). Since the strongest DSA influence on plasticity derives from equilibrium in Equ. 1, softer material areas are strained plastically while harder material volumes („blocked“) are only deformed elastically due to fluctuations in the free Nitrogen content and dislocation density. Strain hardening due to increasing dislocation density further leads to blocking of former plastically deformed areas. If the localized stresses in those quasi-brittle volumes exceeds the microscopic rupture stress, „quasi-cleavage“ fractured facets might occur, which are discussed in combination with localized H embrittlement. However both degradation processes (localized plastic deformation due to DSA and H embrittlement) do not exclude each other and according to the superposition principle might amplify the localized hardening effects. During crack advance a normally determined crack tip blunting at constant load is prohibited in LAS with high DSA susceptible due to the cumulative plastic strain in former elastically loaded areas in front of the crack tip. Thus in this model the EAC of LAS in oxygenated HTW can trigger crack propagation if sufficient susceptibility to DSA, mechanical and corrosive load exists.

6. Conclusion

Studies on LAS for pressure boundary components of LWRs (2 base metals and 2 weld metals) with different susceptibility to DSA, confirm the assumption of significant DSA effects on the EAC of affected materials in oxygenated HTW environment. The reduction in macroscopic plasticity originates from localized plastic deformation and causes severe oxide film rupture at slip steps. Due to the DSA embrittlement of the LAS stress concentrations at active slip planes determine higher rate of oxide rupture than repassivation rate. Thus active metal dissolution with significant higher current density might trigger crack initiation or crack growth in oxygenated HTW environment, respectively.

1. Einleitung

1.1 Hintergrund

Der Reaktordruckbehälter (RDB) und die Rohrleitungen des Wasser-Dampf-Kreislaufs von Leichtwasserreaktoren (LWR) sind hoch beanspruchte druckführende Komponenten in Kernkraftwerken. Für einen sicheren und störungsfreien Betrieb müssen diese Bauteile und damit die eingesetzten Konstruktionswerkstoffe, in der Regel (i.d.R.) un- und niedriglegierte Stähle, mit ihren Werkstoffeigenschaften hohe Sicherheitsanforderungen erfüllen. Der direkte Kontakt zwischen eingesetztem Kühlmedium¹, welches die aus Kernspaltung gewonnene thermische Energie in Form von Frischdampf zur Turbine transportiert, und un- bzw. niedriglegierten Konstruktionswerkstoffen mediumführender Komponenten von Siedewasser- (SWR) bzw. Druckwasserreaktoren (DWR), führt unter bestimmten Bedingungen zu unerwünschten Korrosionserscheinungen. Der notwendige passive Korrosionsschutz un- und niedriglegierter Werkstoffe, welche im Wesentlichen die Summe der mechanischen Belastungen tragen, wird z.B. durch austenitische Plattierungen (Auftragsschweißungen) erzielt. Aufgrund der Umgebungsbedingungen (Temperatur und Druck) bildet sich in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser (HTW) eine schützende und auf un- und niedriglegierten Stählen fest haftende oxidische Deckschicht aus Magnetit (Fe_3O_4) aus, welche die weitere abtragende Korrosion stark inhibiert.

Kommt es durch lokale Verletzung der austenitischen Plattierung oder durch dehnungsinduzierte Risse in der oxidischen Deckschicht zu direktem Kontakt mit dem Kühlmedium, so muss der un- bzw. niedriglegierte Werkstoff eine ausreichende Beständigkeit gegen mediumgestützte Korrosionserscheinungen besitzen. Dies ist erforderlich, damit im Rahmen einer wiederkehrenden Prüfung während einem Anlagenstillstand der Korrosionsschaden erkannt und behoben werden kann, ohne die Betriebssicherheit zu gefährden. Hinsichtlich Rissinitiierung und Risswachstum von un- und niedriglegierten Werkstoffen unter Umgebungseinflüssen müssen daher sehr gute Systemkenntnisse für eine korrosionstechnische Bewertung vorliegen. Schädigung durch korrosionsgestütztes Risswachstum (engl.: environmentally assisted cracking - EAC) erfolgt in der Regel durch Überlagerung

¹Kühlmedium von LWR basieren auf Deionat mit je nach Bauart spezieller Wasserchemie (SWR: „Reinstwasser“ bzw. DWR-Primärmedium: „Borsäure-Lithiumhydroxid-Lösung“).

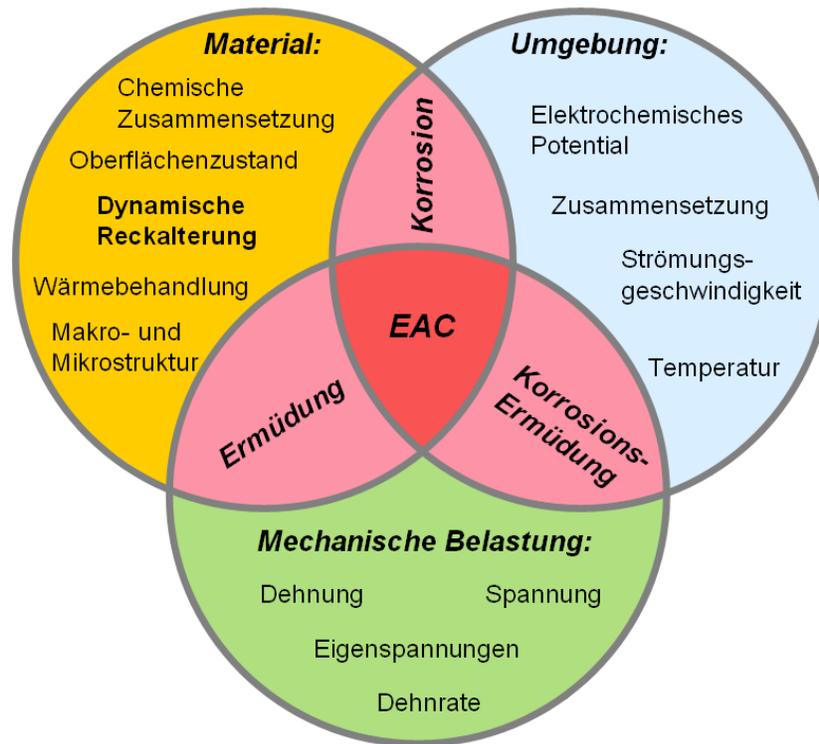


Abb. 1.1: Verschiedene Einflussfaktoren auf das durch Umgebungseinflüsse gestützte Risswachstum (EAC) und deren gegenseitige Wechselwirkung.

der in Abb. 1.1 zusammengestellten Einflussfaktoren im betrachteten Korrosionssystem schneller als ein Bruchvorgang ohne ein die Korrosion förderndes Medium [1]. Die große Anzahl an verschiedensten Einflussgrößen und deren gegenseitigen Wechselwirkungen führen zur Notwendigkeit sorgfältiger Untersuchungen von EAC-Vorgängen zur Rissinitiierung und zum Risswachstum, um Schädigungsmechanismen zu beschreiben sowie spezifische und wirksame Korrosionsschutzmaßnahmen ableiten zu können.

Daher wurden in der Vergangenheit zur Klärung der Wechselwirkungen unterschiedlicher Einflussgrößen in diesem Vielparametersystem von verschiedenen Laboratorien Versuche zur Rissinitiierung und zum Risswachstum un- und niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser durchgeführt. Die Ergebnisse wurden in älteren Untersuchungen jedoch teilweise aus schlecht dokumentierten Versuchen abgeleitet. Die ermittelten Risswachstumsraten im Korrosionssystem un- und niedriglegierter Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser unter konstanter Belastung führten zu der in Abb. 1.2 zusammengestellten Datenbasis. Dieses Diagramm mit einem Bereich („Range“) der Risswachstumsraten über 5 Größenordnungen führte in der Fachwelt zu kontroversen internatio-

nalen Diskussionen und wurde als das sogenannte „night sky diagram“ bekannt. Durch Evaluierung der veröffentlichten Risswachstumsdaten durch z.B. LÄPPLE der MPA Stuttgart und Generierung von neuen Versuchsergebnissen unter kontrollierten und auf LWR übertragbare Umgebungsbedingungen wurden für Risswachstum unter konstanter mechanischer Belastung in hochreinem Wasser Grenzkurven definiert [2, 3]. Diese mündeten schließlich in die heute in der Fachwelt allgemein anerkannten Grenzkurven für Risswachstum unter konstanter Belastung („BWR-VIP Disposition Lines“), welche zur Beschreibung des Risswachstums unter LWR-relevanten Umgebungsbedingungen herangezogen werden (vgl. Abb. 5.4, [4-6]).

Neben den für korrosionsgestütztes Risswachstum un- und niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser bekannten Einflussgrößen,

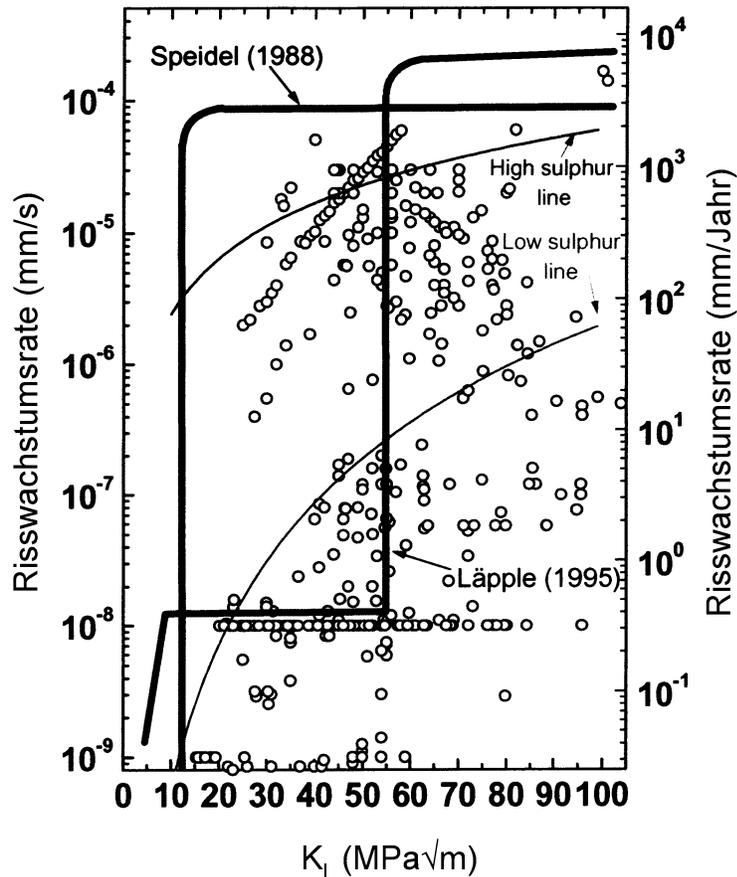


Abb. 1.2: Aus der Literatur von [7] zusammengestellte Risswachstumsraten niedriglegierter Stähle unter konstanter Last, [3, 7-9]

welche in Kapitel 2.4.4 ausführlich diskutiert werden, wurde die *Dynamische Reckalterung* als weiterer wichtiger werkstoffseitiger Einflussparameter erkannt. Verschiedene Arbeiten zeigen eine mögliche Korrelation zwischen dem Phänomen der dynamischen Reckalterung (engl.: *dynamic strain ageing* - DSA) in niedriglegierten ferritischen Stählen der Kraftwerkstechnik und einer erhöhten Anfälligkeit gegen mediumgestütztes Risswachstum in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser [10-19].

Die dynamische Reckalterung beeinflusst erheblich das plastische Verformungsverhalten entsprechend anfälliger Werkstoffe. Interstitielle Fremdatome (FA), z.B. Kohlenstoff oder Stickstoff, verändern mechanische Kennwerte wie Festigkeit und Duktilität in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrate in der Weise, dass es unter bestimmten Kombinationen aus Temperatur und Dehnrate zu einer lokalisierten Verfestigung aufgrund planarer Gleitprozesse (Grobgleitung) kommt. Hierdurch werden die makroskopisch gemessenen Festigkeitskennwerte angehoben und gleichzeitig die Duktilität der Werkstoffe erheblich reduziert [20, 21].

Die Mechanismen der Rissinitiierung und des mediumgestützten Risswachstums un- und niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser werden wesentlich durch das plastische Verformungsverhalten, z.B. Dehnungsvorgänge im oberflächennahen Bereich oder an einer Rissspitze, bestimmt. Da aus der dynamischen Reckalterung ein lokal versprödender Einfluss auf Dehnungsvorgänge während plastischer Verformung resultiert, ist auch ein Einfluss dynamischer Reckalterung auf die bei Rissinitiierung und mediumgestützter Risskorrosion ablaufenden plastischen Verformungsvorgänge anzunehmen. Dies führte z.B. nach ersten Risswachstumsuntersuchungen an gegen dynamische Reckalterung anfälligen niedriglegierten Stählen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser unter konstanter Belastung zu beschleunigten Risswachstumsraten bei vergleichsweise niedrigen Spannungsintensitätsfaktoren (vgl. Kapitel 2.5, [13, 14]).

1.2 Zielsetzung

Das betrachtete Korrosionssystem stellt ein komplexes Vielparametersystem mit gegenseitiger Wechselwirkung der einzelnen Einflussgrößen dar, zu welchen nach jüngsten Ergebnissen auch das Phänomen der dynamischen Reckalterung zählt. Der Fokus der vorliegenden Arbeit liegt daher auf der Untersuchung des Einflusses dynamischer Reckalterung auf das mediumgestützte Korrosionsverhalten niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser. Auf Grundlage des aktuellen wissenschaftlichen und technischen Kenntnisstandes zur Rissinitiierung und zum Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser soll mit den erzielten Ergebnissen ein Beitrag zur gegenwärtigen Diskussion geliefert werden.

Daher war zunächst der Einfluss dynamischer Reckalterung auf das plastische Verformungsverhalten betroffener niedriglegierter Werkstoffe zum Bau von

Rohrleitungen und Behältern der Kraftwerkstechnik im Rahmen des initiierten Forschungsprogramms zu untersuchen und zu charakterisieren. Daraus wurden für das Auftreten der dynamischen Reckalterung in niedriglegierten Werkstoffen zunächst kritische Verformungsparameter abgeleitet. Auf dieser Grundlage wurde der Einfluss der dynamischen Reckalterung auf das Rissinitiierungsverhalten untersucht und schließlich wurden die Prozesse der Rissinitiierung und des mediumgestützten Risswachstums bei dynamischer Reckalterung diskutiert.

Ausgehend von einer Literaturlauswertung zur mediumgestützten Risskorrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, der dynamischen Reckalterung un- und niedriglegierter Stähle und derzeit geführten Diskussionen auf diesem Gebiet, wurden auf Basis durchgeführter Versuche Modellvorstellungen entwickelt, welche eine Wechselwirkung zwischen dynamischer Reckalterung und mediumgestützten Korrosionsprozessen zur Rissinitiierung und zum Risswachstum niedriglegierter Stähle beschreiben.

2. Theoretische Grundlagen

2.1 Niedriglegierte Stähle

Alle untersuchten Werkstoffe (Grund- und Schweißzusatzwerkstoffe) haben einen Anteil an Legierungselementen geringer 5 Gew.-% und gehören somit der Gruppe der „niedriglegierten Stähle“ an [22]. Aufgrund ihrer überwiegend bainitischen/ferritischen Mikrostruktur (vgl. Abb. A.1 und A.2 im Anhang) werden sie auch als „niedriglegierte ferritische Stähle“ (engl.: low alloy steels - LAS) bezeichnet. Die ausgewählten Werkstoffe erfüllen alle Anforderungen nach entsprechendem Regelwerk (KTA bzw. ASME-B&PVC) zum Einsatz für druckführende Komponenten in Kernkraftwerken. Dies ermöglicht die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf entsprechende eingesetzte Werkstoffchargen.

Die als Konstruktionswerkstoffe von druckführenden Komponenten im Behälter- und Rohrleitungsbau eingesetzten warmfesten Stähle zeichnen sich durch gute Duktilitätskennwerte bei gleichzeitig ausreichender Festigkeit und durch eine hervorragende Schweißbarkeit von Wandstärken bis zu 300 mm aus. Der thermische Einsatzbereich ist mit Temperaturen bis zu $T \approx 350 \text{ °C}$ nach oben abgegrenzt. Es wurden Werkstoffe bzw. verschiedene Werkstoffchargen mit hoher, mittlerer und niedriger Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung berücksichtigt, um den Einfluss dynamischer Reckalterung auf mediumgestützte Korrosion systematisch zu untersuchen (vgl. Tab. A.1).

2.1.1 Zusammensetzung der untersuchten Werkstoffe

Die chemische Zusammensetzung der untersuchten Werkstoffe ist in Tab. A.2 zusammengestellt. Dabei ist zunächst der Unterschied im Schwefelgehalt auffallend. Die Werkstoffe 22 NiMoCr 3 7, SA 508 Cl.2 und 15 NiCuMoNb 5 S 1 unterscheiden sich von den anderen Werkstoffen in Tab. A.2 durch einen um eine Größenordnung herabgesetzten Schwefelgehalt, welcher eine geringere Anzahl an Mangansulfidausscheidungen bedingt.

Die Schweißzusatzwerkstoffe (Schweißgut - SG) heben sich von den Grundwerkstoffen (GW) durch einen entsprechend herabgesetzten Kohlenstoffgehalt ab. Dies ermöglicht eine schweißtechnische Verarbeitung mit an die zu verbindenden Grundwerkstoffe angepassten Härte. Im Gegenzug ist der Mangangehalt aller

Schweißzusatzwerkstoffe leicht erhöht, um die Minderung an Festigkeit durch den herabgesetzten Kohlenstoffgehalt, welcher als Ausscheidungshärter durch Bildung von Karbiden wirkt, auszugleichen [23, 24]. Die Anhebung des Mangangehaltes hat auch zur Folge, dass der Gehalt an Schwefel durch Bindung in feinverteilten Mangansulfiden im Gefüge herabgesetzt wird. Die Zugabe von Mangan führt darüber hinaus im Verformungsbereich dynamischer Reckalterung zur raschen Verfestigung [23]. FOX DMO KB, FOX DMO IG und Tenacito 65 R sind für das Verschweißen von niedriglegierten Stählen optimierte Schweißzusätze. Der Siliziumgehalt der Schweißzusatzwerkstoffe FOX DMO KB und FOX DMO IG ist erhöht, um auch bei höheren Sauerstoffgehalten als wirksames Desoxidationsmittel z.B. bei Schweißung im CO_2 -Gasstrom zu wirken. Der Werkstoff FOX DMO IG wird ausschließlich zur Schweißung von Wurzellagen eingesetzt und in der Regel durch Beschleifen der Wurzel nach Nahtfertigung entfernt, weshalb weiterführende Untersuchungen auf die beiden anderen Werkstoffe Tenacito 65 R und FOX DMO KB der Füll- und Decklagen konzentriert wurden.

Als wichtiger Werkstoffparameter hinsichtlich dynamischer Reckalterung ist der Aluminiumgehalt im Verhältnis zum gesamten Stickstoffgehalt (N_{tot}) anzusehen. Durch Bildung von stabilen Aluminiumnitriden (Aluminium gilt als mäßig bis starker Nitridbildner [22]) wird der freie Stickstoff im Zwischengitter reduziert und somit die Neigung zur Alterungsempfindlichkeit herabgesetzt [25]. Besonders bei Fügeprozessen durch Schweißen mit anschließenden fehlerhaften Wärmebehandlungen kann eine entsprechende Alterungsempfindlichkeit zum Werkstoffversagen mit verformungsarmem Bruch führen [26].

Untersuchungen von BRINDLEY und BARNBY haben ferner gezeigt, dass schon bei einem Gehalt an gesamtem Stickstoff von 0,004 Gew.-% „Zacken“ (engl.: serrations) in Spannungs-Dehnungs-Kurven und eine Zunahme der Festigkeitskennwerte unter entsprechend kritischen Verformungsbedingungen ($T, \dot{\epsilon}$) festzustellen sind, welche auf dynamische Reckalterungsprozesse zurückzuführen sind [27]. Mit steigendem Stickstoffgehalt kommt es schließlich zu einer raschen Verfestigung.

2.1.2 Mechanische Eigenschaften

Anhand von langsamen Zugversuchen ($\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, liegt im normgerechten Bereich von $\dot{\epsilon} = 0,001$ bis $0,005 \text{ min}^{-1}$, vgl. [28]) wurden zunächst die mechanischen Kennwerte der verwendeten Werkstoffchargen bei Raumtemperatur bestimmt. Die gemessenen Festigkeits- und Duktilitätskennwerte lagen im zu erwartenden Bereich und erfüllen die Anforderungen gemäß jeweils gültiger Werkstoffspezifikationen. Es ist festzuhalten, dass alle Werkstoffe hinsichtlich der Festigkeitswerte eine Dehngrenze² von $R_{p0,2} \approx 450$ bis 560 MPa und eine Zugfestigkeit

²Korrektweise muss je nach Temperatur während Verformung zwischen einer Dehngrenze bei 0,2 % plastischer Dehnung und einer ausgeprägten oberen Streckgrenze R_{eH} unterschieden werden. Im Folgenden wird jedoch vereinfachend von einer Dehngrenze $R_{p0,2}$ gesprochen.

von $R_m \approx 540$ bis 660 MPa aufweisen (vgl. Tab. A.3). Bei den Duktilitätskennwerten wurden $A = 17$ bis 30 % für die Bruchdehnung und $Z = 70$ bis 83 % für die Brucheinschnürung gemessen. Eine genauere Betrachtung der Ergebnisse zeigt, dass bei den beiden Werkstoffen 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2 die Bruchdehnung jeweils einen etwas geringeren Wert (< 20 %) gegenüber den restlichen Werkstoffen (> 20 %) aufweist.

2.1.3 Physikalische Eigenschaften

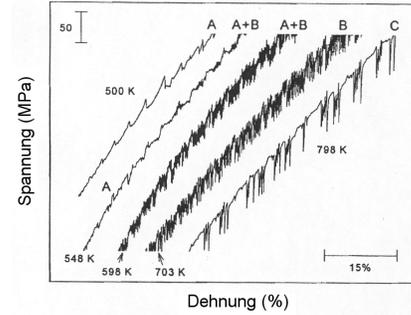
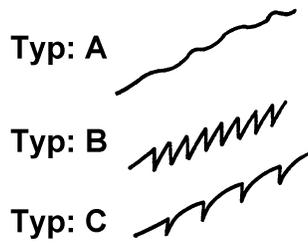
Die Werkstoffe haben außer den geringen, genannten Abweichungen eine nahezu identische chemische Zusammensetzung. Daher wurde für die Berechnung der Temperaturabhängigkeit des Elastizitäts- bzw. Schubmoduls auf Werte aus der Literatur zurückgegriffen [29], welche für niedriglegierte Stähle mit dieser chemischen Zusammensetzung gemessen wurden. Es ist der gewohnte Abfall des Elastizitäts- bzw. Schubmoduls mit zunehmender Temperatur zu beobachten (vgl. Abb. A.3). Die aus Literaturdaten berechnete Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls wurde später für einen Werkstoffvergleich zur Normierung der aus langsamen Zugversuchen bestimmten Festigkeitskennwerte herangezogen.

2.2 Dynamische Reckalterung

2.2.1 Phänomenologische Beschreibung

Das unstetige Verformungsverhalten von Mischkristallen im Temperaturbereich der homologen Temperatur von $T_h = T/T_S \approx 0,2 \dots 0,5 \cdot T_S$ (T_S : Schmelztemperatur in K) aufgrund attraktiver Wechselwirkung zwischen gleitfähigen Versetzungen mit Fremdatomen wird als *dynamische Reckalterung* bezeichnet. Als Synonym für „dynamische Reckalterung“ findet sich in der Literatur auch häufig die Bezeichnung PORTEVIN-LE CHATELIER-Effekt (PLE) [30, 31]. Ein Einfluss auf das Verformungsverhalten tritt bei dynamischer Reckalterung während plastischer Verformung auf, wogegen statische Reckalterung vor allem bei unterbrochener Beanspruchung zu beobachten ist [32].

Bei dynamischer Reckalterung werden die in Abb. 2.1 schematisch gezeigten und in drei unterschiedliche Typen eingeteilte Erscheinungsformen des unstetigen Fließens (engl.: jerky flow) unterschieden, welche in der Literatur häufig mit A, B und C bezeichnet sind [27, 33-38]. Die Anfälligkeit von niedriglegierten Stählen gegen dynamische Reckalterung wird durch interstitiell gelösten Stickstoff [39] oder Kohlenstoff [40] beeinflusst, welche als Zwischengitteratome mit dem Verzerrungsfeld um Versetzungen wechselwirken. Eine Anlagerung mit gleichzeitiger Absenkung der freien GIBBSschen Enthalpie erfolgt dabei vor allem in der Dilatationszone von Versetzungslinien.



A) Schematische Darstellung

B) Versuche von [33]

Abb. 2.1: Unterscheidung zwischen drei typischen makroskopischen Erscheinungsformen des un stetigen Fließens („serrations“) aufgrund des PORTEVIN-LE CHATELIER-Effektes in Spannungs-Dehnungs-Kurven.

Die Erscheinungsformen dynamischer Reckalterung beruhen auf dem Verhältnis der maßgebenden Einflussgrößen, wie Temperatur, Verformungsgeschwindigkeit (Dehnrage), mittlere Konzentration an gelösten Fremdatomen und deren Verteilungsfunktion im Gitter. Durch die Temperatur wird das Diffusionsvermögen der Fremdatome im Mischkristall über eine ARRHENIUS-Abhängigkeit³ des Diffusionskoeffizienten D der Fremdatome beeinflusst.

$$D = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta Q_{ZG}}{k \cdot T}\right) \quad (2.1)$$

In Gleichung 2.1 werden von der Temperatur unabhängige Größen wie z.B.: Koordinationszahl, Entropieanteil des elektrochemischen Potentials, etc. in einem Vorfaktor D_0 zusammengefasst. Die Diffusion von Stickstoff oder Kohlenstoff im Stahl erfolgt über Zwischengitterplätze, weshalb für Platzwechsel interstitiell gelöster Fremdatome eine Aktivierungsenergie ΔQ_{ZG} zum Überwinden des Potentials zwischen den beiden Zwischengitterplätzen zu berücksichtigen ist. Diese ist aus der Steigung im ARRHENIUS-Diagramm der Auftragung von $\ln(D)$ gegen $\frac{1}{T}$ zu bestimmen (vgl. Abb. A.4, [41-43]). Die Driftgeschwindigkeit der Fremdatome $v_{D,FA}$ ist wiederum proportional zum Diffusionskoeffizienten. Mit steigender Temperatur nimmt daher die Driftgeschwindigkeit der Fremdatome $v_{D,FA}$, mit welcher sie Versetzungen (\perp) folgen können, entsprechend

$$v_{D,FA} \propto D \quad (2.2)$$

³Die Diffusion als thermisch aktivierter Prozess weist eine starke, exponentielle Temperaturabhängigkeit mit entsprechender Aktivierungsenergie auf. Aus der ARRHENIUS-Auftragung des linearen Zusammenhangs von $\ln(D)$ vs. $1/T$ ist aus der Steigung einer Regressionsgeraden die scheinbare Aktivierungsenergie zu bestimmen.

zu. Die Dehnrates ($\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt}$) mit der die makroskopische Geschwindigkeit der plastischen Verformung der Werkstoffe quantitativ gemessen wird, beeinflusst über die Verknüpfung mit dem TAYLOR-Faktor M die Abgleitgeschwindigkeit der Versetzungen auf den Gleitebenen $v_{G,V}$. Diese wird mit der OROWAN-Gleichung beschrieben (vgl. Gleichung 2.3), wobei ρ_{\perp} die mittlere Versetzungsdichte und b der BURGERS-Vektor ist [44].

$$d\epsilon/dt = \dot{\epsilon} = \frac{\rho_{\perp} \cdot b \cdot v_{G,V}}{M} \quad (2.3)$$

Bei Beschreibung des PLE sind die Beweglichkeit der gelösten Fremdatome betreffend zwei wesentliche Grenzfälle der Versetzungsbewegung im Mischkristall zu betrachten:

- a) Bei tiefen Temperaturen kann das Diffusionsvermögen gelöster Fremdatome und damit deren Beweglichkeit in der Matrix vernachlässigt werden. Bei plastischer Verformung ist entsprechend dem Gehalt an interstitiell gelösten Fremdatomen eine Reibspannung τ_R zur Abgleitung erforderlich und führt mit

$$\tau_R \propto \sqrt{c_{FA}} \quad (2.4)$$

zu einer Erhöhung der erforderlichen Fließspannung [45, 46].

- b) Bei hohen Temperaturen kann dagegen von einer vollständigen thermischen Aktivierung interstitieller Fremdatome ausgegangen werden und es ist kein temperaturabhängiger Einfluss auf die erforderliche Fließspannung mehr zu berücksichtigen [47, 48, 49]. Mit zunehmender Temperatur steigt die Schwingungsfrequenz ν , mit welcher die Versetzungen gegen ein Hindernis schwingen, gemäß

$$\nu = \nu_0 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta E}{k \cdot T}\right) \quad (2.5)$$

an. Der zur Überwindung des Hindernisses benötigte Energiebetrag ΔE berechnet sich aus der Differenz der erforderlichen Aktivierungsenergie U_0 und der Abgleitarbeit $\tau_{TS} \cdot b \cdot d \cdot l$, wobei $V = b \cdot d \cdot l$ auch als Aktivierungsvolumen bezeichnet wird (b BURGERSvektor, d Netzebenenabstand, l Abstand zwischen zwei Hindernissen und τ_{TS} Schubspannungskomponente aufgrund thermischer Schwingungen der Versetzungen mit der Frequenz ν). Die resultierende Schubspannung τ berechnet sich aus der Summe der athermischen Schubspannungskomponente τ_{GP} , welche mit

$$\tau_{\text{GP}} = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{\perp}} \quad (2.6)$$

berechnet wird und der aus der thermischen Schwingung der Versetzungen resultierenden Schubspannungskomponente τ_{TS} mit

$$\tau = \tau_{\text{GP}} + \tau_{\text{TS}} = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{\perp}} + \frac{U_0 - k \cdot T \cdot \ln \frac{\nu}{\nu_0}}{V}. \quad (2.7)$$

Von weitaus größerem Interesse ist der Temperaturbereich zwischen den beiden zuvor betrachteten Grenzfällen, da in diesem Temperaturintervall eine Vielzahl an technischen Anwendungen ihren thermischen Betriebsbereich haben. Mit zunehmender Temperatur nimmt die Beweglichkeit entsprechend der **ARRHENIUS**-Abhängigkeit des Diffusionskoeffizienten der Fremdatome zu, was zu einer Drift der Fremdatome mit den gleitenden Versetzungen führt. Die deutlichste alternierende Wechselwirkung zwischen Fremdatomen und Versetzungen, in Abb. 2.1 mit „Typ B“ bezeichnet, tritt auf, wenn die Abgleitgeschwindigkeit der Versetzungen dem Betrage nach ungefähr gleich der Driftgeschwindigkeit der interstitiellen Fremdatome ist (vgl. Gleichung 2.8).

$$v_{\text{G,V}} \approx v_{\text{D,FA}} \quad (2.8)$$

Die attraktive Wechselwirkung zwischen dem Potentialfeld von Versetzungen und Fremdatomen beruht auf der Herabsetzung der Gitterenthalpie des Mischkristalls. Diese ist durch eine lokale Veränderung des Gitterpotentials am Ort der Fremdatome erhöht. Durch Anlagerung der Fremdatome an Versetzungslinien wird hingegen die gesamte im Mischkristall gespeicherte Energie (freie GIBBSsche Enthalpie: $G_{\text{B}} = H - T \cdot S$) verringert [50]. Die Veränderung der lokalen Gitterenthalpie wird im Wesentlichen durch paraelastische und dielastische Wechselwirkungen hervorgerufen.

Paraelastische Wechselwirkungen (Gitterparameter-Effekt) gehen auf unterschiedliche Atomradien von Matrixatomen und Fremdatomen zurück. Bei interstitiellen Fremdatomen werden die Matrixatome aus ihrer Gleichgewichtslage verschoben. Dies führt zu einer Wechselwirkung mit der Dilatations- bzw. Kompressionszone von Versetzungen⁴. Durch eine von außen wirkende Schubspannung

⁴Schraubenversetzungen besitzen keine Dilatations- oder Kompressionszone (hydrostatisches Spannungsfeld). Da Kohlenstoff und Stickstoff in Eisen ein tetragonales Verzerrungsfeld aufweisen, findet bei diesen Fremdatomen auch mit Schraubenversetzungen eine paraelastische Wechselwirkung statt [51].

werden die Versetzungen von den Fremdatomen entfernt und es muss eine zusätzliche Schubspannungskomponente entsprechend dem Energiegewinn bei Anlagerung der Fremdatome an die Versetzungslinie aufgebracht werden. Die maximale paraelastische Wechselwirkungskraft kann nach [52, 53] mit

$$F_{\max} = G \cdot b^2 \cdot \left| \frac{d \ln(a_0)}{d c_{\text{FA}}} \right| \quad (2.9)$$

berechnet werden. Dabei ist G der Schubmodul, b der BURGERS-Vektor, a_0 die Gitterkonstante und c_{FA} die Konzentration an Fremdatomen in der Matrix. Der lokale Schubmodul ist im Bereich von eingelagerten Fremdatomen verändert und die daraus abgeleitete dielastische Wechselwirkungskraft (Schubmodul-Effekt) lässt sich nach [52, 53] berechnen mit

$$F = \frac{1}{20} \cdot G \cdot b^2 \left| \frac{d \ln(G)}{d c_{\text{FA}}} \right|. \quad (2.10)$$

Ist eine Versetzung in zwei Partialversetzungen aufgespalten und befindet sich dazwischen ein Stapelfehler, so lagern sich bewegliche Fremdatome bevorzugt im Bereich des Stapelfehlers an. Dies hat zur Folge, dass die Stapelfehlerenergie E_{SF} herabgesetzt wird und die beiden Partialversetzungen mit jeweiligem BURGERS-Vektor b_i durch die Anlagerung der Fremdatome entsprechend

$$d_{\text{A}} = \frac{G \cdot b_1 \cdot b_2}{24 \cdot \pi \cdot E_{\text{SF}}} \quad (2.11)$$

eine größere Aufspaltungsweite d_{A} als ohne angelagerte Fremdatome aufweisen. Die Linienenergie der Gesamtversetzung wird herabgesetzt und schließlich die Gesamtenergie des Kristalls reduziert (Chemische Wechselwirkung = SUZUKI-Effekt). Die attraktive Wechselwirkung zwischen Fremdatomen und Stapelfehler führt bei Bewegung aufgespaltener Partialversetzungen zu Veränderungen in den Konzentrationsverhältnissen, so dass eine rüctreibende Kraft der von außen wirkenden Schubspannung entgegenwirkt. Makroskopisch wird beim Losreißen der aufgespaltener Partialversetzungen von Fremdatomwolken (Anlagerung von Fremdatomen an Stapelfehlern zwischen zwei Partialversetzungen in sogenannten „SUZUKI-Wolken“) eine Erhöhung bzw. die Ausbildung einer ausgeprägten Streckgrenze beobachtet. Sind die Fremdatome hingegen im Kristallgitter nicht beweglich, so ist keine ausgeprägte chemische Wechselwirkung zu beobachten. Dies ist auf die näherungsweise von der Stapelfehlerposition unabhängigen Verteilung der Fremdatome im Mischkristall zurückzuführen.

2.2.2 Modelle unstetiger Verformung

2.2.2.1 PORTEVIN-LE CHATELIER-Effekt

Bei hinreichend hohen Temperaturen bildet sich durch Diffusionsprozesse in Mischkristallen mit kleinen mittleren Fremdatomkonzentrationen c_{FA} um Versetzungskerne Fremdatomwolken (z.B. interstitiell gelöster Stickstoff) aus, deren Konzentrationsverteilung sich in Polarkoordinaten gemäß

$$c(r, \theta) = c_{\text{FA}} \cdot \exp\left(-\frac{\Delta Q \cdot b}{k \cdot T} \cdot \frac{\sin(\theta)}{r}\right) \quad (2.12)$$

beschreiben lässt [54, 55]. Die Enthalpie ΔQ in Gleichung 2.12 ist die Bindungsenthalpie zwischen einem Fremdatom und der Versetzungslinie, b der BURGERS-Vektor der Versetzung, k die BOLTZMANN-Konstante und T die absolute Temperatur. Wird nun von außen auf die mit einer Fremdatomwolke umgebene Versetzungslinie eine Kraft als Schubspannung pro Längeneinheit der Versetzungslinie in der Form von

$$F = \tau \cdot b \quad (2.13)$$

aufgebracht, so verschiebt sich die Versetzungslinie um die Entfernung x . Dieser Verschiebung bzw. der Kraft pro Längeneinheit wirkt eine rüctreibende Reibungskraft $F(x)$ durch die gelösten Fremdatome entgegen. Solange die von außen eingebrachte Kraft kleiner als die zur Überwindung der Fremdatomwolke benötigte Kraft $F(x)$ ist, kann ein kontinuierlicher Gleitprozess nur bei hinreichend hoher Temperatur, d.h. bei hinreichend schneller Driftgeschwindigkeit der gelösten Fremdatome erfolgen. In diesem Bereich ist die mittlere Versetzungsgeschwindigkeit $v_{\text{G,V}}$ aufgrund der Beziehung nach EINSTEIN [45]

$$v_{\text{D,FA}} = \frac{D}{k \cdot T} \cdot F(x) \quad (2.14)$$

und der Tatsache der dem Betrage nach etwa gleich großen Driftgeschwindigkeit der Fremdatome bei ausgeprägtem PLE gleich der rüctreibenden Reibungskraft $F(x)$ (vgl. Gleichung 2.15).

$$v_{\text{G,V}} \propto F(x) \quad (2.15)$$

Zur Beschreibung des Effektes der dynamischen Reckalterung ist demnach die Wechselwirkung zwischen der rüctreibenden Reibungskraft $F(x)$ und der mittleren Versetzungsgeschwindigkeit $v_{\text{G,V}}$ entscheidend, welche in Abb. 2.2 schematisch in Abhängigkeit von der erreichten Dehnung $\epsilon_{1,2,3}$ dargestellt ist.

Wird z.B. im langsamen Zugversuch eine Probe mit einer konstanten Dehnrates $\dot{\epsilon}$ bis zu einer Dehnung ϵ_1 verformt, so können die Fremdatome in Abhängigkeit von Temperatur und mittlerer Versetzungsgeschwindigkeit dem Versetzungskern solange vollständig folgen und eine Fremdatomkonzentration gemäß Gleichung 2.12 ausbilden, solange bis die Versetzungsgeschwindigkeit kleiner oder gleich der charakteristischen kritischen Geschwindigkeit v_1 ist. Dieser Zustand ist durch die maximale rücktreibende Kraft auf die sich bewegende Versetzungslinie gekennzeichnet, bei dem die kritische Versetzungsgeschwindigkeit nach [45, 55] mit

$$v_1 = v_{G,V} = 4 \cdot \frac{k \cdot T}{\Delta Q \cdot b} \cdot D \quad (2.16)$$

und die maximale rücktreibende Reibungskraft mit

$$F_{\max} = 17 \cdot c_{FA} \cdot n \cdot \Delta Q \cdot b \quad (2.17)$$

berechnet werden kann. Steigt die mittlere Versetzungsgeschwindigkeit über den kritischen Wert von v_1 an, so können nicht mehr alle Fremdatome der Versetzungslinie folgen. Somit nimmt die Anzahl der Fremdatome unmittelbar um den Versetzungskern ab, bis bei der Versetzungsgeschwindigkeit v_2 aufgrund weniger noch anhaftender Fremdatome die minimale Reibungskraft F_{\min} auf die Versetzungslinie wirkt. Diese beiden Größen lassen sich nach [54] berechnen mit

$$v_2 = \frac{\Delta Q}{k \cdot T \cdot b} \cdot D \quad (2.18)$$

$$F_{\min} = \pi \cdot c_{FA} \cdot n \cdot \Delta Q \cdot b \quad (2.19)$$

Steigt die Versetzungsgeschwindigkeit über v_2 an, so können die Fremdatome der Versetzungslinie nicht mehr folgen und es bilden sich gemäß Gleichung 2.12 keine Konzentrationsverteilungen mehr aus. In diesem Bereich ist die weitere Zunahme der rücktreibenden Kraft auf die Versetzungslinie mit steigender Versetzungsgeschwindigkeit bei konstanter Dehnung durch die attraktive Wechselwirkung zwischen einzelnen Fremdatomen und den gleitfähigen Versetzungen begründet [40]. Betrachtet man Abb. 2.2 so liegt im Geschwindigkeitsbereich zwischen v_1 und v_2 eine negative Geschwindigkeitsempfindlichkeit der rücktreibenden Reibungskraft vor, welche kennzeichnend für instabile Versetzungsbewegung bei dynamischer Reckalterung (PORTEVIN-LE CHATELIER-Effekt) ist. Denn in diesem Bereich der Versetzungsgeschwindigkeit ist eine sprunghafte Veränderung der Versetzungsgeschwindigkeit vom Punkt 1 zu Punkt 2 in Abb. 2.2 bei konstanter Dehnung ϵ_1 möglich [56-58].

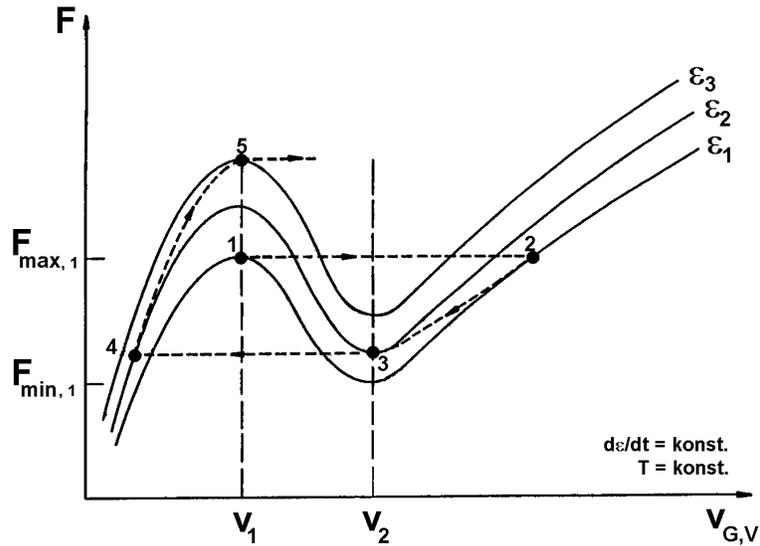


Abb. 2.2: Abhängigkeit der rücktreibenden Reibungskraft von der mittleren Versetzungsgeschwindigkeit, vgl. [56, 57].

Dies hat eine starke lokale Versetzungsmultiplikation zur Folge, welche eine Abnahme der Versetzungsgeschwindigkeit und gleichzeitig eine Zunahme der Dehnung auf ϵ_2 bewirkt. Erreicht die Versetzungsgeschwindigkeit den Wert v_2 , so können die gleitfähigen Versetzungen erneut von Fremdatomen blockiert werden und die Versetzungsgeschwindigkeit springt auf einen Wert unter der kritischen Geschwindigkeit v_1 . Bei fortgeführter Verformung im langsamen Zugversuch steigt die Dehnung und die Versetzungsgeschwindigkeit wieder bis zur kritischen Versetzungsgeschwindigkeit v_1 mit der zugehörigen maximalen rücktreibenden Kraft zur Dehnung ϵ_3 an und der beschriebene Kreislauf wird erneut durchlaufen. Dies führt zu den makroskopisch zu beobachteten „serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Kurven.

2.2.2.2 COTTRELL-Modell

Zur quantitativen Beschreibung der dynamischen Reckalterung geht COTTRELL von einem diskontinuierlichen Fließen aus, wenn die mittlere Geschwindigkeit der Versetzungen $v_{G,V}$ etwa mit der Driftgeschwindigkeit der Fremdatome $v_{D,FA}$ übereinstimmt [54, 59]. Bei seinen Betrachtungen legt er Gleichung 2.3 zu Grunde, welche sich unter Berücksichtigung der direkten Proportionalität zwischen der mittleren Driftgeschwindigkeit und dem Diffusionskoeffizienten der Fremdatome zu

$$\dot{\epsilon} = c_1 \cdot \rho_{\perp} \cdot D \quad (2.20)$$

umschreiben lässt. Dabei sind in der Konstanten c_1 alle konstanten Größen zusammengefasst und ρ_{\perp} ist die Versetzungsdichte der gleitfähigen Versetzungen, welche durch die folgende Beziehung aus plastischer Dehnung ϵ_{pl} und Korngröße d_K beschrieben wird (c_2 , α und n sind Konstanten).

$$\rho_{\perp} = c_2 \cdot \frac{\epsilon_{\text{pl}}^{\alpha}}{d_K^n} \quad (2.21)$$

Bei Wanderung der Fremdatome über den Leerstellenmechanismus ist bei der Berechnung des Diffusionskoeffizienten noch die Anzahl der vorhandenen Leerstellen c_V zu berücksichtigen, welche sich aus der Summe der Leerstellen aufgrund des thermischen Gleichgewichtes und durch die Verformung eingebrachte Leerstellen additiv zusammensetzt.

$$D = D_0 \cdot c_V \cdot \exp\left(-\frac{\Delta Q}{k \cdot T}\right) \quad (2.22)$$

Unter Verknüpfung dieser drei Gleichungen ist es möglich eine Bedingungs-gleichung zum Auftreten dynamischer Reckalterung aufzustellen.

$$\dot{\epsilon} = c_3 \cdot \epsilon_c^{\alpha} \cdot \left[c_4 \cdot \epsilon_c^m + c_5 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta Q_B}{k \cdot T}\right) \right] \cdot \exp\left(-\frac{\Delta Q_{ZG}}{k \cdot T}\right) \quad (2.23)$$

Die auftretenden Größen c_3 , c_4 , c_5 , α und m sind Konstanten, ϵ_c ist die kritische Dehnung, bei der die erste Unstetigkeit im Verfestigungsverlauf festgestellt wird und ΔQ_B ist die Bildungsenthalpie einer Leerstelle. Bei Wechselwirkung zwischen interstitiell gelösten Fremdatomen und gleitfähigen Versetzungen ist Gleichung 2.23 zu vereinfachen

$$\dot{\epsilon} = c_6 \cdot \epsilon_c^{\alpha} \cdot \exp\left(-\frac{\Delta Q_{ZG}}{k \cdot T}\right) \quad (2.24)$$

wobei die Enthalpie ΔQ_{ZG} die Wanderungsenthalpie der interstitiell gelösten Fremdatome ist. Sind dagegen für das Auftreten der typischen Unstetigkeiten beim Fließen substitutionelle Fremdatome verantwortlich, so vereinfacht sich Gleichung 2.23 zu

$$\dot{\epsilon} = c_7 \cdot \epsilon_c^{\alpha+m} \cdot \exp\left(-\frac{\Delta Q}{k \cdot T}\right) \quad (2.25)$$

2.2.2.3 MCCORMICK-Modell

Im Gegensatz zu COTTRELL geht MCCORMICK bei Beschreibung diskontinuierlicher Versetzungsbewegung von Wartezeiten t_W der gleitfähigen Versetzungen vor den Hindernissen aus, hier speziell den Fremdatomwolken, welche durch die Laufzeiten t_L zwischen zwei Hindernissen bestimmt wird [47, 60-62]. Dynamische Rekalterung tritt in diesem Modell genau dann auf, wenn die Wartezeit einer Versetzung vor einem Hindernis mindestens der Zeit t_{DSA} entspricht, welche zur Verankerung einer Versetzung durch Fremdatome benötigt wird. Unter der Bedingung, dass die Laufzeit zwischen zwei Hindernissen mit dem Abstand L gegenüber der Verweilzeit einer Versetzung vor einem Hindernis vernachlässigt werden kann, d.h.

$$t_L \ll t_W \quad (2.26)$$

folgt mit Gleichung 2.3

$$t_{\text{DSA}} = t_W = \frac{b \cdot \rho_{\perp}}{M \cdot \dot{\epsilon}} \cdot L \quad (2.27)$$

Zur Beschreibung der Zeit t_{DSA} gibt MCCORMICK die Beziehung

$$t_{\text{DSA}} = \left(\frac{c_{\text{max}}}{c_1 \cdot c_{\text{FA}}} \right)^{\frac{3}{2}} \cdot \frac{k \cdot T \cdot b^2}{\Delta Q_{\perp, \text{FA}} \cdot D} \quad (2.28)$$

an, wobei die Größen der maximal gelösten Fremdatomkonzentration c_{max} und die Fremdatomkonzentration am Versetzungskern c_{FA} berücksichtigt werden. Aus den beiden Gleichungen 2.27 und 2.28 ergibt sich nach zusammenfassen aller konstanter Größen in der Konstanten c_2 für die Betrachtungen nach MCCORMICK

$$\dot{\epsilon} = \frac{c_2}{k \cdot T} \cdot \epsilon_c^r \cdot \exp\left(-\frac{\Delta Q}{k \cdot T}\right) \quad (2.29)$$

als kritische Bedingungsgleichung für das Auftreten dynamischer Rekalterung. In Anlehnung an die Überlegungen von COTTRELL gilt für die Betrachtung dynamischer Rekalterung hervorgerufen durch interstitielle Fremdatome $r = \alpha$, und durch substitutionelle Fremdatome $r = \alpha + m$. Allgemein ist für den Zusammenhang zwischen Dehnrates und Temperatur aus beiden theoretischen Modellen eine ARRHENIUS-Abhängigkeit von der Temperatur bestimmt worden, welche als Grundlage von Versetzungsmodellen zur Beschreibung des Verfestigungsverhaltens durch dynamische Rekalterung dient [63, 64]. Diese lässt sich unter Berücksichtigung der Konzentration an Fremdatomen c_{FA} zu folgender Proportionalität in Gleichung 2.30 vereinfachen (n, m : Konstanten) [45, 65].

$$\dot{\epsilon} \propto c_{\text{FA}}^n \cdot \epsilon_c^m \cdot \exp\left(-\frac{\Delta Q}{k \cdot T}\right) \quad (2.30)$$

2.2.3 Abschätzende Berechnungen

Dynamische Reckalterung tritt bei konstanter Fremdatomkonzentration im Gitter unter kritischen Parameterkombinationen aus Temperatur und Dehnrate auf. Alternierende Wechselwirkung zwischen Fremdatomen und Versetzungen wird beobachtet, wenn die Driftgeschwindigkeit der Fremdatome ungefähr gleich der Abgleitgeschwindigkeit der die plastische Verformung tragenden Versetzungen ist. Zur Berechnung der Abgleitgeschwindigkeit wurden für den BURGERS-Vektor die dichtest gepackten Ebenen (110) und die dichtest gepackten Richtungen [111] im krz-Gitter des α -Eisens berücksichtigt. Daraus ergibt sich für Abschätzung des BURGERS-Vektors aus der Geometrie.

$$b = \sqrt{3} \cdot \frac{a_0}{2} \quad (2.31)$$

Nach Umformen der OROWAN-Gleichung 2.3 gilt zwischen der Abgleitgeschwindigkeit und der makroskopischen Dehnrate die Beziehung.

$$v_{\text{G,V}} = \frac{\dot{\epsilon} \cdot M}{\rho_{\perp} \cdot b} \quad (2.32)$$

Mit einer Gitterkonstanten für das krz-Eisengitter von $a_0 = 2,87 \cdot 10^{-10}$ m, einem für Polykristalle typischen Wert des TAYLOR-Faktors von $M = 3,06$ und einer Versetzungsdichte von $\rho_{\perp,0} = 10^{-12}$ 1/m² für den lösungsgeglühten Kristall ergibt sich zwischen der Dehnrate und der Versetzungsgeschwindigkeit v_{\perp} ein Zusammenhang der Form.

$$v_{\perp} = k \cdot \dot{\epsilon} \quad \text{mit } k = 81,3 \frac{m^2}{m} \quad (2.33)$$

Die Driftgeschwindigkeit interstitiell gelöster Fremdatome am Punkt der von ihnen maximal verübten rücktreibenden Kraft ist mit Gleichung 2.16 zu beschreiben. Diese hängt durch Multiplikation im Zähler direkt und über den Diffusionskoeffizienten exponentiell von der Temperatur ab, wobei bei hoher Temperatur der exponentielle Anteil überwiegt.

Mit typischen Literaturwerten für Aktivierungsenergie, Diffusionskoeffizient von interstitiellem Stickstoff und Bindungsenthalpie ($U_B = 0,80$ eV, [66]) wurde die Driftgeschwindigkeit als Funktion der Temperatur berechnet (vgl. Abb. 2.3). Die Temperatur, bei welcher Abgleitgeschwindigkeit und Driftgeschwindigkeit

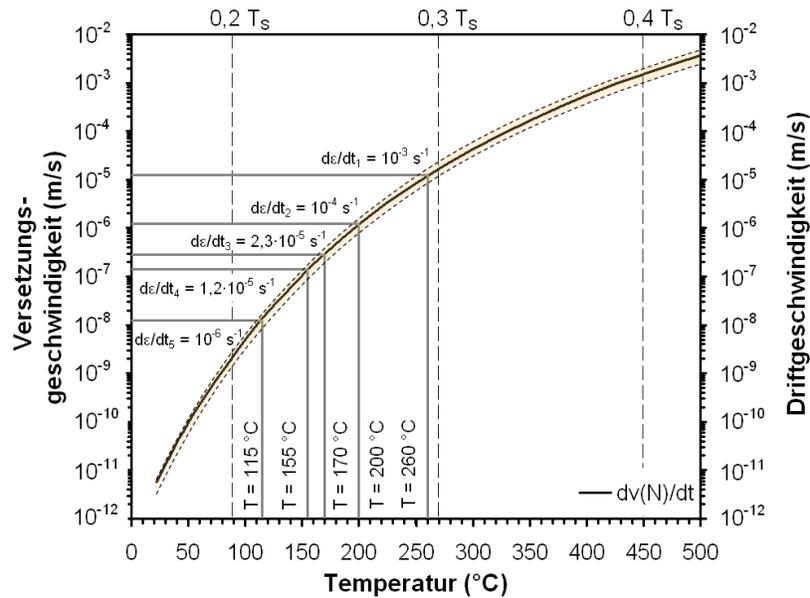


Abb. 2.3: Temperaturabhängigkeit der Driftgeschwindigkeit von interstitiell gelöstem Stickstoff in Eisen und Vergleich mit der Abgleitgeschwindigkeit bei verschiedenen Dehnraten.

gleich groß sind, wird graphisch aus dem Schnittpunkt der Gleichungen 2.33 und 2.16 bestimmt. Im gezeigten Beispiel wird z.B. für eine makroskopische Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2,31 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ die gesuchte Temperatur zu $T = 170 \text{ °C}$ bestimmt. Diese kann jedoch durch Ungenauigkeiten in der Bindungsenergie von $\Delta U_B = \pm 0,1 \text{ eV}$ um ein $\Delta T = \pm 10 \text{ °C}$ variieren.

2.2.4 Eigenschaftsveränderungen betroffener Werkstoffe

Unter kritischen Verformungsbedingungen ($\dot{\epsilon}$, T) folgen interstitiell gelöste Fremdatome gleitfähigen Versetzungen und führen zu unstetigem Fließen durch wiederholtes Losreißen und Verankern der Versetzungen („alternierende Wechselwirkung“). Dies tritt im Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch „serrations“ in Erscheinung und führt zu einem sägezahnähnlichen Verlauf der Spannung im langsamen Zugversuch. Durch dynamische Reckalterung werden besonders für ein kalkulierbares Bruchverhalten⁵ mit großen plastischen Anteilen erforderliche Duktilitätskennwerte herabgesetzt. Wie unter anderem in dieser Arbeit gezeigt wird, liegt bei dynamischer Reckalterung ausgeprägte Grobgleitung bzw. planare Gleitung vor. Diese Veränderungen der plastischen Verformungseigenschaften in reckalterungsempfindlichen Werkstoffen sind auf eine lokal erschwerte oder sogar behinderte Versetzungsbewegung im kritischen Parameterfeld von Temper-

⁵ „Leck-vor-Bruch-Verhalten“

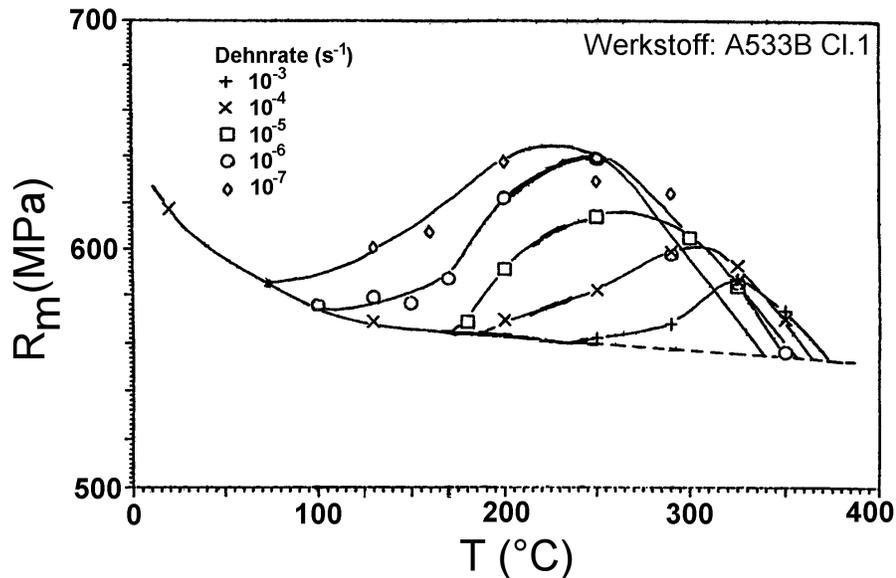


Abb. 2.4: Veränderung der Zugfestigkeit durch den Einfluss der dynamischen Reckalterung in Abhängigkeit von der Temperatur und Dehnrate, nach [10].

atur, Dehnrate und mittlerer Fremdatomkonzentration zurückzuführen [67]. Daher werden für die Duktilitätskennwerte (A und Z) bei dynamischer Reckalterung Minima gemessen, welche durch behinderte bzw. lokal gänzlich unterdrückte plastische Verformung hervorgerufen werden.

Mit Reduzierung der Duktilität wird bei dynamischer Reckalterung eine Zunahme der Festigkeitskennwerte festgestellt [68]. In Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrate liegen in Werkstoffchargen, welche im langsamen Zugversuch dynamische Reckalterungseffekte in der Spannungs-Dehnungs-Kurve zeigen, lokale Maxima in den Festigkeitskennwerten (Zugfestigkeit R_m und Dehngrenze $R_{p0.2}$) vor [10, 43, 69, 70]. Diese Entwicklung der Zugfestigkeit mit der Temperatur ist in Abb. 2.4 für einen gegen dynamische Reckalterung anfälligen niedriglegierten Stahl gezeigt. Mit abnehmender Dehnrate werden die Maxima zu niedrigeren Temperaturen verschoben und bei mittlerer Temperatur und geringer Dehnrate die stärksten Festigkeitssteigerungen ausgebildet. Unter geeigneten Verformungsbedingungen sind die Veränderungen der Werkstoffkennwerte durch ein dynamisches Gleichgewicht zwischen der Beweglichkeit interstitiell gelöster Fremdatome und den gleitfähigen Versetzungen zu begründen.

Bei der Bestimmung des Einflusses dynamischer Reckalterung auf die Werkstoffeigenschaften sind jedoch eventuell weitere Parameter wie z.B. die Warm-aushärtung von kupferhaltigen niedriglegierten Stählen (15 NiCuMoNb 5 oder 15 NiCuMoNb 5 S 1) zu berücksichtigen. Diese können auch zu einer Festig-

keitssteigerung mit steigender Temperatur bei geringer Dehnrates $\dot{\epsilon} < 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ in lang andauernden langsamen Zugversuchen oder eine beschleunigte Aushärtung durch zyklische Belastung in Ermüdungsversuchen (z.B. LCF-Versuchen) durch Kurzschlusdiffusion führen [71].

2.3 Linearelastische Bruchmechanik

Zur Beschreibung des Bruchverhaltens von Werkstoffen hat sich bei der Betrachtung von realen Bauteilen, für welche grundsätzlich Fehler (Einschlüsse, Lunkern, etc.) postuliert werden und als Rissstarter wirken können, die Bruchmechanik und insbesondere der Spannungsintensitätsfaktor als aussagekräftige Größe erwiesen. Es wird zwischen zwei Ansätzen bei bruchmechanischen Betrachtungen unterschieden. Bei überwiegend elastischer Belastung des Bauteils bzw. des Werkstoffs wird mit der linearelastischen Bruchmechanik (LEBM) das Bruchverhalten und der Widerstand gegen Bauteilversagen durch Bruch beschrieben. Dieser Ansatz geht auf die Überlegungen von IRWIN zurück, welcher die Sprödbbruchgefahr einer unendlich ausgedehnten Platte mit einem Anriss der Ausdehnung $2 \cdot a$ (vgl. Abb. 2.5) mit dem Produkt aus der Wurzel der Fehlergröße a und der nominalen Spannung σ beschrieben hat [72-81]. Dieses Produkt erweist sich als eine Werkstoffkenngröße, wenn die sich ausbildende plastische Zone an der Risspitze hinreichend klein gegenüber den Dimensionen des Prüfkörpers ist. Die plastische Zone eines IRWIN-Anrisses läßt sich abschätzen mit [72]

$$r = \frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \left(\frac{K_I}{\sigma_{YS}} \right)^2 \quad (2.34)$$

wobei σ_{YS} die Fließspannung ist. Der Spannungsintensitätsfaktor ist definiert mit

$$K_I = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \quad (2.35)$$

Der Index I bezieht sich auf den Modus der Rissöffnung und bezeichnet den Fall, in dem die äußere Spannung σ als Normalspannung senkrecht zur Ebene der Rissöffnung wirkt. Die unterschiedlichen Rissöffnungsarten sind in Abb. 2.5 zusammengestellt. Es wird noch die Belastung durch Scherung mittels einer Schubspannung parallel zur Rissausbreitungsrichtung (Modus II) und senkrecht zur Rissfront (Modus III) unterschieden.

Durch den Einfluss endlicher Dimensionen von verwendeten Bruchmechanikproben auf das Prüfergebnis sind Korrekturen notwendig, welche durch eine definierte Geometriefunktion $Y \left(\frac{a}{W} \right)$ für die gängigen normierten Probengeometrien berücksichtigt werden. Dabei ist a die Risslänge und W die Weite zwischen Kraftangriffspunkt und Probenende. Dies ist erforderlich, da an den freien Oberflächen

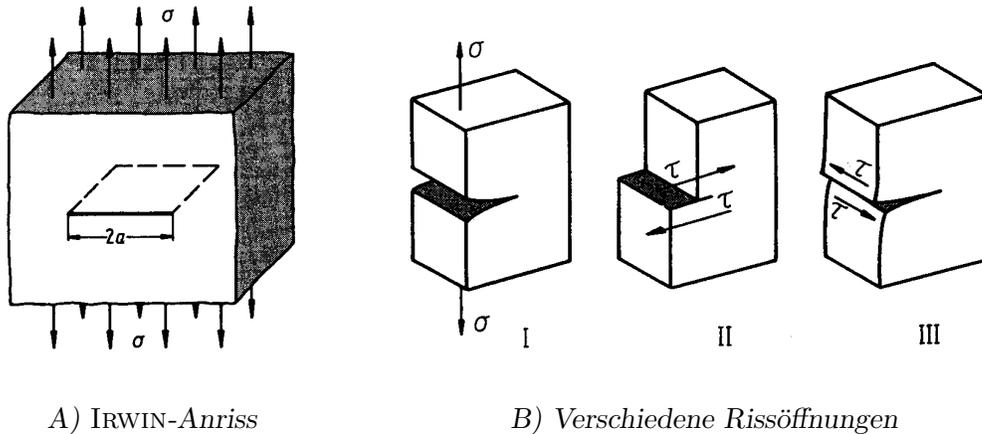


Abb. 2.5: Darstellung der grundlegenden Überlegungen zur linearelastischen Bruchmechanik: A) IRWIN-Anriss in einer unendlich ausgedehnten Platte mit einer Breite von $2a$, B) Darstellung der verschiedenen Rissöffnungs-Moden, nach [82].

der Proben mit endlichen Dimensionen ein ebener Spannungszustand und in der Mitte der Rissfront ein ebener Dehnungszustand vorliegt, welche die Form der plastischen Zone an der Risspitze mit beeinflussen. Somit verändert sich Gleichung 2.35 zu

$$K_I = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y \left(\frac{a}{W} \right) \tag{2.36}$$

Der kritische Spannungsintensitätsfaktor K_{IC} , bei dem die Probe nach instabilem Risswachstum bricht, wird als Bruchzähigkeit oder Risszähigkeit bezeichnet. Wird ein Bauteil nicht in inerter Umgebung belastet, sondern unter Betriebsbedingungen, so ist zusätzlich zur mechanischen Belastung der Einfluss der Umgebung durch z.B. den Rissfortschritt beschleunigende korrosive Beanspruchung der Proben mit zu berücksichtigen. Dies äußert sich in einem Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors K_{ISCC} . Ab diesem Wert ist bei Belastung mit Spannungsintensitätsfaktoren zwischen K_{ISCC} und K_{IC} mit mediumgestütztem Risswachstum zu rechnen. Die Abhängigkeit des zeitlich basierten Rissfortschritts da/dt vom Spannungsintensitätsfaktor ist in Abb. 2.6 schematisch dargestellt und im folgenden Kapitel näher diskutiert.

Die Anwendung der LEBM hat den Vorteil einer recht einfachen mathematischen Behandlung des Werkstoffverhaltens, geht aber von dem in der Praxis in der Regel unrealistischen Fall der rein elastischen Verformung eines spröden Werkstoffs vor dem Versagen durch Bruch aus. Um die plastische Verformung an der Risspitze mit in die Berechnungen einzubeziehen wird der Ansatz des idealen elastisch-plastischen Verformungsverhaltens gemacht (EPBM). Hierbei wird die plastische Verformung an der Risspitze z.B. durch eine Vergleichsspannungshypothese berücksichtigt und führt schließlich zur Behandlung des Bruchverhaltens

durch das J -Integral, für dessen weitere Beschreibung auf einschlägige Literatur verwiesen wird [72-81]. Trotzdem ist die Berechnung von Spannungsintensitätsfaktoren mit entsprechenden Formeln der LEBM gültig, sofern die Belastungen gering sind und von näherungsweise rein elastischer Belastung ausgegangen werden darf [83].

2.4 Mediumgestützte Risskorrosion

Unter dem Mechanismus der mediumgestützten Risskorrosion sind alle Prozesse der Rissinitiierung und des Risswachstums zusammengefasst, welche durch Wechselwirkung von Werkstoff, Umgebung und mechanischer Beanspruchung bestimmt werden (vgl. Abb. 1.1). Je nach kritischen Werten von charakteristischen Parametern für Werkstoff, Medium und mechanische Beanspruchung wird entweder Stabilität oder Anfälligkeit gegen Risswachstum beobachtet [84]. Gegenüber inertem Umgebungsbedingungen wird unter Mediumkontakt in der Regel ein beschleunigender Einfluss auf die im Bereich der Rissspitze ablaufenden Schädigungsprozesse festgestellt. Dies führt unter Umständen zu geringeren ertragbaren Belastungen (Spannungsintensitäten) oder Standzeiten von Konstruktionen unter Mediumseinfluss im Vergleich zu inerter Versuchsumgebung. Die unterschiedlichen Risskorrosionsarten werden in der Literatur normalerweise nach der Form der mechanischen Belastung in dehnungsinduzierte Risskorrosion, Spannungsrisskorrosion und Schwingungsrisskorrosion unterteilt [85, 86].

2.4.1 Spannungsrisskorrosion (SpRK)

Eine Schädigung durch Spannungsrisskorrosion (SpRK) tritt in der Regel dann auf, wenn drei wesentliche Bedingungen als Voraussetzung gleichzeitig erfüllt sind. Im Bauteil müssen kritische Belastungen auf Zug entweder durch im Bauteil vorliegende Eigenspannungen oder durch Überlagerung mit äußeren Spannungen auftreten. Ferner muss ein Anriss entstehen oder vorhanden sein und das die Korrosion fördernde spezifische Medium muss in unmittelbarem Kontakt mit dem sensiblen Werkstoff stehen. Für die Entstehung von Anrissen wird vermutet, dass in der Regel die Erzeugung von Gleitstufen genügt, an deren abgeglittener Oberflächen es bevorzugt zum korrosiven Angriff durch das Medium kommt. Ebenso ist an diesen Stellen von einer durchbrochenen schützenden (z.B. oxidischen) Deckschicht aufgrund der Abgleitung auszugehen bzw. müsste diese erst neu gebildet werden, um eine Repassivierung zu ermöglichen [88].

Der unmittelbar vor der Rissspitze liegende Bereich plastifiziert aufgrund der lokal erhöhten Spannungskonzentration vor der Rissspitze und führt im Zusammenwirken mit dem korrosiven Medium zu einem beschleunigten Rissfortschritt. Die in der plastischen Zone angehobene Versetzungsdichte, welche durch Versetzungsmultiplikation auf aktiven Gleitsystemen zunimmt, beschleunigt schließlich

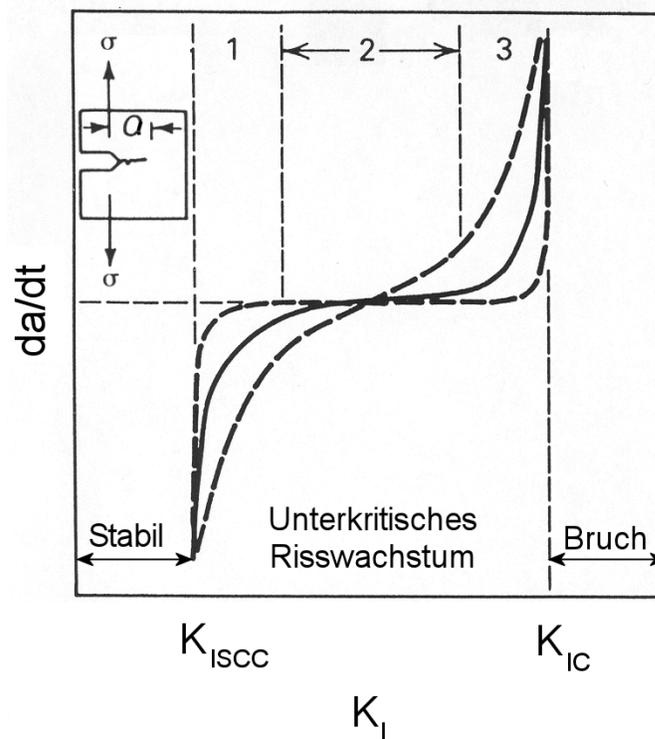


Abb. 2.6: Einfluss von Umgebung und mechanischer Belastung (Spannungsintensitätsfaktor) auf die zeitlich basierte Risswachstumsrate [1, 86].

einen anodischen Angriff in diesem Bereich. Die anodische Auflösung des Metalls konzentriert sich durch Repassivierung der neu gebildeten Rissflanken auf die unmittelbare Risspitze. Außerdem wird die anodische Auflösung häufig durch eine zusätzliche Wasserstoffversprödung unterstützt. Dieser entsteht entweder an der Risspitze während der anodischen Teilreaktion oder im kathodisch polarisierten Zustand des Werkstoffs im Bereich der Wasserstoffabscheidung an der gesamten Probenoberfläche. Durch sukzessive Verringerung des tragenden Probenquerschnittes unter konstanter Belastung ($F = \text{konst.}$) kommt es durch Rissfortschritt stets zu einem erhöhten Spannungsintensitätsfaktor und somit zu einer beschleunigten Materialtrennung durch Spannungsrissskorrosion bis hin zum Versagen der Probe durch Trennbruch. Unterschieden wird das Schadensbild der Spannungsrissskorrosion nach dem Rissverlauf im Gefüge. Folgt der Riss den Korngrenzen, so spricht man von interkristalliner Spannungsrissskorrosion, bei einem Rissverlauf durch das Korninnere von transkristalliner Spannungsrissskorrosion.

Die zeitbasierte Risswachstumsrate da/dt wird i.d.R. gegenüber dem Spannungsintensitätsfaktor aufgetragen (vgl. Abb. 2.6). Bei einer Belastung unterhalb

K_{ISCC} tritt kein Risswachstum auf⁶. Wird dieser untere Schwellenwert überschritten, so folgt die Risswachstumsrate dem schematisch wiedergegebenen Verlauf und steigt i.d.R. bei mittleren Spannungsintensitätsfaktoren an. Die Steigung in diesem Bereich 2 richtet sich nach der Kombination aus Medium und Werkstoff (Korrosionssystem) und kann je nach mechanischer Belastung verschiedene Risswachstumsraten annehmen. Nähert sich die Belastung K_{IC} , so überwiegt die mechanische Belastung und das Bauteil wird durch instabile Rissausbreitung versagen.

2.4.2 Schwingungsrissskorrosion (SwRK)

Ebenso wie bei der Spannungsrissskorrosion bedarf es eines korrosiven Mediums, welches aber kein spezifisches Medium ist, sondern viel mehr reicht schon die Anwesenheit von Feuchtigkeit oder Gasen (z.B.: Wasserstoff oder Sauerstoff), um die Lebensdauer unter schwingender Beanspruchung gegenüber Belastungen in inerter Umgebung deutlich herabzusetzen. Schwingungsrissskorrosion bzw. Korrosionsermüdung (engl.: *corrosion fatigue* - CF) ist somit bei allen metallischen Werkstoffen prinzipiell möglich, während bei der Spannungsrissskorrosion i.d.R. eine gewisse Anfälligkeit des Werkstoffs (sensibler Werkstoffzustand) gegen das spezifische Medium vorhanden sein muss.

Für die Schaffung eines Anrisses bei Schwingungsrissskorrosion (SwRK) sind oft durch Verformung aktivierter Gleitbänder gebildete Intrusionen und Extrusionen an der Werkstoffoberfläche verantwortlich [89]. Hierdurch werden eventuell schützende Deckschichten zerstört und durch erhöhte Versetzungsdichten im Bereich der Gleitbänder kommt es zu einem bevorzugten anodischen Angriff. Durch korrosiven Angriff über Gleitbänder ist Schwingungsrissskorrosion in den meisten Fällen durch transkristallines Risswachstum gekennzeichnet.

Ähnlich der zeitbasierten Risswachstumsgeschwindigkeit ist für zyklisch basierte Risswachstumsraten ein Zusammenhang zwischen Rissfortschritt und Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors zu beobachten. Im Bereich mittlerer Schwingbreiten liegt ein linearer Zusammenhang vor. Dieser Bereich wird mit dem PARIS-Gesetz beschrieben [49, 86]. Die Größen α und n sind werkstoffspezifische Konstanten, welche für das jeweilige umgebende Medium charakteristisch sind und experimentell bestimmt werden müssen.

$$\frac{da}{dN} = \alpha \cdot (\Delta K_I)^n \quad (2.37)$$

⁶Die Existenz eines unteren Schwellenwertes für Spannungsrissskorrosion K_{ISCC} niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem HTW wird jedoch angezweifelt, da für austenitische Werkstoffe mit abnehmendem Spannungsintensitätsfaktor auch bei z.B. $K_I = 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ stetiges Risswachstum in HTW gemessen wurde [87].

2.4.3 Dehnungsinduzierte Risskorrosion (DRK)

Unter dehnungsinduzierter Risskorrosion (DRK) versteht man verschiedene Formen der Risskorrosion, welche alle auf plastischer Dehnung im Werkstoff beruhen. Dazu zählt z.B. auch die Schwingungsrisskorrosion bei großen plastischen Dehnungen und niedriger Frequenz, wobei eine Abhängigkeit der Dehnungsschwingbreite von der zu erzielenden Bruchlastspielzahl, ähnlich der Beziehung von COFFIN und MANSON für reine Ermüdung, beobachtet wird. Aufgrund geringer Lebensdauer, begründet durch nach kurzer Zeit hohe kumulierte plastische Dehnung im Werkstoff, wird dieser Bereich auch mit vLCF-Bedingungen (engl.: very low cycle fatigue - vLCF) bezeichnet. Auch spannungsinduzierte Korrosion fällt unter den Begriff DRK, sofern die mechanische Schädigung nicht auf den Betrag der Spannung sondern viel mehr auf die erzielte Dehnung zurückgeführt wird. Dabei drängt sich jedoch die berechnete Frage auf, warum nicht gleich von dehnungsinduzierter Risskorrosion gesprochen wird, da offensichtlich die Dehnung am Ort der Rissinitiierung bzw. des Risswachstums für die mediumgestützte Risskorrosion notwendig sind. Hauptsächlich tritt dehnungsinduzierte Risskorrosion jedoch unter geringer Dehnrate auf, welche durch den langsamen Zugversuch im Medium simuliert wird (SSRT-Versuch, engl.: Slow Strain Rate Tensile - SSRT). Dehnungsinduzierte Risskorrosion („nichtklassische Spannungsrisskorrosion“) kann auch wenn für das entsprechende Korrosionssystem Beständigkeit gegen „klassische“ Spannungsrisskorrosion (kritischer Werkstoffzustand, spezifisches Medium und Zugspannungen) vorliegt auftreten.

Aus dem Versuch das korrosionsgestützte Risswachstum hinsichtlich der zugrunde liegenden Mechanismen „Spannungsrisskorrosion“, „dehnungsinduzierte Risskorrosion“ und „Schwingungsrisskorrosion“ gegeneinander abzugrenzen wird deutlich, dass die Grenzen fließend sind. Ferner gibt es in der veröffentlichten Literatur keine einheitliche Sprachregelung, welche das auftretende Risswachstum hinsichtlich der Mechanismen gegeneinander abgrenzt, sofern dies aus heutiger Sicht überhaupt möglich ist. So wird z.B. in der gültigen europäischen Norm DIN EN ISO 8044 [90, 91] die Spannungsrisskorrosion als Folge der Spannungskorrosion („Vorgang, bei dem Korrosion und Dehnung des Metalls als Folge innerer oder aufgebrachter Zugspannungen beteiligt sind“) definiert. Die seit längerer Zeit geführte Diskussion über eine genauere Abgrenzung der Spannungsrisskorrosion zur dehnungsinduzierten Risskorrosion oder Schwingungsrisskorrosion bzw. Korrosionsermüdung wurde noch nicht berücksichtigt [92, 93].

Aus praktischer Sicht ist eine Abgrenzung gemäß der von außen wirkenden mechanischen Beanspruchung sinnvoll, womit der Mechanismus direkt mit vorliegenden Belastungen in Zusammenhang gebracht wird. Im Hinblick auf die Beurteilung eventueller Rissbildungen und die Erklärung von Schadensfällen ist entscheidend unter welchen Belastungen (zyklisch oder konstant) und an welchem Ort Rissinitiierung und Risswachstum unter welchem Mechanismus auftraten. In Tab. 2.1 sind verschiedene Mechanismen mediumgestützter Risskorrosion in

Abhängigkeit der mechanischen Belastung, der Relevanz für LWR-Anlagen und entsprechender Regelwerke zusammengestellt.

Aus wissenschaftlicher Sicht könnte man die Einteilung der Mechanismen auch gemäß der am Ort von Rissinitiierung und Risswachstum ablaufenden Vorgänge favorisieren. Mit Spannungsrisskorrosion wäre dann der Mechanismus zu bezeichnen, bei dem Rissbildung im Wesentlichen ohne lokale Verformung auftritt. Risswachstum, aufgrund lokaler plastischer Dehnungen, z.B. Aufreißen schützender Deckschichten, wäre danach stets als dehnungsinduzierte Risskorrosion zu bezeichnen. Auf Grundlage dieser Definition wäre das Risswachstum von niedriglegierten Stählen für Rohrleitungen und Druckbehälter in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser unabhängig von der Art der äußeren mechanischen Beanspruchung stets als dehnungsinduzierte Risskorrosion zu bezeichnen. Da die Anwendung und gegenseitige Abgrenzung der Begriffe Spannungsrisskorrosion, dehnungsinduzierte Risskorrosion und Korrosionsermüdung, wie oben verdeutlicht wurde, in der internationalen Fachwelt nicht ganz einheitlich erfolgt, sollten die betrachteten äußeren Bedingungen stets eindeutig erläutert werden.

Tab. 2.1: Zusammenstellung der Schädigungsmechanismen unter dem Begriff der mediumgestützten Korrosion (EAC), nach [16, 17, 94, 95].

Schädigungsmechanismus	Dehnungsinduzierte Risskorrosion	Spannungsrisskorrosion	Korrosionsermüdung
Mechanische Belastung	Kontinuierliche positive Dehnrates plastisch / vLCF	Konstante Last CL	Zyklische Last CF, LCF
Relevante LWR Betriebsbedingungen	Anfahr- und Abfahrvorgänge, T -Schichtung	Stationärer Leistungsbetrieb	Thermische Ermüdung, T -Schichtung
Relevante Regelwerke oder Dispositionen	-	„BWR-VIP 60“ [4] Einhüllende Risswachstumskurve	ASME B&PVC Section III und XI

2.4.4 Diskussion der Einflussgrößen

2.4.4.1 Einfluss des Werkstoffs

Die Werkstoffeigenschaften bestimmen entscheidend die Anfälligkeit gegen mediumgestütztes Risswachstum, wobei speziell für un- und niedriglegierte Stähle keine grundlegende Sensibilisierung für mediumgestütztes Risswachstum in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser festgestellt wird. Lediglich für primär den Schwefelgehalt und sekundär die Mangansulfideinschlüsse sowie deren Anzahl, Größe, Dichte, Orientierung und Verteilung (Morphologie) wird ein Einfluss auf mediumgestütztes Risswachstum niedriglegierter Stähle gemessen [7, 96-99]. Die MnS-Einschlüsse werden dann wirksam, wenn sie in groben Clustern in der Rissebene vorliegen. Durch eine bevorzugte Auflösung der Mangansulfide in Hochtemperaturwasser zu schwefelhaltigen Anionen (Sulfid, Sulphat oder anderen schwefelhaltigen Ionen) wird der Elektrolyt an der Risspitze in der Weise beeinflusst, dass sich lokal ein spezifisches, die Rissbildung förderndes Medium bildet [7, 96, 97, 100-105]. Unter makroskopisch niedriger mechanischer Belastung mit

$$K_I \leq 55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \quad (2.38)$$

ist der Einfluss des Schwefelgehaltes im Werkstoff auf die Rissinitiierung bzw. das Risswachstum gering. Erst bei großen Spannungsintensitätsfaktoren, welche meist oberhalb des Limits (B Breite der CT-Probe, σ_{YS} Fließspannung) nach ASTM E 399 [83]

$$B \geq 2,5 \cdot \left(\frac{K_I}{\sigma_{YS}} \right)^2 \quad (2.39)$$

des jeweiligen Werkstoffs liegen oder bei dynamischen Versuchen (zyklische Last), ist ein Einfluss des Schwefelgehaltes zu beobachten [3, 106-109].

Eine andere Untersuchung an einem Werkstoff mit bereits hohem Schwefelgehalt zeigt, dass bei sehr hoher mechanischer Beanspruchung kein signifikanter Effekt durch zusätzliche Sulphat-Dosierung auftritt [15]. Diese Beobachtung ist mit einer großen, durch hohe mechanische Beanspruchung erzeugte Risswachstumsgeschwindigkeit zu erklären, welche bereits eine so hohe Konzentration an schwefelhaltigen Ionen im Riss bewirkt, dass die Dosierung keinen zusätzlich beschleunigenden Effekt hat. In der Umgebung von Schweißnähten ist die Verteilung der MnS-Partikel für Grundwerkstoff (GW) und Wärmeeinflusszone (WEZ) vergleichbar. Deshalb ist unter diesem Aspekt keine unterschiedliche Empfindlichkeit für mediumgestützte Risskorrosion dieser beiden Bereiche zu erwarten. Im Schweißgut (SG) selbst sind die Mangansulfide im Vergleich zu Blechen oder

Schmiedestücken eher fein und gleichmäßig verteilt, weshalb für Schweißgüter diesbezüglich eher eine geringere Empfindlichkeit zu erwarten ist [110].

Hinsichtlich des Werkstoffeinflusses auf die mediumgestützte Risskorrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser sind daher bisher der Schwefelgehalt, die Morphologie der Mangansulfide und eventuell die Festigkeit als ausschlaggebende Einflussgrößen zu nennen.

2.4.4.2 Mediumseinfluss

Mediumgestützte Risskorrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser wird von verschiedenen Mediumsparametern beeinflusst. Zu den wichtigsten zählen: Temperatur, Sauerstoffgehalt und Strömungsgeschwindigkeit, welche alle einen Einfluss auf das Korrosionspotential haben [111, 112].

Der wesentliche mediumseitige Parameter des betrachteten Korrosionssystems ist das freie Korrosionspotential (engl.: electrochemical corrosion potential - ECP) [96, 101, 113]. Das Korrosionspotential hängt wiederum von weiteren Einflussgrößen ab. Dazu gehört insbesondere der Gehalt an gelöstem Sauerstoff, Wasserstoff sowie Wasserstoffperoxid. Daneben spielen ionale Verunreinigungen eine wesentliche Rolle: entweder allein durch Erhöhung der Leitfähigkeit an sich oder wegen der spezifisch schädigenden Wirkung bestimmter Anionen, z.B. Sulphat. Ferner stellen die lokalen Strömungsbedingungen einen wichtigen Faktor dar,

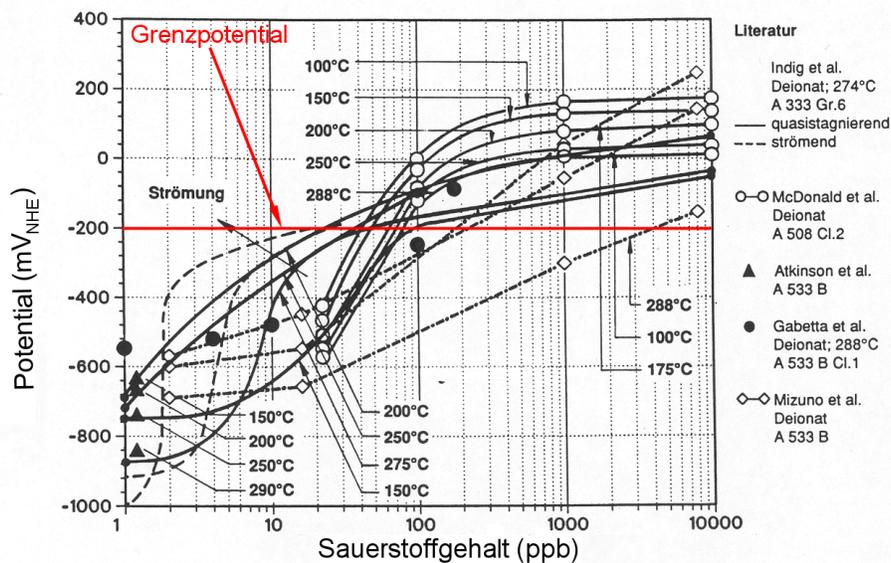


Abb. 2.7: Zusammenhang zwischen Korrosionspotential niedriglegierter Stähle und Sauerstoffgehalt sowie Temperatur und Strömungsgeschwindigkeit in Hochtemperaturwasser, nach [3].

welche die lokale Chemie des Mediums mitbestimmen. Schließlich ist auch die Temperatur als Einflussfaktor auf das Korrosionspotential zu nennen [101, 114]. Die Abhängigkeit des Korrosionspotentials vom Sauerstoffgehalt, Temperatur und Strömungsgeschwindigkeit wurde von LÄPPLE aus Ergebnissen verschiedener Veröffentlichungen systematisch zusammengefasst [3, 100, 115-119] und ist in Abb. 2.7 dargestellt. Mit zunehmendem Sauerstoffgehalt kommt es im Bereich zwischen $DO = 10 \dots 100$ ppb gelöstem Sauerstoff zu einem deutlichen Anstieg des Korrosionspotentials, welches auch mit weiter zunehmendem Sauerstoffgehalt ($DO \geq 1000$ ppb) auf diesem Niveau verbleibt. Mit zunehmender Temperatur bei gleich bleibendem Sauerstoffgehalt nimmt das Korrosionspotential ab. Im hier betrachteten Korrosionssystem wurde auf Grundlage von SSRT-Versuchen die Existenz eines Grenzpotentials mit $E_{\text{grenz}} = -200 \text{ mV}_{\text{NHE}}$ angegeben (vgl. Abb. 2.7, [110, 115, 120]). Es hängt jedoch von der gegenseitigen Wechselwirkung verschiedener Systemparameter ab und wird erheblich von den jeweiligen Umgebungsbedingungen des betrachteten Korrosionssystems beeinflusst.

Untersuchungen von LENZ zum Temperatureinfluss auf dehnungsinduzierte Risskorrosion niedriglegierter Stähle zeigten eine maximale Anfälligkeit bei mittleren Temperaturen von $T = 200$ bis $250 \text{ }^\circ\text{C}$. Schon ab einem Sauerstoffgehalt von $DO \approx 50$ ppb gelöstem Sauerstoff wird ein Einfluss auf das Versagen durch mediumgestützte Risskorrosion nachgewiesen [111, 112]. Bei RIPPSTEIN wurde sogar ab einem Sauerstoffgehalt von $DO \approx 10$ ppb bereits mediumgestütztes Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser gemessen [121].

2.4.4.3 Mechanische Belastung

Bei Betrachtung der mechanischen Belastung und deren Einfluss auf mediumgestützte Rissbildungen von niedriglegierten Stählen ist die Belastungsgeschwindigkeit bzw. die Belastung selbst, gekennzeichnet durch positive Spannungen an äußeren glatten Oberflächen oder durch den Spannungsintensitätsfaktor an inneren Oberflächen (Poren, Lunker) oder Kerben, zu berücksichtigen. Dabei sind gemäß Tab. 2.1 drei wesentliche Schädigungsmechanismen zu differenzieren, wohingegen nicht immer zwischen den Begriffen der Spannungsrissskorrosion und der dehnungsinduzierten Risskorrosion unterschieden wird. Bei der Art der Belastung ist streng zwischen einer konstanten Last, einer stetig ansteigenden Last oder einer zyklischen Last zu unterscheiden. Bezogen auf die Dehnrates wird ein Maximum des Einflusses auf die Anfälligkeit gegen mediumgestützte Risskorrosion in einem Bereich von einigen $\dot{\epsilon} = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ beobachtet [111, 112].

2.4.5 Rissfortschrittsmodelle

Zur Beschreibung von Mechanismen der Rissinitiierung und des Risswachstums wurden in der Vergangenheit verschiedene Modellvorstellungen entwickelt. Aufgrund der Vielzahl an Korrosionssystemen ist es jedoch nicht verwunderlich, dass in Abhängigkeit vom betrachteten Korrosionssystem auch die für das Risswachstum zugrundegelegten Modellvorstellungen variieren. Der Versuch die verschiedenen Modelle schichtbildender Korrosionssysteme zu vergleichen führt auf zwei maßgebliche Mechanismen, die „Dissolution“- bzw. die „Mechanical-Fracture“-Modelle.

2.4.5.1 Dissolution-Modell

In dem auch unter „Slip-Dissolution-Modell“ bekannten Modell entsteht und wächst ein Riss aufgrund der korrosiven Auflösung (= Dissolution) des Werkstoffs im Bereich der Rissspitze [122, 123]. Es wird davon ausgegangen, dass der (An-)Riss durch mechanische Belastung geöffnet und im Bereich der Oberfläche bzw. der Rissspitze eine schützende Passivschicht durch Risse bzw. Abplatzen verletzt wird. Hierbei ist die Dehnrates und der Betrag lokaler plastischer Verformung im Bereich des (An-)Risses maßgeblich und führt zu direktem Kontakt zwischen Medium und Werkstoff. Im Bereich frisch gebildeter Werkstoffoberflächen löst sich das Metall unter anodischer Oxidation aktiv auf und führt somit zur Rissinitiierung bzw. einem merklichen Rissfortschritt.

Für das Risswachstum ist es entscheidend, in welchem Verhältnis die Kinetik der Prozesse der Schichtverletzung und der Ausheilung, welche zu einer Repassivierung führen, stehen. Verschiedene Autoren gehen davon aus, dass eine einmalige Verletzung der Deckschicht zu einer stets blanken Rissspitze und somit fortschreitendem Risswachstum führt, da die Rate der Schichtverletzung die Rate der Repassivierung übertrifft [124, 125].

Im Gegensatz dazu gibt es Ansätze, welche davon ausgehen, dass die Rate der Repassivierung überwiegt und die blanke Rissspitze durch die Korrosion stets repassiviert. Für ein Rissfortschritt ist daher eine erneute, periodische Verletzung der Schicht durch lokale Dehnungsvorgänge erforderlich [126-129]. Ein diskontinuierlicher Rissfortschritt wird auch durch „crack arrest markings“ auf Bruchflächen von schichtbildenden Korrosionssystemen gefunden, auf welche das „Slip-Dissolution“-Modell anwendbar ist und bestärkt somit die zweite periodische Variante des Rissfortschritts.

Das „Dissolution“-Modell hat sich zur Beschreibung von interkristallinem, mediumgestütztem Rissfortschritt in verschiedenen schichtbildenden Korrosionssystemen als brauchbar erwiesen, ist jedoch nicht in der Lage alle beobachteten transkristallinen Bruchvorgänge, z.B. bei vorliegenden Quasi-Sprödbbruchflächen, vollständig zu beschreiben, da ein „sprunghafter“ Rissfortschritt mit einem reinen kontinuierlichen Auflöseprozess nicht beschrieben werden kann [130].

2.4.5.2 Mechanical-Fracture-Modell

Die Beschreibung von Rissvorgängen mit „Mechanical-Fracture“-Modellen basiert auf der Spannungskonzentration am Grund von Korrosionsmulden bzw. -vertiefungen, welche zu einer duktilen Verformung der Matrix und sprödem Bruch oxidischer Deckschichten führen können. Im Hinblick auf schichtbildende Korrosionssysteme ist besonders das „Tarnish-Rupture“-Modell zu diskutieren, welches zur Beschreibung von transkristallinen Bruchvorgängen entwickelt wurde [131]. In diesem Modell reißt ein spröder Oxidfilm auf einem Metall durch die applizierte Spannung ein. An solchen Rissen tritt das Medium mit blanker Werkstoffoberfläche in direkten Kontakt, was die korrosive Metallauflösung mit einer sofortigen Repassivierung der lokalen Schichtverletzung zur Folge hat. Ein Riss wächst in diesem Modell durch ein wiederholtes Einreißen und Ausheilen der oxidischen Deckschicht. Auf den ersten Blick unterscheiden sich die Modelle nicht sonderlich von einander, jedoch treten die Risse im Oxid in der Regel in lokalen Bereichen mit hohen Dehnungsvorgängen, d.h. im Bereich von aktiven Gleitsystemen, auf, was zu einem vorwiegend transkristallinen Rissverlauf führt.

2.4.5.3 Slip-Step-Dissolution-Modell

Zur Beschreibung mediumgestützter Risserscheinungen niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser hat sich das „Slip-Step-Dissolution“-Modell etabliert [132-135]. Dabei werden beide zuvor diskutierten Ansätze einer Schichtauflösung und sprödes Einreißen von Oxidschichten miteinander verbunden. Eine fest anhaftende und den niedriglegierten Stahl passiv schützende Oxidschicht aus Magnetit [136] wird durch plastische Dehnungsvorgänge lokal beschädigt, wodurch das korrosive Medium direkten Kontakt zur blanken Metalloberfläche erhält. Eine aktive Metallauflösung unter Bildung von Korrosionsprodukten ist die Folge, was zu einem erneuten Aufbau der Deckschicht an der verletzten Stelle und daher zu einer Repassivierung führt. Die Fortschrittsgeschwindigkeit eines Risses v_{Riss} basiert auf der Korrosionsrate der verletzten Stelle im Bereich der Rissspitze, der Zeit t_f , nach welcher die Oxidschicht erneut durch Dehnungsvorgänge in der Matrix einreißt, und auf der Ladungsdichte Q_f nach erfolgtem Einreißen der Oxidschicht

$$v_{\text{Riss}} = \frac{M}{n \cdot F_A \cdot \rho} \cdot \frac{Q_f}{\epsilon_f} \cdot \dot{\epsilon}_f \quad (2.40)$$

mit molarer Masse M , Ladungszahl n , Dichte ρ , F_A FARADAYSche Konstante, Bruchdehnung des Oxidfilms ϵ_f und Dehnrate in der Matrix an der Rissspitze $\dot{\epsilon}_f$ (vgl. Abb. 2.8).

Der während einer anodischen Metallauflösung kathodisch gebildete Korrosionswasserstoff kann insbesondere bei Anwesenheit von schwefelhaltigen ionalen

Verunreinigungen an den Rissflanken zunächst adsorbiert und schließlich als atomarer Wasserstoff im Zwischengitter absorbiert werden. Dort lagert er sich z.B. im Bereich von Verzerrungsfeldern um inkohärent eingebettete Mangansulfideinschlüsse im Gefüge an und führt im plastifizierten Rissspitzenbereich zu einer zusätzlichen Versprödung [103]. Unter diesen Bedingungen kann es zu sogenannten „brittle striations“ auf den Bruchflächen kommen, welche auch als „Streifenbildung“ zu bezeichnen sind. Ebenso werden „quasi-cleavage“-Bruchanteile beobachtet, welche auf einen begrenzten Rissfortschritt a^* durch Spaltbruch zurückzuführen sind.

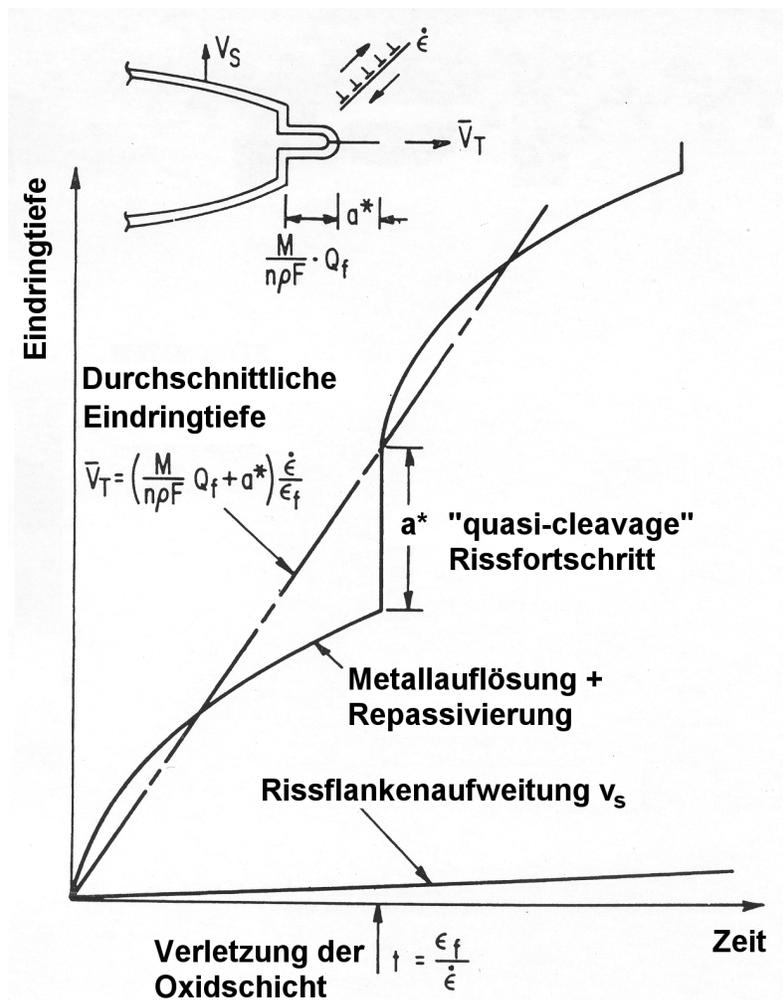


Abb. 2.8: Slip-Step-Dissolution-Modell zur Beschreibung von mediumgestützten Rissvorgängen von niedriglegiertem Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, nach [132].

Sofern keine weiteren transienten mechanischen Belastungen (z.B. zyklische Belastung) mit lokal begrenzten Dehnungsvorgängen vorliegen, kommt ein Risswachstum unter konstanter mechanischer Belastung bis zu mittleren Spannungsintensitätsfaktoren im Korrosionssystem niedriglegierter Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, wie z.B. in [137] gezeigt wurde, zum vollständigen Erliegen. Die experimentellen Ergebnisse sind im Einklang mit dem beschriebenen Modell, da bei geringen Werten des Spannungsintensitätsfaktors und einer konstanten Belastung erforderliche lokale Dehnungsvorgänge im Bereich der Rissspitze nicht zum Einreißen der Deckschicht ausreichen bzw. die Repassivierung die Rate der Schichtverletzung überwiegt. Werden jedoch aufgrund von zyklischer oder höherer konstanter Belastung ständig neue Verletzungen der Oxidschicht durch positive Dehnraten im Bereich der Rissspitze erzeugt, bzw. liegen durch lokale Abgleitungen wiederholt metallisch blanke Oberflächen vor, kann es analog zum „Dissolution“-Modell ohne vollständige Repassivierung zu fortschreitendem Risswachstum bei mittleren Spannungsintensitätsfaktoren kommen [13, 14].

2.4.6 Kenntnisstand zur mediumgestützten Risskorrosion

Die Vielzahl der das Korrosionssystem beeinflussende Parameter, sowie deren gegenseitige Abhängigkeit bzw. Wechselwirkung gestattet bis heute keine geschlossene Beschreibung aller existierenden Abhängigkeiten und Zusammenhänge in diesem Vielparametersystem. Die existierende Datenbasis der Risswachstumsgeschwindigkeit in früheren Diagrammen variiert über mehrere Größenordnungen, da zum Teil die Umgebungsbedingungen und deren gegenseitige potentierenden Einflüsse nicht bekannt waren oder die Risswachstumsraten aus Versuchen mit schlecht bzw. gar nicht dokumentierten Umgebungsbedingungen abgeleitet wurden. Dagegen wurden in verschiedenen neueren Arbeiten zum mediumgestützten Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser Ergebnisse veröffentlicht, welche auf Grundlage modernster Versuchstechnik zur Messung der Risswachstumsgeschwindigkeit (Alternierende Gleichstrompotentialsonde) oder der Konditionierung und Aufrechterhaltung der simulierten Versuchsumgebung (Sauerstoffgehalt, Leitfähigkeit, Strömungsgeschwindigkeit, etc.) beruhen und daher ein detaillierteres Bild der tatsächlichen Zusammenhänge zwischen mediumgestütztem Risswachstum un- und niedriglegierter Stähle beschreiben. Die wesentlichen Aussagen dieser neueren Arbeiten sind im Folgenden als aktueller Kenntnisstand zum Risswachstumsverhalten un- und niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser beschrieben.

Untersuchungen von VAN DER SLUYS und PATHANIA zum Risswachstumsverhalten verschiedener niedriglegierter Stähle zeigen, dass Risswachstum ($da/dt \geq 10^{-11}$ m/s) nur in luftgesättigtem Hochtemperaturwasser ($DO = 8$ ppm) und erst bei Werten des Spannungsintensitätsfaktors oberhalb von $K_I \geq 44 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ auftritt [105]. Das Risswachstum ist dabei nicht stetig, sondern kommt in der Regel nach einiger Zeit wieder zum Stillstand. In einigen Fällen reinitiiert das

Risswachstum wieder ohne ersichtlichen Grund. Bei $DO = 0,2$ ppm und einer Beanspruchung von $K_I = 55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ beim Stahl SA 533 bzw. $K_I = 44 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei SA 508 tritt kein messbares Risswachstum auf. Aus dem Vergleich mit dem Risswachstumsverhalten bei Versuchen unter zyklischer Beanspruchung wird von den Autoren geschlossen, dass ein Beitrag des Mediums zur Risswachstumsrate nur dann erfolgen kann, wenn während des Risswachstums eine bestimmte chemische Zusammensetzung des Risselektrolyten aufrechterhalten wird. Aufgrund des bekannt ungünstigen Einfluss des Schwefelgehaltes im Stahl auf mediumgestützte Rissbildung wird weiter geschlossen, dass dieser Beitrag durch aufgelöste MnS-Einschlüsse erfolgt, welche durch die Entstehung neuer Oberflächen mit wachsendem Riss freigesetzt werden. Zur Aufrechterhaltung des mediumgestützten Risswachstums muss daher ein Gleichgewicht zwischen der Risswachstumsrate, den freigesetzten und aufgelösten MnS-Einschlüssen und der Dehnrage an der Rissspitze vorliegen. Wenn dieses Gleichgewicht gestört wird, kommt der Riss zum Stillstand. Im Falle der Ermüdung reicht allein der rein mechanische Beitrag des Risswachstums zur Aufrechterhaltung der kritischen Bedingung des Mediums im Riss. Im Falle des mediumgestützten Risswachstums unter konstanter Beanspruchung entfällt der durch zyklische Beanspruchung bedingte Anteil an der Risswachstumsrate. Die Aufrechterhaltung kritischer Bedingungen erfolgt in diesem Fall nur durch die Ausbreitung des Risses unter konstanter Last.

Umfangreiche Arbeiten zum Risswachstum niedriglegierter Stähle in Hochtemperaturwasser durch mediumgestütztes Risswachstum wurden von der MPA-Stuttgart [3, 109, 138-142] vorgestellt. Die Versuche wurden an CT50-Bruchmechanikproben aus den niedriglegierten Stählen 20 MnMoNi 5 5 (0,009 Gew.-% S und 0,020 Gew.-% S), 22 NiMoCr 3 7 (0,006 Gew.-% S) und 17 MnMoV 6 4 (0,017 Gew.-% S) in quasi-stagnierendem Hochtemperaturwasser ($T = 240$ °C; $\kappa = 0,35$ bis $0,70 \mu\text{S}/\text{cm}$) mit Sauerstoffgehalten von $DO = 0,4$ ppm und 8 ppm durchgeführt. Eine on-line Messung der Risslänge erfolgte durch die Verfolgung der Rissöffnungsverschiebung (engl.: crack mouth opening displacement - CMOD). Die Risswachstumsgeschwindigkeit wurde stets aus dem Quotienten von fraktografisch ermittelter Risstiefe und Gesamtversuchsdauer berechnet. Die experimentellen Ergebnisse in Abb. 2.9 zeigen in Verbindung mit fraktografischen Bruchflächenauswertungen sowie Beobachtungen an polierten metallografischen Mittelebenenschliffen eine Differenzierung hinsichtlich der mechanischen Belastung in Form des Spannungsintensitätsfaktors.

Bei Werten des Spannungsintensitätsfaktors $K_I \leq 60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ wurde keine Abhängigkeit des Risswachstumsverhaltens vom Spannungsintensitätsfaktor über mehrere Größenordnungen beobachtet und die experimentell ermittelten korrosionsgestützten Risswachstumsraten erweisen sich unabhängig vom eingestellten Sauerstoffgehalt des Mediums sowie vom Schwefelgehalt der verwendeten Stähle. Der beobachtete mediumgestützte Rissfortschritt kommt nach einer gewisse Zeit nach Lastaufbringung offensichtlich zum Stillstand und es ist daher nicht mit einem kontinuierlichen Risswachstum zu rechnen. Dies wird aus den konstanten

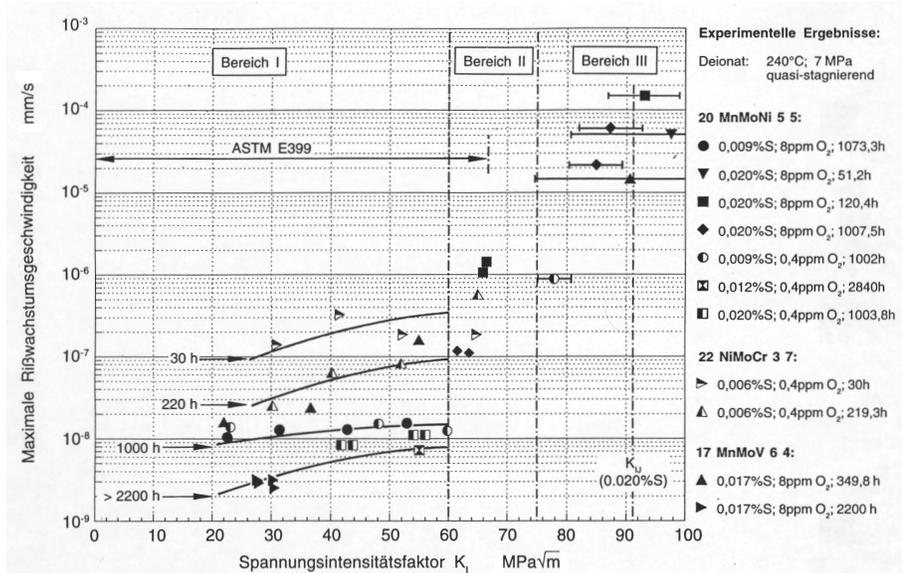


Abb. 2.9: Ergebnisse zum Risswachstumsverhalten niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser [3].

Rissverlängerungen trotz deutlich zunehmender Versuchsdauer und damit abnehmenden mittleren Risswachstumsraten abgeleitet (vgl. Abb. 2.9). Das zu Beginn der Versuche bei der MPA aufgetretene geringfügige Risswachstum wird auf die zu diesem Zeitpunkt vergleichsweise hohen Dehnraten infolge „Kriechfließens“ an der Risspitze zurückgeführt [3, 109]. Mit zunehmender Relaxation werden niedrigere Dehnraten erreicht, welche bei konstanter Last nicht zur Aufrechterhaltung von stabilem Risswachstum beitragen können.

Bei Beträgen der Spannungsintensitätsfaktors zwischen $60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \leq K_I \leq 75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ist eine signifikante Abhängigkeit des Korrosionsverhaltens vom Spannungsintensitätsfaktor zu beobachten. Der Übergang zwischen niedrigen und hohen Risswachstumsraten ist dabei unabhängig vom eingestellten Sauerstoffgehalt des Mediums sowie vom Schwefelgehalt der verwendeten Stähle. Ferner tritt ein kontinuierlicher Rissfortschritt über die gesamte Versuchsdauer auf, wobei allerdings die Messung der Rissöffnungsverschiebung auf eine kontinuierliche Abnahme der Risswachstumsgeschwindigkeit mit der Versuchsdauer hindeutet.

Schließlich tritt bei Spannungsintensitätsfaktoren von $K_I \geq 75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ kontinuierliches mediumgestütztes Risswachstum auf, welches bereits kurze Zeit nach Lastaufbringung zum Bruch der Probe führen kann. Diese Beobachtungen werden durch die Wechselwirkung von Fließ- bzw. Kriechvorgängen und von Repassivierungsvorgängen erklärt. In Ergänzung zu den Risswachstumsversuchen wurden deshalb orientierende Untersuchungen zum Kriechen von C(T)50-Proben an Luft bei $T = 240 \text{ °C}$ durchgeführt. Diese Ergebnisse zeigen, dass bei einem Spannungsintensitätsfaktor von $K_I = 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ über die gesamte Versuchsdauer

von $t = 1200$ h „Niedertemperaturkriechen“ nachweisbar ist. Dabei tritt eine Abnahme der Dehnrates ein, wie sie aus dem Kriechverhalten von Stählen aus der Literatur allgemein bekannt ist [143]. Außerdem wurde beobachtet, dass mit abnehmendem Spannungsintensitätsfaktor die Dehnrates immer kleiner wird und bei deutlich niedrigeren Spannungsintensitätsfaktoren ($K_I \leq 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) Niedertemperaturkriechvorgänge eine gewisse Zeit nach Lastaufbringung abklingen. In Anwesenheit eines korrosiven Mediums führt dieses Kriechverhalten in Verbindung mit der Neubildung der Schutzschicht zum experimentell beobachteten Stillstand des mediumgestützten Rissfortschritts.

Vor dem Hintergrund der Streuung veröffentlichter Risswachstumsraten von niedriglegierten Stählen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser wurden in einem internationalen ROUND-ROBIN-Versuch Risswachstumsversuche unter konstanter Last und genau definierten Systembedingungen durchgeführt, um belastbare Risswachstumsdaten zu erzeugen (vgl. Abb. 2.10, [144]). Bei den im Rahmen des ROUND-ROBIN durchgeführten Versuchen wurde neben der genauen Versuchsüberwachung von mechanischer Belastung und Temperatur auch die eingestellte Versuchsumgebung ($T = 288 \text{ °C}$, $DO_{\text{ein}} = 400 \text{ ppb}$, $\kappa_{\text{ein}} \leq 0,08 \text{ }\mu\text{S/cm}$ und $\kappa_{\text{aus}} \leq 0,2 \text{ }\mu\text{S/cm}$) sowie die Risslänge kontinuierlich messtechnisch erfasst. Die verwendete Technik der alternierenden Gleichstrompotentialsonde ermöglichte hierbei die zeitliche Zuordnung von Risswachstum zu den verschiedenen Pha-

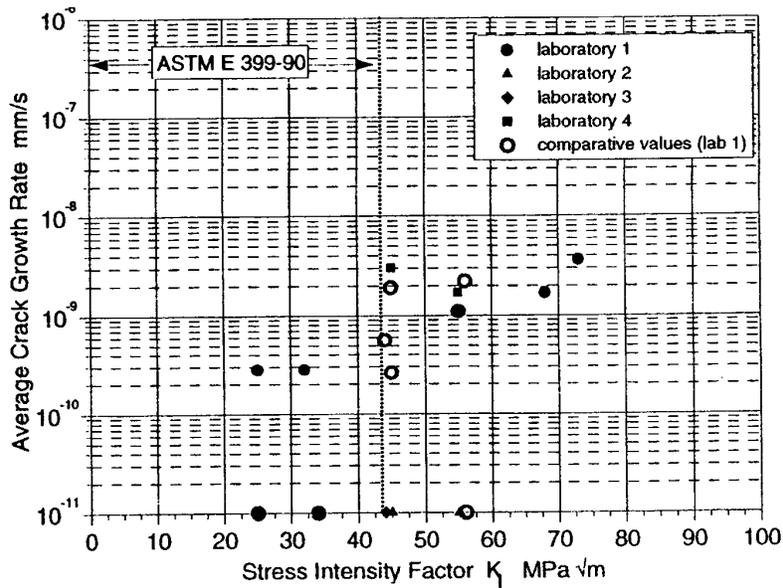


Abb. 2.10: Ergebnisse zum Risswachstumsverhalten niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser in Abhängigkeit vom Spannungsintensitätsfaktor [144].

sen des Experiments. Bei den ROUND-ROBIN-Versuchen wurde allerdings in keinem Labor Risswachstum mittels der Gleichstrompotentialsonde festgestellt. Die fraktografische Auswertung der Bruchflächen zeigte entlang der Risspitze der Ermüdungsrisse der meisten Proben einige wenige, lokal begrenzte, daumen-nagelförmige, ca. 20-30 μm tiefe Bruchmerkmale, bei deren Entstehung eine Beteiligung des Mediums nicht auszuschließen war. Obwohl es als sehr wahrscheinlich angesehen wird, dass diese Merkmale bereits während der Aufbringung der Last und damit unter dynamischer Beanspruchung entstanden sind, konnte dies versuchstechnisch nicht nachgewiesen werden. Deshalb wurde bei der Bewertung konservativ angenommen, dass diese Merkmale erst während der Phase konstanter Last entstanden sind. Wegen des Fehlens von Information aus der Potentialsondenmessung wurde die mittlere Risswachstumsrate während des Versuchs aus dem Quotienten von Tiefe und Versuchsdauer abgeschätzt. Dabei wurden übereinstimmend Risswachstumsraten von $da/dt \leq 10^{-8}$ mm/s ($\leq 0,3$ mm/a) bis zu einer maximalen Spannungsintensität von $K_I = 70$ MPa $\sqrt{\text{m}}$ ermittelt (vgl. Abb. 2.10).

Eine umfangreiche Studie zum mediumgestützten Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser wurde am Paul Scherrer Institut (PSI) in Zusammenarbeit mit der Eidgenössischen Technischen Hochschule (ETH) Zürich begonnen und deren Ergebnisse in verschiedenen Veröffentlichungen auszugsweise vorgestellt [145-148]. Die Untersuchungen wurden an den niedriglegierten Stählen 20 MnMoNi 5 5 und ASTM SA508 Cl2 (entsprechend 22 NiMoCr 3 7) durchgeführt. Es wurden sowohl „passiv“ belastete WOL DCB Proben als auch „aktiv“ belastete CT25-Proben untersucht. Von diesen Versuchen lässt sich ableiten, dass unabhängig von den übrigen Versuchsbedingungen Risswachstum nur bei aktiver Probenbelastung sowie erst bei Spannungsintensitätsfaktoren $K_I \geq 60$ MPa $\sqrt{\text{m}}$ auftritt. Stabiles Risswachstum durch Mediumseinfluss tritt dagegen erst oberhalb bestimmter Kombinationen von Sauerstoffgehalt und elektrischer Leitfähigkeit auf. Diese Ergebnisse bestätigen die bereits bekannte Tatsache der gegenseitigen Abhängigkeit kritischer Parameter des Korrosionssystems. Trotz erhöhter Leitfähigkeit waren Spannungsintensitätsfaktoren von $K_I \geq 46$ MPa $\sqrt{\text{m}}$ zur Auslösung von Risswachstum erforderlich. Bei niedrigeren Leitfähigkeiten (z.B. $\kappa = 0,3$ $\mu\text{S}/\text{cm}$) haben selbst Beanspruchungen von $K_I = 90$ MPa $\sqrt{\text{m}}$ nicht zum Risswachstum geführt. Bei Versuchen mit von außen aufgeprägter niedriger Dehnrate wurde festgestellt, dass auch bei dieser extremen mechanischen Beanspruchung Risswachstum erst oberhalb eines Spannungsintensitätsfaktors von $K_I = 34$ MPa $\sqrt{\text{m}}$ auftritt [149].

Dieses Gesamtbild zum mediumgestützten Risswachstum wurde mit weiteren Versuchen bei unterschiedlichen Sauerstoffgehalten und Versuchen mit periodischen partiellen Entlastungen der Bruchmechanikproben mit anschließender Wiederbelastung zur Erzeugung einer positiven Dehnrate an der Risspitze bestätigt. Hierbei konnte durch die Technik der alternierenden Gleichstrompotentialsonde der Rissfortschritt aus der Phase der Lastaufbringung und der Phase unter kon-

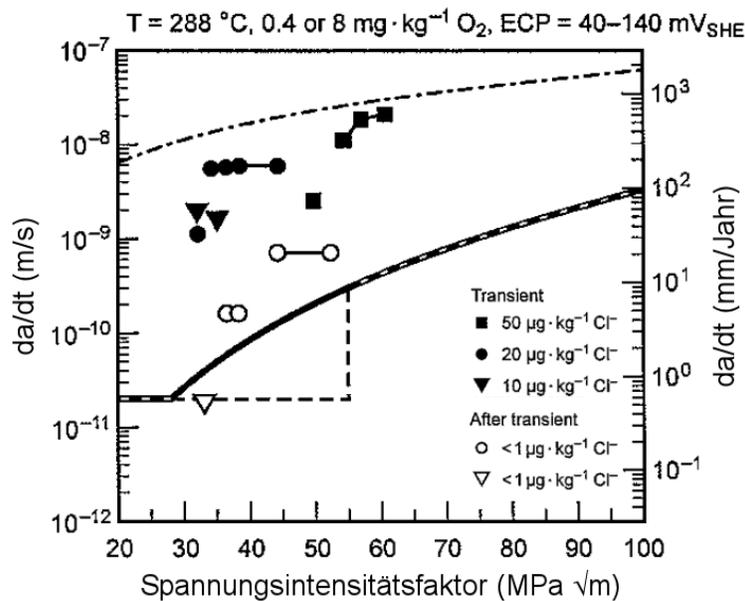


Abb. 2.11: Experimentell ermittelter Zusammenhang zwischen Rissfortschritt in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser und ionalen Verunreinigungen durch Chlorid, nach [150].

stanter Last getrennt und den jeweiligen Belastungen zugeordnet werden. Aus diesen Ergebnissen ist zu erkennen, dass ein Anriss bei der Lastaufbringung durch mediumgestütztes Risswachstum durch die an der Rissspitze vorherrschende positive Dehnrates wächst, jedoch unter konstanter Last das Risswachstum abklingt und bei Belastungen von $K_I \leq 60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ zum Stillstand kommt.

Des Weiteren wurden vom PSI Versuche durchgeführt, mit welchen chemische Transienten von Chlorid und Sulphat in LWR-relevanter Versuchsumgebung an aktiv belasteten Risswachstumsproben untersucht wurden [15, 150, 151]. Hierzu wurde nach Belastung der Proben unter verschärften Versuchsbedingungen ($DO = 8 \text{ ppm}$, periodische partielle Entlastungen) das Risswachstum bestimmt.

Anschließend wurde an derselben Probe unter Zugabe von maximal 50 ppb Chlorid das Risswachstum unter konstanter Last bei erhöhtem Chloridgehalt gemessen, welches im Bereich der „high-sulphur line“ liegt (vgl. Abb. 2.11). Nach Rückkehr zu den anfänglichen Umgebungsbedingungen vor der Cl^- -Transiente kehrte die gemessene Risswachstumsrate trotz mittlerweile angestiegenen Spannungsintensitätsfaktoren auf anfängliche Werte zurück [15]. Für den Einfluss von Sulphat konnte dagegen bei einer Zudosierung von ca. 370 ppb Sulphat kein Effekt gemessen werden. In [15] wird auch über den Einfluss des sogenannten „ripple loadings“ berichtet. Darunter versteht man eine nahezu konstante mechanische Belastung, der jedoch eine sehr kleine Last-Amplitude ΔK mit ent-

sprechend hohem R -Wert ($R \geq 0,9$) überlagert ist. Bei Versuchsfrequenzen von $f = 5 \cdot 10^{-5}$ bis 10^2 Hz wurde festgestellt, dass diese Art von zyklischer Belastung die Risswachstumsraten da/dN beschleunigen kann.

Im Rahmen des sogenannten CASTOC-Projekts wurde in internationaler Zusammenarbeit das Risswachstumsverhalten niedriglegierter Stähle untersucht [137, 153-155]. In diesem Projekt wurde eine modifizierte Versuchstechnik angewendet, welche der internationalen Kritik am bisherigen Vorgehen zur Untersuchung der Anfälligkeit gegen mediumgestütztes Risskorrosion gerecht wird. So wurde bisher ein Anriss in geeigneten Bruchmechanikproben an Luft durch Ermüdung erzeugt und anschließend das Risswachstumsverhalten unter Überlagerung von chemischer und konstanter mechanischer Belastungen nach Lastaufbringung geprüft. Die Kritik richtete sich vor allem gegen die Tatsache, dass die Versuchsdauer eventuell kürzer als die zur Rissinitiierung benötigte Zeit ist und daher bei kurzen Versuchsdauern kein Risswachstum gemessen werden konnte, da die erforderliche Initiierungszeit nicht überschritten wurde. Bei der modifizierten Versuchstechnik wird der an Luft eingebrachte Ermüdungsanriss im Medium zunächst unter zyklischer Belastung bei niedriger Frequenz belastet und zyklisches Risswachstum im Medium erzeugt. Damit liegt beim Umschalten auf konstante Belastung ein für mediumgestütztes Risswachstum kritischer Risselektrolyt vor und ein Einfluss von Rissinitiierungseffekten auf das Versuchsergebnis sind auszuschließen [152]. Mit dieser Versuchstechnik konnte gezeigt werden, dass zyklisch initiiertes Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser ($T = 288$ °C, $DO = 400$ ppb, $\kappa_{in} \leq 0,08$ $\mu\text{S}/\text{cm}$)

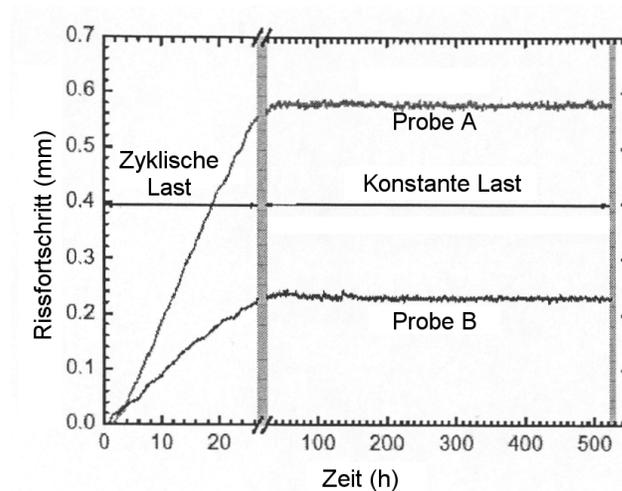


Abb. 2.12: Experimentell ermittelter Zusammenhang zwischen Rissfortschritt in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser und zyklischer bzw. konstanter Last, [153].

beim Übergang zu aktiv geregelter konstanter Last schnell zum völligen Stillstand kommt (vgl. Abb. 2.12). Der Spannungsintensitätsfaktor lag zwischen $K_I = 30$ und $58 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [153]. Hinsichtlich der zu Beginn der Experimente gemessenen Risswachstumsraten wurde beobachtet, dass niedrige Beanspruchungsfrequenzen zu zyklisch basierten Risswachstumsraten führen können, die auch oberhalb der gemäß ASME B&PVC, Section XI [156] zu erwartenden Werte für niedriglegierte Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser liegen und unter identischen Versuchsbedingungen aufgrund des relativ hohen Schwefelgehaltes in der geprüften Werkstoffcharge („lower shell“, erfüllt jedoch alle Anforderungen nach KTA) streuen können.

Zur Bestimmung des Temperatureinflusses auf das zyklische Risswachstumsverhalten wurde der niedriglegierte Werkstoff SA 533B Cl.1 von [157, 158] in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser untersucht. Hierbei wurde der in Abb. 2.13

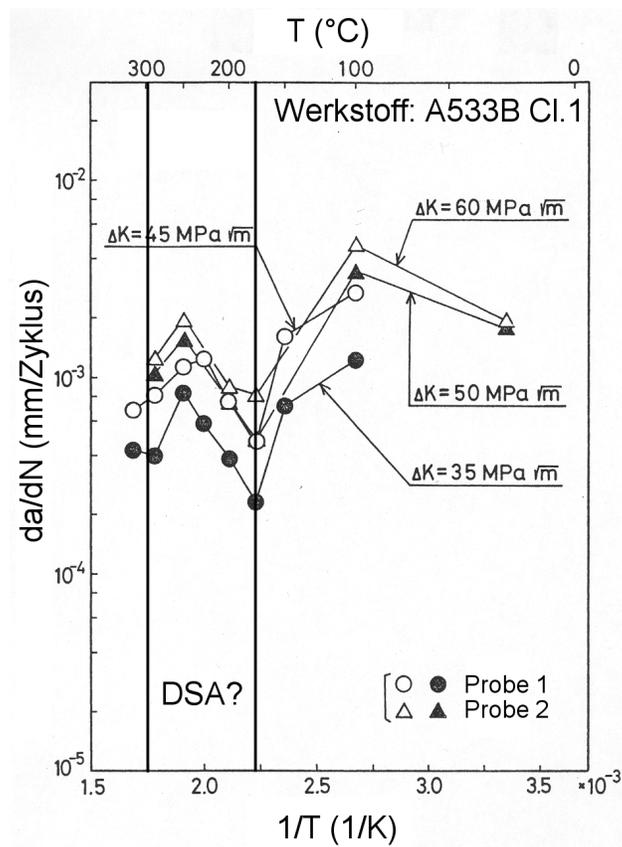


Abb. 2.13: Experimentell ermittelter Zusammenhang zwischen zyklischer Risswachstumsrate in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser und Temperatur, nach [157, 158].

wiedergegebene Zusammenhang zwischen zyklischer Risswachstumsrate und Temperatur gefunden. Auffallend ist der im Temperaturbereich von $T = 180$ bis 250 °C liegende Anstieg, unabhängig von der applizierten Belastung in Form unterschiedlicher Höhe des Spannungsintensitätsfaktors. Dieser Temperaturbereich fällt mit den Temperaturen zusammen, bei welchen eine Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung niedriglegierter Stähle auftreten kann. Dies könnte bereits ein Hinweis für die Wechselwirkung zwischen dynamischer Reckalterung und mediumgestützten Bruchvorgängen (EAC) unter zyklischer Belastung sein.

Andere Untersuchungen zeigen, dass die Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung in niedriglegierten Stählen als weitere, wesentliche Einflussgröße mediumgestützter Risskorrosion anzusehen ist [7, 10, 11, 15, 66, 94, 101], da ein Einfluss dynamischer Reckalterung auf mediumgestütztes Risswachstum bei mittleren Temperaturen ($T = 150$ bis 300 °C) in Form von beschleunigter Risswachstumsrate bei herabgesetzter Duktilität (Brucheinschnürung) beobachtet wurde (vgl. Abb. 2.14). In [95] wird z.B. davon ausgegangen, dass der Gehalt an freiem Stickstoff als ebenso wichtig einzustufen ist wie der Schwefelgehalt in niedriglegierten Stählen, welcher als werkstoffseitiger Schlüsselparameter für das mediumgestützte Risswachstum gilt (vgl. Kapitel 2.4.4.1).

Dies wird damit begründet, dass dynamische Reckalterung durch lokalisierte Dehnung an glatten Oberflächen und im Bereich der Rissspitze aufgrund einer lokal herabgesetzten Bruchzähigkeit zu einem quasi-spröden Werkstoffverhalten im Bereich der Rissspitze und somit einem schnelleren Risswachstum in sauerstoff-

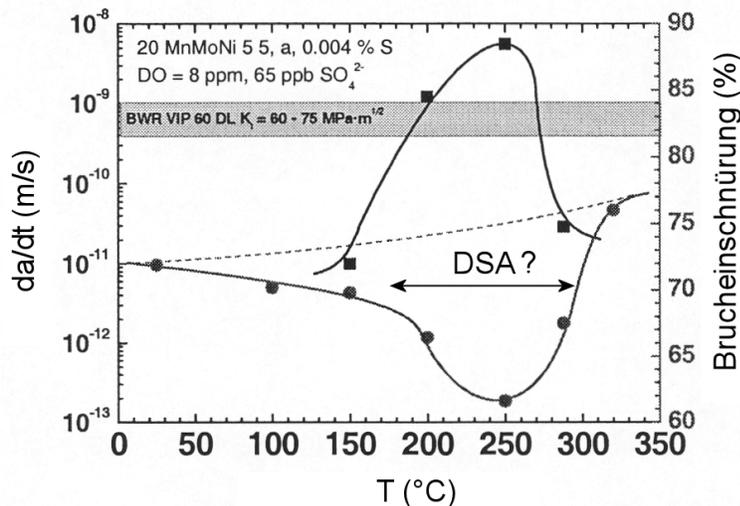


Abb. 2.14: Experimentell ermittelter Zusammenhang zwischen der Risswachstumsrate im sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser und dem Temperaturbereich, in welchem dynamische Reckalterung auftritt, nach [15, 150].

haltigem Hochtemperaturwasser als ohne den Einfluss dynamischer Reckalterung führen kann. Auch hinsichtlich des Frequenzeinflusses liegt die Annahme nahe, dass durch dynamische Reckalterung das zyklische Risswachstumsverhalten unter entsprechenden Parameterkombinationen aus Temperatur und Dehnrate beschleunigt wird [159, 160].

Außerdem wurden bereits erste Untersuchungen zum Einfluss einer Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung und dem „Leck-vor-Bruch-Verhalten“ durchgeführt [161-163]. Aus diesen Untersuchungen ist abzuleiten, dass durch eine Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung der Belastungsquerschnitt im Rahmen der Analyse zum „Leck-vor-Bruch-Verhalten“ um ca. 30 % reduziert werden kann. Ferner tritt eine starke Abhängigkeit von der der Analyse zugrundegelegten Dehnrate und eine Herabsetzung der Bruchzähigkeit auf (vgl. Abb. 2.15). Der gleiche Einfluss auf das Bruchverhalten (J-Integral) wurde auch von [164] berichtet, was zu einer Herabsetzung der Bruchzähigkeit bei mittleren Temperaturen von gegen dynamische Reckalterung anfälligen Werkstoffen führt.

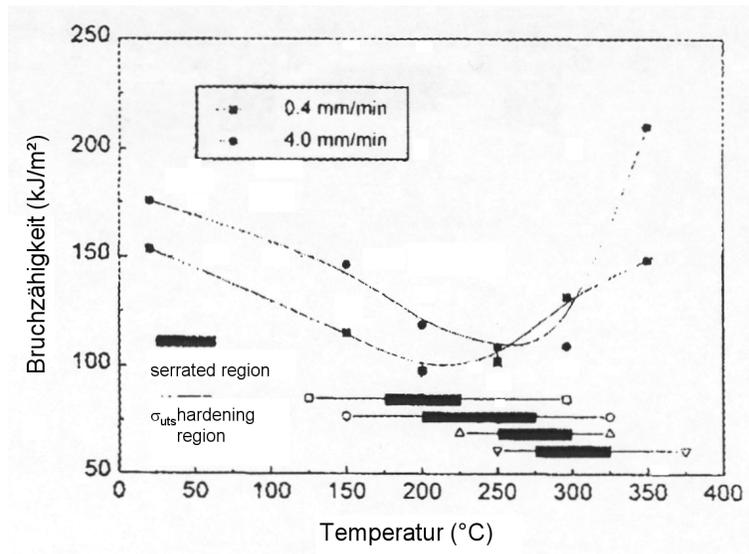


Abb. 2.15: Temperaturabhängigkeit der Bruchzähigkeit reckalterungsempfindlicher Werkstoffen, nach [161].

2.5 Vergleichende Risswachstumsversuche

Im Rohrleitungssystem des Wasser-Dampf-Kreislaufs eines deutschen Siedewasserreaktors traten Mitte der 90ziger Jahre Rissbildungen im Speisewassersystem auf, welche aufgrund der durchgeführten Schadensfallanalyse der dehnungsinduzierten Risskorrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser zugeordnet wurden. Die aufgetretenen Risse waren überwiegend in axialer Richtung orientiert und auf Schweißnähte horizontal verlaufender Rohrleitungsabschnitte mit ausgeprägter Muldenkorrosion beschränkt. Die Analyse der chemischen Zusammensetzung zeigte, dass die beiden Schweißzusatzwerkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R der Füll- und Decklagen eine ähnliche chemische Zusammensetzung aufwiesen und beide Werkstoffe einen nahezu identischen Schwefelgehalt hatten. Als Abhilfemaßnahmen wurden eine Reduzierung von Spannungs- und Dehnungskonzentrationen sowie der resultierenden Eigenspannungen in den Schweißnähten durch angepasste Spannungsarmglühungen und der ausschließlichen Verwendung der Werkstoffpaarung aus 15 NiMo-CuNb 5 S 1 und des Schweißzusatzwerkstoffes Tenacito 65 R definiert [165].

Da die mediumgestützten Rissbildungen weitestgehend auf den Schweißzusatzwerkstoff FOX DMO KB beschränkt blieben obwohl der Schweißzusatzwerkstoff Tenacito 65 R mit ähnlicher chemischer Zusammensetzung und vor allem mit nahezu identischem Schwefelgehalt (vgl. Kapitel 2.4.4.1) unter gleichen Umgebungsbedingungen eingesetzt war und keine ausgeprägten Rissbildungen zeigte, wurde das unterschiedliche Risswachstumsverhalten der Schweißzusatzwerkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R von ROTH et al. näher untersucht [13, 14]. Die Ergebnisse dieses früheren Projekts zum Risswachstum der Schweißzusatzwerkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser waren Ausgangspunkt des Forschungsprogramms zur Untersuchung der Wechselwirkung von dynamischer Reckalterung und mediumgestütztem Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde eine weitere, detaillierte Auswertung der gemessenen Risswachstumsraten, der Bruchflächen und einer eventuellen lokalen Verformung im risspitzennahen Bereich des stark reckalterungsempfindlichen Werkstoffs FOX DMO KB zur Diskussion mediumgestützter Risskorrosion in Abhängigkeit dynamischer Reckalterung durchgeführt. Die Ergebnisse der früheren Risswachstumsversuche [13, 14] werden daher im Folgenden für ein umfassendes Bild kurz beschrieben.

Hinsichtlich der Versuchsführung sollte mediumgestütztes Risswachstum unter zyklischer Belastung erzwungen und nach Umschalten auf eine aktiv geregelte konstante Belastung das Verhalten der aktiven Rissspitzen entsprechend der oben erläuterten (vgl. Kapitel 2.4.6, [152]) modifizierten Versuchstechnik werkstoffvergleichend untersucht werden. Hierzu wurden zyklische als auch zeitlich konstante Belastungsphasen nach einer Konditionierungsphase von $t \approx 200$ h zur Voroxidation appliziert (vgl. Abb. 2.16). Da unter zyklischer Belastung nur Lastanstiegs-

phasen hinsichtlich positiver Dehnraten im Bereich der Risspitze als kritisch anzusehen sind, wurde der Lastabfall zur Beschleunigung der Versuche innerhalb einer Stunde durchgeführt. Damit ergab sich ein sägezahnförmiger Lastverlauf ($R = 0,1$) mit einem Zyklus von $\Delta t = 8$ h (Korrosionsermüdung: LCF-Bereich). Unter konstanter Belastung (Constant Load: CL) wurde mit maximalem Spannungsintensitätsfaktor $K_{I,\max}$ der vorangegangenen zyklischen Lastphase⁷ belastet, wobei folgende Lastpfade verfolgt wurden:

A) Versuchsphasen im 1. Risswachstumsversuch

- 1a) LCF mit $K_{I,\max} = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und $R = 0,1$ bei $\kappa = 0,1 \text{ }\mu\text{S/cm}$
- 1b) CL mit $K_I = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei $\kappa = 0,1 \text{ }\mu\text{S/cm}$
- 2a) LCF mit $K_{I,\max} = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und $R = 0,1$ bei $\kappa = 0,55 \text{ }\mu\text{S/cm}$
- 2b) CL mit $K_I = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei $\kappa = 0,55 \text{ }\mu\text{S/cm}$
- 2c) CL mit $K_I = 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei $\kappa = 0,55 \text{ }\mu\text{S/cm}$

B) Versuchsphasen im 2. Risswachstumsversuch

- 1a) LCF mit $K_{I,\max} = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und $R = 0,1$ bei $\kappa = 0,1 \text{ }\mu\text{S/cm}$
- 1b) CL mit $K_I = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei $\kappa = 0,1 \text{ }\mu\text{S/cm}$
- 2a) LCF mit $K_{I,\max} = 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und $R = 0,1$ bei $\kappa = 0,1 \text{ }\mu\text{S/cm}$
- 2b) CL mit $K_I = 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bei $\kappa = 0,1 \text{ }\mu\text{S/cm}$

Eine Erhöhung der Leitfähigkeit von $\kappa = 0,1 \text{ }\mu\text{S/cm}$ auf $\kappa = 0,55 \text{ }\mu\text{S/cm}$ im 1. Risswachstumsversuch war erforderlich, um das nach zyklischer Belastung sehr geringe Risswachstum im Schweißzusatzwerkstoff FOX DMO KB bei geringer Leitfähigkeit ($\kappa = 0,1 \text{ }\mu\text{S/cm}$) in Versuchsphase 1b (CL) durch die Versuchsphase 2b (CL) mit einer erhöhten Leitfähigkeit von $\kappa = 0,55 \text{ }\mu\text{S/cm}$ zu bestätigen (vgl. Abb. 2.16). Die Spannungsintensitätsfaktoren lagen stets unter der nach ASTM E 399 angegebenen maximalen Belastung für linear-elastische Bedingungen [83].

Die Ergebnisse der Risswachstumsversuche sind in Abb. 2.17 als Rissverlängerungs-Zeit-Kurven (Δa - t -Kurve) dargestellt. Unter zyklischer Belastung der Probe aus Tenacito 65 R in Versuchsphase 1a liegt zyklisches Risswachstum mit einer Rate von $da/dN = 5,0 \text{ }\mu\text{m/Zyklus}$ vor. Nachdem auf konstante Last umgestellt wurde (Phase 1b), tritt sofortiger Rissstillstand ein. Dies entspricht dem aktuellen Kenntnisstand für mediumgestütztes Risswachstum niedriglegierter Stähle (vgl.

⁷Die Konzentration des Sauerstoffs im Refreshingkreislauf wurde in beiden Versuchen auf $DO = 200$ ppb geregelt.

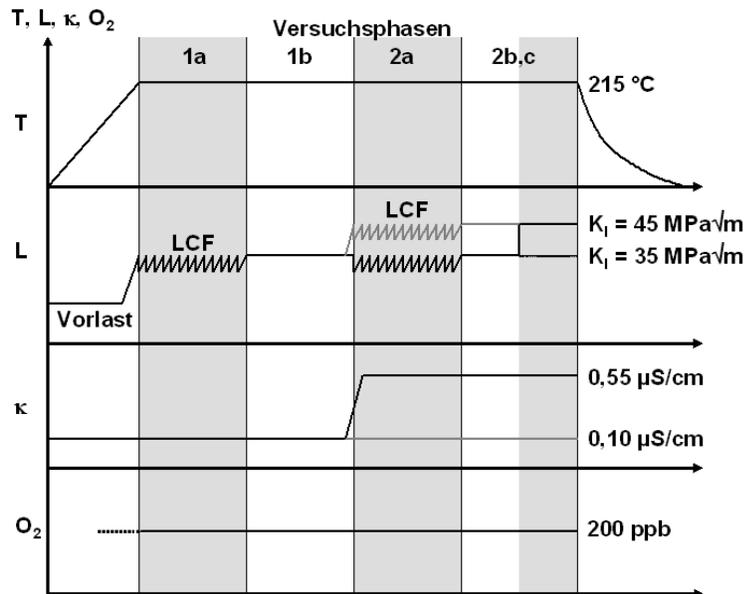
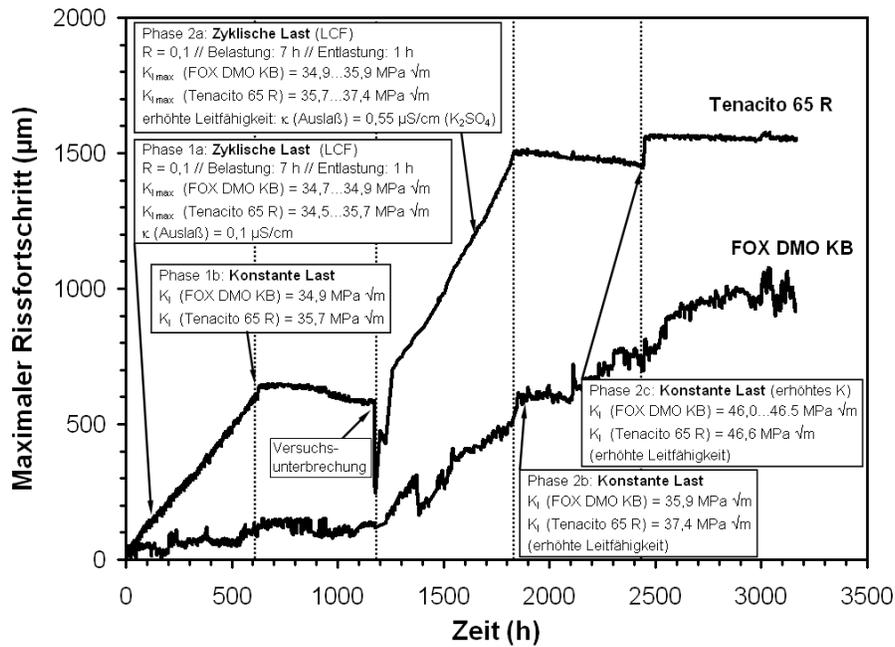


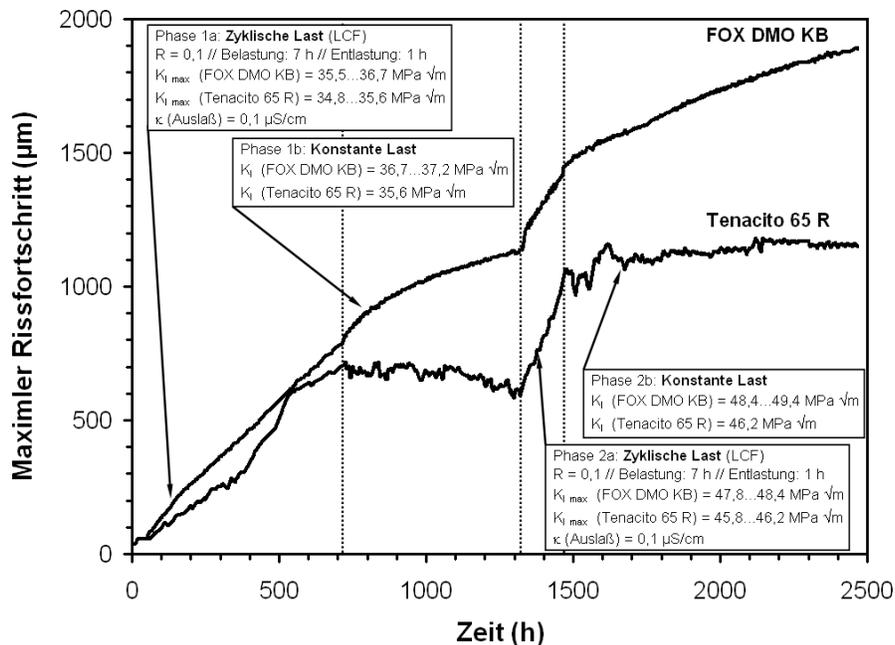
Abb. 2.16: Lastpfade in Risswachstumsversuchen an FOX DMO KB und Tenacito 65 R.

Kapitel 2.4, [155]). Das während konstanter Lastphase 1b gemessene „negative“ Risswachstum ist auf Bildung von Oxid auf den Rissflanken zu begründen, wodurch geringe Kurzschlussströme ein negatives Risswachstum vortäuschen können. Nach erneuter zyklischer Belastung bei erhöhter Leitfähigkeit ($\kappa = 0,55\text{ }\mu\text{S/cm}$) liegt ebenfalls Risswachstum mit einer Rate von $da/dN = 9,0\text{ }\mu\text{m/Zyklus}$ vor (Phase 2a). Dieses stoppt, wie erwartet, nach Umschalten auf konstante Last (Phase 2b). Eine Erhöhung des Spannungsintensitätsfaktors von $K_I = 35\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ auf $K_I = 45\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ erzeugt ein sehr geringes Risswachstum während dynamischer Lastaufbringung, führt aber unter anschließender konstanter Belastung in Phase 2c zu keinem weiteren Risswachstum.

Die Probe aus FOX DMO KB zeigt unter Lastphase 1a zyklisches Risswachstum mit einer Rate von $da/dN = 0,7\text{ }\mu\text{m/Zyklus}$. In anschließender Phase 1b unter konstanter Last scheint das gemessene Risswachstum zu stagnieren, ist jedoch anhand der Daten nicht eindeutig nachzuvollziehen. Zur Absicherung wurde die Leitfähigkeit für experimentelle Zwecke angehoben. Nach Erhöhung der Leitfähigkeit auf $\kappa = 0,55\text{ }\mu\text{S/cm}$ liegt unter zyklischer Belastung (Phase 2a) Risswachstum mit einer Rate von $da/dN = 3,2\text{ }\mu\text{m/Zyklus}$ vor. Wird auf konstante Last umgeschaltet, wächst der Riss mit etwa gleicher zeitbasierter Rate in $\mu\text{m/h}$ weiter. Eine Erhöhung des Spannungsintensitätsfaktors in Phase 2c hat keinen messbaren Einfluss auf das resultierende Risswachstumsverhalten. Zur Bestätigung der Reproduzierbarkeit wurde ein weiterer Versuch durchgeführt.



A) Zyklische und konstante Belastung bei unterschiedlicher Leitfähigkeit.



B) Zyklische und konstante Belastung bei konstanter Leitfähigkeit.

Abb. 2.17: Ergebnisse aus Risswachstumsversuchen an den Schweißzusatzwerkstoffen FOX DMO KB und Tenacito 65 R in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, $DO = 200$ ppb, $\kappa \leq 0,1$ $\mu S/cm$ bzw. $0,55$ $\mu S/cm$ und $T = 215$ $^{\circ}C$, nach [13, 14].

Für den Werkstoff Tenacito 65 R deckt sich das Ergebnis qualitativ mit dem ersten Versuch. Unter zyklischer Beanspruchung mit maximalem Spannungsintensitätsfaktor von $K_I = 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ liegt Risswachstum mit einer Rate von $da/dN = 4,0 \text{ }\mu\text{m/Zyklus}$ (Phase 1a) bzw. $da/dN = 12,5 \text{ }\mu\text{m/Zyklus}$ (Phase 2a) bei erhöhtem Spannungsintensitätsfaktor von $K_I = 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ vor. Nach Umschalten auf konstante Last tritt jeweils sofortiger Rissstillstand ein. Das im ersten Versuch unter konstanter Belastung beobachtete Risswachstum des Werkstoffs FOX DMO KB im Anschluss an zyklische Belastung wird im zweiten Versuch bestätigt. Nach anfänglichem Risswachstum unter zyklischer Belastung von $da/dN = 5,6 \text{ }\mu\text{m/Zyklus}$ (Phase 1a) bzw. $da/dN = 10,2 \text{ }\mu\text{m/Zyklus}$ in Phase 2a wurde unter konstanter Belastung stets anhaltendes Risswachstum gemessen.

Der Werkstoff FOX DMO KB zeigt nach Umschalten von einer vorausgegangenen zyklischen Belastung auf eine konstante Belastung mit vergleichsweise niedrigen Spannungsintensitätsfaktoren in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser mediumgestütztes Risswachstum, wobei die gemessenen Risswachstumsraten teilweise oberhalb der Grenzkurve niedriglegierter Stähle unter konstanter Belastung in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser liegen (vgl. Abb. 2.18, [166]). Dagegen wird für den Schweißzusatzwerkstoff Tenacito 65 R jeweils beim

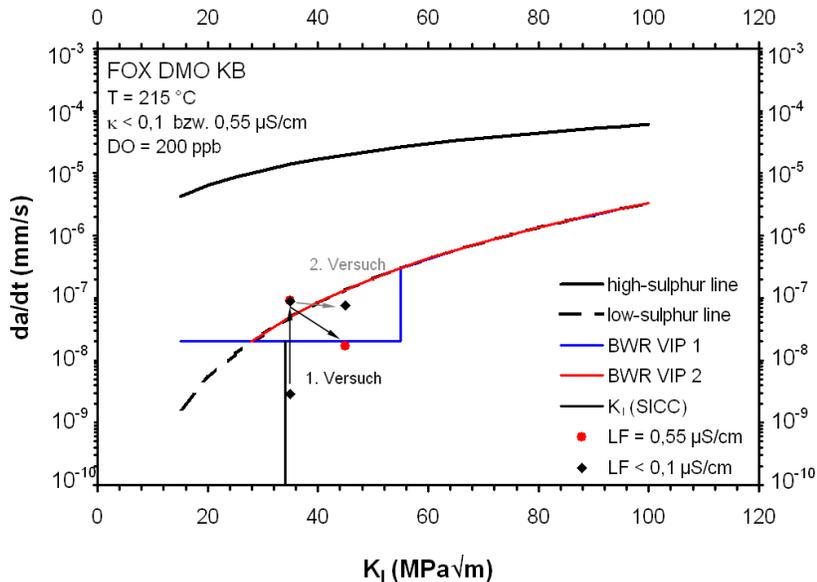


Abb. 2.18: Vergleich der Risswachstumsraten mit Grenzkurven für konstante Belastung, vgl. [166].

Umschalten von zyklischer auf konstante Belastung ein sofortiger Rissstillstand der aktiven Riss Spitze gemessen, was dem aktuellen Kenntnisstand zur mediumgestützten Risskorrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser entspricht.

Das unterschiedlichen Risswachstumsverhalten der beiden untersuchten niedriglegierten Stähle FOX DMO KB und Tenacito 65 R ist vermutlich durch eine starke Anfälligkeit des Schweißzusatzwerkstoffes FOX DMO KB gegen dynamische Reckalterung zu begründen. Die Anlagerung von interstitiellen Fremdatomen an gleitfähigen Versetzungen führt zur Bildung von Bereichen mit reduzierter Gitterkohäsion. An diesen Stellen wird durch das blockierte Verweilen der Versetzungen selbst (eindimensionale Gitterbaufehler) und zusätzlich durch die Aufweitung der Gitterabstände durch interstitiell gelöste Fremdatome sowie eventuelle zusätzliche Anlagerung von Korrosionsprodukten (atomarer Wasserstoff) eine lokal herabgesetzte Gitterenthalpie vermutet. Ein lokal geringerer Energieaufwand bei korrosiver Metallauflösung und „Quasi-Sprödbrech“-Anteile auf Bruchflächen reckalterungsempfindlicher Werkstoffe sind die Folge (vgl. Kapitel 4.12), und können offensichtlich zu Risswachstumsraten oberhalb bisher geltender Grenzkurven für mediumgestütztes Risswachstum unter konstanter Belastung führen. Die zyklischen Risswachstumsraten zeigen wie auch andere Untersuchungen, z.B. [137, 153, 155], den nicht konservativen Charakter der Grenzkurven für zyklisches Risswachstum nach ASME B&PVC XI-Code [5, 132, 156]. Die Versuche wurden bei $R = 0,1$ durchgeführt und die Risswachstumsraten sollten unterhalb der Grenzkurve für zyklisches Risswachstum mit $R < 0,25$ liegen.

3. Experimentelle Methoden

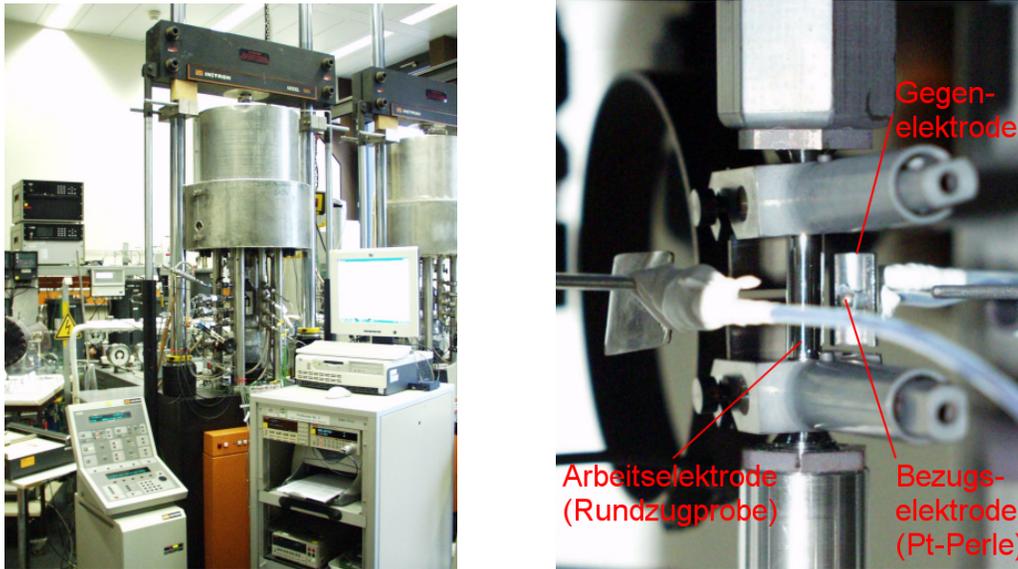
3.1 Mechanische Versuche

3.1.1 Langsame Zugversuche an Laborluft

Zur systematischen Untersuchung der dynamischen Rekalterungsanfälligkeit niedriglegierter Stähle anhand von Spannungs-Dehnungs-Kurven wurden langsame CERT-Versuche (engl.: constant extension rate tensile (test) - CERT) mit unterschiedlicher, konstanter Dehnrates und Temperatur [28] in elektromechanischen Zugprüfmaschinen mit integriertem Dreizonenofen und Feindehnungsaufnehmer durchgeführt (WOLPERT, INSTRON). An diesen Prüfmaschinen wurden alle in dieser Arbeit zusammengestellten langsamen Zugversuche unter konstanter Dehnrates an Laborluft geprüft. Ferner wurden diese Prüfmaschinen auch zur Durchführung von Versuchen zur Berechnung der Dehnratesempfindlichkeit bei konstanter Temperatur und abschnittsweise wechselnder Dehnrates verwendet.

3.1.2 Langsame Zugversuche im Medium

Zur Untersuchung des Rissinitiierungs- und des Schädigungsverhaltens in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser sind SSRT-Versuche weit verbreitet. Bei diesen Versuchen werden Rundzugproben unter kritischer Dehnrates im langsamen Zugversuch unter Mediumkontakt in der Regel stetig bis zum Bruch verformt. Durch Kontakt zum Medium tritt bei entsprechender Anfälligkeit Rissinitiierung und Risswachstum unter Einfluss korrosiver Umgebung auf. Das Versagen der Zugproben geht somit nicht allein auf mechanische Belastungen der Werkstoffe, sondern auf Zusammenwirken der Einflussgrößen Werkstoff, Medium und mechanische Belastung, zurück. Aus Überlagerung der Einflussfaktoren ist eine Parameterstudie des Schädigungsverhaltens unter für LWR relevanten Bedingungen möglich. Allerdings stehen die Ergebnisse aus SSRT-Versuchen in der berechtigten Kritik, die wahren Bedingungen bei der Rissinitiierung nur teilweise wiederzugeben, da mit zunehmender Dehnung die mechanische Werkstoffschädigung überwiegt. Dennoch führen sie zu aufschlussreichen Ergebnissen zum Mediumseinfluss auf das Rissinitiierungsverhalten und sind als „screening“-Versuche, insbesondere sofern plastische Verformung eine übergeordnete Rolle spielt, geeignet.



A) „HTW-Refreshing“-Anlage

B) Eingebaute SSRT-Probe

Abb. 3.1: Aufnahmen einer verwendeten „Refreshing“-Anlage zur gleichzeitigen korrosiven und aktiven mechanischen Belastung.

Für die Durchführung der SSRT-Versuche in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser wurden Versuchsstände zur Aufbereitung des umgebenden Versuchsmediums verwendet, welche aus einer spindelgetriebenen elektromechanischen Zugprüfmaschine (INSTRON) mit nachgerüsteter digitaler Kontrolleinheit und Refreshingkreislauf bestehen (vgl. Abb. A.5). Bei der Wasseraufbereitung in derartigen Versuchskreisläufen wird Deionat über zusätzliche Feinstfilter, Ionentauscher und UV-Bestrahlung gereinigt und mittels geeigneter Versuchstechnik entsprechende Versuchsbedingungen (z.B. Sauerstoffgehalt, Leitfähigkeit, ionale Verunreinigungen, etc.) unter aktiver Regelung der „Wasserchemie“ eingestellt. So sind z.B. auch chemische Transienten ionaler Verunreinigungen während der Versuchslaufzeit realisierbar. Als Beispiel ist in Abb. 3.1 A) eine verwendete „Refreshing“-Anlage abgebildet.

Die in dieser Arbeit eingestellten Umgebungsbedingungen ($T = 150$ bis 250 °C, $\kappa \leq 0,1$ $\mu\text{S}/\text{cm}$ und $DO = 200$ bis 400 ppb) schließen die Systembedingungen des Speisewassersystems von Siedewasserreaktoren (z.B. $T = 215$ °C, $DO = 150$ ppb) ein [167]. Von Beginn der Konditionierung (Erzeugung betrieblicher Magnetit-schichten) vor der eigentlichen Versuchsphase bis zum Versuchsende werden die Systembedingungen mittels digitaler Datenerfassung kontinuierlich überwacht. Dabei wird das Volumen des Kreislaufs von ungefähr 18 l mit einer Geschwindigkeit von 8 l/h bei konstanter Strömungsgeschwindigkeit durch den Autoklaven gepumpt, wodurch eine durchschnittliche Austauschrate des Autoklavenvolumens von ca. 0,5 /h erzielt wird.

Neben der Instrumentierung der Rundzugproben mit eigens im Rahmen dieser Arbeit entwickelten und evaluierten Extensometern zur Dehnungsmessung in Hochtemperaturwasser ist die Rundzugprobe gegenüber dem Autoklaven elektrisch isoliert, um das Korrosionspotential unter Verwendung von temperaturstabilisierten Ag/AgCl-Hochtemperaturbezugselektroden [168] während der SSRT-Versuche aufzeichnen zu können. Ferner wurde gegen eine Pseudoreferenzelektrode (Platin) das elektrochemische Rauschen (Potentialrauschen) gemessen. Aus diesen Informationen ist es möglich, Rückschlüsse auf den Einfluss des Mediums auf das Schädigungsverhalten der geprüften Werkstoffe zu ziehen.

3.1.3 Elektrochemisches Rauschen

Beim elektrochemischen Rauschen werden Strom- und Potentialschwankungen gemessen, welche in ihrer Intensität und Geschwindigkeit vom untersuchten Korrosionssystem und speziell von Werkstoff, Temperatur und Elektrolyten abhängen. Die Messung des elektrochemischen Rauschens ist deshalb eine hilfreiche Methode bei der Beschreibung von Korrosionsvorgängen. Dies ist auf die Ursache des Rauschsignals in Prozessen an der Phasengrenze zwischen Metall und Elektrolyt zurückzuführen [169-178]. Mit elektrochemischem Rauschen lässt sich neben Lokalkorrosion wie z.B. Lochkorrosionsprozesse ohne mechanische Belastung auch das Keimbildungsverhalten bzw. die Rissinitiierung unter aktiver mechanischer Belastung untersuchen [174, 179, 180].

Zur Messung des elektrochemischen Rauschens wird eine Anordnung mit drei Elektroden (Werkstoffprobe AE , Gegenelektrode aus dem gleichen Werkstoff wie die Werkstoffprobe GE und Bezugselektrode BE bzw. Pseudobezugselektrode, z.B. Platin) unter außenstromlosen Bedingungen verwendet. Mit dieser Anordnung wird das Stromrauschen zwischen der Werkstoffprobe (Rundzugprobe) und der Gegenelektrode mit etwa gleicher Oberfläche wie die Werkstoffprobe gemessen. Das Verhältnis der Halbschalenoberfläche zur blanken, mit dem Elektrolyten in Kontakt stehenden Oberfläche der Rundzugprobe, wurde mit etwa 1:2 abgeschätzt. Eine größere Halbschale konnte bei diesen Versuchen nicht verwendet werden, da zur Messung der Längenänderung ein geeignetes Extensometer an der Rundzugprobe angebracht wurde. Das Potentialrauschen der Arbeitselektrode (Werkstoffprobe) wird gegenüber der Pseudobezugselektrode aufgezeichnet (vgl. Abb. 3.2). Die erhaltenen Datensätze (Rauschdaten) werden hinsichtlich Mittelwert, Standardabweichung, Varianz, Root Mean Square oder Impedanz ausgewertet. Die Impedanz wird aus dem Quotienten aus Mittelwert des Potentials \bar{E} bezogen auf Mittelwert des Stroms \bar{I} berechnet:

$$\text{Impedanz} = \frac{\bar{E}}{\bar{I}} = \frac{\sum_{i=0}^n E_i}{\sum_{i=0}^n I_i}. \quad (3.1)$$

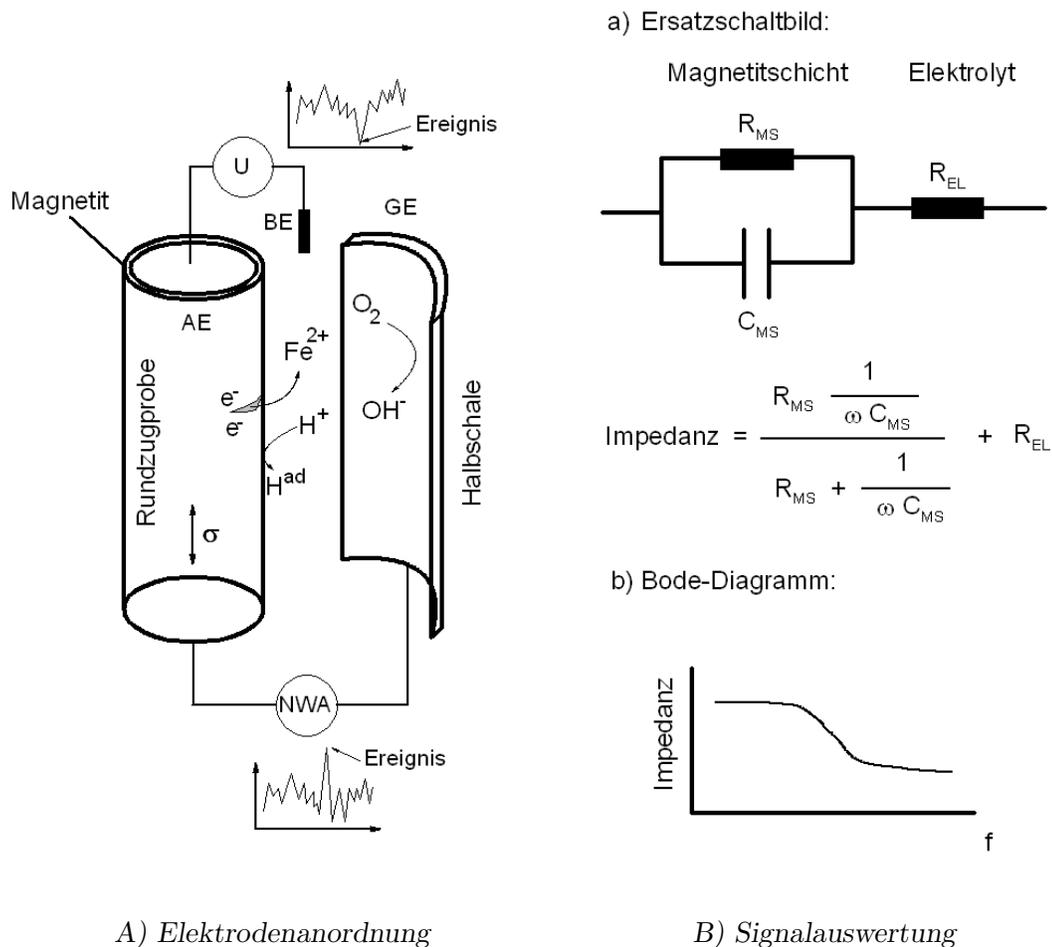


Abb. 3.2: Elektrochemisches Rauschen: A) Schematische Elektrodenanordnung bei außenstromloser Messung in der drei Elektrodenanordnung: Bezugs- elektrode BE, Arbeits- elektrode AE und Gegenelektrode GE sowie schematische Darstellung der Korrosionsreaktionen beim Potential- und Stromrauschen im langsamen Zugversuch, B) Signalanalyse (Impedanz).

Bei der Analyse des Korrosionssystems wird die Impedanz in sogenannten Impedanz-Spektren ausgewertet. Diese geben den Verlauf der Impedanz mit der Frequenz wieder und erlauben somit durch Vergleich mit entsprechenden Ersatzschaltbildern (z.B. R-C-Glied) eine Analyse der betreffenden Korrosionsreaktion.

Untersuchungen von GÖLLNER et. al. zum Rissinitiierungsverhalten von niedriglegierten Stählen in Hochtemperaturwasser mit einem Sauerstoffgehalt von $DO = 8 \text{ ppm}$ und einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 7,8 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ zeigten, dass durch diese Methode die Zeitpunkte, bei denen es zum Aufreißen der Oxidschicht durch fortschreitende Dehnung der Rundzugproben im SSRT-Versuch kam, mit Transienten des Rauschsignals zusammenfallen [174]. Dabei wurden zwei unterschiedliche

Transienten mit positiver bzw. negativer Auslenkung gefunden. Zum Zeitpunkt der Rissinitiierung bzw. des Risswachstums wurden positive neben negativen Transienten mit größerer Amplitude als im elastischen Bereich beobachtet. Ferner wurden beim Überschreiten der Dehngrenze und beim Bruch der Rundzugproben die stärksten Ausschläge festgestellt. Es traten aber auch zeitliche Perioden auf, welche als „ereignisfrei“ bezeichnet wurden. Dies lässt wiederum den Schluss zu, dass bei der Keimbildung während Rissinitiierung aber auch beim Rissfortschritt mit Aufreißen und Ausheilen schützender Oxidschichten (vgl. Slip-Step-Dissolution-Modell, Kapitel 2.4.5) ein diskontinuierlicher Prozess vorliegt. Die negativen Transienten im Potentialrauschen sind bei Dehnung der Rundzugprobe dem Einreißen der oxidischen Deckschicht beim Überschreiten der Bruchdehnung des Oxids zuzuordnen. Hierdurch tritt der niedriglegierte Stahl in direkten Kontakt mit dem Elektrolyten und eine aktive Metallauflösung mit Reduktion von Sauerstoff bzw. Protonen als Gegenreaktion ist die Folge. Die Ladungsunterschiede zwischen AE und BE , bzw. der Stromfluß von AE zur GE , sind als zeitliche Fluktuationen im Potential- bzw. Stromsignal messbar (vgl. Abb. 3.2). Mit fortschreitender Dehnung ist Repassivierung und erneutes Einreißen der Deckschicht zu beobachten, was i.A. zu starken Potentialausschlägen führt. Zusammengefasst sind positive Ausschläge im Potentialrauschen Perioden, in welchen die Magnetschicht ausheilt, und negative vermutlich Zeitpunkten mit Risswachstum zuzuordnen [174, 175, 177].

3.1.4 Ermüdungsversuche

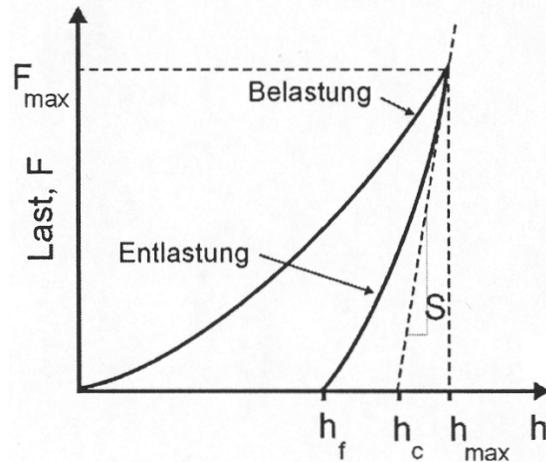
Neben dem Verhalten unter zunehmender Belastung im CERT-Versuch ist auch das zyklische Verhalten der Werkstoffe unter wechselnder Beanspruchung von Bedeutung. Hierzu wurden orientierende Ermüdungsversuche bei einem Spannungsverhältnis von $R = -1$ in einer elektromechanischen Universalprüfmaschine (INSTRON) durchgeführt [181, 182]. Die sinusförmige mechanische Belastung wurde unter Regelung der totalen Dehnungsschwingbreite $\Delta\epsilon_{\text{tot}}$ mit einem konstanten Betrag von $\Delta\epsilon_{\text{tot}} = 1,5\%$ (d.h. $\Delta\epsilon_{\text{tot}}/2 = 0,75\%$) erzeugt. Dabei wurde die Temperatur im Bereich von $T = RT$ bis 200 °C variiert. Das Werkstoffverhalten wurde anhand des Verlaufs der zyklischen Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma$ und auftretender zyklischer Ver- und Entfestigung der Werkstoffe gegenüber der Zyklenzahl und der Zyklenzahl bis zum Versagen der Probe N_f in Abhängigkeit von gewählter Dehnrates $\dot{\epsilon}$ und Temperatur T bewertet.

3.1.5 Dynamische Härteprüfung

Der instrumentierte Eindringversuch (\equiv Dynamische Härtemessung) ermöglicht neben der Messung von klassischen Härtewerten (Statische Härtemessung) zusätzlich die Auswertung des Kraft-Eindringtiefe-Signals während der durchgeführten Werkstoffprüfung. Damit sind auch aus der plastischen Verformung während der



A) Dynamische Härtemessung



B) Kraft-Eindringtiefe-Kurve

Abb. 3.3: Messung der dynamischen Härte im Indentierversuch: A) Versuchsaufbau bei Prüfung; B) Schematische Darstellung der Kraft-Eindringtiefe-Kurve aus dem Indentierversuch.

Härteprüfung werkstoffspezifische Ergebnisse abzuleiten. Zur Durchführung dynamischer Härteprüfungen wurde eine Prüfapparatur entwickelt, welche auf die in früheren Jahren angewendete ABI-Methode (engl.: Automated Ball Indentation - ABI) aufbaut. Dabei wird ein kugelförmiger Indenter (Hartmetallkugel) analog zur BRINELL-Härteprüfung in die Probenoberfläche gedrückt und sowohl die Kraft als auch die Eindringtiefe während des gesamten Versuchs kontinuierlich gemessen. Der verwendete Versuchsaufbau ist in Abb. 3.3 neben einer schematischen Kraft-Eindringtiefe-Kurve aus dem instrumentierten Eindringversuch dargestellt. Die Last wird mit einer vorgegebenen Indentiertrate bis zur maximalen Prüflast aufgebracht. Ab diesem Punkt wird die Probe wieder vollständig entlastet.

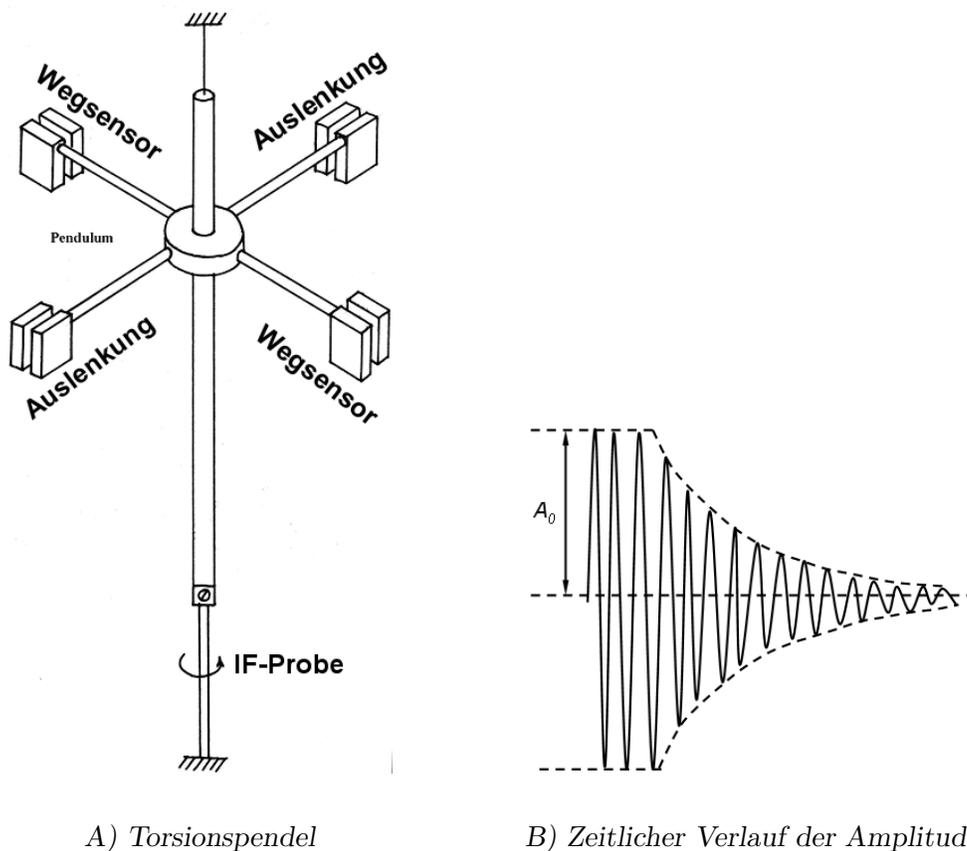
Aus gemessenen Eindringkurven lassen sich aus den Tangenten der Belastungs- bzw. Entlastungskurven Materialkennwerte wie z.B. der elastische Eindringmodul E_{IT} oder die Universalhärte (Martenshärte [183-185]) ableiten. Die erhaltenen Datensätze wurden hinsichtlich aussagefähiger Kennwerte zur Beschreibung der Reckalterungsempfindlichkeit von Werkstoffen analysiert, da verschiedene Arbeiten die Umrechnung von Härtewerten aus instrumentierter Eindringprüfung in Werkstoffkennwerte (z.B. $R_{p0.2}$) vorschlagen und diskutieren [186-192].

3.1.6 Internal Friction Messungen

Mit Internal Friction Messungen (\equiv Innere Reibung) ist die Wechselwirkung zwischen bewegten Versetzungen und Zwischengitteratomen bzw. deren Gehalt im Zwischengitter zu bestimmen. Allgemein beruht diese Methode auf einer temperaturabhängigen Dämpfung des Gesamtsystems aus Versuchsaufbau und Werk-

stoffprobe. Zur Messung innerer Reibung von Werkstoffen, werden in der Regel elektromagnetisch angeregte Torsionspendel im Hochvakuum eingesetzt, um Reibungsverluste unter atmosphärischen Bedingungen zu eliminieren. Das in dieser Arbeit verwendete Torsionspendel ist in Abb. 3.4 schematisch dargestellt.

Für die Bestimmung der Dämpfungseigenschaften mit der Temperatur an verschiedenen niedriglegierten Stählen wird das Torsionspendel bis zu einer definierten Auslenkung mit Hilfe von Elektromagneten angeregt und in freie Schwingung versetzt. Während der Schwingung werden die Amplitude und deren Entwicklung mit der Zeit verfolgt. Aus der Dämpfung des Systems ist es möglich den Parameter Q^{-1} (engl.: Internal Friktion Coefficient - IFC $\equiv Q^{-1}$) durch geeignete Auswertemethoden zu berechnen. Mit anderen Worten, es wird die Dämpfung des Systems, d.h. des untersuchten Werkstoffs, in Abhängigkeit der Tempera-



A) Torsionspendel

B) Zeitlicher Verlauf der Amplitude

Abb. 3.4: Internal Friction Messungen: A) Schematische Darstellung des verwendeten Torsionspendels, vgl. [193]; B) Zeitlicher Verlauf der Amplitude der erzeugten Schwingung im Torsionspendel.

tur und Frequenz aus der den zeitlichen Verlauf der Amplitude beschreibenden Schwingungsgleichung der Art

$$A_{\text{IF}} = A_{\text{IF},0} \cdot e^{-\frac{\pi f t}{Q}} \cdot \sin(2\pi f t + \phi_0) \quad (3.2)$$

bestimmt (vgl. Abb. 3.4). Durch geeignete Regression des aufgezeichneten Verlaufs der freien Schwingung über die Versuchsdauer lassen sich die in obiger Gleichung auftretenden Größen bestimmen. Zur Auswertung von Q^{-1} gegenüber der Temperatur sind die in einschlägiger Literatur beschriebenen Peaks zu beobachten (SNOEK, SNOEK-KÖSTER, etc.). Entsprechende Quellen zur Lage der Peaks für freien Stickstoff bzw. freien Kohlenstoff im Zwischengitter von α -Eisen finden sich z.B. in [194-196].

Die Daten wurden von einer an der Technischen Universität Helsinki entwickelten Messroutine zusammengestellt und in digitaler Form abgelegt und enthalten alle für eine Messung wichtigen Parameter, wie Temperatur, Frequenz, Q^{-1} , etc.. Als Darstellung wird eine Auftragung des IFC gegenüber der Temperatur gewählt. Aus dieser Darstellung ist durch Vergleich mit Literaturdaten ersichtlich, ob z.B. freier Stickstoff im System vorhanden ist oder nicht. Ferner kann anhand der Höhe des auftretenden Peaks der Gehalt an dem im Zwischengitter frei gelösten Stickstoff oder Kohlenstoff bestimmt werden [197, 198]. Die Grenze, bis zu welcher der Gehalt von interstitiell gelösten Fremdatomen detektiert werden kann, liegt für das verwendete Torsionspendel bei ca. 10 ppm. Hieraus ergibt sich die Tatsache, dass nicht für alle untersuchten Werkstoffe ein Stickstoff- bzw. Kohlenstoffpeak im Ausgangszustand ohne vorherige plastische Deformation (Torsion) der IF-Probe gefunden werden kann.

3.2 Metallographie

3.2.1 Probenpräparation

Alle mechanisch geprüften Werkstoffproben wurden nach DIN-Vorgaben (Prüfvorschriften) behandelt [199]. Die Rundzugproben für eine Oberflächenanalyse nach plastischer Verformung unter ausgewählten Verformungsbedingungen wurden vor mechanischer Verformung zunächst beschliffen und schließlich mit Diamantsuspension bis zu einer Körnung von $1 \mu\text{m}$ poliert. In diesem Zustand weist die Oberfläche eine mittlere Rauigkeit von $R_a \approx 0,05 \mu\text{m}$ auf. Diese Probenpräparation wurde angewendet, um die sich bildenden Verformungsstrukturen (Gleitstufen) an der Probenoberfläche nach CERT- bzw. SSRT-Versuchen untersuchen zu können.

Bei metallographischer Präparation wurde auf bewährte verformungsarme Trennmethode (z.B. „Low Speed“-Sägen) zurückgegriffen, um einen Einfluss auf die Analyse der lokalen Dehnung durch Präparationseffekte zu vermeiden.

Die mechanische Präparation von metallographischen Schlifflinien erfolgte nach aktuellem metallographischem Kenntnisstand anhand automatisierter Schleif- (SiC-Nassschleifpapier verschiedener Körnungen) und Poliermaschinen (Diamantsuspensionen auf Ethanolbasis bzw. Tonerden). Schließlich wurde auf eine Rückverfolgbarkeit der Orientierung der Schlifflinien hinsichtlich etwaiger Vorzugsrichtungen (Schweißrichtung, Spannungsachse, etc.) geachtet.

3.2.2 Bildgebende Verfahren

Zur Gefügeanalyse niedriglegierter Stähle wurden Ätzmethoden auf Säurebasis [200-205] und „Farbätzungen“ [206-208] zur Kontrastierung einzelner Gefügebestandteile angewendet. Bei Farbätzung wird kein selektiver Abtrag durch die Ätzlösung erzeugt, sondern ein wenige Nanometer dicker Film durch Rückfällung auf der Substratoberfläche abgeschieden. Durch Interferenzerscheinungen sind im Lichtmikroskop sehr feine Strukturen z.B. in einigen Fällen Gleitlinien sichtbar. Neben lichtoptischen Verfahren wurde bei großen Vergrößerungen und hoher Tiefenschärfe das Rasterelektronenmikroskop (REM) eingesetzt. Ferner wurden in einigen Fällen EDX-Messungen (engl.: Energy Dispersive X-Ray - EDX) zur Analyse von Einschlüssen oder Ausscheidungen auf Bruchflächen durchgeführt, um Fehlinterpretationen zu vermeiden.

3.2.3 EBSD-Messungen

Mit der Technik des „Electron Back Scatter Diffraction“ (EBSD) wurde in den letzten 20 Jahren eine Methode zur Analyse von kristallinen Strukturen entwickelt, welche die Lücke zwischen dem Rasterelektronenmikroskop und der klassischen Anwendungen der Röntgenfeinstrukturanalyse schließt [209, 210]. Durch Nutzung des Rasterelektronenmikroskops als Elektronenstrahlquelle ist neben den bekannten bildgebenden Verfahren auch ein Informationsgewinn hinsichtlich der Kristallstruktur an ein und derselben Probenstelle möglich. Hierdurch lassen sich z.B. korneätzte Werkstoffoberflächen im Bereich von Korngrenzen hinsichtlich der auftretenden Orientierungsunterschiede gezielt untersuchen.

In dieser Arbeit wurde die EBSD-Methode eingesetzt, um lokale Verformung in Werkstoffen zu charakterisieren [211]. Dies wird durch sogenannte „Mappings“ möglich, mit welchen in einem vorgegebenen Messfenster Informationen über die lokale Kristallorientierung und der „low-angle misorientation“ gegenüber dem unverformten Werkstoffzustand ermittelt werden. Die Ergebnisse lassen sich durch geeignete Kalibrierung des Systems in Dehnungen der untersuchten Probenstelle umrechnen [209, 212, 213]. Hierzu werden z.B. der „strainband contrast“ oder über ein Ausschlußverfahren sogenannte „Null“-Lösungen ausgewertet. Diese gehen auf Bildpunkte zurück, für welche keine rechnerische Lösung der Gitterparameter innerhalb der gesetzten Grenzen (zulässige Abweichungen) gefunden wird. Allerdings ist bei Interpretation von EBSD-Mappings auch Vorsicht geboten, da

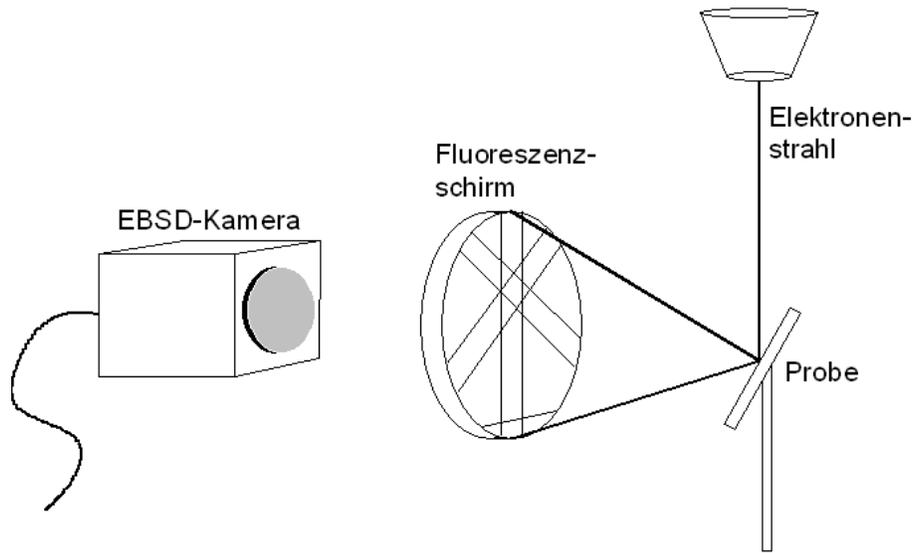


Abb. 3.5: Schematische Darstellung der Messanordnung bei Aufnahme von Strukturinformationen mit der Electron Back Scatter Diffraction-Methode (EBSD).

die EBSD-Methode hohe Anforderungen an die Probenpräparation der zu untersuchenden Oberfläche stellt, um nicht durch Probenpräparation verursachte Verformung als Artefakte zu messen [214]. Aus diesem Grund ist eine elektrochemische Politur der Werkstoffoberfläche unabdingbar, welche jedoch nicht in einer zu starken Reliefbildung auf der Oberfläche führen darf, wodurch EBSD-Messungen aufgrund des großen Kippwinkels erheblich gestört werden.

Die Messanordnung der EBSD-Methode ist in Abb. 3.5 schematisch dargestellt und beruht auf der Beugung von Elektronen an Netzebenen des Gitters der zu untersuchenden Werkstoffprobe. Der einfallende Elektronenstrahl trifft unter einem steilen Winkel von ca. 70° auf die Probenoberfläche. Durch BRAGGSche-Beugung der Elektronen an den Gitterebenen der untersuchten Probenoberfläche entstehen Interferenzmuster, sogenannte KIKUCHI-Linien. Grundlage beobachteter Beugungsphänomene ist die BRAGGSche-Gleichung (vgl. Gleichung 3.3).

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin(\Theta) \quad (3.3)$$

Die in Gleichung 3.3 auftretenden Größen sind die Beugungsordnung n , die Wellenlänge der Teilchen (Elektronen) λ , der Netzebenenabstand der beugenden Netzebenen d und der Beugungswinkel Θ . Diese Interferenzmuster werden auf einem fluoreszierenden Phosphorschirm abgebildet und schließlich mit einer Videokamera zur Datenanalyse eingelesen. Aus den Abweichungen in der Lage der Beugungsmuster (Verschiebungen, Winkeländerungen) zum unverformten

Werkstoffzustand bzw. der durch zunehmende plastische Verformung abnehmende Bildqualität lassen sich dann bei bekannter kristallographischer Struktur Bereiche lokaler Verformung bestimmen.

Der Brennfleck (hier: ca. 70 nm) bzw. das Wechselwirkungsvolumen bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV ermöglicht in horizontaler Richtung eine gute laterale Auflösung. Als Schrittweite der einzelnen Messpunkte wurden bei den orientierenden Messungen 500 nm und bei höher auflösenden Messungen 250 nm verwendet. Durch die starke Verkippung der Probe (ca. 70 °) und der damit elliptischen Schnittfigur der Streubirne mit der Probenoberfläche wird eine etwas geringere laterale Auflösung bei Verschiebung der Probe senkrecht zur ersten Richtung erzielt. Die starke Verzerrung ist auch bei der Zuordnung des „Messfensters“ auf der Probenoberfläche zu berücksichtigen.

3.2.4 Rauigkeitsmessungen

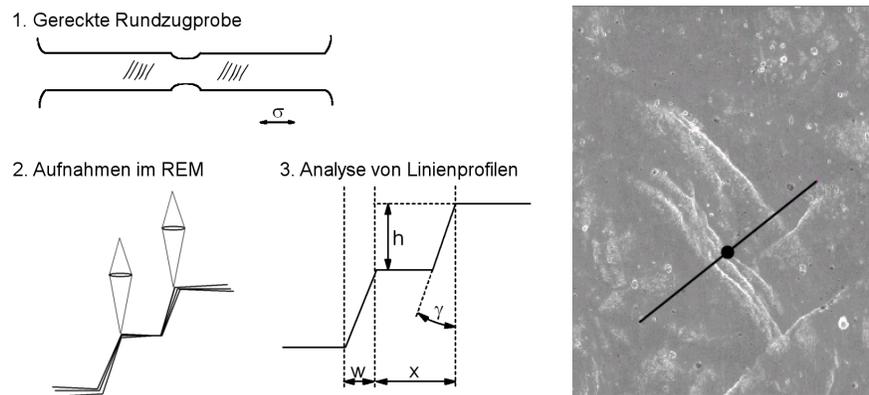
Zur orientierenden Analyse verformter Werkstoffoberflächen mit und ohne Einfluss dynamischer Reckalterung wurde die gängige Methode der Rauigkeitsmessung angewendet. Das verwendete Perthometer (MAHR Perthometer S5P) ist geeignet um Oberflächen (Taststrecke) nach dem Tastschnittverfahren zu beschreiben [215]. Hierzu wird durch eine horizontal bewegte Tastspitze die Gestalt der Oberfläche längs der ausgewählten Taststrecke in einem Oberflächenprofil wiedergegeben. Mit geeigneten Filtern wird aus dem gemessenen Profil die Rauigkeit R_a , R_z bzw. R_{max} sowie die Welligkeit W der Taststrecke berechnet und als Profil bzw. Messwert ausgegeben. Die Auflösungsgrenze des Gerätes ermöglicht zwar Unterschiede in der Oberflächenrauigkeit verformter Werkstoffoberflächen untereinander und im Vergleich zum unverformten Werkstoffzustand zu differenzieren, ist jedoch nicht geeignet einzelne Gleitstufen auszumessen [216].

3.2.5 Topographieanalyse

Mit dem Ziel die unterschiedlichen Ergebnisse aus den Rauigkeitsmessungen besser zu differenzieren und gebildete Gleitstufen quantitativ zu charakterisieren wurde die Topographie mit der Methode der Stereobildpaare analysiert. Aus Stereobildpaaren kann durch geeignete Rechenalgorithmen die Topographie gereckter Probenoberflächen abgebildet werden. Hierzu werden Oberflächenaufnahmen von gereckten Rundzugproben, welche zuvor in langsamen Zugversuchen plastisch verformt wurden, unter verschiedenen Kippwinkeln um eine durch den euzentrischen Punkt des Strahlenganges im Rasterelektronenmikroskop verlaufende Achsen als Graustufenbilder eingelesen (vgl. Abb. 3.6 A)). Aus den vorliegenden Stereobildpaaren wird rechnergestützt ein dreidimensionales Oberflächenmodell (DOM) berechnet. Aus dem digitalen Datensatz des Oberflächenmodells kann ein dreidimensionales Oberflächenabbild oder ein Höhenprofil entlang beliebiger interaktiver Schnittlinien in dem Datensatz zugrundeliegenden Graustufenbild

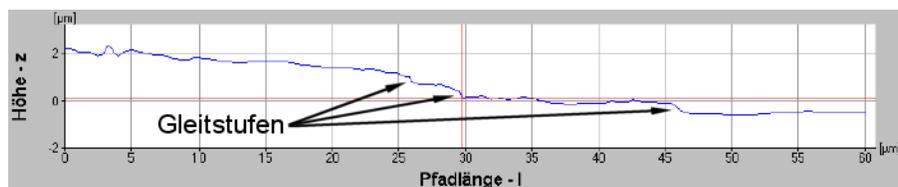
dargestellt werden (vgl. Abb. 3.6 B) und C)). Schließlich ist die Auswertung von Stufenhöhe h , -weite w und -abstand x aber auch die Berechnung von Rauigkeitswerten entlang ausgewählter Richtungen der Linienprofile möglich (vgl. Abb. 3.6 C)). Hierbei werden Stufen im Linienprofil mit Gleitstufen im Graustufenbild verglichen und anhand der zu jeder „Cursor“-Position im Linienprofil zugehörigen Topographiedaten die gesuchten Größen, wie z.B. h , berechnet.

Diese Methode zur Abbildung der Topographie eignet sich bis zu Dimensionen von 100-200 nm je nach Wahl der verwendeten Kathode und stellt somit bei den zu erwartenden Topographieunterschieden von einigen Mikrometern im Bereich von Gleitstufen eine geeignete Abbildungsmethode dar [217]. Es ist jedoch zu beachten, dass für eine statistische Belastbarkeit geeignete Bildausschnitte mit mindestens zehnfacher Abmessung im Vergleich zur analysierten Oberflächenstruktur gewählt werden. Die Probenoberfläche muss außerdem über einen ausreichenden Kontrast verfügen, um die Erkennung von genügend vielen Vergleichspunkten im jeweiligen Graustufenbild durch die Analysesoftware zu gewährleisten.



A) Vorgehen zur Messung

B) Interaktives Messfeld



C) Analysiertes Linienprofil zur Messung von Gleitstufenhöhen

Abb. 3.6: Vorgehen zur Messung der Topographie bei durchgeführter Oberflächenanalyse mittels „Stereobildpaaren“.

4. Ergebnisse

4.1 SSRT-Versuche an Laborluft

Anhand langsamer Zugversuche bei verschiedener Dehnrates und Temperatur wurde das plastische Verformungsverhalten der Werkstoffe hinsichtlich dynamischer Reckalterung untersucht. Hierzu wurden Rundzugproben unter jeweils konstanter Dehnrates und Temperatur bis zum Bruch bzw. bis zum Erreichen vorgegebener plastischer Dehnungen verformt. Die Dehnrates wurde zwischen $\dot{\epsilon} = 10^{-3}$ bis 10^{-6} s^{-1} und die Temperatur zwischen $T = \text{RT}$ bis $450 \text{ }^\circ\text{C}$ variiert, die Versuchsbedingungen jedoch für jeden langsamen Zugversuch konstant gehalten. Darüber hinaus wurde die Dehnratesempfindlichkeit ($\Delta\sigma/\Delta(\ln\dot{\epsilon})$) mit, während eines langsamen Zugversuchs in diskreten Abständen, wechselnder Dehnrates in Abhängigkeit der Temperatur bestimmt. Die Ergebnisse aus diesen Versuchen sind im Folgenden zusammengestellt.

4.1.1 Untersuchungen an Grundwerkstoffen

4.1.1.1 Ergebnisse am Werkstoff 15 NiCuMoNb 5

An zwei nach Schmelzanalyse und Werkstoffspezifikation identischen Werkstoffchargen des niedriglegierten Stahls 15 NiCuMoNb 5 (Handelsname: „WB36“, Chargen: *a* und *b*) und dem im Schwefelgehalt reduzierten und häufig eingesetzten Werkstoff 15 NiCuMoNb 5 S 1 („WB36mod“) wurde die Reckalterungsanfälligkeit niedriglegierter Stähle mit höherer Festigkeit für dünnwandige Bauteile untersucht. In Abb. 4.1 A-D) sind gemessene Spannungs-Dehnungs-Kurven bei zum Teil unterschiedlicher Dehnrates und variierender Temperatur dargestellt.

Bei allen Werkstoffen treten geringe unetete Fließerscheinungen („serrations“) auf, welche bei ausgeprägter Wechselwirkung am ehesten dem Typ B zuzuordnen sind (vgl. Kapitel 2.2.1). Allerdings wurden auch Kurven gemessen, welche aus Mischformen (Typ A und B) bestehen und solche bei denen keine „serrations“ auftraten. Die stärksten Wechselwirkungen sind unter gewählter Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ bzw. $\dot{\epsilon} = 1,7 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ in einem Temperaturbereich von $T = 150$ bis $215 \text{ }^\circ\text{C}$ zu beobachten. Dieser Temperaturbereich stimmt mit der zuvor bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ berechneten Temper-

atur maximaler Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Zwischengitteratomen von $T = 170 \pm 10$ °C überein (vgl. Abb. 2.3). Mit abnehmender Dehnrate bei gleicher Temperatur von $T = 220$ °C nimmt die Festigkeitssteigerung durch dynamische Reckalterung, wie zu erwarten ist, zu (vgl. Abb. 4.1 D), [10]).

In Spannungs-Dehnungs-Kurven der Werkstoffcharge *b* aus 15 NiCuMoNb 5 treten qualitativ stärkere „serrations“ als für die Charge *a* bzw. den Werkstoff 15 NiCuMoNb 5 S 1 auf. Dieses Ergebnis zeigt, dass es sich bei der Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung nicht um eine reine Werkstoffanfälligkeit, sondern viel mehr um eine chargenweise Anfälligkeit handelt, wobei nicht allein der Gehalt an gesamten Stickstoff charakteristisch ist, sondern auch andere Einflussgrößen wie z.B. der Aluminiumgehalt zu betrachten sind, welcher den Gehalt an interstitiellem Stickstoff beeinflusst (vgl. Tab. A.2, Kapitel 2.1.1).

4.1.1.2 Ergebnisse am Werkstoff 22 NiMoCr 3 7

In Abb. 4.1 E-H) sind Spannungs-Dehnungs-Kurven der untersuchten Stahlcharge aus 22 NiMoCr 3 7 in Abhängigkeit von Dehnrate und Temperatur vergleichend dargestellt. Auch dieser Werkstoff zeigt bei mittleren Temperaturen geringfügig „serrations“ im Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Unstetiges Fließen, hervorgerufen durch diskontinuierliche Gleitprozesse bei plastischer Verformung, liegt je nach gewählter Dehnrate im Bereich der Temperatur von $T = 150$ bis 250 °C vor. Allerdings wird bei dieser Werkstoffcharge aus 22 NiMoCr 3 7 im Vergleich zu den anderen niedriglegierten Stählen eine sehr geringe Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung gemessen. Dies wird auch durch geringere Festigkeitssteigerungen und Rückgang der Duktilitätskennwerte bei dynamischer Reckalterung quantifizierbar (vgl. Kapitel 4.1.1.4).

4.1.1.3 Ergebnisse am Werkstoff SA 508 Cl.2

Die am Werkstoff SA 508 Cl.2 gemessenen Spannungs-Dehnungs-Kurven sind in Abb. 4.1 I-L) zusammengestellt. Beim Vergleich dieser Ergebnisse mit den Kurven des Werkstoffs 22 NiMoCr 3 7 ist auffallend, dass Unregelmäßigkeiten in Spannungs-Dehnungs-Kurven etwas deutlicher ausfallen. Auch wird eine stärkere Zunahme der Zugfestigkeit bei mittleren Temperaturen gemessen. Im Vergleich mit den untersuchten Grundwerkstoffen 15 NiCuMoNb 5 und 15 NiCuMoNb 5 S 1 sind jedoch bei dieser Werkstoffcharge aus SA 508 Cl.2 in den Spannungs-Dehnungs-Kurven beobachtete „serrations“, wie auch beim Werkstoff 22 NiMoCr 3 7, eher gering.

4.1.1.4 Vergleich der Grundwerkstoffe

Zum quantitativen Vergleich der Werkstoffe hinsichtlich ihrer jeweiligen Reckalterungsempfindlichkeit wurde eine auf entsprechende Werte bei *RT* normierte

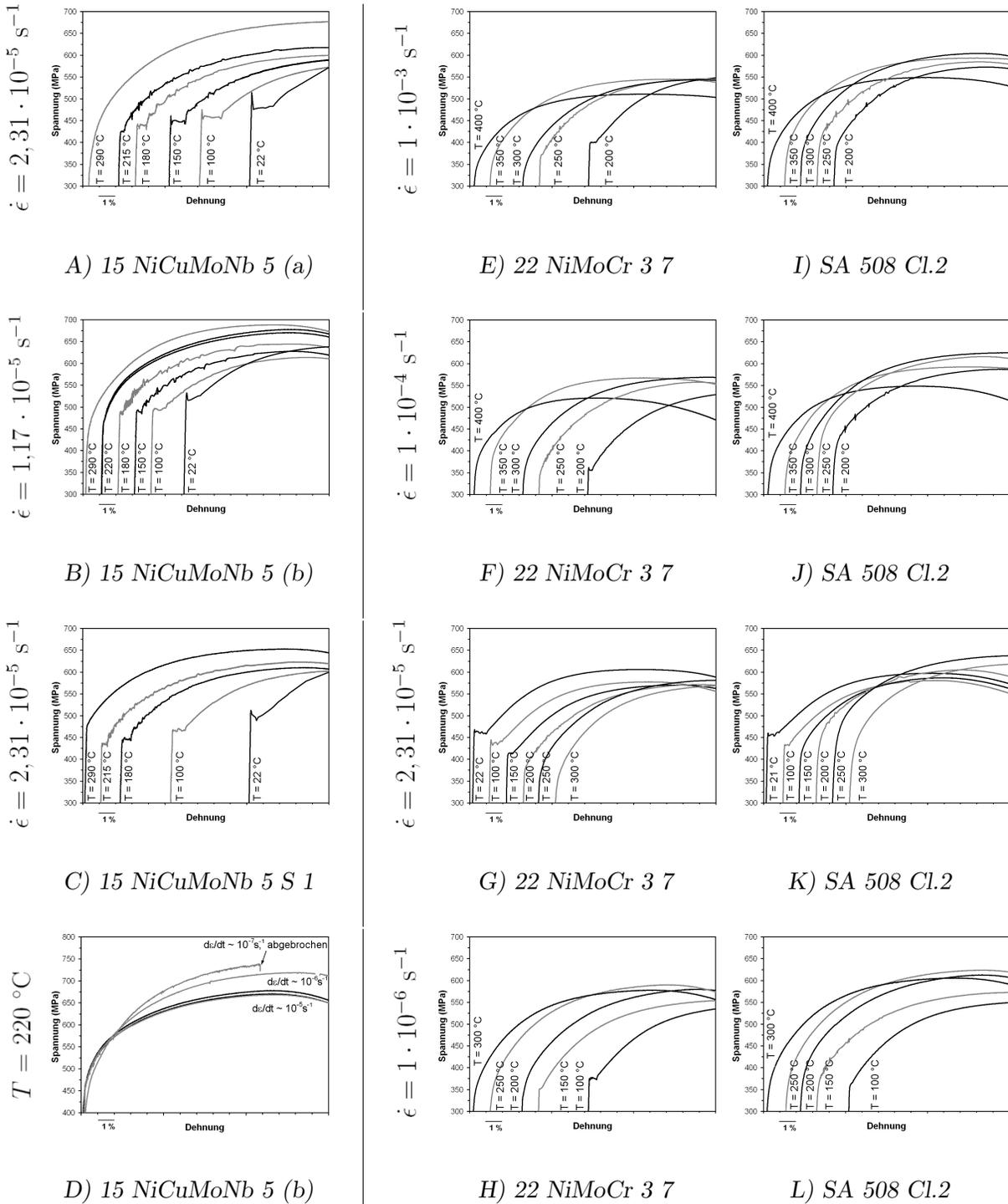
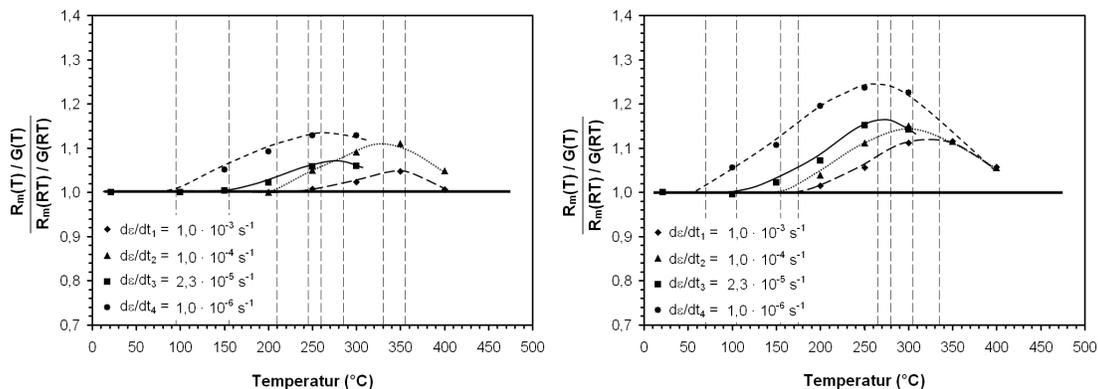


Abb. 4.1: Ergebnisse langsamer Zugversuche an den Werkstoffchargen 15 NiCuMoNb 5 (a), 15 NiCuMoNb 5 (b) und 15 NiCuMoNb 5 S 1 sowie der Werkstoffcharge 15 NiCuMoNb 5 (b) bei unterschiedlicher Dehnrates und konstanter Temperatur von $T = 220 \text{ }^\circ\text{C}$. Ferner an den Werkstoffen 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2 bei unterschiedlicher Dehnrates und Temperatur.

Zugfestigkeit als aussagekräftige Werkstoffkenngröße herangezogen. Bei thermisch aktivierter Überwindung von Hindernissen durch Versetzungen wird ein Abfall der thermischen Schubspannungskomponente τ_{TS} beobachtet. Ab einer Temperatur T_0 sind alle Hindernisse thermisch aktiviert und der Widerstand gegen plastische Verformung beschränkt sich auf eine athermische Komponente (Gitterpotential) [49]. Die hier ausgewertete Zugfestigkeit wurde daher noch mit dem Schubmodul G dividiert. Außerdem gibt die Zugfestigkeit die Unterschiede in plastischer Verformung durch große Beträge plastischer Dehnung im Werkstoff besser als z.B. die Streckgrenze wieder (vgl. Kapitel 2.2.4, [10]).

$$R_{m, \text{ normiert}} = \frac{R_m(T)/G(T)}{R_m(RT)/G(RT)} \quad (4.1)$$

Mit steigender Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ nach 10^{-3} s^{-1} verschieben sich die relative Festigkeitszunahme zu höheren Temperaturen (vgl. Abb. 4.2). Ebenso nimmt die Höhe der Kurven gegenüber der „Grundlinie“ ab und der Punkt, an welchem die „Grundlinie“ verlassen wird, verschiebt sich zu höheren Temperaturen. Dies gilt respektive für die Maxima der Kurvenverläufe. Es wird bei allen Dehnrates eine stärkere Zunahme der Zugfestigkeit bei mittleren Temperaturen des Werkstoffs SA 508 Cl.2 gemessen. Am Temperaturpunkt, wo die Kurven die



A) 22 NiMoCr 3 7
„niedrige“ DSA-Anfälligkeit

B) SA 508 Cl.2
„hohe“ DSA-Anfälligkeit

Abb. 4.2: Vergleich der normierten Zugfestigkeit $R_m(T)/G(T)/R_m(RT)/G(RT)$ in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrates.

Waagrechte verlassen („onset“, T_{Onset}), als auch am Punkt, wo sie ihren maximalen Betrag durchlaufen („peak“, T_{Peak}), wurde gemäß Gleichung 2.30 eine Aktivierungsenergie bestimmt (vgl. Tab. A.4). Die Beträge liegen geringfügig, jedoch nicht signifikant, niedriger als entsprechende Literaturangaben [218]. Ebenso wurde bei dynamischer Reckalterung, wie von anderen Autoren, eine negative Dehnratenabhängigkeit der Zugfestigkeit gemessen [10, 219, 220]. Zur Definition kritischer Verformungsbedingungen für dynamische Reckalterung wurde schließlich in Abb. 4.3 die Temperaturabhängigkeit der Dehnraten gemäß Gleichung 2.30 ausgewertet [45].

Aus diesem Diagramm ist ein „Anfälligkeitsfenster“ gegen dynamische Reckalterung bei mittleren Temperaturen in dem durch „serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Kurven gekennzeichneten Bereich abzuleiten. Für dieses Temperaturfenster wurde eine obere und untere Einhüllende der **ARRHENIUS**-Abhängigkeit $\ln(\dot{\epsilon})$ vs. $1/T$ bestimmt und Aktivierungsenergien für die Temperaturabhängigkeit der Dehnraten entsprechend Gleichung 2.30 berechnet. Die theoretisch berechneten Temperaturen (vgl. Kapitel 2.2.3, Streuband in Abb. 2.3), unter welchen durch dynamische Reckalterung maximale Wechselwirkungen ($\perp \leftrightarrow \text{FA}$) in Spannungs-Dehnungs-Kurven abzuleiten sind, decken sich mit dem aus SSRT-Versuchen experimentell bestimmten „Anfälligkeitsfenster“.

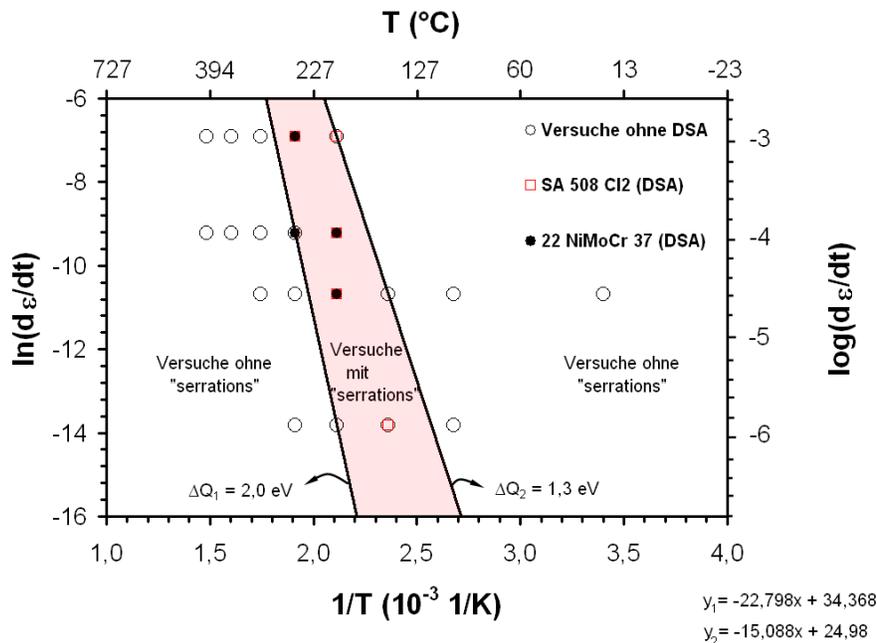


Abb. 4.3: Auswertung der Ergebnisse langsamer Zugversuche an den Grundwerkstoffen 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2.

4.1.2 Untersuchungen an Schweißzusatzwerkstoffen

4.1.2.1 Ergebnisse am Werkstoff FOX DMO IG

In Abb. 4.4 A-D) sind für FOX DMO IG Spannungs-Dehnungs-Kurven bei unterschiedlicher Dehnrates und Temperatur wiedergegeben. Mit abnehmender Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-3}$ zu 10^{-6} s^{-1} (von oben nach unten in Abb. 4.4) verschiebt sich der Bereich, in welchem starke alternierende Wechselwirkungen auftreten, zu niedrigeren Temperaturen. So treten bei einer konstanten Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ „serrations“ in einem Temperaturbereich von $T = 200$ bis 250 °C auf, wogegen bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ die Temperatur im Bereich von $T = 100$ bis 200 °C liegt. Die „serrations“ sind vereinzelt Typ A (z.B. $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $T = 150 \text{ °C}$) und in der Regel Kategorie B zuzuordnen. Es treten jedoch auch Mischformen der Kategorie B und C auf, bei welchen sich stark alternierende Bereiche aneinander reihen und bis zum Erreichen der Zugfestigkeit durch einen treppenartigen Verlauf gekennzeichnet sind (z.B. $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $T = 250 \text{ °C}$).

4.1.2.2 Ergebnisse am Werkstoff FOX DMO KB

Die Spannungs-Dehnungs-Kurven für FOX DMO KB zeigen in Anzahl und Amplitude in ähnlicher Weise und teils stärker ausgeprägte „serrations“ als bei FOX DMO IG (vgl. Abb. 4.4 E-H)). Die stärksten Wechselwirkungen treten ebenfalls unter den hier gewählten Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-3}$ bis 10^{-6} s^{-1} in einem Temperaturbereich von $T = 100$ bis 250 °C auf. Für den Werkstoff FOX DMO KB ist mit abnehmender Dehnrates auch eine Verschiebung des Temperaturbereiches ausgeprägter alternierender Wechselwirkungen zu kleineren Temperaturen festzustellen. Die „serrations“ sind nahezu alle dem Typ B und vereinzelt dem Typ C zuzuordnen.

4.1.2.3 Ergebnisse am Werkstoff Tenacito 65 R

Vergleicht man Tenacito 65 R mit den anderen Schweißzusatzwerkstoffen, so ist auffallend, dass bei jeder Dehnrates nur in einem sehr engen Temperaturfenster ein alternierender Spannungsverlauf mit geringen Beträgen der Spannungssprünge gemessen wurde (vgl. Abb. 4.4 I-L)). Sofern „serrations“ in den Spannungs-Dehnungs-Kurven auftreten sind diese in den meisten Fällen Typ A und vereinzelt Kategorie B zuzuordnen. Bei einzelnen Versuchen sind Bereiche unstetiger Verformung durch Bereiche stetiger Verformung miteinander verknüpft (z.B. $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $T = 250 \text{ °C}$).

4.1.2.4 Vergleich der Schweißzusatzwerkstoffe

Zum quantitativen Vergleich der unterschiedlichen Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung wurde ebenfalls die Zugfestigkeit R_m und deren Entwicklung

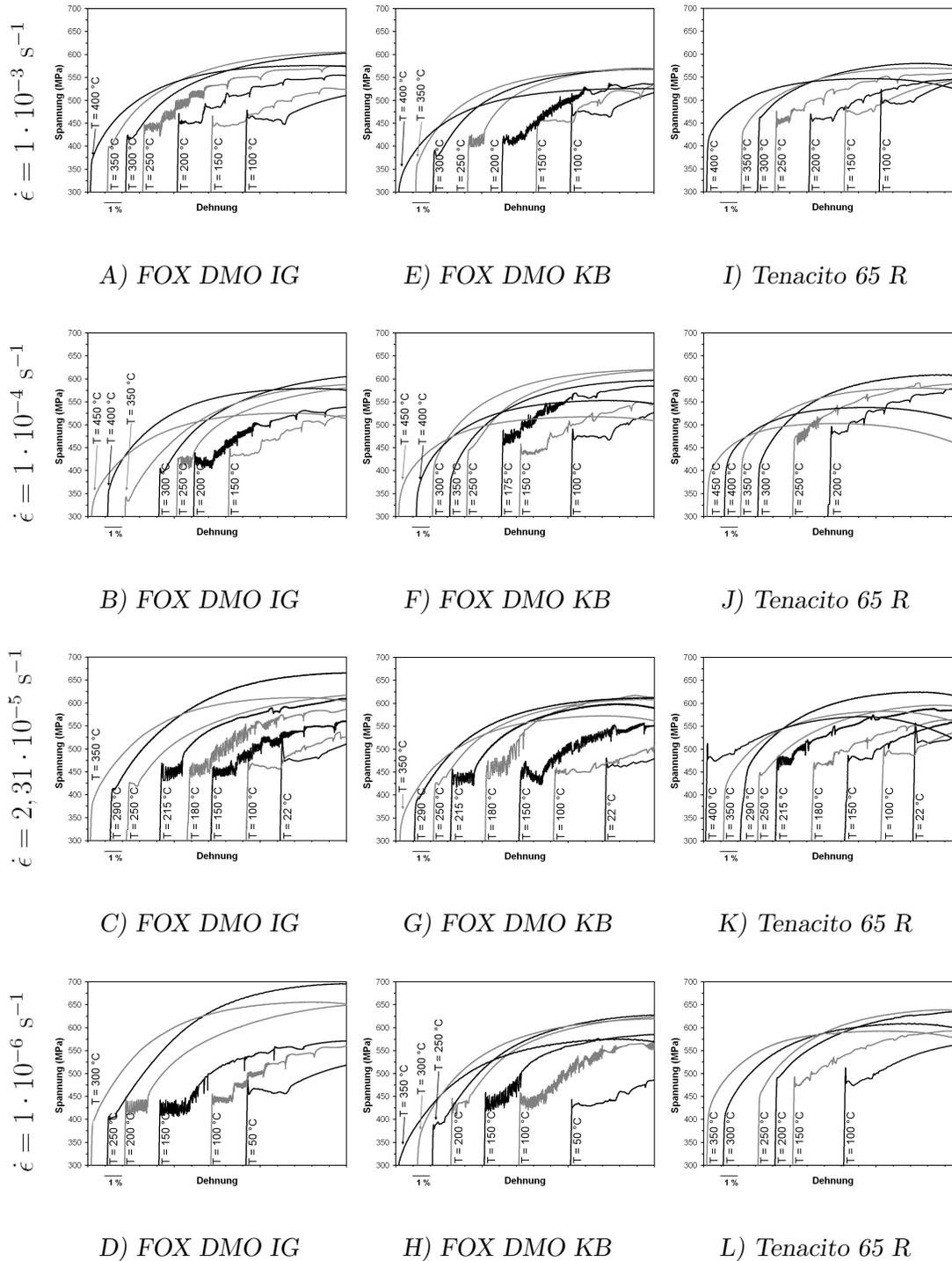
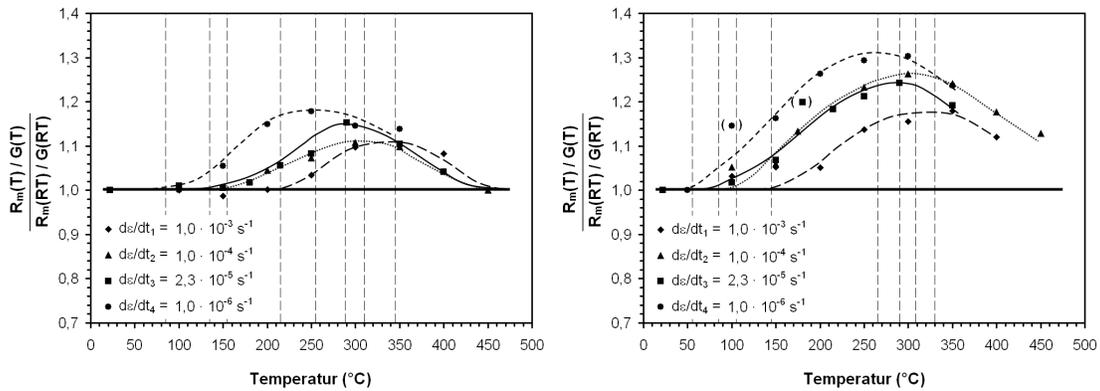


Abb. 4.4: Zusammenstellung der Spannungs-Dehnungs-Kurven aus langsamen Zugversuchen an FOX DMO IG, FOX DMO KB und Tenacito 65 R bei unterschiedlicher Dehnrates und Temperatur.



A) Tenacito 65 R
„niedrige“ DSA-Anfälligkeit

B) FOX DMO KB
„hohe“ DSA-Anfälligkeit

Abb. 4.5: Vergleich der normierten Zugfestigkeit $R_m(T)/G(T)/R_m(RT)/G(RT)$ in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnrage.

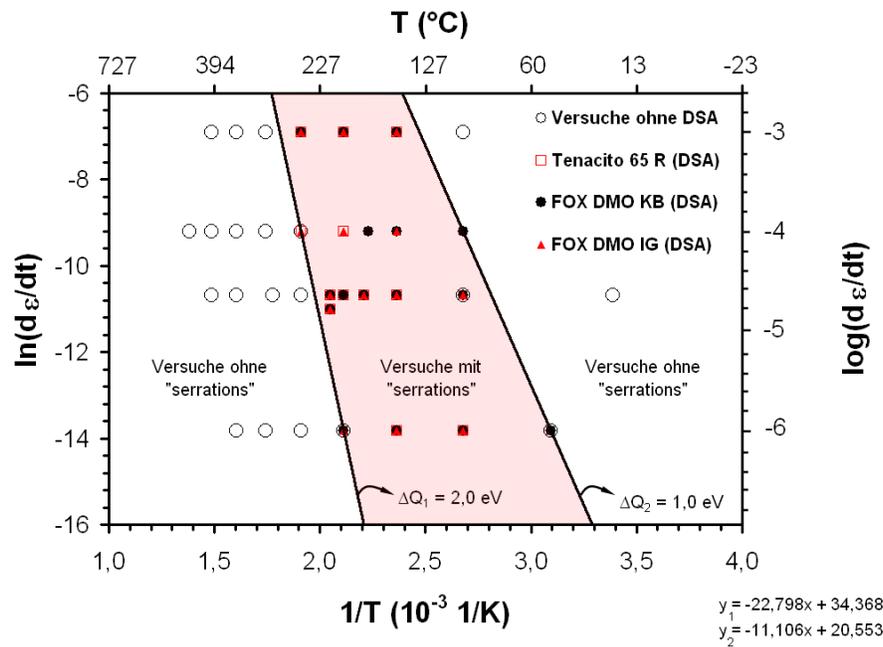


Abb. 4.6: Auswertung der Ergebnisse langsamer Zugversuche an Schweißzusatzwerkstoffen FOX DMO IG, FOX DMO KB und Tenacito 65 R.

mit der Temperatur bei verschiedenen Dehnraten ausgewertet (vgl. Abb. 4.5). Die Lage der Maxima verschiebt sich mit abnehmender Dehnrates zu niedrigeren Temperaturen. Dagegen nimmt die Festigkeitsüberhöhung mit abnehmender Dehnrates zu. Die höchste relative Festigkeitssteigerung (DSA-Empfindlichkeit) wird für den Werkstoff FOX DMO KB gemessen. Außerdem trat unter kritischen Verformungsparametern eine negative Dehnratesabhängigkeit der Zugfestigkeit auf, was auch von [10, 219, 220] bei Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung beobachtet wurde. Aus den Kurven wurde eine Aktivierungsenergie für dynamische Reckalterung anhand des „onset“- bzw. „peak-hardening“ bestimmt [10]. Diese liegt für das „onset-hardening“ im Rahmen der in Literatur veröffentlichten Werte (vgl. Tab. A.4, [218]). Im Vergleich mit den Grundwerkstoffen wurde jedoch ein breiterer Temperaturbereich mit „serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Kurven gemessen (vgl. Abb. 4.6).

4.2 Analyse von „serrations“ in σ - ϵ -Kurven

Zur quantitativen Beschreibung von „serrations“ im Spannungs-Dehnungs-Diagramm reckalterungsempfindlicher Werkstoffe wurden Höhen und Verteilung der Spannungssprünge analysiert. Die Spannungssprünge wurden in positiver und negativer Sprungrichtung ausgemessen und haben Beträge von $\Delta\sigma \leq 60$ MPa. Zur statistischen Auswertung der gewonnenen Daten wurden Mittelwert, Standardabweichung und Wahrscheinlichkeitsdichte berechnet. Dabei wurde die Annahme gemacht, dass die Beträge der Spannungssprünge der Population der GAUSSschen-Normalverteilung entsprechen. Die ausgewerteten Versuche sind in Abb. 4.7 durch Kreise, Ausschnitte der Spannungs-Dehnungs-Kurve und je nach Verformungsbedingungen mit a) bis d) gekennzeichnet. In nebenstehendem Diagramm sind Kurven der Wahrscheinlichkeitsdichte

$$f(\Delta\sigma) = \frac{1}{\mu \cdot \sqrt{2} \cdot \pi} \cdot \exp\left(-\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\Delta\sigma - \bar{\Delta\sigma}}{\mu}\right)^2\right) \quad (4.2)$$

in Abhängigkeit der jeweiligen Verformungsparameter ($\dot{\epsilon}$, T) wiedergegeben (μ Standardabweichung, $\bar{\Delta\sigma}$ Erwartungswert).

Standardabweichung und Mittelwert der Spannungssprünge (Erwartungswert) nehmen für den Werkstoff FOX DMO IG mit zunehmender Temperatur und konstanter Dehnrates, d.h. mit zunehmender Festigkeitssteigerung durch dynamische Reckalterung, zu (a \rightarrow b bzw. c \rightarrow d). Bei gleicher Temperatur von $T = 150$ °C tritt mit zunehmender Dehnrates (b \rightarrow c) eine Herabsetzung der Festigkeitssteigerung und des Mittelwertes auf. Für den Werkstoff FOX DMO KB wird bei konstanter Dehnrates und ansteigender Temperatur keine merkliche Zunahme der Standardabweichung beobachtet (a \rightarrow b bzw. c \rightarrow d). Allerdings tritt auch hier

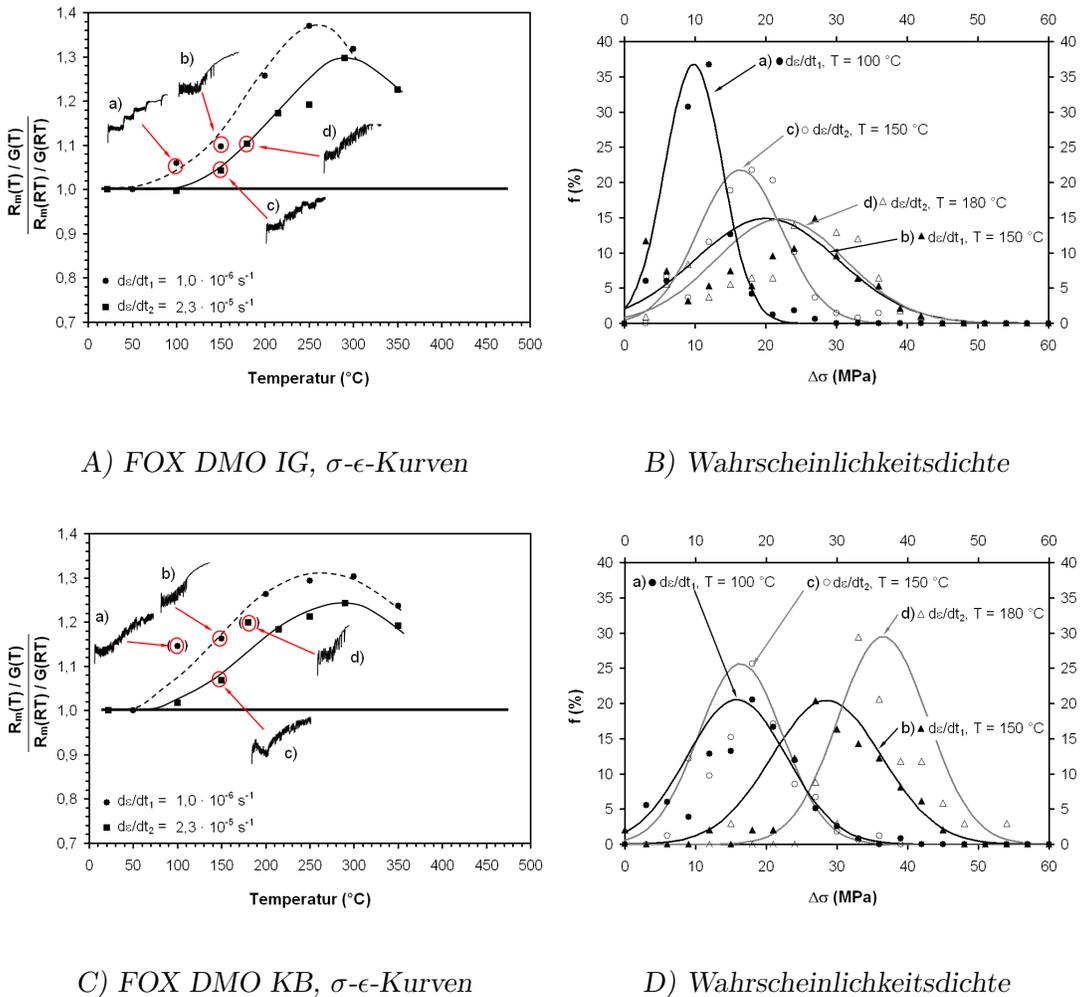


Abb. 4.7: Statistische Auswertung der „serrations“ in den Spannungs-Dehnungs-Diagrammen der Werkstoffe FOX DMO IG und FOX DMO KB.

eine Zunahme des Mittelwertes mit steigender Temperatur auf. Bei konstanter Temperatur von $T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$ und zunehmender Dehnrates ($b \rightarrow c$) zeigt sich wie bei FOX DMO IG eine Herabsetzung des Mittelwertes. Schließlich werden für FOX DMO KB, welcher in den Spannungs-Dehnungs-Diagrammen die stärkste Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung zeigt, stets die größten Mittelwerte der Spannungssprünge berechnet.

Eine statistische Auswertung der „serrations“ in den Spannungs-Dehnungs-Diagrammen des Schweißzusatzwerkstoffes Tenacito 65 R und der Grundwerkstoffe führte aufgrund der geringen Anzahl und geringen Sprunghöhe der „serrations“ zu keinem aussagekräftigen Ergebnis. Außerdem wurde unter Anwendung der schnellen FOURIER-Analyse die Auswertung der Sprungfrequenzen der

Spannungssprünge angestrebt [221, 222]. Die fouriertransformierten Werte der Spannungs-Dehnungs-Kurve zeigen bei alternierenden Spannungsschwankungen zwar eine Verbreiterung des Frequenzspektrums, es lassen sich jedoch keine signifikanten Unterschiede hinsichtlich unterschiedlicher Reckalterungsempfindlichkeit von Werkstoffen ableiten, weshalb auf eine detaillierte Darstellung der Ergebnisse an dieser Stelle verzichtet wird.

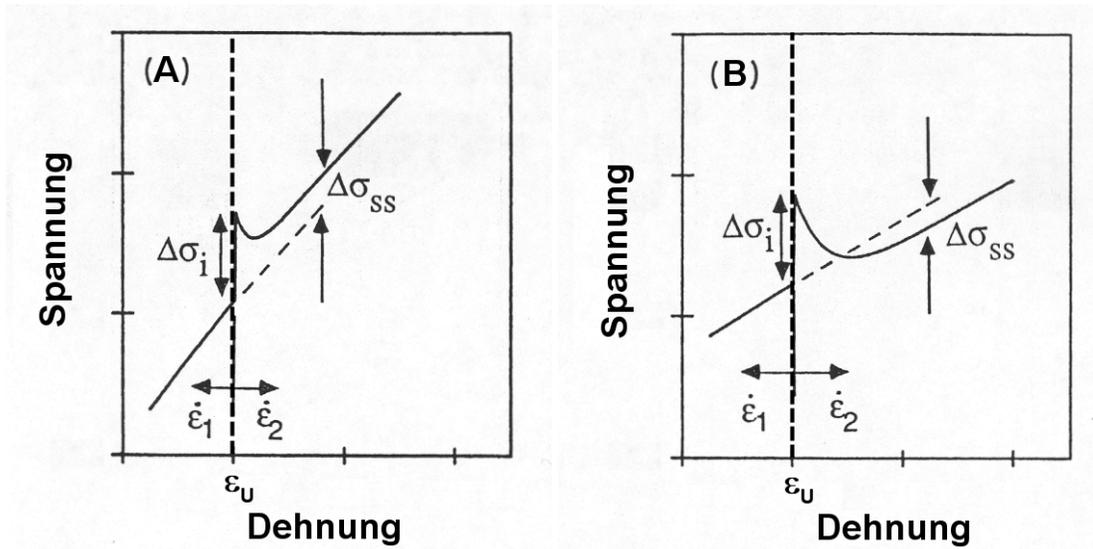
4.3 Dehnratenempfindlichkeit

Zur quantitativen Beschreibung des unstetigen Verformungsverhaltens ist die von diversen Autoren als Dehnratenempfindlichkeit benannte Größe ein wichtiger Werkstoffparameter [46, 61, 223-226]. Die Dehnratenempfindlichkeit ist definiert als Quotient aus Sprungantwort in der Spannung hervorgerufen durch Umschalten der konstanten Dehnraten im einsinnigen Zugversuch und der Differenz des Logarithmus der verschiedenen Dehnraten (vgl. Gleichung 4.3). Bei der Versuchsdurchführung wird die konstante Dehnraten an einem beliebigen Punkt im Bereich der plastischen Dehnung ϵ_U von einer Dehnraten $\dot{\epsilon}_1$ auf eine Dehnraten $\dot{\epsilon}_2$ reduziert oder erhöht. Die Antwort des Systems resultiert in einem Sprung in der Spannung.

$$\Theta = \frac{\Delta\sigma}{\Delta \ln(\dot{\epsilon})} \quad (4.3)$$

Von einer Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung bzw. „jerky flow“ ist bei negativer Dehnratenempfindlichkeit ($\Theta \leq 0$) auszugehen [61, 223, 224, 227, 228]. In Abb. 4.8 sind exemplarisch zwei Fälle für eine Sprungantwort in der Spannung wiedergegeben. Im Beispiel in Abb. 4.8 wird bei einer Dehnung ϵ_U von der Dehnraten $\dot{\epsilon}_1$ auf die Dehnraten $\dot{\epsilon}_2$ umgeschaltet. Sofort nach Umschalten wird durch die Dynamik der verwendeten Prüfmaschine und der sich neu einstellenden quasi-statischen Verfestigungsrate ein Ausschlag $\Delta\sigma_i$ (instantaneous) beobachtet. Berechnet man aus dieser Größe die Dehnratenempfindlichkeit, so liegt bei allen Dehnratenwechseln stets ein positiver Wert gemäß Gleichung 4.3 vor [61]. Betrachtet man hingegen die nach Einstellung des neuen dynamischen Gleichgewichtes vorliegende Verfestigungskurve und die Sprungantwort $\Delta\sigma_{ss}$ (steady state) so wird je nach Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung ein positiver oder negativer Wert der Dehnratenempfindlichkeit bestimmt.

In Abb. 4.8 A) liegt unter den angenommenen Versuchsbedingungen mit $\dot{\epsilon}_1 \leq \dot{\epsilon}_2$ eine positive Dehnratenempfindlichkeit Θ_{ss} vor, welche für normale Verformung ohne dynamische Reckalterung bestimmt wird. In Abb. 4.8 B) wird genau der umgekehrte Fall im Vorzeichen der Dehnratenempfindlichkeit aus $\Delta\sigma_{ss}$ bestimmt. Unmittelbar nach Umschalten der Dehnraten von $\dot{\epsilon}_1$ nach $\dot{\epsilon}_2$ liegt ebenso eine Sprungantwort in Form von $\Delta\sigma_i$ vor. Die daraus berechnete Dehnratenempfindlichkeit ist unter Beibehalt der Beträge von $\dot{\epsilon}_1$ und $\dot{\epsilon}_2$ ($\dot{\epsilon}_1 \leq \dot{\epsilon}_2$) ebenso



A) $\Theta_i \geq 0$ und $\Theta_{ss} \geq 0$

B) $\Theta_i \geq 0$ und $\Theta_{ss} \leq 0$

Abb. 4.8: Schematische Gegenüberstellung von „positiver“ und „negativer“ Dehnratenempfindlichkeit Θ aus langsamen Zugversuchen mit Wechsel einer abschnittsweise konstanten Dehnraten (vgl. [61, 229]).

positiv. Hingegen wird nun aus $\Delta\sigma_{ss}$ eine negative Dehnratenempfindlichkeit aus Gleichung 4.3 berechnet. Dies ist kennzeichnend für eine Anfälligkeit der untersuchten Werkstoffcharge gegen dynamische Reckalterung bzw. un stetiges Fließen („jerky flow“).

4.3.1 Schweißzusatzwerkstoffe

In Abb. 4.9 A) bis D) sind für die Schweißzusatzwerkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R zu verschiedenen Temperaturen während der „Umschaltversuche“ charakteristische Spannungs-Dehnungs-Kurven vergleichend wiedergegeben. Die vertikalen Geraden in den Diagrammen kennzeichnen die Punkte an welchen die Dehnraten von $\dot{\epsilon}_1$ auf $\dot{\epsilon}_2$ bzw. umgekehrt umgestellt wurde. Die Versuche wurden mit einer konstanten Dehnraten von $\dot{\epsilon}_1 = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ begonnen und nach einer plastischen Dehnung von $\epsilon_{pl} \approx 3\%$ wurde auf eine geringere Dehnraten von $\dot{\epsilon}_1 = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ reduziert ($\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1 = 0,1$). Nach einem weiteren Intervall der plastischen Dehnung von $\epsilon_{pl} \approx 3\%$ wurde die Dehnraten wieder auf einen Wert von $\dot{\epsilon}_1 = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ beschleunigt. Dieser Wechsel der Dehnraten wurde ebenfalls bei einer plastischen Dehnung von $\epsilon_{pl} \approx 9\%$ bzw. $\epsilon_{pl} \approx 12\%$ wiederholt. Bei einer Gesamtdehnung von $\epsilon_{ges} \geq 12\%$ und nach Erreichen der Zugfestigkeit wurden die Rundzugproben vollständig entlastet und mit einer beginnenden Einschnürung zur weiteren Untersuchung der verformten Werkstoffoberfläche (z.B. Gleitstufen) ausgebaut.

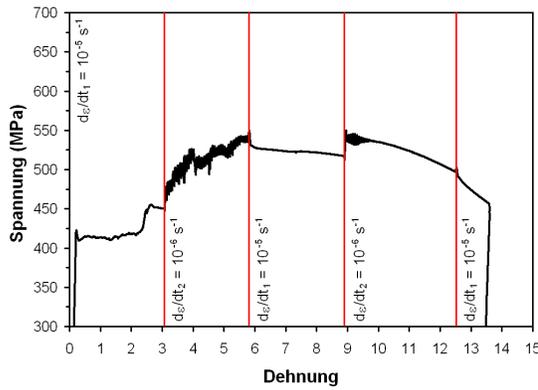
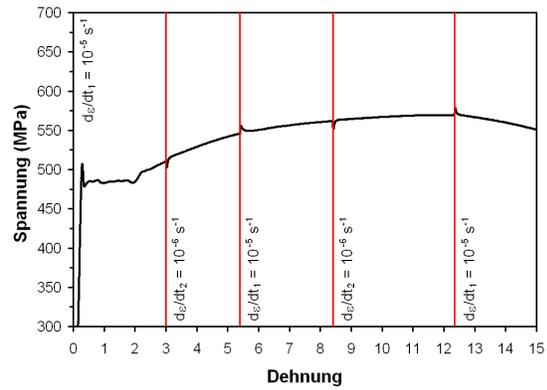
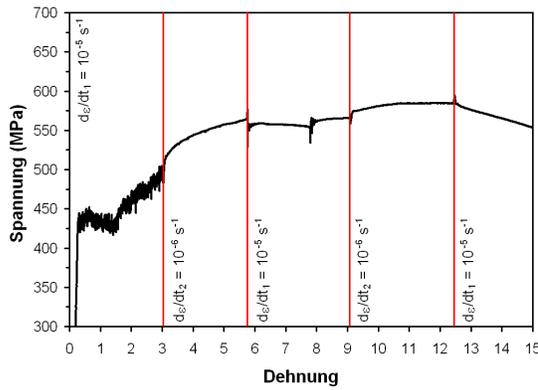
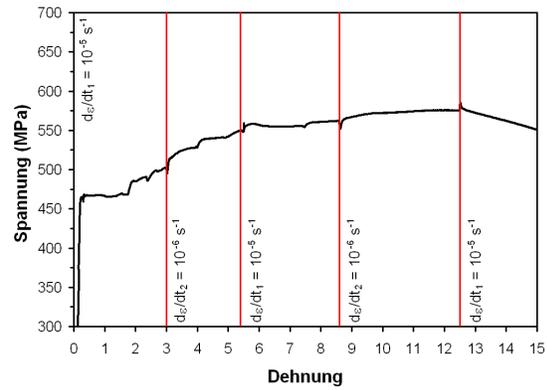
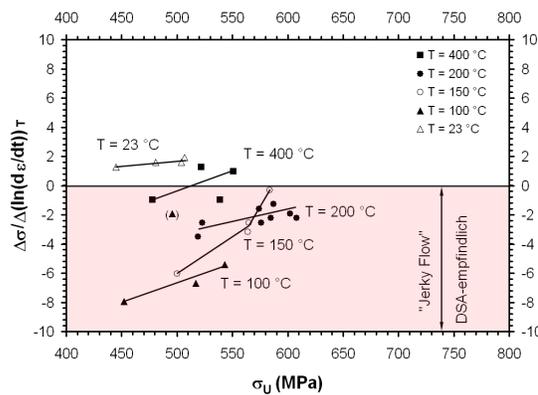
Die aus den „Umschaltversuchen“ zu verschiedenen Temperaturen bestimmte Dehnratenempfindlichkeit ist in Abb. 4.9 E) und F) werkstoffvergleichend über der beim Wechsel der Dehnraten vorliegenden Spannung σ_U dargestellt. In beiden Diagrammen ist festzustellen, dass bei einer Temperatur von $T = 23 \text{ }^\circ\text{C}$ eine positive Dehnratenempfindlichkeit vorliegt. Dies deckt sich mit Ergebnissen aus langsamen Zugversuchen (vgl. Kapitel 4.1.2) bei denen bei einer Temperatur kleiner $T = 100 \text{ }^\circ\text{C}$ keine „serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Kurven auftraten.

Für Temperaturen zwischen $T = 100 \text{ }^\circ\text{C}$ und $T < 400 \text{ }^\circ\text{C}$ wurde eine negative Dehnratenempfindlichkeit bestimmt. In diesem Temperaturbereich treten auch in den langsamen Zugversuchen bei Dehnraten von $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und $\dot{\epsilon} = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ „serrations“ auf. Besonders interessant ist z.B. der „Umschaltversuch“ an FOX DMO KB bei einer Temperatur von $T = 100 \text{ }^\circ\text{C}$. Beim Wechsel auf die geringere Dehnraten $\dot{\epsilon}_2$ treten deutliche „serrations“ auf, welche bei Erhöhung der Dehnraten auf $\dot{\epsilon}_1$ wieder verschwinden (vgl. Abb. 4.9 A)). Dagegen zeigt der Versuch bei $T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$ zu Beginn deutliche „serrations“ in der Spannungs-Dehnungs-Kurve und beim Wechsel auf $\dot{\epsilon}_2$ liegt eine glatte Spannungs-Dehnungs-Kurve vor (vgl. Abb. 4.9 C)). Diese Ergebnisse belegen die Tatsache, dass nur bei geeigneter Wahl der Versuchsparameter ($\dot{\epsilon}$, T) un stetige Verformung in der Spannungs-Dehnungs-Kurve auftritt [230]. Der Umkehrschluß auf Reckalterungsunempfindlichkeit aus glatten Spannungs-Dehnungs-Kurven unter eventuell „ungünstigen“ Verformungsbedingungen ist nicht unzulässig.

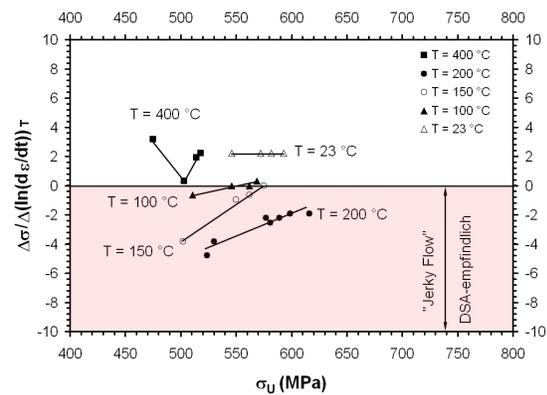
Bei einer Temperatur von $T = 400 \text{ }^\circ\text{C}$ liegt bei Tenacito 65 R stets eine positive Dehnratenempfindlichkeit vor, was mit Ergebnissen aus den bis zum Bruch verformten Zugproben übereinstimmt (vgl. Kapitel 4.1.2). Anders verhält sich dagegen FOX DMO KB bei $T = 400 \text{ }^\circ\text{C}$. Zu Beginn der plastischen Verformung liegt eine negative und nach ausreichender Verfestigung eine positive Dehnratenempfindlichkeit vor. Mit zunehmender Dehnung, d.h. Verfestigung, steigt die Anzahl der Versetzungen an. Eine Umverteilung der Zwischengitteratome, welche mit steigender Versetzungsdichte in Clustern um Versetzungslinien gepinnt bleiben, ist die Folge und es tritt keine Beeinträchtigung der Abgleitprozesse mehr auf. Die Verschiebung einer zunächst negativen zu einer mit zunehmender Verfestigung positiven Dehnratenempfindlichkeit ist auch für andere Temperaturen bei Tenacito 65 R gemessen worden (z.B. $T = 100 \text{ }^\circ\text{C}$). Vergleicht man hierzu die entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Kurven im langsamen Zugversuch, treten nur bei kleinen plastischen Dehnungen „serrations“ auf.

4.3.2 Grundwerkstoffe

In Abb. 4.10 A) bis D) sind Spannungs-Dehnungs-Kurven zur Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit an den beiden Grundwerkstoffen 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2 zusammengestellt. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven zeigen in diskreten Abständen der Dehnung Sprünge, welche durch das Umschalten der Dehn-

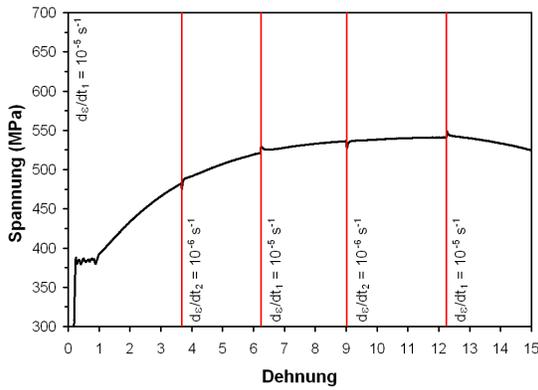
A) FOX DMO KB, $T = 100\text{ °C}$ B) Tenacito 65 R, $T = 100\text{ °C}$ C) FOX DMO KB, $T = 150\text{ °C}$ D) Tenacito 65 R, $T = 150\text{ °C}$ 

E) FOX DMO KB

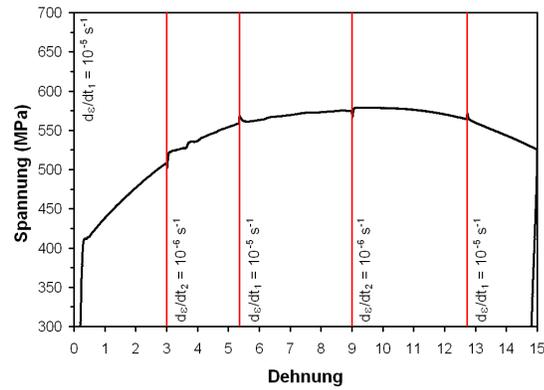


F) Tenacito 65 R

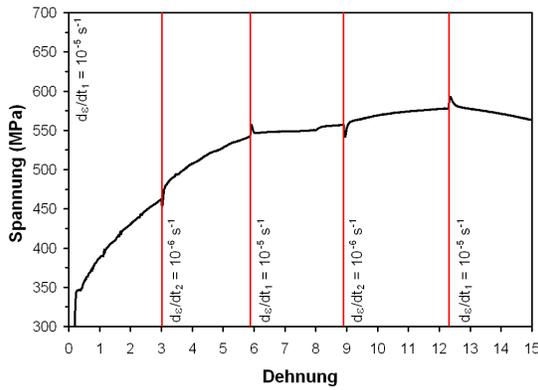
Abb. 4.9: A-D): Auswahl von Spannungs-Dehnungs-Kurven der durchgeführten „Umschaltversuche“ an den Schweißzusatzwerkstoffen FOX DMO KB und Tenacito 65 R ($\dot{\epsilon}_1 = 10^{-5}\text{ s}^{-1}$ bzw. $\dot{\epsilon}_2 = 10^{-6}\text{ s}^{-1}$ und verschiedene Temperaturen); E+F): Gegenüberstellung der Dehnratenempfindlichkeit.



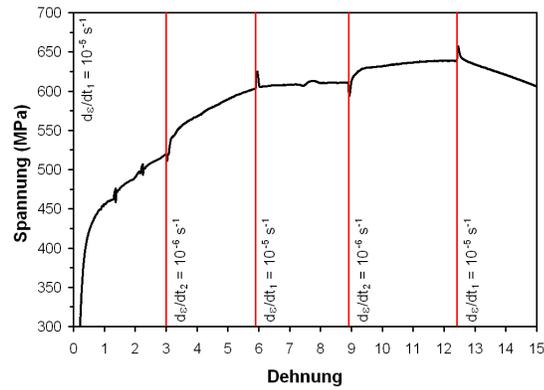
A) 22 NiMoCr 3 7, $T = 100\text{ °C}$



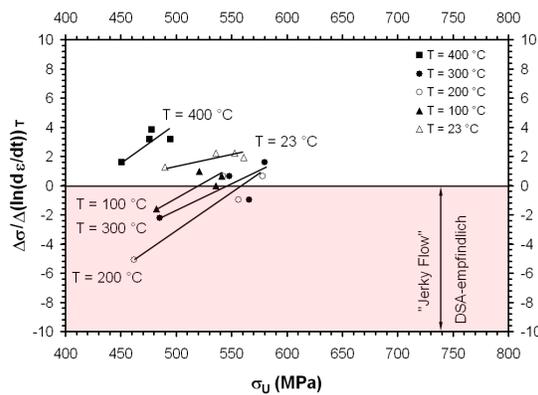
B) SA 508 Cl.2, $T = 100\text{ °C}$



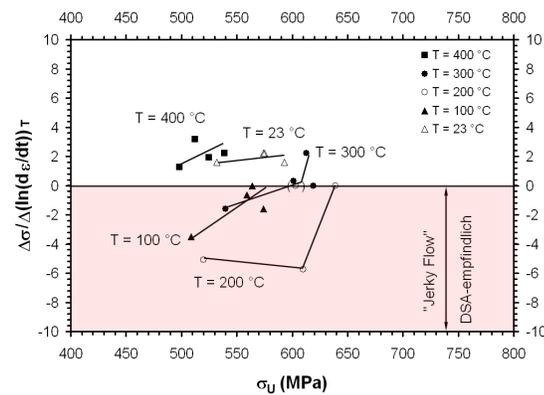
C) 22 NiMoCr 3 7, $T = 200\text{ °C}$



D) SA 508 Cl.2, $T = 200\text{ °C}$



A) 22 NiMoCr 3 7



B) SA 508 Cl.2

Abb. 4.10: A-D): Auswahl von Spannungs-Dehnungs-Kurven der durchgeführten Umschaltversuche an den Grundwerkstoffen 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2 ($\dot{\epsilon}_1 = 10^{-5}\text{ s}^{-1}$ bzw. $\dot{\epsilon}_2 = 10^{-6}\text{ s}^{-1}$ und verschiedene Temperaturen); E+F): Gegenüberstellung der Dehnratenempfindlichkeit.

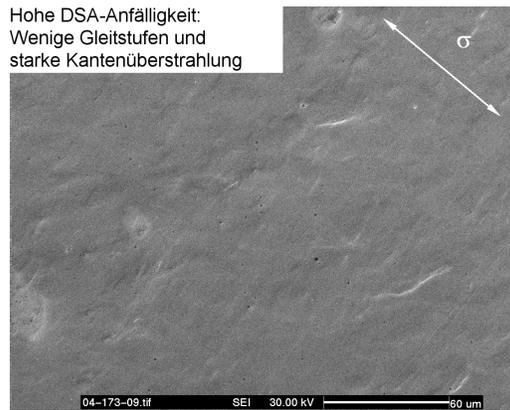
rate zwischen $\dot{\epsilon}_1 = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und $\dot{\epsilon}_2 = 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ verursacht wurden. Die Sprünge fallen im Vergleich mit den Schweißzusatzwerkstoffen gering aus. Die Lage der Kurvenabschnitte stetiger Verformung vor und nach Wechsel der Dehnrates sind gegeneinander verschoben. Bei tiefen und hohen Temperaturen liegt beim ersten Umschaltzeitpunkt nach Wechsel der Dehnrates eine niedrigere Spannung als vor dem Wechsel der Dehnrates vor, wogegen bei mittleren Temperaturen an diesem Sprung eine höhere Spannung bestimmt wird. Daraus resultiert unter den gewählten Verformungsbedingungen eine positive Dehnratesempfindlichkeit bei niedrigen und hohen Temperaturen und eine negative Dehnratesempfindlichkeit bei mittleren Temperaturen. Die Dehnratesempfindlichkeit ist in Abb. 4.10 E) und F) in Abhängigkeit der Spannung beim Wechsel der Dehnrates zu verschiedenen Temperaturen dargestellt. Der Vergleich der beiden Werkstoffe untereinander zeigt bei einer Temperatur von $T = 100 \text{ °C}$ bzw. $T = 200 \text{ °C}$ eine negativere Dehnratesempfindlichkeit für den Werkstoff SA 508 Cl.2.

Zu Beginn der Verformungskurven (kleine Werte der Spannung) stimmen die Beträge der Dehnratesempfindlichkeit dagegen für die beiden Werkstoffe überein. Mit zunehmender Verformung, d.h. zunehmender Verfestigung, nimmt der negative Betrag der Dehnratesempfindlichkeit für 22 NiMoCr 3 7 schneller ab als für SA 508 Cl.2. Dies wird z.B. beim Vergleich der Kurven bei $T = 300 \text{ °C}$ deutlich. Hier ist für den Werkstoff 22 NiMoCr 3 7 schon nach $\epsilon_{pl} \approx 6 \%$ Dehnung eine Dehnratesempfindlichkeit $\Theta_{ss} \geq 0$ bestimmt worden, wogegen für SA 508 Cl.2 erst zum Ende des Versuchs ein positiver Wert der Dehnratesempfindlichkeit vorliegt.

4.4 Oberflächenanalyse von Rundzugproben

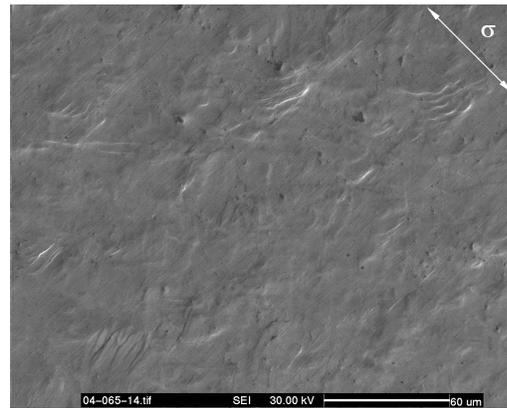
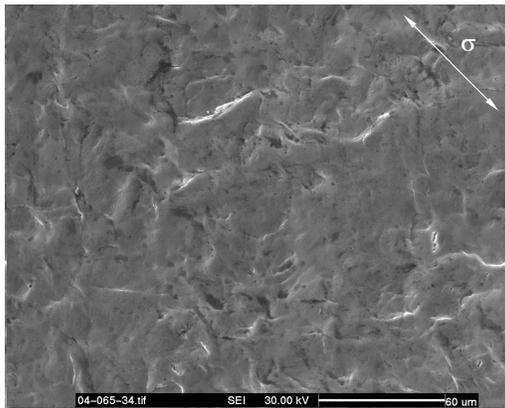
4.4.1 Oberflächenaufnahmen von Rundzugproben

Das mikroskopische Verformungsverhalten wurden an Oberflächen von einachsig gereckten Rundzugproben analysiert. Die Rundzugproben stammen aus Versuchen zur Bestimmung der Dehnratesempfindlichkeit (vgl. Kapitel 4.3). Sie wurden vor mechanischer Belastung beschliffen und mit Diamantsuspension der Körnung $1 \mu\text{m}$ poliert. Der so definierte Ausgangszustand wurde für alle untersuchten Oberflächen eingestellt und führt zu einer mittleren Rauigkeit von $R_a \approx 0,05 \mu\text{m}$ (vgl. Kapitel 4.4.2). Durch die Probenpräparation können jedoch feinste Kratzer nicht vermieden werden, welche senkrecht zur Normalspannungsachse der Rundzugproben orientiert sind. Die einachsigen Zugversuche wurden bis zur Überschreitung der Gleichmaßdehnung gereckt. Bei der Auswertung wurde zwischen drei Bereichen unterschieden: „Gleichmaßdehnung“, „Übergang“ und „Einschnürung“. Zum Vergleich der gereckten Oberflächen wurde auf exemplarische Aufnahmen der verschiedenen Bereiche unter für dynamische Reckalterung kritischen Verformungsbedingungen zurückgegriffen (vgl. Abb. 4.11 bzw. 4.12).



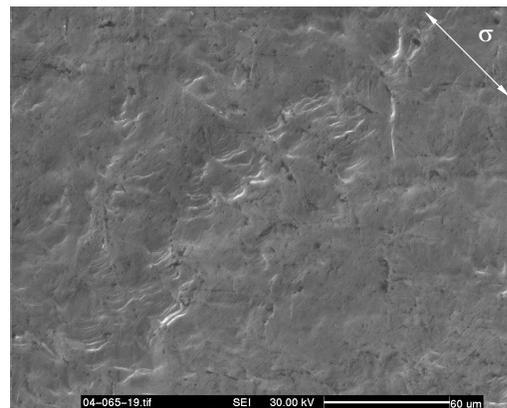
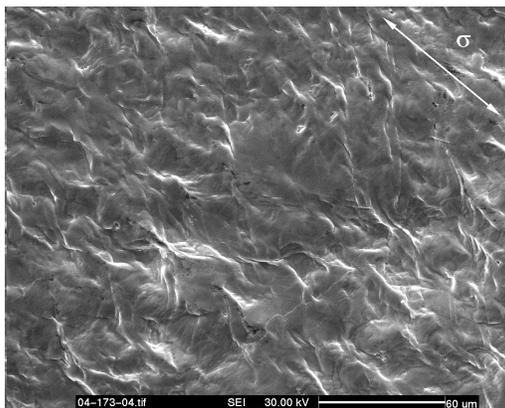
A) FOX DMO KB: Gleichmaßbereich

B) Tenacito 65 R: Gleichmaßbereich



C) FOX DMO KB: Übergang

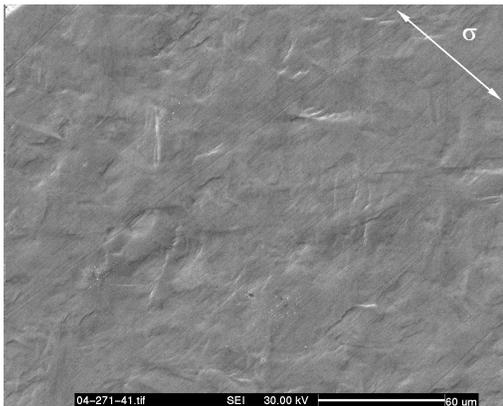
D) Tenacito 65 R: Übergang



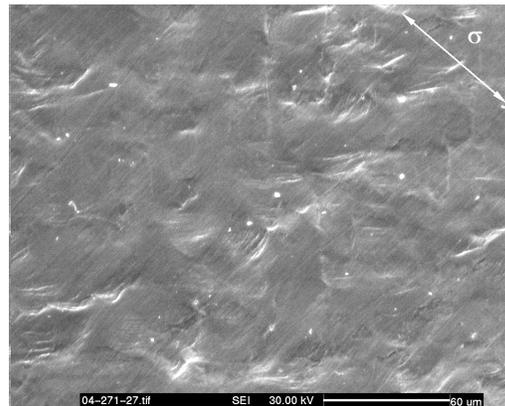
E) FOX DMO KB: Einschnürung

F) Tenacito 65 R: Einschnürung

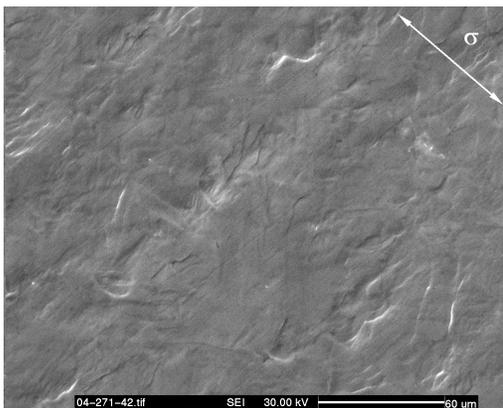
Abb. 4.11: Auswahl von Oberflächenaufnahmen aus dem Rasterelektronenmikroskop von verschiedenen Rundzugproben aus den Schweißzusatzwerkstoffen FOX DMO KB und Tenacito 65 R.



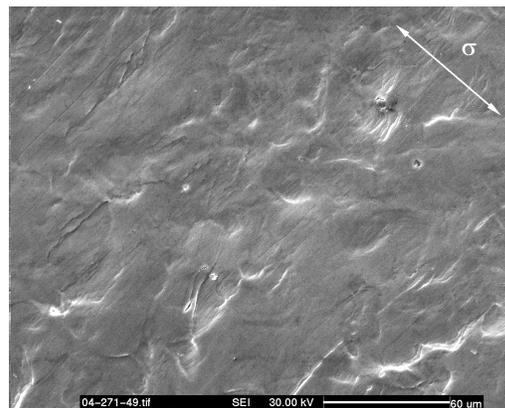
A) SA 508 Cl.2: Gleichmaßbereich



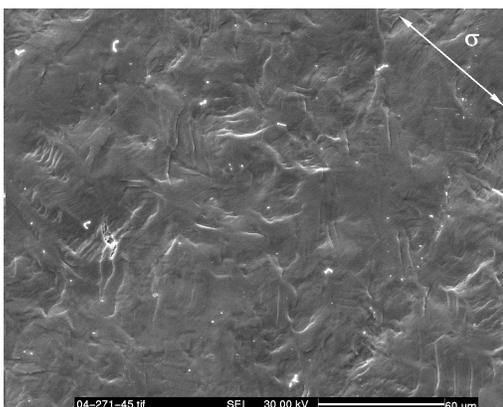
B) 22 NiMoCr 3 7: Gleichmaßbereich



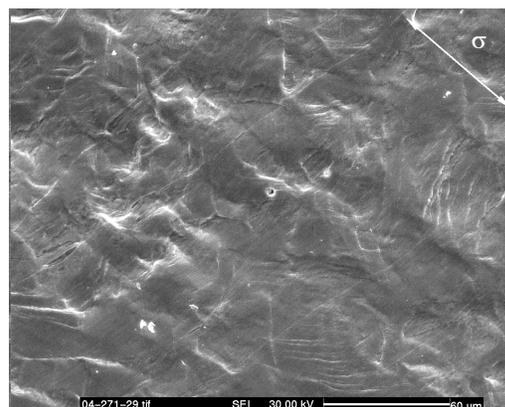
C) SA 508 Cl.2: Übergang



D) 22 NiMoCr 3 7: Übergang



E) SA 508 Cl.2: Einschnürung



F) 22 NiMoCr 3 7: Einschnürung

Abb. 4.12: Auswahl von Oberflächenaufnahmen aus dem Rasterelektronenmikroskop von verschiedenen Rundzugproben aus den Grundwerkstoffen SA 508 Cl.2 und 22 NiMoCr 3 7.

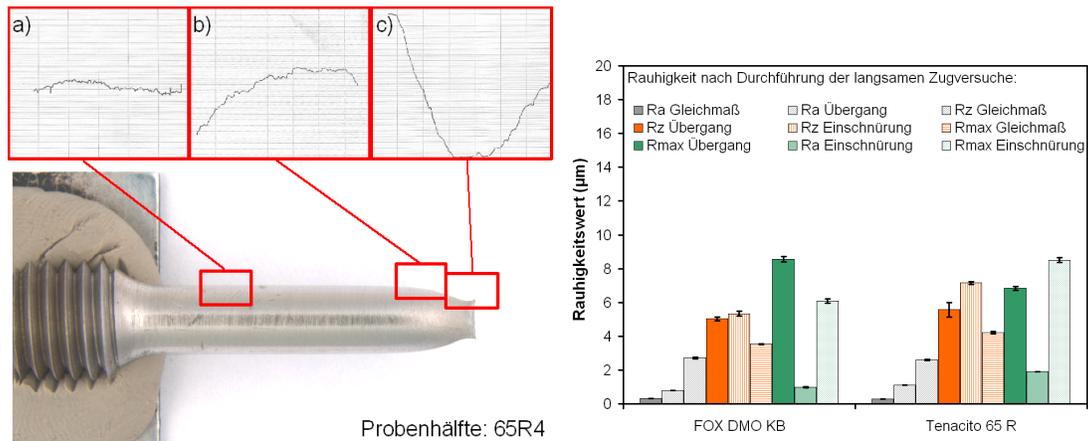
In Abb. 4.11 sind charakteristische Oberflächenaufnahmen der Werkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R zusammengestellt. Für den Bereich der Gleichmaßdehnung ist beim Werkstoff Tenacito 65 R eine homogene Verteilung von verschiedenen Gleitbandpaketen zu beobachten (vgl. Abb. 4.11 B)). Die Abstände der einzelnen Gleitbänder untereinander sind mit einem Betrag von einigen Mikrometern im Bereich der zu erwartenden Größenordnung [49]. Das Auftreten von verschiedenen Inseln mit Gleitbändern auf der Probenoberfläche resultiert aus der Tatsache, dass ein polykristalliner Werkstoff verformt wurde. Nur die zur äußeren Normalspannung günstig orientierten Körner zeigen auch eine ausgeprägte Abgleitung, welche durch Gleitmerkmale an der Oberfläche als Stufen sichtbar wird. Im Übergang zur Einschnürung treten qualitativ durch die größere plastische Dehnung mehr Bereiche mit Gleitstufen auf (vgl. Abb. 4.11 E)).

Durch dynamische Reckalterung mit lokalisierter Verformung konzentriert sich die Abgleitung auf einige wenige, günstig orientierte Gleitbänder. An der Oberfläche werden daher bei vorausgesetzter statistischer Verteilung der Körner aufgrund ausreichender Feinkörnigkeit der Stähle beim Werkstoff FOX DMO KB im Vergleich mit Tenacito 65 R weniger Gleitbandpakete beobachtet (vgl. Abb. 4.11 A) und C)). Eine auf wenige Gleitsysteme beschränkte lokale Verformung führt zu einer so großen kumulierten plastischen Dehnung auf einer Gleitebene, dass eine geringere Anzahl dafür aber größere Gleitstufen auf der Oberfläche vorliegen. Für FOX DMO KB tritt in allen Bereichen eine starke Kantenüberstrahlung in den REM-Abbildungen auf, was auf größere Gleitstufen schließen lässt.

Die Grundwerkstoffe 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2 wurden ebenfalls in drei verschiedenen Bereichen auf der Probenoberfläche untersucht (vgl. Abb. 4.12). Auch hier ist eine Zunahme der Anzahl an Gleitstufen vom Bereich der Gleichmaßdehnung hin zur Einschnürung zu erkennen. Der Unterschied zwischen den beiden Werkstoffen hinsichtlich einer auftretenden Dehnungslokalisierung fällt nicht so deutlich wie bei den Schweißzusatzwerkstoffen aus. Allerdings ist aufgrund der Graustufenbilder mit größerer Kantenüberstrahlung der Gleitstufen beim Werkstoff SA 508 Cl.2 anzunehmen, dass auch hier eine höhere Dehnungslokalisation und damit größere Gleitstufen vorliegen.

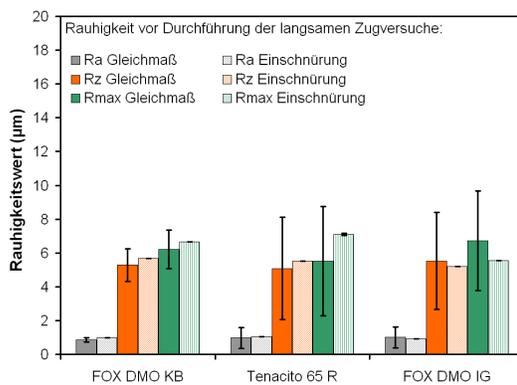
4.4.2 Rauigkeitsmessungen

Die Oberfläche der Rundzugproben wurden vor und nach langsamen Zugversuchen mit dem Tastschnittverfahren charakterisiert (vgl. Kapitel 3.2.4), um die unterschiedliche Aufrauung der Oberfläche bei dynamischer Reckalterung zu quantifizieren. Aus den Linienprofilen wurden die Kennwerte R_a , R_z und R_{max} bestimmt [215]. Die aufgezeichneten Linienprofile sind stets so orientiert, dass die Achse des Profils parallel zur Normalspannungsachse der langsamen Zugversuche verläuft. In Abb. 4.13 A) ist beispielhaft eine Sequenz von drei Messungen an einer geprüften Rundzugprobe dargestellt. Gut zu erkennen sind der ebene Verlauf

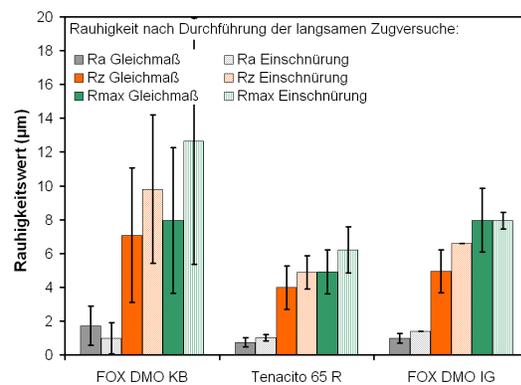


A) Position auf Rundzugprobe

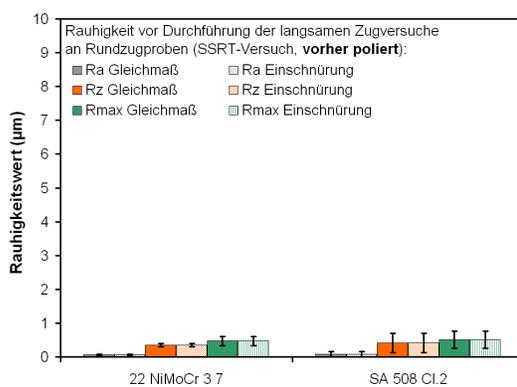
B) Werkstoffvergleich



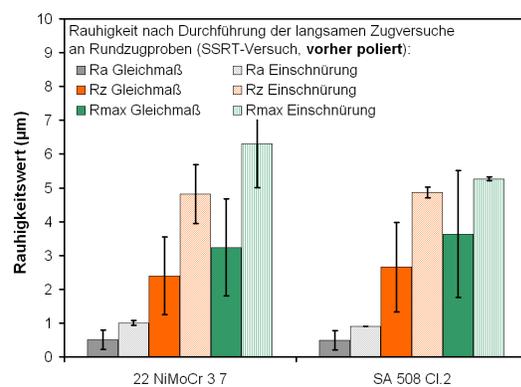
C) Vor SSRT, Schweißgüter



D) Nach SSRT, Schweißgüter



E) Vor SSRT, Grundwerkstoffe



F) Nach SSRT, Grundwerkstoffe

Abb. 4.13: Rauheitsmessung an Rundzugproben. Vergleich zwischen den Rauheitswerten vor und nach einer Prüfung im langsamen Zugversuch. Die Grundwerkstoffe wurden vor einer Prüfung zusätzlich an der Oberfläche poliert.

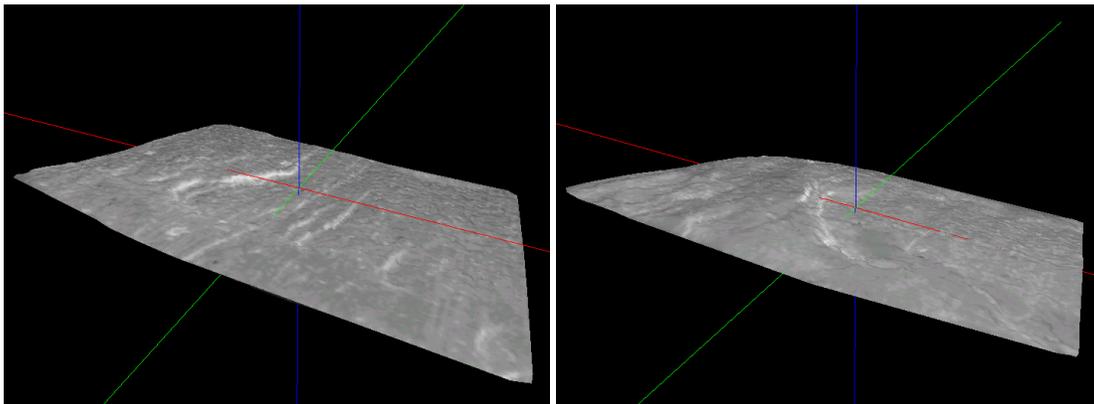
im Bereich der Gleichmaßdehnung, die konvexe Oberfläche im Übergang zur Einschnürung und schließlich der konkave Bereich der Einschnürung bis zur Bruchfläche. Eine Auswertung von mehreren Linienprofilen an diesen drei Stellen der Schweißzusatzwerkstoffe ist in Abb. 4.13 B) dargestellt. Betrachtet man in diesem Diagramm zunächst den Kennwert R_a , so ist festzustellen, dass mit zunehmender Verformung, d.h. vom Gleichmaßbereich zur Einschnürung, das arithmetische Mittel der Profilhöhen und -tiefen zunimmt. Dies ist mit einer Aufrauhung durch Gleitmerkmale zu erklären. Je größer die Verformung ist, desto rauher wird die Oberfläche. Für den Wert R_z ist in gleicher Weise eine Zunahme gemessen worden. Die Rauheitswerte R_a und R_z im Gleichmaßbereich sind im Vergleich zu den stärker verformten Bereichen in etwa halb so groß. Zwischen dem Übergang zur Einschnürung und der eigentlichen Einschnürung ist hinsichtlich R_a und R_z jeweils ein geringer Anstieg zur Einschnürung gemessen worden.

Bei Auswertung der Linienprofile für vergleichende Messungen vor und nach Durchführung langsamer Zugversuche wurde auf eine Differenzierung in drei Bereiche verzichtet und nur zwischen Gleichmaß und Einschnürung unterschieden, jedoch für eine hinreichende Statistik an mehreren Stellen gemessen. Die Ergebnisse vor den langsamen Zugversuchen sind in Abb. 4.13 C) zusammengestellt. Alle drei Kennwerte zeigen im Ausgangszustand für beide Messpositionen ähnliche Werte und Standardabweichungen. Beim Vergleich der Rauheitskennwerte nach Verformung ist eine Zunahme von R_a und R_z zu messen (vgl. Abb. 4.13 C) mit D)). Allerdings liegt nicht nur ein Anstieg der Kennwerte, sondern auch eine tendenzielle Zunahme der Standardabweichung vor. Aus den Ergebnissen kann abgeleitet werden, dass beim gegen dynamische Reckalterung anfälligeren Werkstoff FOX DMO KB unter gleichem Betrag plastischer Verformung eine stärkere Zunahme der Rauigkeit gegenüber Tenacito 65 R gemessen wurde, welche offensichtlich auf die Ausbildung größerer Gleitstufen zurückzuführen ist.

Schließlich wurden auch die zuvor polierten Rundzugproben auf ihre Rauigkeit vor und nach Verformung untersucht. In Abb. 4.13 E) und F) sind Rauheitskennwerte von Rundzugproben aus den Grundwerkstoffen vor und nach Prüfung miteinander verglichen. Durch die Oberflächenbehandlung liegt vor der Prüfung eine sehr glatte Oberfläche vor, welche in beiden Bereichen auf der Rundzugprobe gleiche Rauheitswerte aufweist. Die Ergebnisse nach Verformung zeigen einen starken Anstieg gegenüber den Werten im Ausgangszustand. Zwischen den beiden Grundwerkstoffen wurden jedoch keine signifikanten Unterschiede gemessen, was offensichtlich auf ähnliche Gleitstufenhöhen zurückzuführen ist und im folgenden Kapitel diskutiert wird.

4.4.3 Analyse der Topographie (Stereobildpaare)

In Kapitel 3.2.5 wurde die Methode der Stereobildpaare zur Oberflächenanalyse bereits beschrieben. Aus den aufgenommenen Stereobildpaaren verformter Werkstoffzustände wurde mit geeigneten Rechenalgorithmen jeweils ein digita-



A) Tenacito 65 R
„viele kleine“ Gleitstufen

B) FOX DMO KB
„wenige große“ Gleitstufen

Abb. 4.14: Mit der Methode der „Stereobildpaare“ berechnete digitale Oberflächenmodelle von in langsamen Zugversuchen unter für dynamische Reckalterung kritischen Verformungsbedingungen gereckten Rundzugproben.

les Oberflächenmodell erzeugt. Beispiele für solche dreidimensionalen Modelle sind in Abb. 4.14 für FOX DMO KB und Tenacito 65 R abgebildet. Bereits die Oberflächenmodelle geben Höhendifferenzen auf der Oberfläche bei entsprechender Vergrößerung gut wieder. Durch interaktive Vermessung von Höhenprofilen entlang virtueller Taststrecken wurden Rauigkeitskennwerte (R_a , W_a) berechnet und Linienprofile senkrecht zu Gleitstufen erzeugt. Anhand dieser Linienprofile wurde die eigentliche Auswertung der Gleitbandstufen hinsichtlich der Höhe h vorgenommen. Hierbei wurde für belastbare Aussagen in jedem Bereich auf den analysierten Rundzugproben fünf repräsentative Gleitbandpakete ausgewertet.

Die Abweichung der berechneten Rauigkeitswerte aus den Stereobildpaaren (StBP) von der Messung mit dem Tastschnittverfahren ($W_{a,StBP} \approx R_{a,TSV}$) ist in der unterschiedlichen lateralen Auflösung der gemessenen Wellenlängen des Höhenprofils zu erklären. Bei der Messung mit dem Tastschnittverfahren unter Verwendung einer Messspitze werden zur Trennung des originalen Höhenprofils bei der Berechnung der Rauigkeitswerte entsprechende Profilfilter ($\lambda_s < \lambda < \lambda_c$, Tiefpass) verwendet. Hierdurch werden die langwelligen Profilanteile entfernt. Bei der Berechnung der Welligkeit werden gerade die kurzwelligen Profilanteile entfernt ($\lambda_c < \lambda < \lambda_f$, Hochpass, vgl. Abb. 4.15). Prinzipiell wird bei der Berechnung von Rauigkeits- und Welligkeitskennwerten aus StBP das gleiche Vorgehen unter Verwendung von Profilfilteren angewendet. Durch die wesentlich kleinere „Spot-size“ des Elektronenstrahls (zugehöriges Wechselwirkungsvolumen) sind jedoch bei Berechnung eines Linienprofils mit der Methode der Stereobildpaare noch

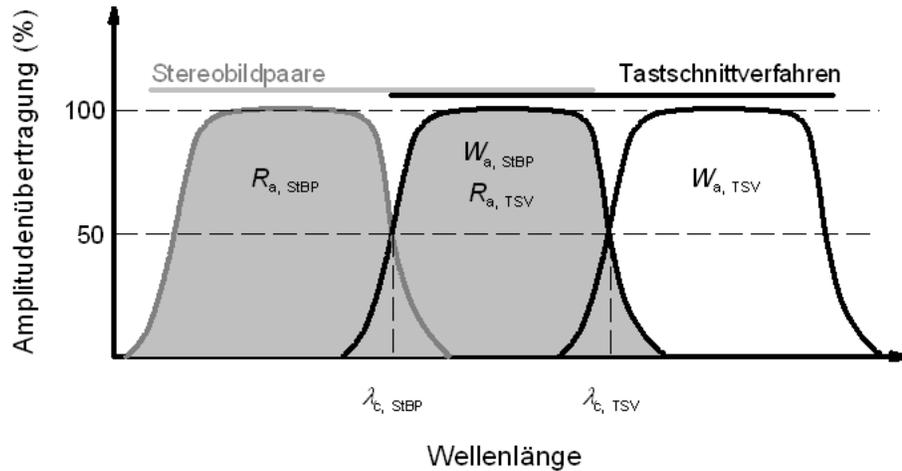
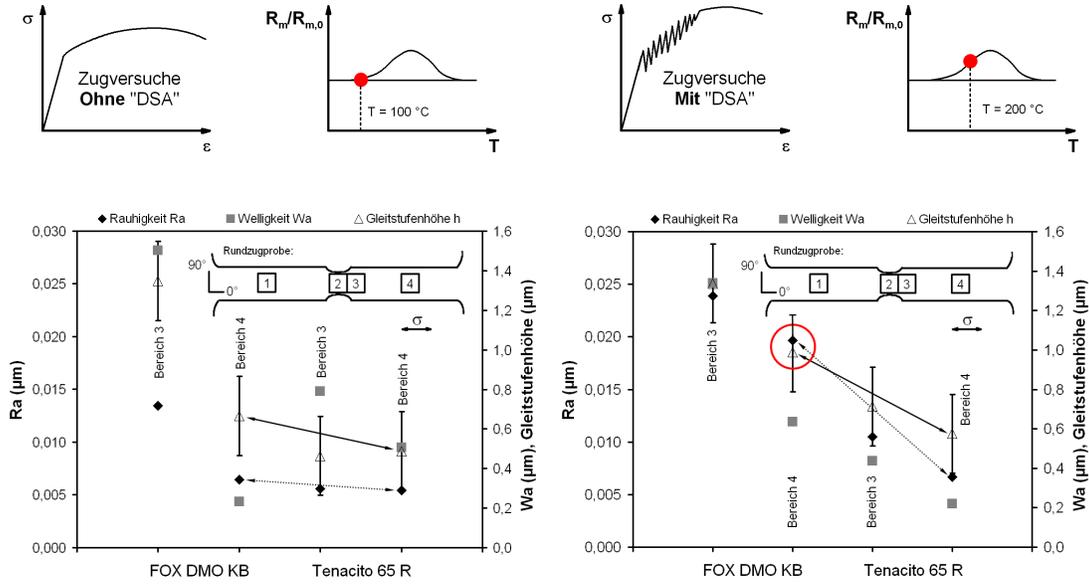


Abb. 4.15: Vergleich der Messung von Linienprofilen mit der Methode der Stereobildpaare und dem Tastschnittverfahren.

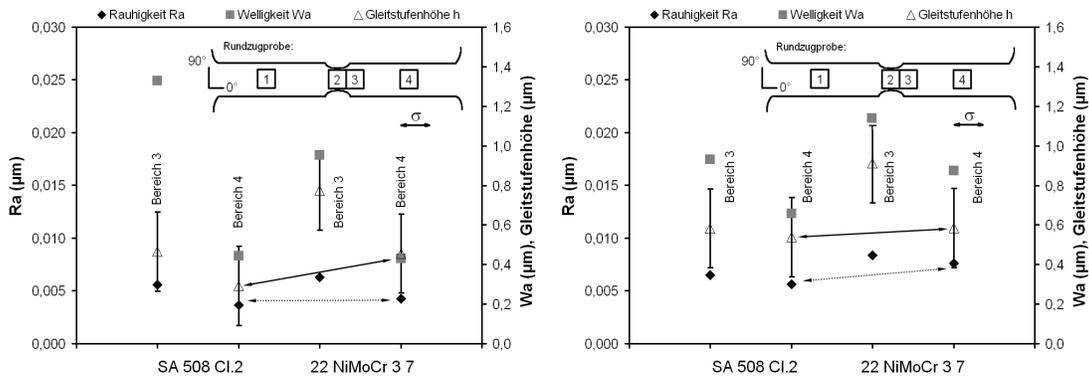
wesentlich kleinere Wellenlängen auflösbar. Beim Tastschnittverfahren (Perthometer) werden dagegen die kleinen Wellenlängen aufgrund der Dimensionen der Tastspitze nicht mehr aufgelöst. Die unterschiedliche Auflösung schlägt sich auch bei der normgerechten Wahl der entsprechenden Profilfilter zur Abtrennung des Rauigkeits- bzw. Welligkeitsprofils von dem originalen Höhenprofil wieder. Aus diesem Grund sind die Rauigkeitskennwerte, bestimmt mit dem Tastschnittverfahren, mit den Welligkeitskennwerten, bestimmt mit den Stereobildpaaren, vergleichbar.

Die Ergebnisse aus dieser Analyse sind in Abb. 4.16 sortiert nach Werkstoff und Prüftemperatur zusammengestellt. Gleitstufen im Gleichmaßbereich besitzen geringere Höhen als Gleitstufen in der Einschnürung. Dieses Ergebnis gibt den unterschiedlichen plastischen Verformungsgrad der verschiedenen Positionen auf den Rundzugproben wieder, da im Bereich der Einschnürung größere plastische Dehnungen vorliegen und damit größere Gleitstufen an der verformten Oberfläche zu erwarten sind. Ferner sind bei gleicher Versuchstemperatur jeweils für FOX DMO KB größere Werte sowohl im *Bereich 3* als auch im *Bereich 4* (vgl. Abb. 4.16 A) und B)) auf den Rundzugproben als bei Tenacito 65 R bestimmt worden. Die Rundzugproben wurden im langsamen Zugversuch zur gleichen Gesamtdehnung gereckt. Größeren Gleitstufen lassen den Schluß zu, dass die plastische Dehnung im Werkstoff FOX DMO KB wesentlich stärker auf einzelne Gleitbänder als im Werkstoff Tenacito 65 R lokalisiert ist. Dies ist gleichbedeutend mit „mehr“ lokaler Verformung und planarer Gleitung im Werkstoff



A) Schweißzusatzwerkstoffe, $T = 100\text{ °C}$

B) Schweißzusatzwerkstoffe, $T = 200\text{ °C}$



C) Grundwerkstoffe, $T = 100\text{ °C}$

D) Grundwerkstoffe, $T = 200\text{ °C}$

Abb. 4.16: Auswertung der Topographie an verformten Rundzugproben hinsichtlich Gleitstufenhöhen h , Rauigkeit R_a und Welligkeit W_a . Die angegebenen Werte stellen arithmetisch gemittelte Messwerte dar. Die zugrundeliegenden langsamen Zugversuche wurden bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und verschiedenen Temperaturen durchgeführt. Linke Spalte: $T = 100\text{ °C}$, nahezu keine Auftreten von dynamischer Reckalterung, Rechte Spalte: $T = 200\text{ °C}$, bei anfälligen Werkstoffen starkes Auftreten von dynamischer Reckalterung, Durchgezogener Pfeil = Vergleich der mittleren Gleitstufenhöhe h , Gestrichelter Pfeil = Vergleich der Rauigkeit R_a .

FOX DMO KB. Mit höherer Temperatur $T = 200\text{ °C}$ nehmen Rauheitskennwerte (R_a , W_a) und mittlere Höhe h der Gleitstufen, welche aus arithmetischen Mittelwerten der verschiedenen Messpositionen auf den Rundzugproben berechnet wurden, zu. Dies stimmt mit Ergebnissen aus langsamen Zugversuchen überein, da bei einer Temperatur von $T = 100\text{ °C}$ und einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5}\text{ s}^{-1}$ eine geringere Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung gegenüber $T = 200\text{ °C}$ bei gleicher Dehnrates gemessen wurde (vgl. Abb. 4.5).

Für R_a , W_a und h liegen bei einer Temperatur von $T = 100\text{ °C}$ beim Werkstoff SA 508 Cl.2 in etwa gleich große Werte wie für 22 NiMoCr 3 7 vor. Mit steigender Temperatur zu $T = 200\text{ °C}$ bei gleich bleibender Dehnrates wurde ebenfalls eine Zunahme der Beträge für R_a , W_a und h gemessen (vgl. Abb. 4.16 C) und D)). Die Zunahme der Gleitstufenhöhe ist jedoch für SA 508 Cl.2 etwas stärker ausgeprägt. Der Vergleich mit Ergebnissen aus langsamen Zugversuchen zeigt, dass bei $T = 200\text{ °C}$ und $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5}\text{ s}^{-1}$ ebenfalls eine größere Festigkeitssteigerung als bei $T = 100\text{ °C}$ gemessen wurde (vgl. Abb. 4.2).

In Abb. 4.17 ist schematisch eine lokale Verletzung der oxidischen Deckschicht mit „hoher“ und „geringer“ Anfälligkeit des jeweiligen Werkstoffs gegen dynamische Reckalterung dargestellt. Liegt eine geringe Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung vor, so reichen die gebildeten Gleitstufen mit einer geringen Stufenhöhe von $h_{\max} \approx 1\text{ }\mu\text{m}$ unter für dynamische Reckalterung kritischen Verformungsbedingungen (z.B. $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5}\text{ s}^{-1}$, $T = 200\text{ °C}$) nicht aus, um die oxidische Deckschicht auf niedriglegiertem Stahl vollständig aufzubrechen. Bei dieser Betrachtung ist zusätzlich der zweilagige Aufbau von Magnetitschichten auf un- und niedriglegierten Stählen zu berücksichtigen. Die Magnetitschicht besteht aus

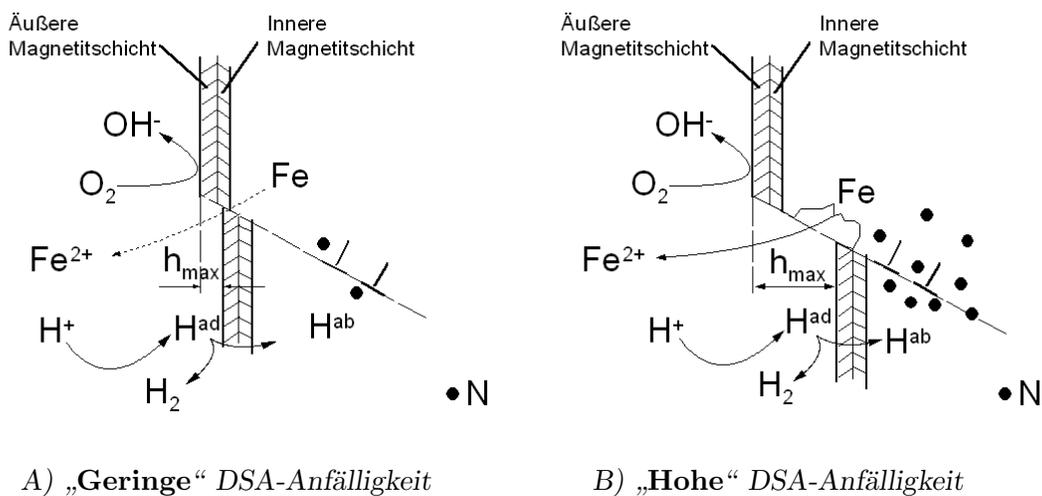


Abb. 4.17: Vergleich der Schichtverletzung oxidischer Deckschichten an Gleitstufen von Werkstoffen mit „geringer“ und „hoher“ Reckalterungsempfindlichkeit.

einer inneren „topotactic“ und äußeren Deckschicht „epitactic layer“ [136, 231], wobei der passive Korrosionsschutz durch die innere Deckschicht aufrechterhalten wird. Die Schichtdicke hängt wiederum entsprechend dem parabolischem Schichtdickenwachstum von der Expositionsdauer ab und es wurde z.B. von [232] bei einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff von $DO = 50$ ppb nach vier Tagen Expositionsdauer eine gesamte Schichtdicke von $d_{\text{Oxid}} \approx 2 \mu\text{m}$ gemessen. Damit liegen die Höhen der Gleitstufen von Werkstoffen mit geringer Rekalterungsempfindlichkeit unterhalb der Schichtdicke der inneren Magnetitschicht (vgl. Kapitel 4.9).

Im Gegensatz dazu wurden für den gegen dynamische Rekalterung anfälligsten Werkstoff FOX DMO KB unter für dynamische Rekalterung kritischen Verformungsbedingungen (z.B. $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $T = 200 \text{ }^\circ\text{C}$) Gleitstufen mit maximalen Stufenhöhen von $h_{\text{max}} \approx 3 \mu\text{m}$ gemessen. Diese liegen oberhalb der Dicke der inneren kompakten Deckschicht. Hierdurch kann es, wie später anhand von SSRT-Versuchen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser gezeigt wird, in schutzschichtbildenden Korrosionssystemen zu einer Triggerung von Prozessen der Rissinitiierung und offensichtlich auch fortschreitender Risskorrosion unter konstanter Belastung aufgrund des dynamischen Gleichgewichtes zwischen Repassivierung (Magnetitbildung) und Schichtverletzung mit Bildung von deutlich größerer blanker Metalloberfläche als bei Werkstoffen mit geringer Rekalterungsempfindlichkeit kommen.

Dynamische Rekalterung kann daher an glatten Oberflächen oder im Bereich der Risspitze zum Aufbrechen gerade neu gebildeter Deckschichten mit im Vergleich zu Werkstoffen mit geringer Rekalterungsempfindlichkeit zu wesentlich größeren blanken Metalloberflächen führen. Daraus ist abzuleiten, dass bei dynamischer Rekalterung eine die Rate der Repassivierung überwindende Rate der Schichtverletzung zu einer Triggerung mediumgestützter Risskorrosion in entsprechenden Korrosionssystemen führen bzw. die Rissinitiierung an glatten Oberflächen begünstigen oder direkt einleiten kann (vgl. Kapitel 4.10).

4.5 Ermüdungsversuche an Laborluft

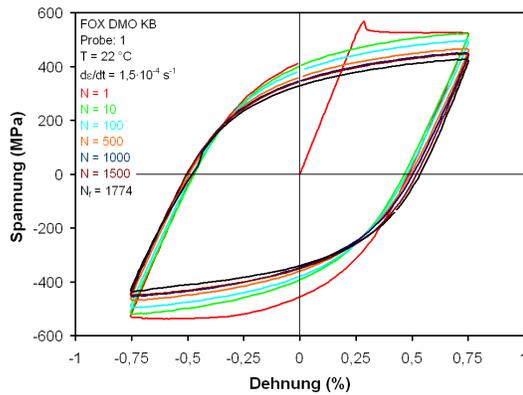
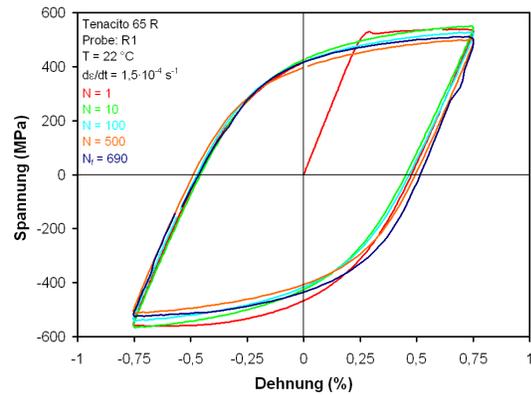
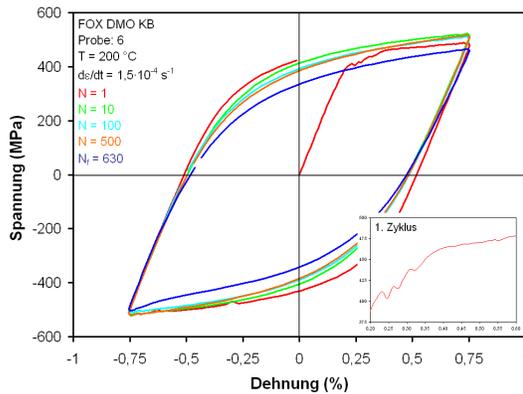
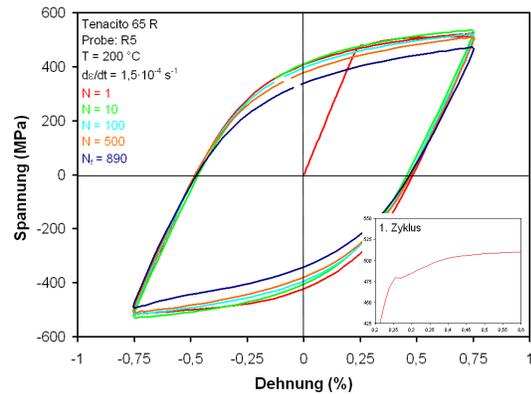
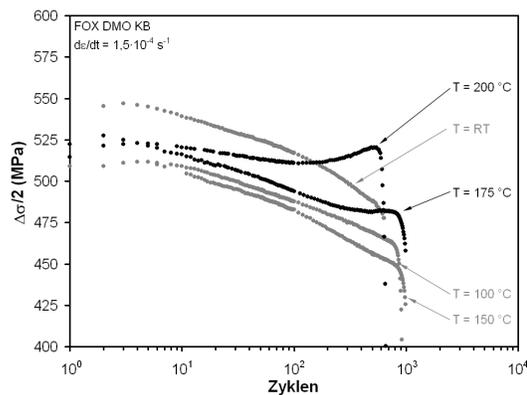
Untersuchungen niedriglegierter Stähle unter zyklischer Verformung haben gezeigt, dass rekalterungsempfindliche Werkstoffe unter kritischen Verformungsbedingungen (T , $\dot{\epsilon}$) zu reduzierter Lebensdauer N_f und starker zyklischer Verfestigung neigen [18, 19, 233]. Das zyklische Verformungsverhalten der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten niedriglegierten Werkstoffe wurde unter Verformungsbedingungen stichprobenartig geprüft, welche in langsamen Zugversuchen zu ausgeprägter Rekalterung führen ($T = \text{RT bis } 200 \text{ }^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$ bis 10^{-5} s^{-1} , vgl. Kapitel 4.1). Die totale Dehnungsschwingbreite betrug bei allen Proben $\Delta\epsilon_{\text{tot}} = 1,5 \%$. Die Zyklenzahl bis zum Versagen der Ermüdungsproben durch Rissinitiierung N_f wurde als Abfall der Spannungsamplitude um 5% gegenüber dem Trend der vorangegangenen 200 Zyklen definiert.

4.5.1 Schweißzusatzwerkstoffe

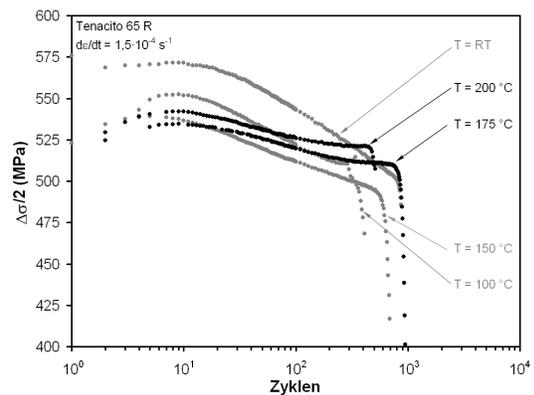
In Abb. 4.18 sind einzelne Spannungs-Dehnungs-Hysteresen bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und einer Temperatur von $T = 22$ bzw. $200 \text{ }^\circ\text{C}$ für die Werkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R vergleichend gegenüber der Zyklenzahl dargestellt. Bei RT wird für beide Werkstoffe im ersten Zyklus unter Zugbelastung eine ausgeprägte Streckgrenze und in den folgenden Zyklen zunächst eine zyklische Verfestigung gemessen. Ab ca. dem 10ten Zyklus erfolgt eine Reduzierung der Spannungsamplitude, d.h. es liegt in dehnungsgeregelten Ermüdungsversuchen eine zyklische Entfestigung bis zum Bruch der Ermüdungsproben vor. Bei einer Temperatur von $T = 200 \text{ }^\circ\text{C}$ treten beim Werkstoff FOX DMO KB unter Zugbelastung im ersten Zyklus „serrations“ im Spannungs-Dehnungs-Diagramm auf, welche auf unetwige Fließerscheinungen durch dynamische Reckalterung zurückzuführen sind. Mit gleichbleibender Dehnrates und steigender Temperatur nähern sich die Verformungsbedingungen kritischen Parameterkombinationen an. Für den Werkstoff Tenacito 65 R wurden keine Spannungsschwankungen gemessen, was mit langsamen Zugversuchen unter gleichen Verformungsbedingungen übereinstimmt (vgl. Kapitel 4.1).

Die Spannungsamplitude des Werkstoffs FOX DMO KB ist in Abb. 4.18 E) mit der Zyklenzahl für eine Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bei verschiedenen Temperaturen dargestellt. Die Kurve des Versuchs bei RT fällt bis zum Versagen der Proben von $\sigma = 550 \text{ MPa}$ auf ca. 85 % der Anfangsspannung, bei $T = 100 \text{ }^\circ\text{C}$ von $\sigma = 510 \text{ MPa}$ auf 90 % ab. Das Spannungsniveau bei $T = 100 \text{ }^\circ\text{C}$ liegt zu Beginn auf ca. 95 % der Werte für RT. Bei einer Temperatur von $T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$ ist die Spannung zu Versuchsbeginn etwa auf dem gleichen Niveau wie bei $T = 100 \text{ }^\circ\text{C}$, der Spannungsabfall zum Versagende beträgt weitere drei Prozent ($\sigma = 450 \text{ MPa}$). Bei $T = 175 \text{ }^\circ\text{C}$ liegt zu Beginn ein höheres Spannungsniveau als bei $T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$ vor und es wird analog zu Versuchen bei niedrigerer Temperatur zunächst ein leichter Spannungsabfall gemessen. Nach etwa $N = 300$ Zyklen kommt die zyklische Entfestigung zum Erliegen und das Spannungsniveau verbleibt unverändert auf $\sigma = 480 \text{ MPa}$. Bei $T = 200 \text{ }^\circ\text{C}$ wird ebenfalls eine anfängliche zyklische Entfestigung und ab $N \approx 100$ Zyklen sogar eine anschließende zyklische Verfestigung gemessen.

Zyklische Verfestigung bei Temperaturen größer $T \geq 150 \text{ }^\circ\text{C}$ und Zyklenzahlen von $N > 100$ sind auf Einfluss dynamischer Reckalterung auf das plastische Verformungsverhalten zurückzuführen (vgl. Kapitel 4.1.2). Liegt ein anfälliger Werkstoffzustand vor und wird unter kritischen Parametern verformt, so kommt es zur zyklischen Reduzierung des Verformungsvermögens im Werkstoff. Aufgrund von Konzentrationsunterschieden im Gitter an interstitiell gelösten Fremdatomen liegen harte Bereiche im Werkstoff vor, in welchen durch Wechselwirkung zwischen Versetzung und Fremdatomen keine oder (zu)wenig plastische Verformung möglich ist. Weiche Bereiche mit wenig interstitiellen Fremdatomen tragen die

A) FOX DMO KB, $T = 22\text{ °C}$ B) Tenacito 65 R, $T = 22\text{ °C}$ C) FOX DMO KB, $T = 200\text{ °C}$ D) Tenacito 65 R, $T = 200\text{ °C}$ 

E) FOX DMO KB, S-N-Kurven



F) Tenacito 65 R, S-N-Kurven

Abb. 4.18: Ergebnisse der LCF-Versuche an FOX DMO KB und Tenacito 65 R bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$. A - D) Spannungs-Dehnungs-Hysteresen bei $T = 22\text{ °C}$ und $T = 200\text{ °C}$ und E + F) $\Delta\sigma/2$ gegenüber Zyklenzahl N .

Verformung und es kommt zur Ausbildung von planarer Gleitung [49, 234-236]. Gleitbänder, welche zu Beginn zyklischer Verformung zunächst noch aktiv sind, werden durch lokale Versetzungsmultiplikation und Bildung von Zellwänden zur Blockade gebracht und führen schließlich zu zyklischer Verfestigung.

Die anfängliche Amplitude der Spannungsschwingbreite des Werkstoffs Tenacito 65 R liegt für alle Versuche um etwa $\sigma \approx 25$ bis 50 MPa höher als bei vergleichbaren Versuchen am Werkstoff FOX DMO KB (vgl. Abb. 4.18 F)). Die Spannung fällt im Laufe der Versuche bei RT bis zum Versagen auf ca. 90 % ab. Bei einer Temperatur von $T = 100$ °C sind keine wesentlichen Unterschiede im Verlauf der Spannungsschwingbreite zu dem bei RT erkennbar. Das Niveau liegt lediglich 4 % tiefer. Bei einer Temperatur von $T = 150$ °C wird ebenfalls ein weiteres Absinken des Spannungsniveaus gegenüber tieferen Temperaturen gemessen. Die zyklische Entfestigung kommt bei einer Prüftemperatur von $T = 175$ °C nach ca. 400 Zyklen bei einem Wert von $\sigma = 510$ MPa zum Erliegen. Das Spannungsniveau liegt bei $T = 200$ °C zu Beginn wieder etwas oberhalb des Niveaus bei $T = 150$ °C, zeigt nur eine geringe Entfestigung und verbleibt ab ca. 300 Zyklen auf einem Spannungswert von ca. $\sigma \approx 520$ MPa.

In der Literatur wird für rekalterungsempfindliche Werkstoffe bei mittleren Temperaturen (je nach $\dot{\epsilon}$) in $\Delta\epsilon$ -geregelten Versuchen von lokalen Minima und in $\Delta\sigma$ -geregelten Versuchen von lokalen Maxima der Lebensdauer N_f berichtet [237]. Ursache ist planare Gleitung und Ausbildung von Versetzungszellwänden, welche zu hohen, kumulierten Beträgen plastischer Dehnung und schließlich zu schnellerer Werkstoffschädigung als bei gleichverteilter plastischer Verformung führen. Für eine Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ wird bei FOX DMO KB ein lokales Minimum gemessen und bei schnellerer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ deutet sich ein lokales Minimum bei höheren Temperaturen an (vgl. Abb. 4.19 D)). Versuche bei Temperaturen größer $T = 200$ °C waren jedoch aufgrund der Temperaturbegrenzung des verfügbaren Dehnungsaufnehmers nicht möglich. Für Tenacito 65 R ist aus der ermittelten Datenbasis kein Trend abzuleiten. Ferner zeigt N_f aufgrund von einer Streuung keine signifikanten Unterschiede zwischen stark und schwach rekalterungsanfälligen Werkstoffen.

Der Dehnrateneinfluss auf das Ermüdungsverhalten wurde stichprobenartig bei reduzierter Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ anstatt $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und Temperaturen von $T = 150, 175$ und 200 °C untersucht. Bei $T = 200$ °C wurde analog zu langsamen Zugversuchen ein deutlicher Einfluss dynamischer Rekalterung in Form un stetigen Fließens in Spannungs-Dehnungs-Kurven im ersten 1/4-Zyklus gemessen (vgl. Abb. 4.19 A)). Bei gleicher Temperatur und abnehmender Dehnrate nimmt die zyklische Verfestigung bei allen untersuchten Temperaturen ab einer Zyklenzahl von $N \geq 100$ gegenüber Versuchen bei schnellerer Dehnrate, besonders jedoch bei $T = 200$ °C, zu (vgl. Abb. 4.19 B)). Die Temperaturabhängigkeit der maximalen Spannungsamplitude $\Delta\sigma_{\max}/2$ zeigt, wie bei langsamen Zugversuchen die Zugfestigkeit, ein lokales Maximum, welches sich mit zunehmender Dehnrate zu höheren Temperaturen verschiebt (vgl. Abb. 4.19 C), [238]). Der Beginn

sowie die Temperatur des maximalen Einflusses dynamischer Reckalterung auf die Ergebnisse aus Ermüdungsversuchen stimmt für die untersuchten Dehnraten von $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bzw. 10^{-5} s^{-1} mit langsamen Zugversuchen überein. Dies ergibt hinsichtlich der unterschiedlichen Reckalterungsanfälligkeit ein konsistentes Bild (vgl. Kapitel 4.1.2).

Das zyklische Schädigungsverhalten von reckalterungsempfindlichen Werkstoffen im Vergleich zu weniger anfälligen wird auch in der Anzahl der Ermüdungsanrisse, bezogen auf die Messlänge, deutlich. Der Werkstoff FOX DMO KB zeigt nur sehr wenige Ermüdungsanrisse entlang der Messlänge, wovon einer durch

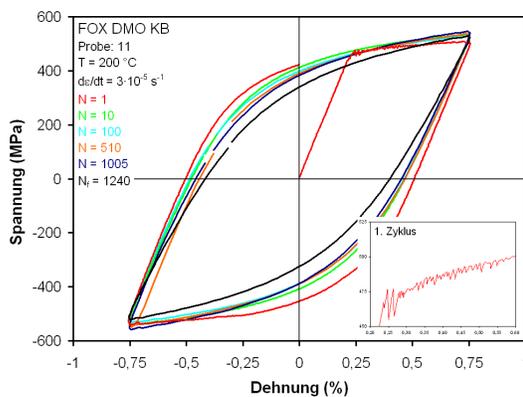
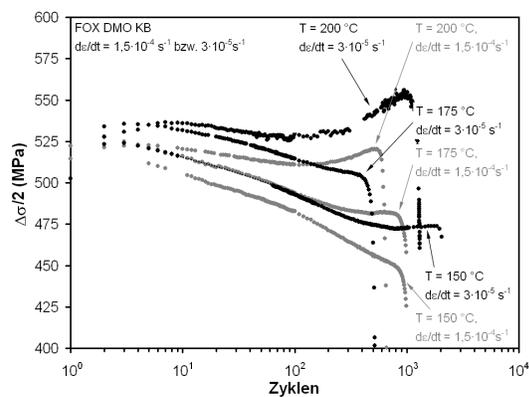
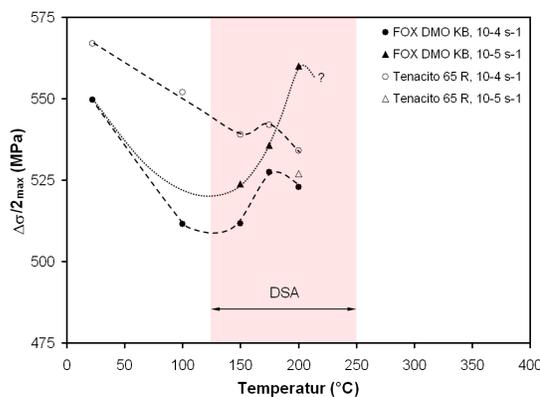
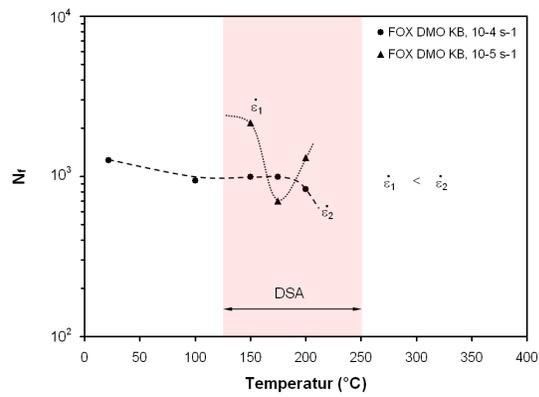
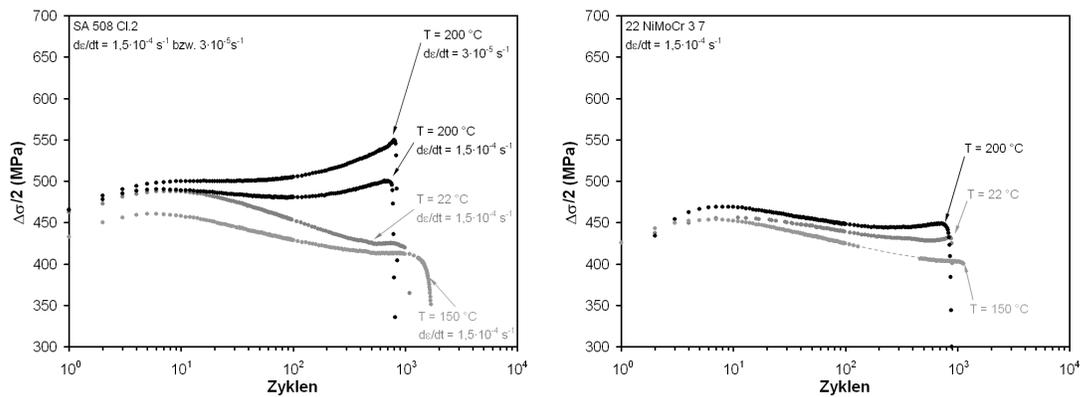
A) FOX DMO KB, $T = 200 \text{ °C}$ B) FOX DMO KB, $\Delta\sigma/2$ - N -KurvenC) $\Delta\sigma_{\max}/2$ über T D) N_f über T

Abb. 4.19: LCF-Ergebnisse bei einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bzw. $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ bei verschiedenen Temperaturen von $T = 150, 175$ bzw. 200 °C für den Werkstoff FOX DMO KB. Auswertung der maximalen Spannungsamplitude $\Delta\sigma_{\max}/2$ und N_f über der Temperatur in Abhängigkeit der Dehnrate für die Werkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R.

Wachstum zum Versagen der Probe führt (vgl. Kapitel 4.12.2). Im Gegensatz dazu liegen beim Werkstoff Tenacito 65 R viele Anrisse auf der Meßlänge vor, welche teilweise zusammenwachsen, und schließlich zum Versagen der Probe führen.

4.5.2 Grundwerkstoffe

Zur Abrundung der Ergebnisse aus Ermüdungsversuchen wurden die Grundwerkstoffe stichprobenartig bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und der Werkstoff SA 508 Cl.2 als gegen dynamische Reckalterung anfälligerer Grundwerkstoff zusätzlich bei reduzierter Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ zyklisch verformt. Die $\Delta\sigma/2$ -N-Kurven der Versuche bei RT und $T = 150 \text{ °C}$ zeigen, wie auch die Schweißzusatzwerkstoffe unter diesen Verformungsbedingungen, zunächst zyklische Verfestigung und ab $N \approx 10$ Zyklen zyklische Entfestigung (vgl. Abb. 4.20). Bei $T = 200 \text{ °C}$ wird zum Ende der Lebensdauer bei Zyklen $N > 100$ zyklische Verfestigung gemessen. Diese ist bei SA 508 Cl.2 wesentlich stärker ausgeprägt als bei 22 NiMoCr 3 7 [238]. Bei einer Temperatur von $T = 200 \text{ °C}$ und reduzierter Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ wird für den Werkstoff SA 508 Cl.2, wie beim Schweißzusatzwerkstoff FOX DMO KB, eine noch ausgeprägtere zyklische Verfestigung gemessen, welche ebenfalls auf dynamische Reckalterung und damit auf wenige Gleitbänder kumulierte Dehnung zurückzuführen ist. Die Ergebnisse decken sich mit langsamen Zugversuchen, in welchen für SA 508 Cl.2 eine höhere Festigkeitssteigerung durch dynamische Reckalterung unter entsprechenden Verformungsbedingungen gemessen wurde (vgl. Kapitel 4.1.1). Weitere Auswertungen von N_f und $\Delta\sigma/2_{\max}$ in Abhängigkeit der Temperatur wie für die Schweißzusatzwerkstoffe sind aufgrund der geringen geprüften Probenanzahl nicht möglich und waren im Forschungsvorhaben nicht vorgesehen.



A) SA 508 Cl.2

B) 22 NiMoCr 3 7

Abb. 4.20: Ergebnisse der LCF-Versuche an SA 508 Cl.2 und 22 NiMoCr 3 7 bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-4}$ bzw. $3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und unterschiedlicher Temperatur.

4.6 Dynamische Härtemessungen

Eine universelle, zerstörungsfreie Werkstoffprüfung ist erforderlich, um an Bauteilen, wie z.B. Rohrleitungen, Aussagen zur Reckalterungsempfindlichkeit eingesetzter Werkstoffchargen treffen zu können, auch wenn unter Umständen keine Probenentnahme möglich ist oder für die Fertigung von Zugproben nicht genügend Probenmaterial vorliegt. Hierzu bietet sich, nach Ergebnissen dieser Arbeit, der instrumentierte Eindringversuch („Dynamische Härteprüfung“) an, da kleine, verbleibende plastische Eindrücke in der Bauteiloberfläche in der Regel zu keiner Beeinträchtigung der Bauteilfunktion führen (vgl. Kapitel 3.1.5).

Unter verschiedenen Indenterraten und Temperaturen zwischen $T = RT$ und 250 °C wurden Kraft-Eindringtiefe-Kurven gemessen, und hinsichtlich unstetigen Fließerscheinungen in Abhängigkeit verwendeter Prüfparameter ausgewertet. Um sicherzustellen, dass die gemessenen „serrations“ vorwiegend auf Schwankungen im Kraftsignal und damit in der Spannung zurückzuführen sind, wurde das gemessene Kraft- und Wegsignal während dynamischer Härteprüfung mit dem Signal des Traversenweges über der Versuchszeit verglichen (vgl. Abb. 4.21, hier: FOX DMO KB, $\dot{l} = 0,03\text{ mm/min}$ und $T = 125$ bzw. 150 °C). Die Kurven zeigen zum einen die lineare Regelcharakteristik der verwendeten Prüfmaschine und zum anderen, dass Schwankungen („serrations“) in Kraft-Eindringtiefe-Kurven reproduzierbar (vgl. Abb. 4.22) auf zeitliche Veränderungen im Kraftsignal, d.h. Spannungsschwankungen, zurückzuführen sind. Dies gibt Grund zur Annahme, dass mit Kraft-Eindringtiefe-Kurven aus dynamischer Härteprüfung, analog zu Spannungs-Dehnungs-Kurven aus langsamen Zugversuchen, unstetige Fließerscheinungen durch dynamische Reckalterung anhand von Spannungsschwank-

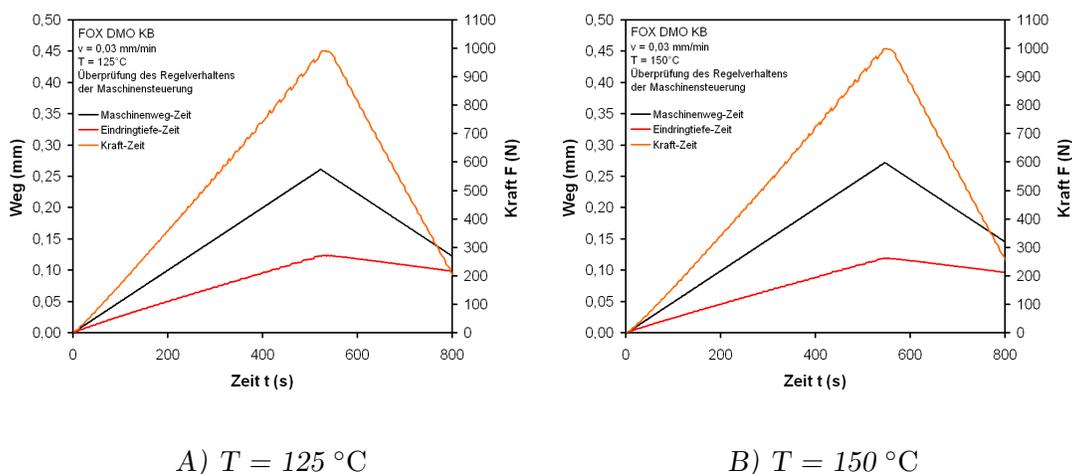
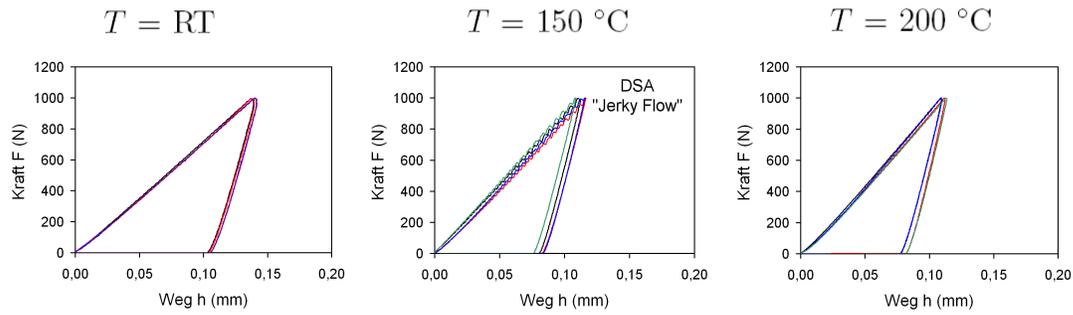
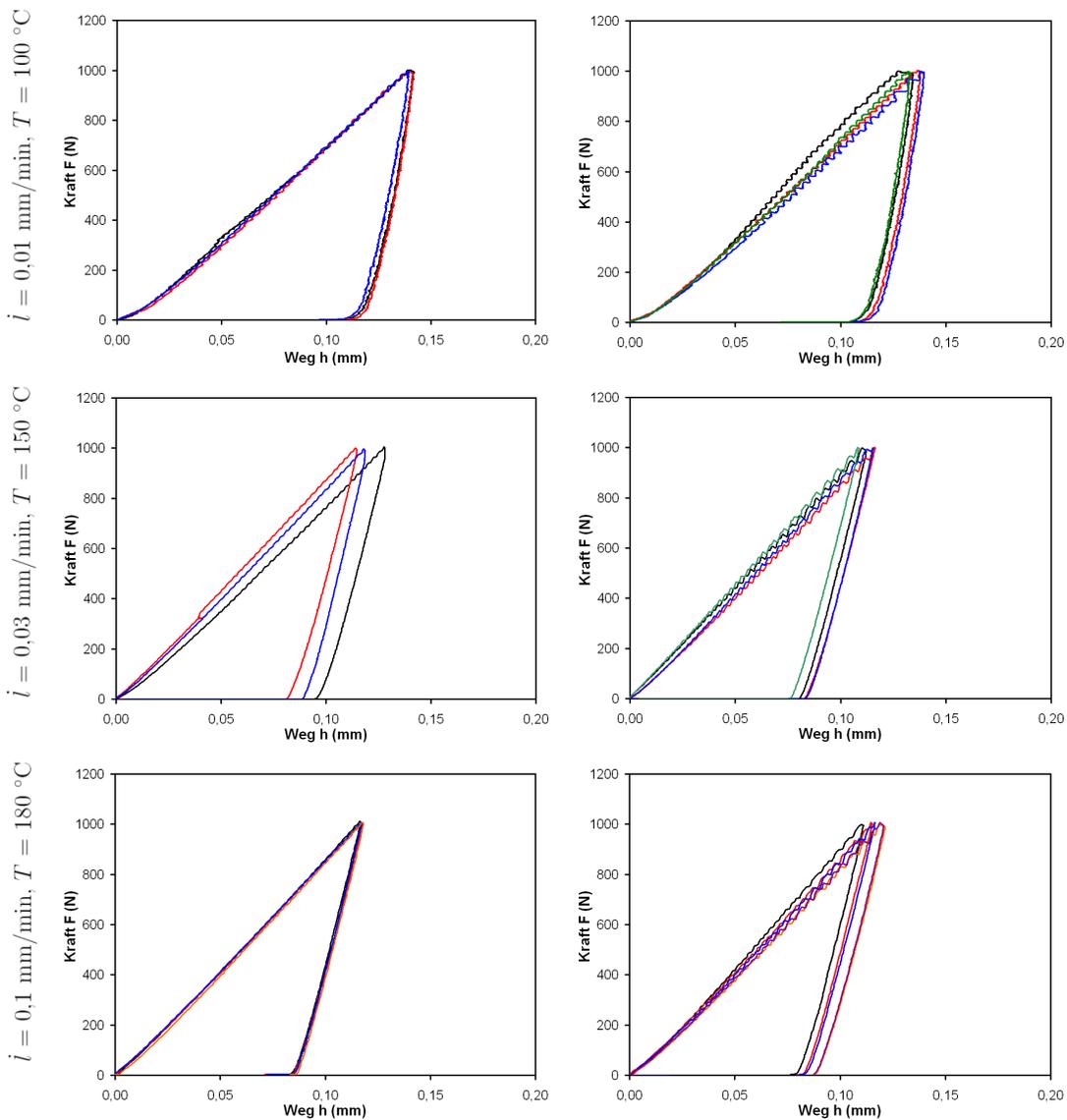


Abb. 4.21: Zeitliche Analyse des Kraft- bzw. Wegsignals aus instrumentierter Eindringprüfung bei einer Indenterrate von $\dot{l} = 0,03\text{ mm/min}$ und einer Temperatur von $T = 125$ bzw. 150 °C .

A) FOX DMO KB, $v = 0,03 \text{ mm/min}$ und verschiedene T 

B) Tenacito 65 R

C) FOX DMO KB

Abb. 4.22: Kraft-Eindringtiefe-Kurven aus dynamischen Härteprüfungen der Werkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R bei unterschiedlicher Indentiertrate von $i = 0,01, 0,03$ und $0,1 \text{ mm/min}$ und verschiedenen Temperaturen.

ungen meßbar sind. Bei konstanter Indentierate und steigender Temperatur ist daher für rekalterungsempfindliche Werkstoffe in Kraft-Eindringtiefe-Kurven mit „serrations“ zu rechnen, welche nach Erreichen maximaler Wechselwirkung mit weiter steigender Temperatur wieder verschwinden (vgl. Abb. 4.22, 1. Zeile).

Die Kraft-Eindringtiefe-Kurven des Werkstoffs FOX DMO KB (*Spalte C*) in Abb. 4.22) zeigen im Vergleich mit Tenacito 65 R (*Spalte B*) in Abb. 4.22) stärkere „serrations“, eine größere Streuung der Eindringtiefe h und des elastischen Eindringmoduls E_{IT} . Streuungen sind offensichtlich auf makroskopische Konzentrationsunterschiede des interstitiellen Stickstoffgehaltes zurückzuführen. Wird ein vorzugsweise „harter“ Bereich unter dem kugelförmigen Indenter geprüft, so nimmt die Eindringtiefe ab und der elastische Eindringmodul zu, wogegen in „weichen“ Bereichen mit etwas geringerem Stickstoffgehalt größere Eindringtiefen und geringere elastische Eindringmodule gemessen werden. Mit steigender Eindringgeschwindigkeit von $\dot{l} = 0,01$ mm/min zu 0,1 mm/min (vgl. Abb. 4.22 von oben nach unten) steigt die Temperatur unter welcher starke „serrations“ in Kraft-Eindringtiefe-Kurven gemessen werden an.

Eine Eindringgeschwindigkeit von $\dot{l} = 0,1$ mm/min entspricht an B6 x 30 Zugproben [199] einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} \approx 6,9 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, bzw. eine Indentierate von $\dot{l} = 0,03$ mm/min einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} \approx 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und $\dot{l} = 0,01$ mm/min einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} \approx 6,9 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Die angegebenen „fiktiven“ Dehnrates wurden für einen Vergleich zwischen den Ergebnissen aus langsamen Zugversuchen mit Ergebnissen der dynamischen Härtemessung zur Angabe eines für dynamische Rekalterung niedriglegierter Stähle aus der instrumentierten Eindringprüfung berechneten „Anfälligkeitsfensters“ herangezogen. Dabei wurde jedoch nicht den unterschiedlichen Spannungszuständen bei der instrumentierten Eindringprüfung und dem einachsigen Zugversuch Rechnung getragen. Aufgrund des Einflusses des Spannungszustandes auf das Gleitverhalten ist dieser korrekterweise noch zu berücksichtigen. Unter Vernachlässigung des unterschiedlichen Spannungszustandes sind aus instrumentierten Eindringversuchen ebenfalls „Anfälligkeitsfenster“ für Auftreten dynamischer Rekalterung in Form von unstetigen Fließerscheinungen in Kraft-Eindringtiefe-Kurven in der Auftragung von $\ln(\dot{\epsilon})$ vs. $1/T$ zu bestimmen (vgl. Abb. 4.23 und Kapitel 4.1). Außerhalb des in Abb. 4.23 gekennzeichneten Bereichs wurden stets glatte Kraft-Eindringtiefe-Kurven gemessen. Allerdings weist das aus dynamischer Härteprüfung ermittelte „Anfälligkeitsfenster“ einen engeren Temperaturbereich auf. Dies ist offensichtlich auf die Tatsache zurückzuführen, dass bei der Messung von Spannungsschwankungen im langsamen Zugversuch über das gesamte Probenvolumen des Proportionalstabs gemittelt wird. Bei der dynamischen Härteprüfung hingegen wechselwirkt nur ein verhältnismäßig kleiner, oberflächennaher Bereich mit dem Indenter und führt zu eventuellen Spannungsschwankungen. Daher sind bei Anwendung der instrumentierten Eindringprüfung zur Untersuchung der unterschiedlichen Rekalterungsanfälligkeit niedriglegierter Stähle dynamische Härtemessungen mit engen Temperaturstützstellen für aussagekräftige Ergebnisse erforderlich.

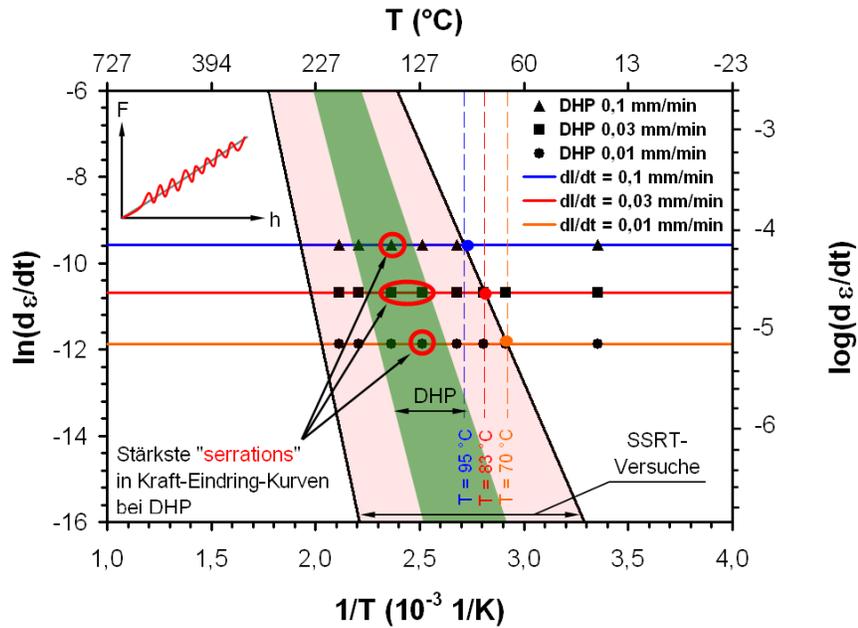


Abb. 4.23: „Anfälligkeitsfenster“ für dynamische Rekalterung aus instrumentierter Eindringprüfung („Dynamische Härteprüfung“).

Experimentell ermittelte Gleichungen zur Berechnung von Werkstoffkennwerten niedriglegierter Stähle für druckumschließende Komponenten der Kraftwerkstechnik aus instrumentierten Eindringversuchen wurden als Ergänzung bzw. Ersatz zum Zugversuch in der Literatur als ABI-Methode (engl.: Automated Ball Indentation - ABI) diskutiert [188-192]. So wurde z.B. von [192] ein Zusammenhang der Form

$$R_{p0.2} = \beta \cdot A = \beta \cdot \left. \frac{\log(F/d^2)}{\log(d/D)} \right|_{\frac{d}{D}=1} \quad (4.4)$$

mit β Werkstoffkonstante, F Kraft, d Eindruckdurchmesser und D Indenterdurchmesser angegeben. Dabei nahm die Streckgrenze der untersuchten warmfesten Feinkornbaustähle kontinuierlich mit der Temperatur ab. Bei dynamischer Rekalterung dagegen durchläuft die Streckgrenze $R_{p0.2}$ mit steigender Temperatur, wie auch die Zugfestigkeit R_m , ein lokales Maximum, dessen Lage mit abnehmender Dehnrates zu niedrigeren Temperaturen verschoben wird. Eine Berechnung von Festigkeitswerten in Abhängigkeit der Rekalterungsanfälligkeit muss daher den mikrostrukturellen Verformungsprozessen im Gefüge gerecht werden.

Der in Gleichung 4.4 zwischen Auswerteparameter A und Streckgrenze $R_{p0.2}$ angegebene empirische Zusammenhang konnte mit den hier durchgeführten In-

dentiersversuchen für rekalterungsempfindliche niedriglegierte Stähle bei erhöhter Temperatur nicht bestätigt werden. Viel mehr ist anzunehmen, dass β keine „Werkstoffkonstante“ sondern eine Funktion der Mikrostruktur und bei gegen dynamische Rekalterung anfälligen Werkstoffen zusätzlich von Prüfbedingungen wie Dehnraten und Temperatur abhängt.

$$\beta = f(\dot{\epsilon}, T, KG, \rho, \text{etc.}) \quad (4.5)$$

Die qualitativen Ergebnisse aus der dynamischen Härtemessung in Form von Auffälligkeiten („serrations“) in Kraft-Eindringtiefe-Kurven liefern dagegen aussagekräftige und belastbare Ergebnisse zur Rekalterungsempfindlichkeit in Abhängigkeit von Dehnrate und Temperatur. Wie aus den Spannungs-Dehnungs-Diagrammen aus langsamen Zugversuchen lassen sich aus Kraft-Eindring-Kurven aus dynamischer Härteprüfung die Rekalterungsanfälligkeit von niedriglegierten Stählen in Abhängigkeit von kritischen Kombinationen aus Eindringgeschwindigkeit und Temperatur bestimmen. Diese kann in Zukunft die Grundlage für die Entwicklung zerstörungsfreier Prüfmethode zur Analyse dynamischer Rekalterung von druckführenden Bauteilen aus niedriglegierten Stählen mit portablen Härtemessgeräten sein.

4.7 Internal Friction Messungen

Zur Bestimmung der Wechselwirkung von interstitiell gelösten Fremdatomen mit Versetzungen in niedriglegierten Stählen wurden Internal Friction Messungen durchgeführt (vgl. Kapitel 3.1.6). Zunächst wurde die Temperaturabhängigkeit des Internal Friction Parameters Q^{-1} bei $T = 90$ bis 500 K bestimmt. Die Werkstoffproben wurden im angelieferten Zustand, nach einer bei $T = \text{RT}$ durch Torsion eingebrachten Kaltverformung von $\epsilon_{\text{pl}} = 5\%$ und schließlich in einem erneuten Durchlauf des zweiten tordierten Zustands gemessen. Die erhaltenen Kurven sind in Abb. 4.24 vergleichend dargestellt.

Im Ausgangszustand (spannungsarmgeglüht bzw. angelassen) wurden außer für den Werkstoff FOX DMO KB, welcher den höchsten Gehalt an interstitiellem Stickstoff besitzt (vgl. Tabelle A.2), keine Hinweise auf Fremdatome im Zwischengitter gemessen. Dies ist auf eine Anlagerung des interstitiellen Stickstoffs an Potentialsenken im Gitter zurückzuführen. Hierdurch wird der Anteil des interstitiellen Stickstoffs, welcher durch Platzwechsel auf den Würfelkanten des krz-Gitters den sogenannten SNOEK-Peak verursacht [239], reduziert. Der Kohlenstoff ist in niedriglegierten Stählen nahezu vollständig in Karbidausscheidungen gebunden, weshalb dieser untergeordnet zur inneren Reibung beiträgt. Gleiche Ergebnisse wurde auch von anderen Autoren an Werkstoffproben im Zustand nach Spannungsarmglühung gefunden [198]. Die Ausprägung des SNOEK-Peaks nimmt z.B. vom Zustand nach Schweißung zum spannungsarmgeglühten Werkstoffzustand ab. Der beim Werkstoff FOX DMO KB im Temperaturbereich von

$T \approx 290 \text{ K}$ ($\equiv 20 \text{ }^\circ\text{C}$) gemessene Peak ist auf interstitiellen Stickstoff zurückzuführen [240, 241].

In kaltverformten Proben („Tordiert-1“ und „Tordiert-2“) wurde dagegen für alle untersuchten Werkstoffen bei $T \approx 290 \text{ K}$ Wechselwirkungspeaks gefunden. Das Auftreten dieser Peaks ist, im Vergleich zum Ausgangszustand der jeweiligen Werkstoffe, auf eine erhöhte Versetzungsdichte im tordierten Zustand gegenüber dem Ausgangszustand zu begründen. Ferner befinden sich durch die eingebrachte

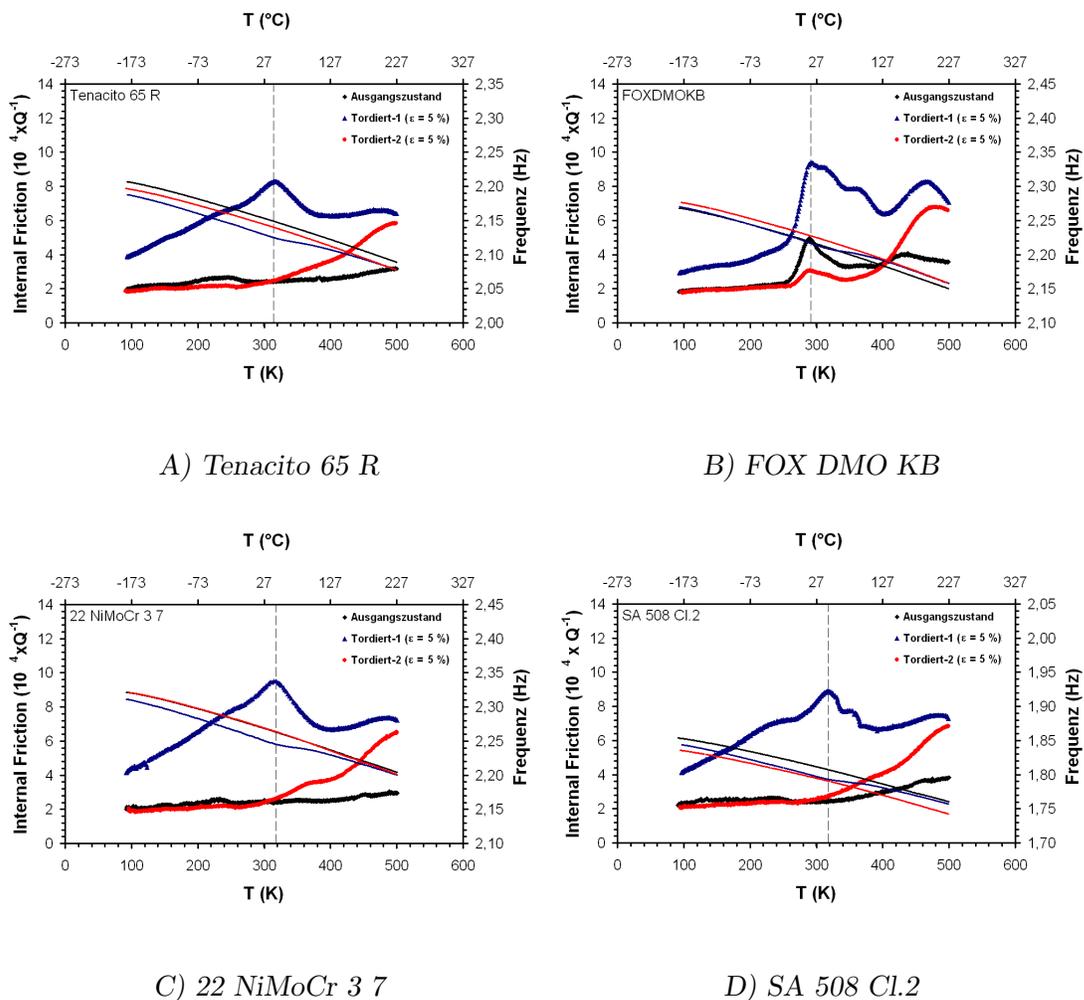


Abb. 4.24: Ergebnisse aus Messung der inneren Reibung in einem Temperaturintervall von $T = 90 \dots 500 \text{ K}$ zur Bestimmung des SNOEK-Peaks, welcher die Wechselwirkung zwischen Stickstoff bzw. Kohlenstoff und der elastischen Schwingung des Werkstoffgitters wiedergibt.

Kaltverformung und das Losreißen von Versetzungen aus ihren Fremdatomwolken mehr Zwischengitteratome im freien gelösten Zustand in der Matrix und tragen daher zum SNOEK-Peak bei. Die im ersten Durchlauf des tordierten Zustands („Tordiert-1“) auftretenden Schultern bei Temperaturen unterhalb $T = RT$ sind auf die während Kaltverformung durch Torsion gebildete Versetzungen und auf Schneidprozesse mit Waldversetzungen zurückzuführen [241]. Im Fall des Werkstoffs FOX DMO KB weist diese Schulter jedoch eine geringere Höhe auf, was auf eine herabgesetzte Quellentätigkeit durch verstärkte Blockaden von z.B. FRANK-READ-Quellen durch Wolken von Zwischengitteratomen um Versetzungsquellen begründet sein kann. Die zusätzlich im Temperaturbereich von $T = 350$ bis 400 K beobachteten Peaks, sind wahrscheinlich auf die Wechselwirkung von Versetzungen mit Substitutionsatomen auf regulären Gitterplätzen oder das Auftreten eines sogenannten γ -Peaks durch Kinkenpaarbildungen zu erklären [66].

Bei $T \geq 470$ K auftretende Peaks sind der SNOEK-KOESTER-Relaxation zuzuschreiben [242], welche auf attraktive Wechselwirkung von Zwischengitteratomen mit Versetzungen zurückgeht. Eine erhöhte Versetzungsdichte führt zu einem ausgeprägten SNOEK-KOESTER-Peak (vgl. Abb. 4.24). Die Höhe des SNOEK- als auch des SNOEK-KOESTER-Peaks nimmt bei wiederholtem Messen des tordierten Zustands ab, was auf Anlagerung von Zwischengitteratomen an Versetzungslinien durch Diffusion am Ende der vorangegangenen Messung begründet ist. Erholungs- und Annihilationsprozesse reduzieren zusätzlich die Versetzungsdichte und führen zu weniger ausgeprägten SNOEK-KOESTER-Peaks.

Zur Bestimmung der Aktivierungsenergie aus der SNOEK-KOESTER-Relaxation sind Versuche mit unterschiedlicher Eigenfrequenz, d.h. Probendicke, bei $T \approx 300$ bis 700 K erforderlich. Es wurden vier Messungen an um $\epsilon_{pl} = 20$ % tordierten Proben durchgeführt, welche alle stabile SNOEK-KOESTER-Peaks bei $T \approx 520$ K zeigten. Zur Berechnung der Wechselwirkungsparameter aus den gewonnenen Messkurven wurde folgende Gleichung mit ω Schwingungsfrequenz des Torsionspendels, τ_0 pre-exponentieller Faktor, k BOLTZMANN-Konstante, H Aktivierungsenthalpie und T_m Temperatur am Maximum des SNOEK-KOESTER-Peaks verwendet.

$$\omega \cdot \tau_0 \times e^{\left(\frac{H}{k \cdot T_m}\right)} = 1 \quad (4.6)$$

Für den pre-exponentiellen Faktor wurde auf Grundlage von Erfahrungswerten für niedriglegierte Stähle an der Universität Helsinki für $\tau_0 = 10^{-13}$ s angenommen [243]. Aktivierungsenergien von $\Delta Q \approx 1,6$ bis $1,8$ eV lassen im Vergleich mit Literaturwerten auf Wechselwirkung von Kohlenstoff ($\Delta Q_C = 1,6$ eV, [66, 196]) bzw. Stickstoff ($\Delta Q_N = 1,7$ eV, [218]) mit Versetzungen schließen. Die besonders hohen Aktivierungsenergien für FOX DMO KB und SA 508 Cl.2 von $\Delta Q \approx 4$ eV weisen auf eventuell während Messung der inneren Reibung instabile Verteilungen zwischen bainitischer und ferritischer Phase hin, könnte aber auch

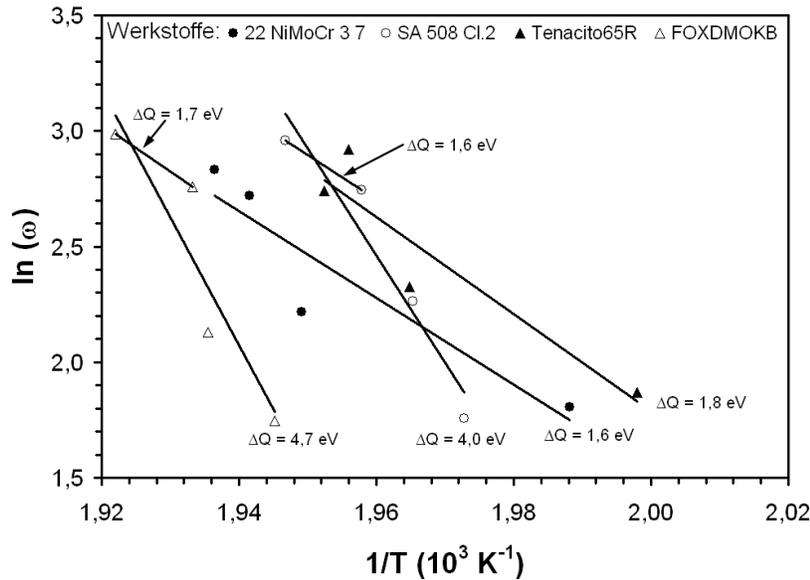


Abb. 4.25: Aus IF-Messungen ermittelte Aktivierungsenergien zwischen interstitiellen Fremdatomen und Versetzungen.

auf eine erhöhte Anfälligkeit gegen dynamische Rekalterung zurückzuführen sein (vgl. Abb. 4.25). Diese Annahme bedürfte jedoch weiterer Untersuchungen, welche allerdings über den Rahmen dieser Arbeit hinausgehen würden.

4.8 Langsame Zugversuche im Medium

Die Wechselwirkung aus kritischem Werkstoffzustand durch dynamische Rekalterung und Medium wurde anhand langsamer Zugversuche in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser untersucht, um postulierte Unterschiede im Rissinitiierungsverhalten von Werkstoffen mit unterschiedlicher Rekalterungsempfindlichkeit zu belegen. Alle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser durchgeführten langsamen Zugversuche wurden unter Verformungsparametern (T , $\dot{\epsilon}$) durchgeführt, unter welchen eine Festigkeitssteigerung (R_m , $R_{p0.2}$ \uparrow) und gleichzeitig eine Reduktion der Duktilität (A , Z \downarrow) aufgrund dynamischer Rekalterung gemessen wurde. Dabei wurde der kritische Werkstoffzustand rekalterungsempfindlicher Werkstoffe durch entsprechende Verformungsbedingungen aus Ergebnissen an Laborluft abgeleitet (vgl. Abb. 4.26 A)).

Da Dehnungsänderungen in Rohrleitungen bzw. Druckbehältern in der Regel sehr langsam ablaufen, sind Zugversuche im Medium bei entsprechend geringer Dehnrage wünschenswert. Für alle SSRT-Versuche unter Mediumsbedingungen wurde eine Dehnrage von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ bei verschiedenen Temperaturen

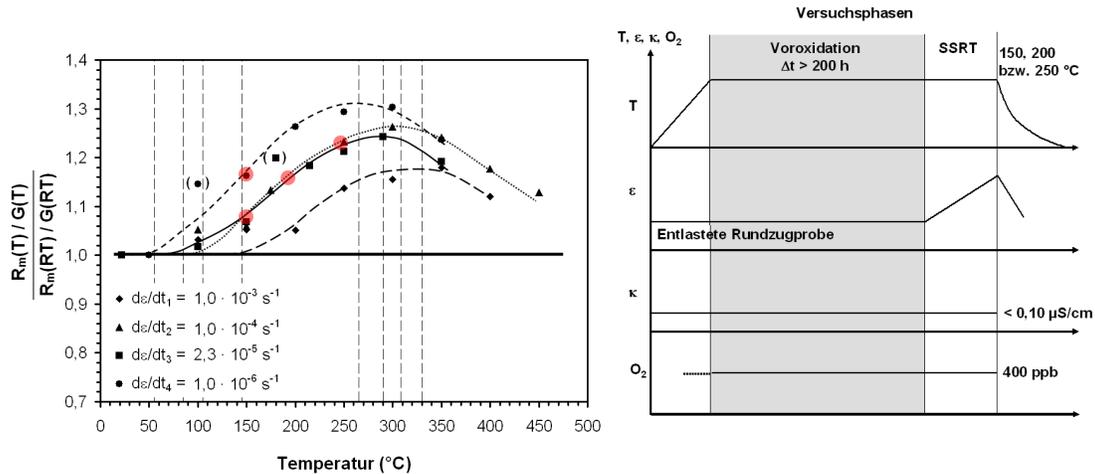


Abb. 4.26: Auswahl kritischer Verformungsbedingungen (hier: FOX DMO KB) und schematische Darstellung der Versuchsparameter für SSRT-Versuche über der Zeit.

von $T = 150, 200$ und $250 \text{ }^\circ\text{C}$ gewählt. Die wasserchemischen Umgebungsbedingungen entsprachen einer elektrischen Leitfähigkeit von $\kappa \leq 0,1 \text{ } \mu\text{S/cm}$ und einem Sauerstoffgehalt von $DO = 400 \text{ ppb}$. Die „Wasserchemie“ wurde über die gesamte Versuchsdauer messtechnisch erfasst und geregelt. Dem SSRT-Versuch wurde eine mindestens $\Delta t \geq 200 \text{ h}$ andauernde Voroxidation der Werkstoffprobe vorangestellt, in welcher eine oxidische Deckschicht aus Magnetit auf niedriglegiertem Stahl aufwächst (vgl. Abb. 4.26 B)). Eine solche Versuchsführung mit Erreichen eines quasistationären Zustands ist für die Übertragbarkeit erzielter Ergebnisse auf unter Einsatzbedingungen vorliegende Schädigungsmechanismen durch dynamische Reckalterung eine grundlegende Voraussetzung.

4.8.1 Schweißzusatzwerkstoffe

In Abb. 4.27 sind Spannungs-Dehnungs-Kurven der Schweißzusatzwerkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R, jeweils der Werkstoffcharge B, in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und verschiedenen Temperaturen gegenübergestellt. Zum Vergleich mit Ergebnissen aus langsamen Zugversuchen an Luft sind in Abb. 4.27 die Spannungs-Dehnungs-Kurven bei entsprechender Dehnrates und Temperatur ohne HTW-Mediumseinfluss eingetragen (Werkstoffchargen A und B).

Für beide Werkstoffe treten unter Mediumkontakt und kritischen Verformungsbedingungen unetige Fließerscheinungen in Form von „serrations“ auf, wobei diese hinsichtlich Betrag und Typ den Ergebnissen aus Versuchen ohne HTW-Mediumkontakt der jeweiligen Werkstoffcharge gleichen (vgl. Kapitel 4.1).

Eine zusätzliche Festigkeitssteigerung bzw. Herabsetzung der Duktilität durch HTW-Mediumskontakt wurde bei bis $\epsilon_{pl} \approx 14\%$ verformten Zugproben, wie erwartet, nicht gemessen. Die Ergebnisse stellen sich im Einzelnen wie folgt dar:

A) *FOX DMO KB*

- Bei einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ tritt ab einer Temperatur von $T_{\text{Onset}} = 85 \text{ °C}$ (vgl. Definition in Kapitel 4.1.1.4) eine Festigkeitssteigerung durch dynamische Reckalterung auf und erreicht bei $T_{\text{Peak}} = 290 \text{ °C}$ ihr Maximum (vgl. Kapitel 4.1.2). Dieses Ergebnis wurde mit Versuchen unter Mediumskontakt bestätigt, da auch hier mit steigender Temperatur eine Festigkeitssteigerung von $T = 150 \text{ °C}$ zu $T = 250 \text{ °C}$ gemessen wurde.
- „Serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Kurven sind nach Kapitel 2.2.1 bei einer Temperatur von $T = 150 \text{ °C}$ einer Mischform aus Typ B und C zuzuordnen. Mit steigender Temperatur nimmt die Anzahl der „serrations“ ab. Bei einer Temperatur von $T = 200 \text{ °C}$ sind Unstetigkeiten in der Spannungs-Dehnungs-Kurve am ehesten Typ A zuzuordnen. Bei $T = 250 \text{ °C}$ zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve eine glatte Verfestigungskurve.

B) *Tenacito 65 R*

- Analog zu Ergebnissen ohne Mediumskontakt wurde im Temperaturbereich von $T_{\text{Onset}} = 135 \text{ °C}$ bis $T_{\text{Peak}} = 288 \text{ °C}$ und einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ eine durch dynamische Reckalterung bedingte Festigkeitssteigerung bestimmt. Die Beträge der Festigkeitssteigerung unter HTW-Mediumskontakt fallen ebenfalls wie an Luft geringer als beim Werkstoff FOX DMO KB aus.
- Die wenigen „serrations“ in der Spannungs-Dehnungs-Kurve bei einer Temperatur von $T = 200 \text{ °C}$ sind Typ A bzw. einer Mischform aus Typ A und C zuzuordnen (vgl. Kapitel 2.2.1). Diese treten vereinzelt über den gesamten Bereich der Verfestigungskurve auf. Die restlichen Spannungs-Dehnungs-Kurven zeigen wie Versuche ohne HTW-Mediumskontakt eine glatte Verfestigungskurve.

4.8.2 Grundwerkstoffe

Analog zu den Schweißzusatzwerkstoffen wurden an den beiden Grundwerkstoffen 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2 langsame Zugversuche in HTW-Medium durchgeführt, wobei gleiche Verformungsbedingungen mit einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und verschiedene Temperaturen von $T = 150, 200$ und 250 °C

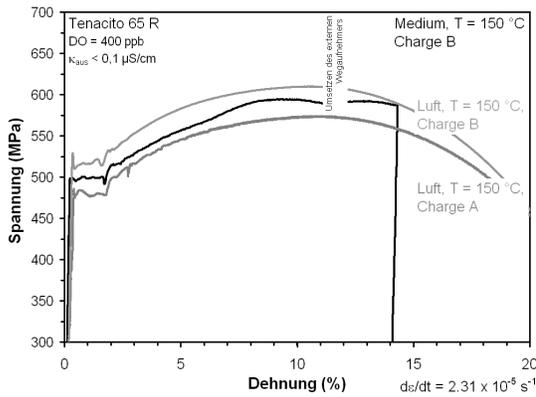
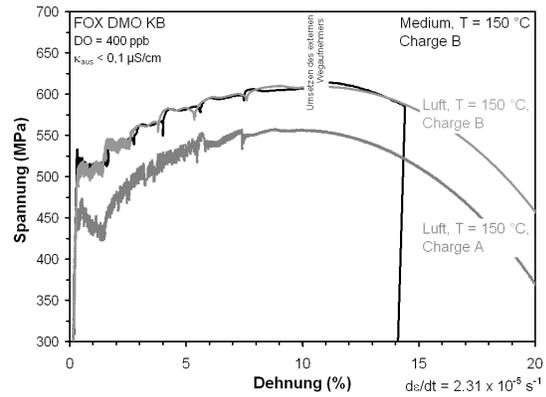
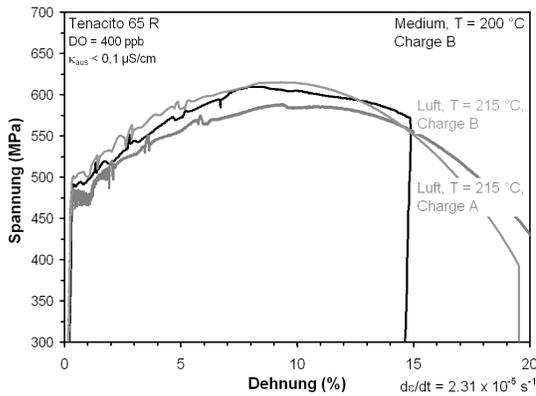
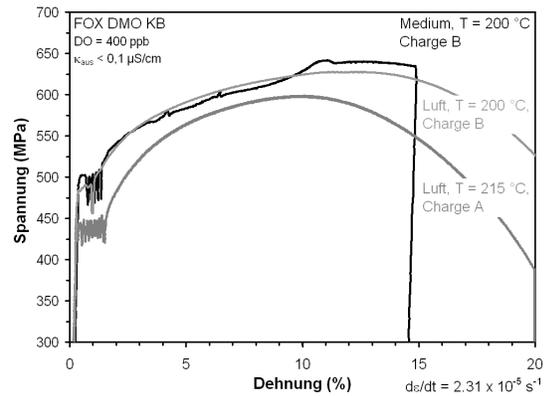
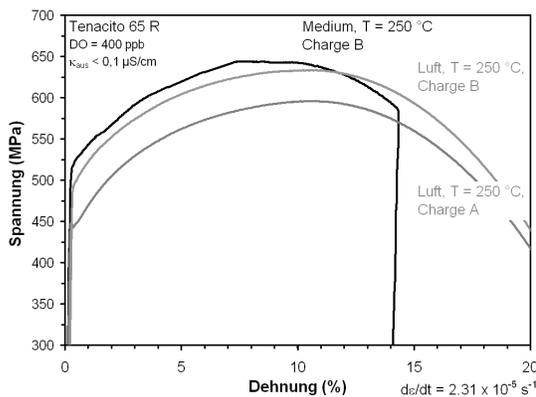
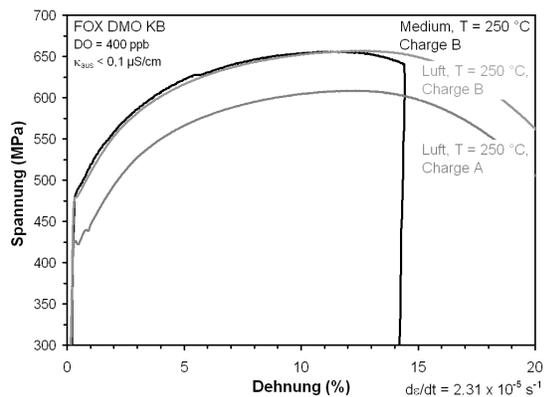
A) Tenacito 65 R, $T = 150\text{ °C}$ B) FOX DMO KB, $T = 150\text{ °C}$ C) Tenacito 65 R, $T = 200\text{ °C}$ D) FOX DMO KB, $T = 200\text{ °C}$ E) Tenacito 65 R, $T = 250\text{ °C}$ F) FOX DMO KB, $T = 250\text{ °C}$

Abb. 4.27: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Werkstoffe Tenacito 65 R und FOX DMO KB in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser ($\kappa \leq 0,1\ \mu\text{S}/\text{cm}$, $\text{DO} = 400\ \text{ppb}$) bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5}\ \text{s}^{-1}$ und verschiedenen Temperaturen.

gewählt wurden. Unter Mediumskontakt gemessene Spannungs-Dehnungs-Kurven gleichen, hinsichtlich Auftreten von „serrations“ und deren Beträge, Ergebnissen aus SSRT-Versuchen ohne Mediumseinfluss. Dies sind im Einzelnen:

A) *SA 508 Cl.2*

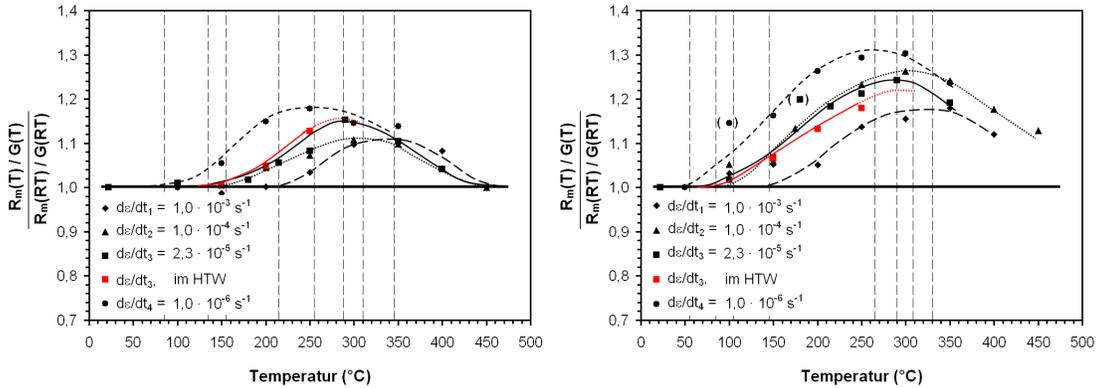
- Durch dynamische Rekalterung bedingte Festigkeitssteigerung bei einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ wurden bei Temperaturen von $T_{\text{Onset}} = 105 \text{ °C}$ bis $T_{\text{Peak}} = 280 \text{ °C}$ beobachtet. Gleiche Ergebnisse wurden auch aus Versuchen unter Mediumskontakt gemessen.
- Sofern „serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Kurven auftreten, gleichen diese unstetigen Fließerscheinungen aus Versuchen ohne Mediumskontakt.

B) *22 NiMoCr 3 7*

- Aus SSRT-Versuchen mit Mediumskontakt wurden analog zu Versuchen ohne HTW-Medium Festigkeitssteigerungen durch dynamische Rekalterung gemessen ($T_{\text{Onset}} = 155 \text{ °C}$, $T_{\text{Peak}} = 285 \text{ °C}$). Allerdings fallen die Beträge der Festigkeitssteigerung geringer als beim Werkstoff SA 508 Cl.2 aus.
- Geringe „serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Kurven dieses Werkstoffs sind Typ A bzw. einer Mischform aus Typ A und C zuzuschreiben und treten über den gesamten Bereich der Verfestigungskurve auf.

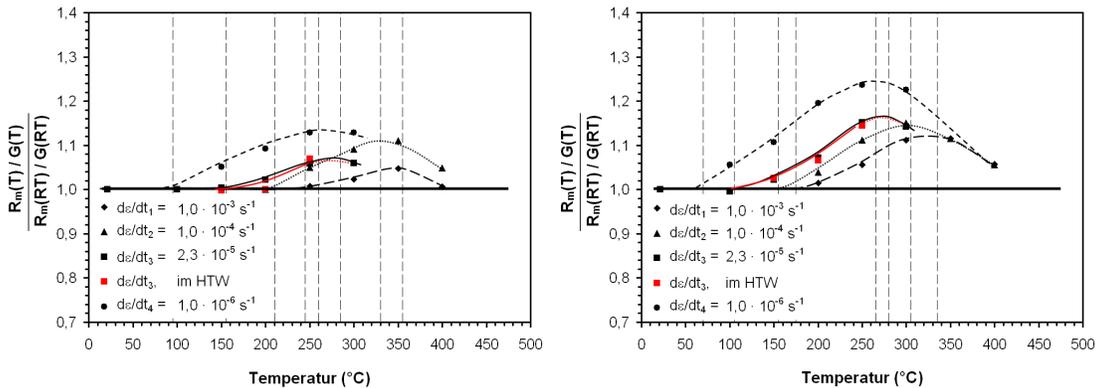
4.8.3 Vergleich der Ergebnisse

Obige Zusammenstellung der Ergebnisse aus unterbrochenen SSRT-Versuchen ($\epsilon_{\text{pl}} \approx 14 \%$) in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser zeigt, dass hinsichtlich des Auftretens dynamischer Rekalterung und deren Einfluss auf die Festigkeitskennwerte bei einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ gleiche Zunahmen der Festigkeit wie in SSRT-Versuchen ohne HTW-Medium gemessen wurden (Abb. 4.28). Die Temperatur T_{Onset} stimmt mit Kurvenverläufen aus Versuchen ohne Mediumskontakt überein und gleiches ist offensichtlich auch für die Temperatur bei maximalem Festigkeitszuwachs T_{Peak} zu erwarten. Aus diesen Ergebnissen wird abgeleitet, dass bei geprüfter Dehnrate kein zusätzlicher Mediumseinfluss auf die durch dynamische Rekalterung angehobene Festigkeiten vorliegt. Jedoch ist aufgrund Überlagerung mechanischer und korrosiver Belastung von mediumgestützter Rissinitiierung bei geringer Dehnraten im Vergleich zu Versuchen ohne Mediumskontakt auszugehen (vgl. Kapitel 4.10).



A) Tenacito 65 R

B) FOX DMO KB



C) 22 NiMoCr 3 7

D) SA 508 Cl.2

Abb. 4.28: Ergebnisse aus dem langsamen Zugversuch in spezifischem Hochtemperaturwasser im Vergleich zu Ergebnissen an Luft.

4.9 Oberflächen von Rundzugproben im HTW

Der Schädigung in schichtbildenden Korrosionssystemen durch Rissinitiierung und eventuell anschließendes Risswachstum geht eine Verletzung fest haftender, schützender Deckschichten, z.B. Magnetit auf niedriglegiertem Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, voraus. Die Verletzung der Magnetitschicht führt zu direktem Kontakt zwischen niedriglegiertem Stahl und Hochtemperaturwasser und somit zum Ablauf entsprechender Korrosionsreaktionen. Durch den langsamen Zugversuch im Medium wird eine wiederholte Verletzung der oxidischen Deckschicht, welche eine sehr geringe Bruchdehnung besitzt, durch eine kontinuierlich zunehmende Dehnung erzwungen. Außerdem wurden die Rundzugproben unter für dynamische Rekalterung kritischen Verformungsbedingungen

gereckt (vgl. Kapitel 4.8). Zur Oberflächenanalyse verformter Rundzugproben im Medium wurde nach einer technischen Dehnung von $\epsilon_{pl} \approx 14\%$ (\equiv oberhalb Zugfestigkeit R_m) vollständig entlastet und die gereckten Zugproben ausgebaut. Im verformten Zustand liegen daher entlang der Probenlängsachse verschiedene Beträge der Dehnung vor, da der Proportionalstab bis zur Bildung einer Einschnürung verformt wurde. Zur Analyse der Probenoberfläche wurden Bereiche der „Gleichmaßdehnung“ und der „Einschnürung“ miteinander verglichen.

Die Oberflächenanalyse des gegen dynamische Reckalterung weitestgehend unempfindlichen Werkstoffs 22 NiMoCr 3 7 zeigt das aus der Literatur bekannte Schadensbild aus langsamen Zugversuchen niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser: $T = 150, 200$ bzw. 250 °C und $DO = 400\text{ ppb}$ (vgl. Abb. 4.29, [142, 232]). Die oxidische Deckschicht reißt durch eingebrachte Dehnungen an verschiedenen Stellen ein und ermöglicht Kontakt zwischen Metall und Medium. Die Anzahl der Risse in der Magnetitschicht nimmt mit dem Betrag der Dehnung zu. Neben nahezu gleichmäßig verteilten Anrissen in der oxidischen Deckschicht liegen entsprechend des Sauerstoffgehaltes vereinzelte Korrosionsmulden vor [232], deren Muldenrund mit vielen kleinen Anrissen im niedriglegierten Werkstoff gekennzeichnet sind (vgl. Abb. 4.29). In der Regel setzt sich unter gewählter Belastung (Medium und mechanische Belastung) ein oder mehrere Mikroanrisse unter den anderen durch und führen zum Tiefenwachstum (vgl. Abb. 4.29 E)). An diesem Punkt ist auch die häufig erwähnte Kritik an der Durchführung von langsamen Zugversuchen im Medium bis zum Bruch anzubringen, da stetige Dehnung zu einem zwangsweisen und kontinuierlichen Einreißen der Deckschicht und somit zum Rissfortschritt führt. Die Ergebnisse lassen bei Verformung bis zum Bruch nicht eindeutig zwischen Werkstoffen, welche durch vorwiegend mediumgestützte Risskorrosion zum Versagen der geprüften Rundzugprobe führen, und unempfindlichen unterscheiden, da auch bei geringen Dehnraten eine zwangsweise, mechanische Belastung vorliegt. Jedoch ermöglichen langsame Zugversuche unter Mediumkontakt eine sehr gute Parameterstudie zum Schädigungsverhalten verschiedener Werkstoffe im Medium unter gleichen Verformungsbedingungen (z.B. Dehnraten, Temperatur und Betrag der eingebrachten Verformung). Unterschiede sind dann vor allem aus den Duktilitätskennwerten, z.B. Bruchdehnung oder wie in dieser Arbeit aus der Analyse und Bewertung lokaler Anrissbildung, abzuleiten.

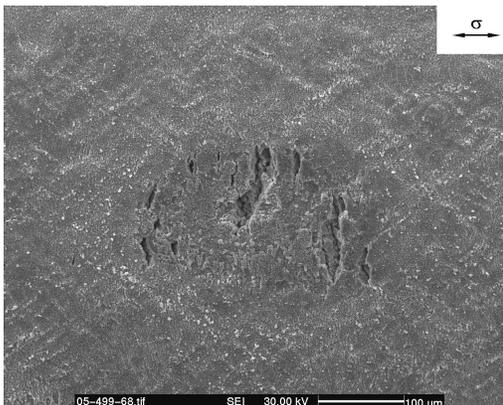
Der gegen dynamische Reckalterung anfälligere Grundwerkstoff SA 508 Cl.2 zeichnet sich neben dem üblichen und anhand des Werkstoffs 22 NiMoCr 3 7 skizzierten Verhalten in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser durch eine anzunehmende, vorzugsweise lokale Anrissbildung in den beobachteten Korrosionsmulden aus (vgl. Abb. 4.29 D)). Die zentralen Anrisse in den Korrosionsmulden lassen aufgrund großer Klaffung auf deutlich tieferes Eindringen in das Metall schließen. Insbesondere können Mikroanrisse gefunden werden, welche offensichtlich an Gleitstufen an der Oberfläche entstanden sein müssen, da in diesen Oberflächenbereichen keine Korrosionsmulden vorliegen (vgl. Abb. 4.29 E)) [244].



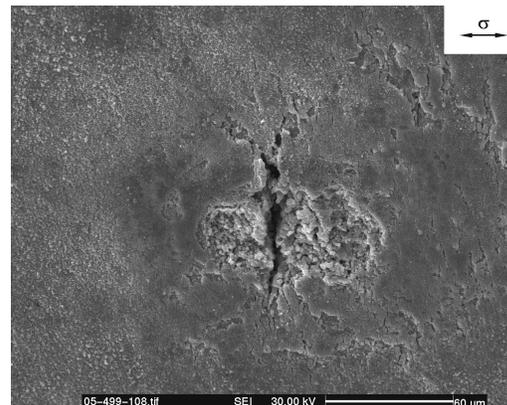
A) 22 NiMoCr 3 7, Übersicht



B) SA 508 Cl.2, Übersicht



C) 22 NiMoCr 3 7, Einschnürung



D) SA 508 Cl.2, Einschnürung

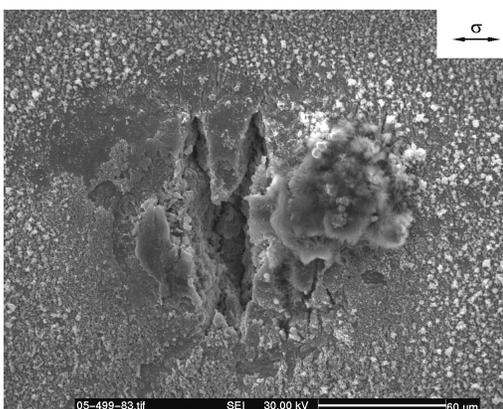
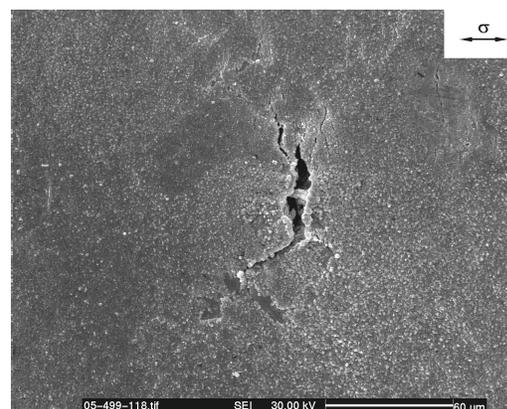
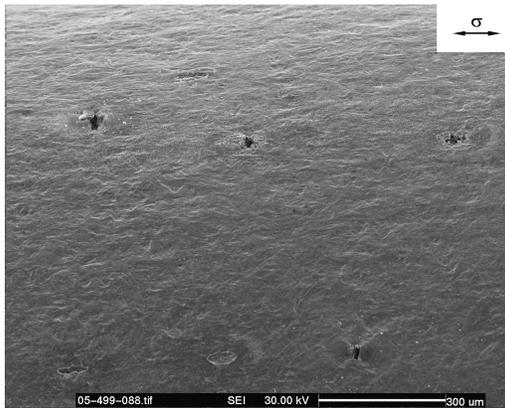
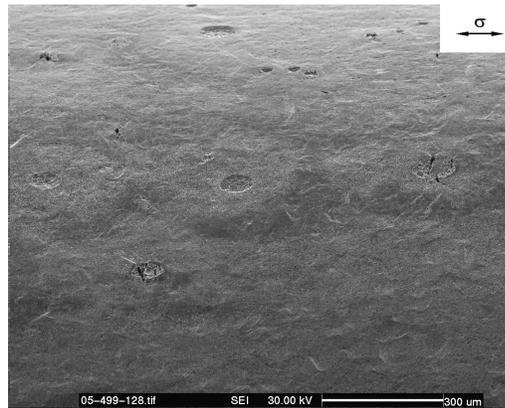
E) 22 NiMoCr 3 7, Gleichmaß
„geringe“ DSA-EmpfindlichkeitF) SA 508 Cl.2, Gleichmaß
„mittlere“ DSA-Empfindlichkeit

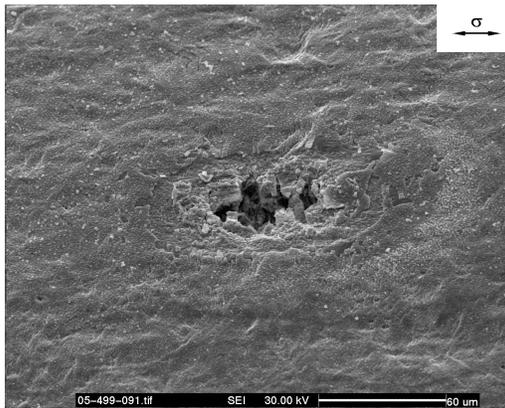
Abb. 4.29: Ausgewählte Oberflächenaufnahmen von Rundzugproben aus langsamen Zugversuchen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser ($\kappa \leq 0,1 \mu\text{S}/\text{cm}$, $\text{DO} = 400 \text{ ppb}$) bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und einer Temperatur von $T = 200 \text{ }^\circ\text{C}$.



A) Tenacito 65 R, Übersicht



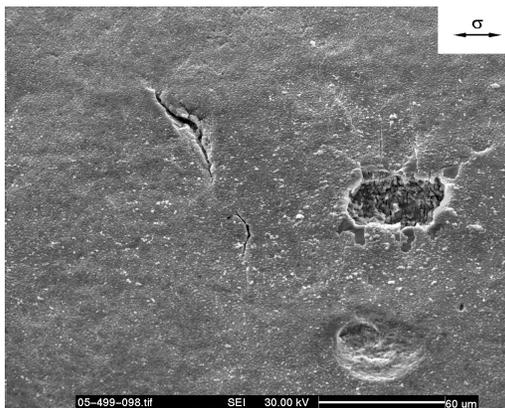
B) FOX DMO KB, Übersicht



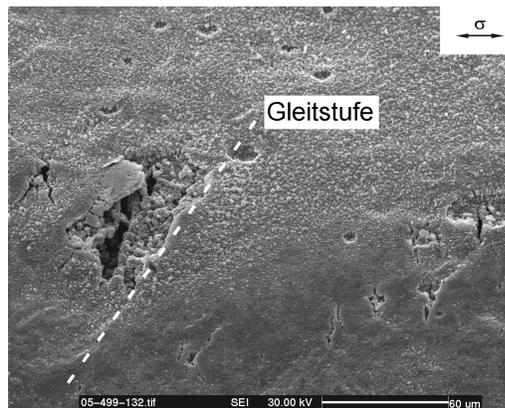
C) Tenacito 65 R, Einschnürung



D) FOX DMO KB, Einschnürung



E) Tenacito 65 R, Gleichmaß
„mittlere“ DSA-Empfindlichkeit



F) FOX DMO KB, Gleichmaß
„hohe“ DSA-Empfindlichkeit

Abb. 4.30: Ausgewählte Oberflächenaufnahmen von Rundzugproben aus langsamen Zugversuchen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser ($\kappa \leq 0,1 \mu\text{S}/\text{cm}$, $\text{DO} = 400 \text{ ppb}$) bei einer Dehnrage von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und einer Temperatur von $T = 200 \text{ }^\circ\text{C}$.

Die Anrissbildung an Gleitstufen ist auch beim Schweißzusatzwerkstoff Tenacito 65 R zu beobachten (vgl. Abb. 4.30 E)), welcher ebenfalls zu geringer dynamischer Reckalterung unter plastischer Verformung neigt. Schon allein Übersichtsaufnahmen verformter Rundzugproben aus Schweißzusatzwerkstoff zeigen eine ausgeprägtere Bildung von Gleitstufen im Vergleich zu den beiden Grundwerkstoffen (vgl. Abb. 4.30 A) und B)). Ebenso liegen innerhalb beobachteter Korrosionsmulden stark aufklaffende Anrisse vor, welche möglicherweise eine größere Tiefe besitzen als bei 22 NiMoCr 3 7. Besonders deutlich wird bevorzugte Anrissbildung an Gleitstufen für den gegen dynamische Reckalterung anfälligsten Werkstoff FOX DMO KB (vgl. Abb. 4.30 F)). Nach Rissinitiierung entstandene Korrosionsprodukte lassen aufgrund ihrer Menge auf bevorzugte Korrosion von Anrissen an Gleitstufen mit großer plastischer Verformung schließen.

Durch Dehnungslokalisierung (Grobgleitung, vgl. Kapitel 4.11) in reckalterungsempfindlichen Werkstoffen kommt es zur lokalen Abgleitung von Versetzungen auf wenigen Gleitebenen mit Normalenvektor \vec{n} und Schubspannung τ , welche trotz attraktiver Wechselwirkung mit Fremdatomen ausreicht, Versetzungen mit BURGERS-Vektor b , zu bewegen (vgl. Abb. 4.31). Mit zunehmender Reckalterungsempfindlichkeit steigt die Dehnungslokalisierung bei plastischer Verformung und führt zu hohen Gleitstufen. Der Betrag der Abgleitung a_{GE} ist dabei proportional zur Anzahl abgeglittener Versetzungen (vgl. Kapitel 4.4). Mit zunehmender Stufenhöhe h nehmen Spannungen zwischen oxidischer Deckschicht und Metall

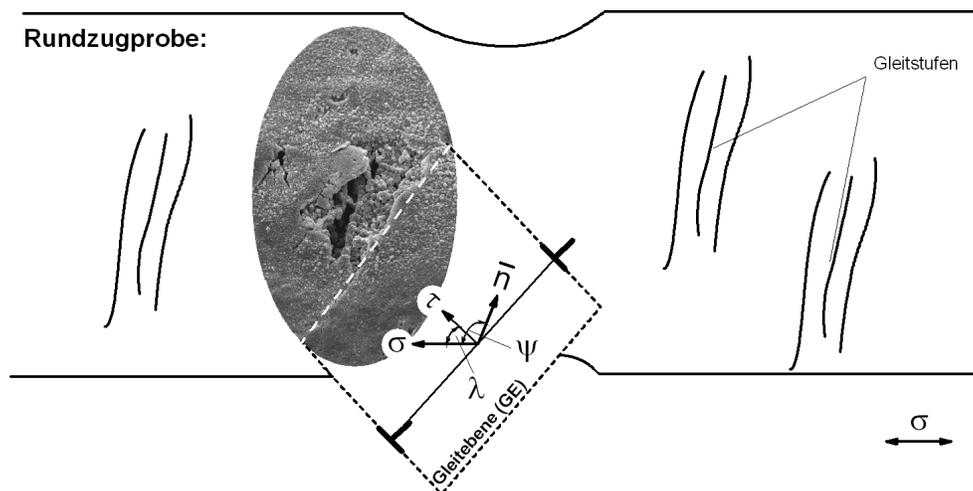


Abb. 4.31: Dehnungslokalisierung auf wenige aktive Gleitbänder (Grobgleitung) in reckalterungsempfindlichen Werkstoffen führt zur bevorzugten Rissinitiierung im Bereich gebildeter Gleitstufen (Normalspannung: σ , Schubspannung: τ , Normalenvektor der GE: \vec{n} , Winkel zwischen \vec{n} und GE: λ und Winkel zwischen Normalspannungsachse und \vec{n} : Ψ).

zu und führen schließlich zu weniger aber höheren lokalen Schichtverletzungen, womit aufgrund erschwelter Repassivierung Rissinitiierung vorliegt. Ferner stellen Gleitbänder mit hoher Versetzungsdichte aufgrund reduzierter Gitterkohäsion entsprechende Schwachstellen für anodische Metallauflösung dar.

Anhand von Querschliffen verformter Rundzugproben wurde die Magnetitschichtdicke nach einer Expositionsdauer von $\Delta t \approx 200$ h bei Temperaturen von $T = 150, 200$ bzw. 250 °C in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser mit einer elektrischen Leitfähigkeit von $\kappa \leq 0,1 \mu\text{S}/\text{cm}$ und einem Sauerstoffgehalt von $\text{DO} = 400$ ppb analysiert. In Abb. 4.32 sind gemessene Oxidschichtdicken mit Literaturangaben für parabolisches Schichtdickenwachstum bei vergleichbaren Umgebungsbedingungen zusammengestellt [136, 142, 232, 231, 245]. Für den passiven Korrosionsschutz des niedriglegierten Stahls ist die Dicke der inneren Deckschicht („topotactic layer“) entscheidend. Diese ist in analysierten Schliffbildern nicht eindeutig vom äußeren, für Mediumszutritt undichten Oxidbelag („epitactic layer“), abzugrenzen. Die Schichtdicke der „topotactic layer“ ist daher kleiner als die gesamte Schichtdicke anzusetzen, wobei allerdings anzunehmen ist, dass die Schichtdicke der „epitactic layer“ mit zunehmender Expositionsdauer aufgrund der porösen Struktur und eventueller Rückfällung von Eisenionen aus dem Medium schneller als die „topotactic layer“ wächst ($d_{\text{topotactic}}/d_{\text{epitactic}} \downarrow$ mit \uparrow Versuchsdauer). Eine Gleitsstufenbildung bei plastischer Verformung rekalterungsempfindlicher Werkstoffe mit maximaler Stufenhöhe von $h_{\text{max}} \approx 3 \mu\text{m}$ führt

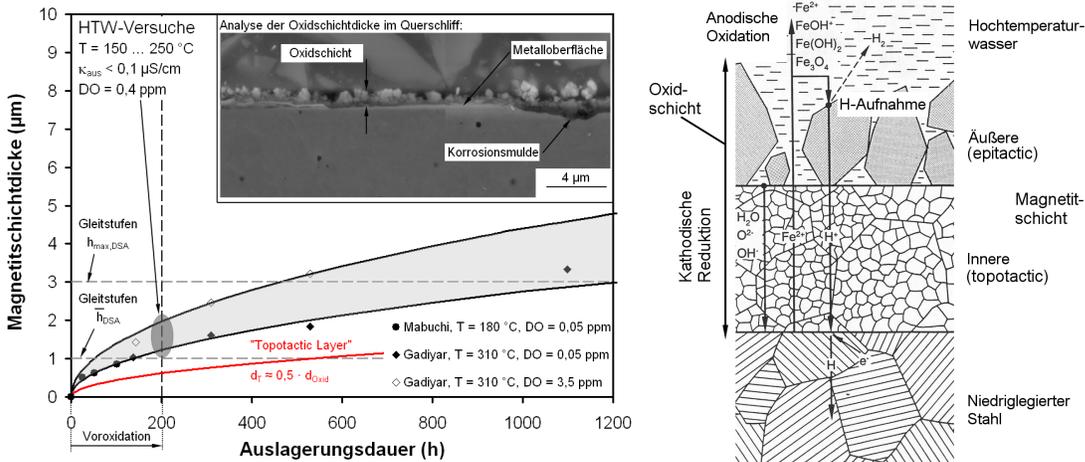


Abb. 4.32: Vergleich analysierter Fe_3O_4 -Schichtdicken auf ausgelagerten Rundzugproben mit Literaturdaten und schematische Darstellung des zweilagigen Aufbaus der Magnetitschicht auf niedriglegiertem Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, nach [136, 142, 232, 231, 245].

daher unter konservativer Betrachtung, mit $d_{\text{topotactic}} = 0,5 \cdot d_{\text{Oxid}}$ für die gesamte Expositionsdauer, zu einer deutlichen Überschreitung von Schichtdicken der für Mediumszutritt dichten „topotactic layer“. Damit kommt es zu vergleichsweise großflächigem, direkten Kontakt zwischen niedriglegiertem Stahl und Medium, was eine aktive Metallauflösung zur Folge hat (vgl. Kapitel 4.4.3). Das parabolische Zeitgesetz des Schichtdickenwachstums führt auch langfristig nicht zu einem wesentlichen Schichtdickenzuwachs, weshalb auch bei langen Expositionsdauern von einer Rissinitiierung an durch dynamische Reckalterung bedingten großen Gleitstufen auszugehen ist.

4.10 Rissinitiierungsverhalten im Medium

Während langsamer Zugversuche in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser (vgl. Kapitel 4.8) wurden neben der Messung mechanischer Kennwerte auch elektrochemische Rauschmessungen (Potential- und Stromrauschen), wie in Kapitel 3.1.3 beschrieben, durchgeführt. Hinsichtlich des Stromrauschens wurden temperaturbedingte Veränderungen des mittleren Stromsignals z.B. während Aufheizen des Hochtemperaturwasserkreislaufes gemessen. Mit steigender Temperatur nimmt der Stromfluß über den Elektrolyten aufgrund erhöhter Beweglichkeit ionaler Bestandteile zu. Während Voroxidation bei konstanter Temperatur ist ein exponentieller Abfall des Stromsignals bestimmt worden. Der Abfall geht auf parabolisches Wachstum der oxidischen Deckschicht auf Rundzugproben zurück. Mit zunehmender Schichtdicke nimmt der Widerstand der Oxidschicht zu und der fließende Strom ab.

Während Durchführung der SSRT-Versuche wurden keine signifikanten Änderungen im Rauschmuster des Stroms während mechanischer Belastung gemessen. Zum einen liegt ein hoher Übergangswiderstand des Elektrolyten mit einer Leitfähigkeit von $\kappa \leq 0,1 \mu\text{S}/\text{cm}$ vor [246], zum anderen musste ein minimaler Abstand zwischen Rundzugprobe und Halbschale von $d_{\text{min}} \approx 5 \text{ mm}$ eingehalten werden, um Kurzschluß durch Berührung zwischen bewegten Teilen des Extensometers und Halbschale zu vermeiden. Der zeitliche Verlauf des Potentialrauschens zwischen Werkstoffprobe und Pseudobezugselektrode (Platinperle) zeigt mit steigender Temperatur eine Verschiebung zu positiveren Werten. Während Voroxidation bei konstanter Temperatur ist eine parabolische Zunahme des Mittelwertes im Potentialrauschen gemessen worden, welche ebenfalls auf Oxidschichtbildung und -dickenwachstum auf der Werkstoffoberfläche zurückzuführen ist. Mit Beginn mechanischer Belastung im langsamen Zugversuch wurde eine Verschiebung zu negativeren Potentialwerten gemessen. Negative Potentialausschläge gehen auf Verletzung oxidischer Deckschichten, vor allem durch Risse in der Schicht und lokale Schichtabplatzungen, zurück (vgl. Kapitel 4.9). Dagegen werden positive Ausschläge mit Ausheilungsprozessen der oxidischen Deckschicht in Verbindung gebracht [174, 175, 246].

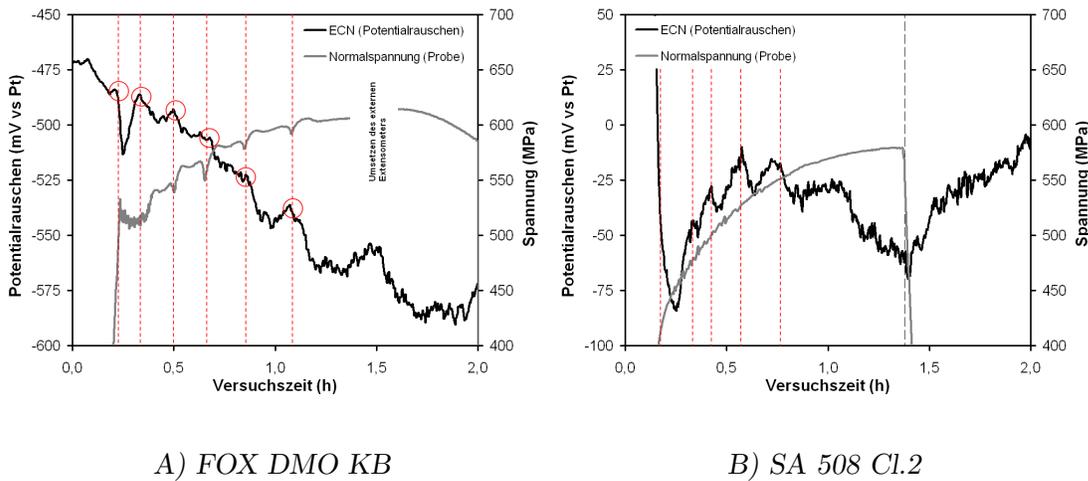


Abb. 4.33: Vergleich des Potentialrauschens mit der Spannungs-Dehnungs-Kurve der Werkstoffe FOX DMO KB und SA 508 Cl.2 in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser.

Während langsamer Zugversuche gemessene Potentialrauschdaten sind in Abb. 4.33 mit Spannungs-Zeit-Kurven der gegen dynamische Reckalterung jeweils anfälligeren Werkstoffen FOX DMO KB (SG) und SA 508 Cl.2 (GW) verglichen. Mit Beginn mechanischer Belastung und besonders bei Überschreiten der Streckgrenze wurde für beide Werkstoffe eine ausgeprägte Potentialverschiebung zu negativeren Werten gemessen. Anschließende Repassivierungsprozesse führen wiederum zu positiveren Werten. Die Spannungs-Zeit-Kurve des Werkstoffs FOX DMO KB zeigt aufgrund dynamischer Reckalterung ausgeprägte „serrations“. Mit kontinuierlicher Versuchsdauer (Zunehmende Dehnung) wurden stetig negativere Potentialausschläge an markanten Punkten der Spannungs-Zeit-Kurve (vgl. „Kreise“) bei Spannungsabfall durch Dehnungsvorgänge gemessen. Diese sind offensichtlich auf lokale plastische Verformung mit großen, blanken Metalloberflächen in reckalterungsempfindlichen Werkstoffen zurückzuführen. Aufgrund kleiner Spannungssprünge in der Spannungs-Zeit-Kurve des Werkstoffs SA 508 Cl.2 mit geringerer Reckalterungsempfindlichkeit ist keine eindeutige Zuordnung negativer Potentialausschläge möglich, fallen jedoch stets in Bereiche mit Spannungssprüngen. Nach Überschreiten der Streckgrenze mit negativer Potentialverschiebung wird bis zu ca. 80 % der Gleichmaßdehnung ein Drift zu tendenziell positiveren Potentialwerten gemessen. Durch gleichmäßige plastische Dehnung bei geringer Reckalterungsanfälligkeit ist eine schnelle Repassivierung die Folge. Endgültige Rissinitiierung tritt demnach erst bei großen plastischen Dehnungen $\epsilon > 80\%$ der Gleichmaßdehnung auf, vgl. [121]. Das unterschiedliche Rissinitiierungsverhalten ist auf das Verhältnis zwischen der Rate der Schichtverletzung R_{SV} und der Rate der Repassivierung R_{RP} zurückzuführen. Bei Werkstoffen mit erhöhter Reckalterungsempfindlichkeit ist die Rate der Schichtverletz-

ung aufgrund lokaler Verformungsprozesse (Groggleitung) unter gleichen Verformungsbedingungen im SSRT-Versuch größer als bei Werkstoffen mit geringer Rekalterungsanfälligkeit. Aufgrund gleicher Versuchsbedingungen (Medium, $\dot{\epsilon}$) im Korrosionssystem, niedriglegierter Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, ist die Rate für Repassivierung für alle untersuchten Werkstoffe als gleich anzusetzen. Daher sind zwei Fälle zu betrachten:

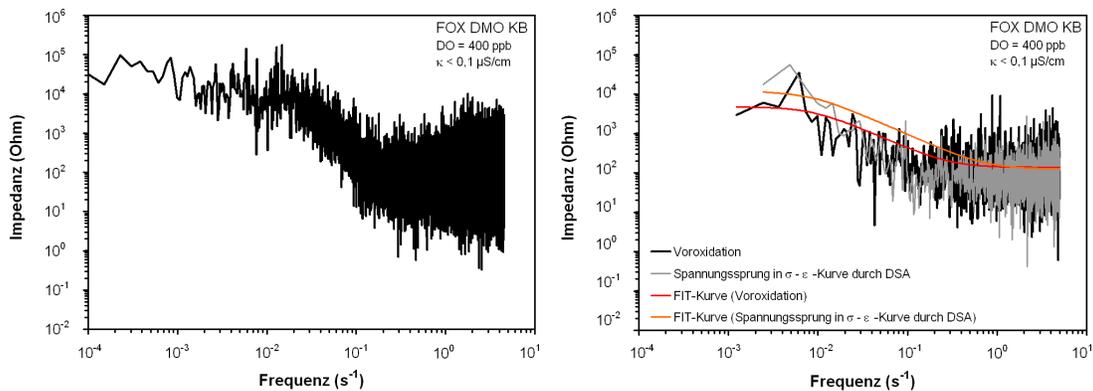
- Bei stark rekalterungsanfälligen Werkstoffen überwiegt die Rate lokaler Schichtverletzung. → Ein negativer Trend im Potential ist die Folge, und Rissinitiierung liegt schon bei geringeren Dehnungen als bei rekalterungsunempfindlichen Werkstoffen vor:

$$R_{SV} = \frac{A_{\text{Metall}}}{\text{Zeit}} > \frac{A_{\text{Oxid}}}{\text{Zeit}} = R_{RP} \quad (4.7)$$

- Bei Werkstoffen mit geringerer Anfälligkeit gegen dynamische Rekalterung überwiegt die Rate der Repassivierung. → Es liegt bis zur endgültigen Rissinitiierung ($\epsilon \approx 0,8 \cdot A_5$) abgesehen vom Überschreiten der Streckgrenze ein positiver Trend im gemessenen Potentialrauschen vor:

$$R_{SV} < R_{RP} \quad (4.8)$$

Aus den Rauschdaten wurden schließlich zur weiteren Analyse des Korrosionssystems Impedanz-Spektren (BODE-Diagramm) unter Verwendung schnell-



A) Gesamte σ - ϵ -Kurve

B) „DSA-Ausschnitt“ der σ - ϵ -Kurve

Abb. 4.34: Auswertung von Impedanz-Spektren aus langsamen Zugversuchen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser (Dehnrate: $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, Temperatur: $T = 150 \text{ °C}$). Die Impedanzspektren wurden A) aus Rauschdaten des gesamten SSRT-Versuchs bzw. B) aus charakteristischen Ausschnitten der σ - ϵ -Kurve berechnet.

ler FOURIER-Transformation berechnet (vgl. Abb. 4.34, [247]). Die Impedanz bei niedriger Frequenz von ungefähr $30 \text{ k}\Omega$ bei einer aktiven Elektrodenoberfläche der Rundzugproben von $A \approx 1 \text{ cm}^2$ liegt für niedriglegierten Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser während aktiver Metallauflösung und Bildung oxidischer Deckschichten in einer charakteristischen Größe [246]. Der gemessene $1/f$ -Abfall der Impedanz-Spektren bei mittleren Frequenzen ($f \geq 5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) ist auf die elektrochemischen Eigenschaften des Systems aus Substrat, Deckschicht und Elektrolyt zurückzuführen (vgl. Ersatzschaltbild in Abb. 3.2 B)). Bei niedrigen Frequenzen verhält sich das System wie ein ohmscher Widerstand. Dagegen wird bei hohen Frequenzen aufgrund des kapazitiven Anteils der Doppelschicht eine Impedanz von einigen Ω (*Impedanz* $\approx 100 \Omega$) gemessen. Es wurden wie zu erwarten keine wesentlichen Unterschiede in Impedanz-Spektren von stark im Vergleich zu gering rekalterungsempfindlichen Werkstoffen gemessen. Ferner zeigt eine Rauschdatenanalyse zu unterschiedlichen Zeitpunkten der Spannungs-Dehnungs-Kurve, dass zwischen Voroxidation, Lüdersdehnung und durch dynamische Rekalterung hervorgerufene Spannungsschwankungen keine Einflüsse auf Rauschdaten und damit ablaufende Korrosionsvorgänge des niedriglegierten Stahls vorliegen. Dies führt zum Ergebnis, dass sich die grundlegenden chemischen Korrosionsreaktionen und die Reaktionen des Deckschichtaufbaus der anhaftenden Magnetischicht von Werkstoffen mit unterschiedlicher Rekalterungsempfindlichkeit nicht unterscheiden.

4.11 Mikrostruktur

Unterschiedliches Werkstoffverhalten ist i.d.R. auf die Mikrostruktur und deren Entwicklung mit z.B. plastischer Verformung zurückzuführen. Für mikrostrukturelle Untersuchung in Abhängigkeit der Verformung wurden Rundzugproben in langsamen Zugversuchen bei einer Anfangsdehnrate von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, bei Temperaturen von $T = 180 \text{ }^\circ\text{C}$ (Schweißzusatzwerkstoffe) bzw. $T = 200 \text{ }^\circ\text{C}$ (Grundwerkstoffe) und zu unterschiedlichen Dehnungen von $\epsilon_{\text{pl}} = 2, 4, 6, 8$ und 10% gereckt. In Abb. 4.35 A) sind exemplarisch Spannungs-Dehnungs-Kurven des Werkstoffs FOX DMO KB in Abhängigkeit des Verformungsgrades zusammengestellt, welche die Reproduzierbarkeit der gemessenen Rekalterungsempfindlichkeit im Vergleich mit bis zum Bruch verformten Rundzugproben belegen. Für Anfertigung metallographischer Schlitze und EBSD-Proben wurde entsprechend getrennt (vgl. Abb. 4.35 B)).

4.11.1 Mikroanrissbildung

Für den Werkstoff FOX DMO KB sind nach einer plastischen Dehnung von $\epsilon_{\text{pl}} = 10 \%$ im Querschliff „Cluster“ mit starker Porenbildung zu beobachten (vgl. Abb. 4.36), wohingegen beim Werkstoff Tenacito 65 R ebenfalls bei einer

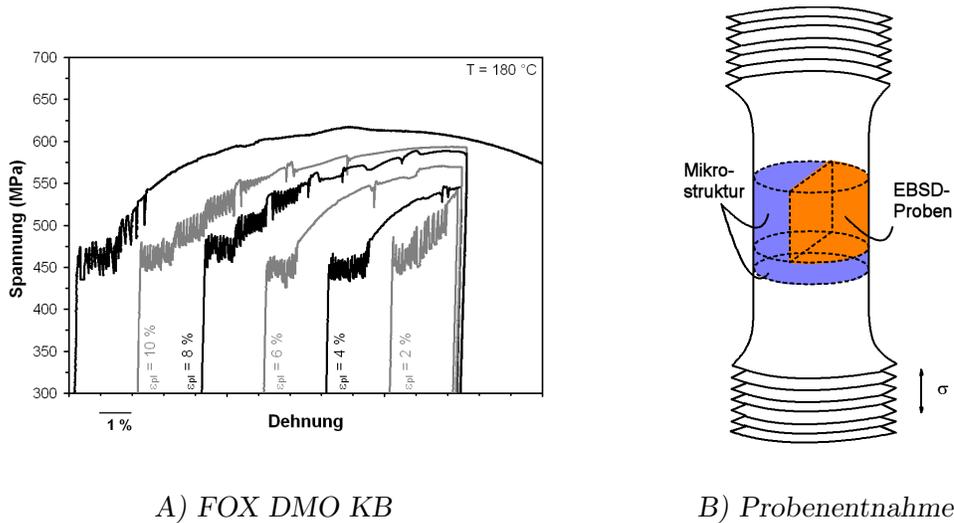


Abb. 4.35: Einstellung des plastischen Verformungsgrades und entsprechende Probenentnahme aus den Rundzugproben für metallographische Untersuchungen.

Dehnung von $\epsilon_{pl} = 10\%$ nur vereinzelt Poren auftreten. Nach bekannten Modellen zur Anrissbildung duktiler Werkstoffe kommt es durch Versetzungsaufstau an Korngrenzen und Zusammenschluß von Dilatationszonen einzelner Versetzungen zur Bildung von Mikroanrissen im Bereich der Korngrenzen. Ebenso treten an Schnittpunkten von aktiven Gleitsystemen unter Bildung von unbeweglichen Versetzungen (z.B. „jogs“) und entsprechendem Versetzungsaufstau Mikroanrisse im Korninneren auf [49, 248, 249]. In rekalterungsempfindlichen Werkstoffen mit entsprechender Grobgleitung sind Mikroanrisse bei gleichem makroskopischen Dehnungsbetrag aufgrund höherer kumulierter Dehnung pro Gleitebene eher als bei gleichförmiger Plastifizierung rekalterungsunempfindlicher Werkstoffe zu erwarten. Bei Rissausbreitung folgt ein wachsender Makroriss schließlich den bereits im Werkstoffinneren vorgeschädigten Gefügebereichen (vgl. Abb. 4.36) und ein bevorzugtes Risswachstum rekalterungsempfindlicher Werkstoffe ist die Folge.

4.11.2 Charakterisierung plastischer Verformung

Anhand unverformter, wenig verformter und stark verformter Werkstoffzustände wurde das unterschiedliche mikroskopische Verformungsverhalten mittels EBSD-Methode unter dem Einfluss dynamischer Rekalterung vergleichend untersucht. Über geeignete Auswertungen wie z.B. Inversepolfigurkarten, Missorientierungskarten oder Korngrenzkippwinkelkarten wurden neben Abbildung der Kornstruktur des Gefüges Informationen über kristallographische Orientierungen desselben Probenortes erlangt (vgl. Kapitel 3.2.3). Zur Definition von Vergleichszuständen wurden zunächst unverformte Ausgangszustände analysiert (vgl. Abb. A.6 und

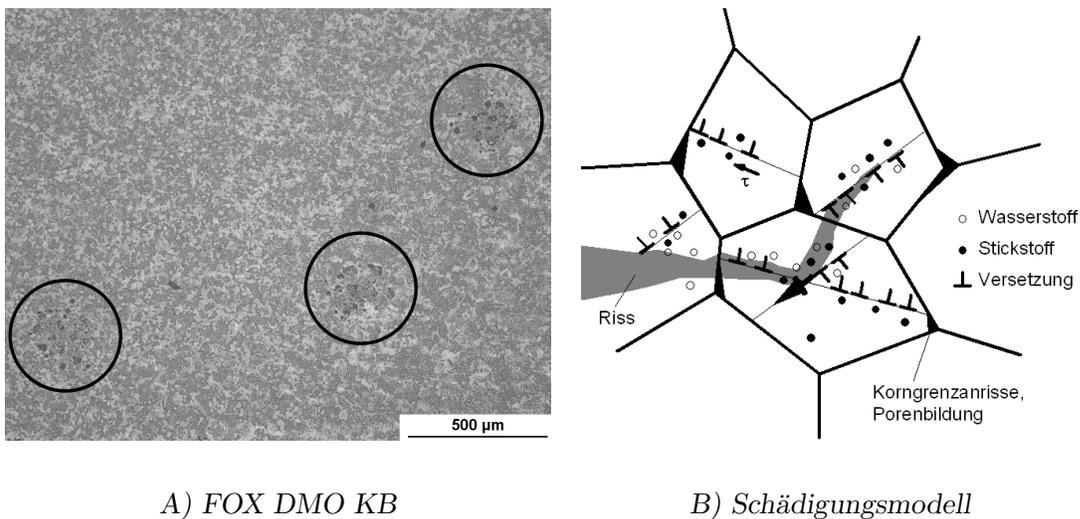


Abb. 4.36: Entwicklung der Mikrostruktur im langsamen Zugversuch (SSRT-Versuch) nach einer plastischen Dehnung von $\epsilon_{pl} = 10\%$ und Schädigungsmodell zur Porenbildung.

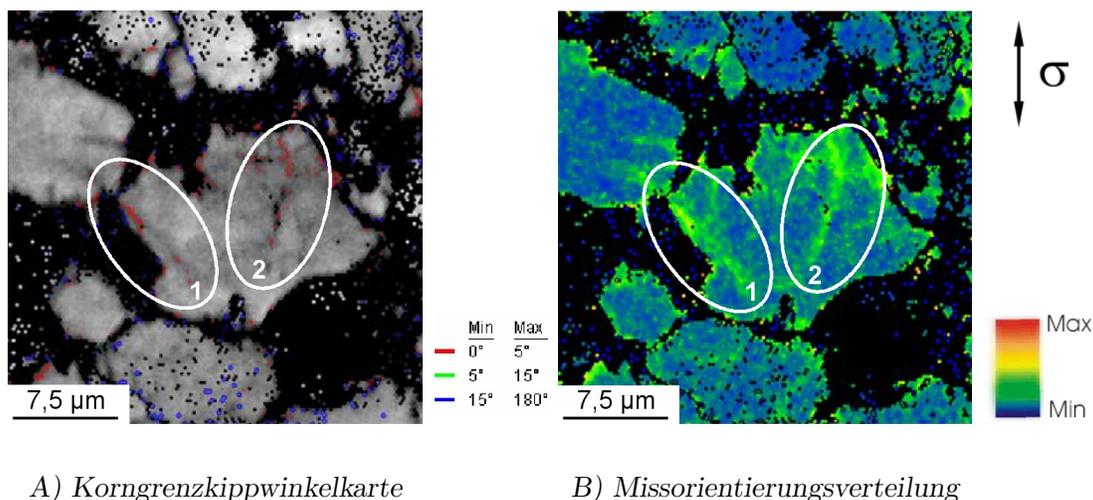
A.7). Bei Korngrößenberechnung aus Orientierungskarten treten in der Regel punktuelle „Fehlmessungen“ auf, welche z.B. auf Inhomogenitäten oder punktuell schlechte Beugungsbilder zurückzuführen sind⁸. Übliche Korrekturen vergleichen jeden Messpunkt mit nächsten Nachbarn und ordnen einzelne Punkte der Mehrzahl an gleichen Lösungen zu. In Abb. A.6 bzw. A.7 wurde jeder Messpunkt mit jeweils 4 und schließlich 8 nächsten Nachbarn verglichen und auf kristallographische Orientierungsunterschiede beruhende Korngrößen berechnet (vgl. Tab. A.5). Schließlich wurden Polfiguren ausgewertet, um eventuelle kristallographische Texturen der Ausgangszustände durch, z.B. Fertigung der Blockschweißungen bzw. der Schmiedestücke, zu berücksichtigen. Aus diesen Ergebnissen ist jedoch ersichtlich, dass für keinen Werkstoff im Ausgangszustand ausgeprägte kristallographische Texturen vorliegen (vgl. Abb. A.8).

In Tab. 4.1 sind Inversepolfigurkarten (IPF-Karten) der zu 8 % bzw. 10 % verformten Werkstoffzustände dem jeweiligen Ausgangszustand gegenübergestellt. Mit zunehmender plastischer Dehnung nehmen Orientierungsunterschiede, welche in IPF-Karten innerhalb von Körnern als Farbschattierungen bzw. als schwarze „nicht berechenbare“ Bereiche auftreten, aufgrund von lokal begrenzten Abgleitprozessen durch dynamische Reckalterung, zu. Durch lokale Quellentätigkeit auf Gleitebenen, welche offensichtlich aufgrund vorliegender Schubspannung und Ge-

⁸Bei jeder EBSD-Messung wird ein maximal zulässiger Fehler bei Lösung des gemessenen Beugungsmusters vorgegeben: Missorientation Angle Deviation, welcher eine maximale Abweichung von hinterlegten Kristallstrukturinformationen (z.B. Gitterabstand bzw. Winkel) beschreibt. Alle Messpunkte, welche zu unlösbaren Beugungsmustern führen, bzw. deren MAD größer dem zulässigen sind, werden als schwarze Punkte in Inversepolfigurkarten eingetragen.

halt an interstitiellen Fremdatomen plastisch verformbar sind, kommt es zum Anstieg der Versetzungsdichte. Messbare Orientierungsunterschieden im Korninneren sind daher auf die während plastischer Verformung ablaufende Versetzungsmultiplikation, Schneidprozesse und die energetisch günstige Anordnung von Versetzungen in Versetzungsnetzwerken (z.B. „Subkörner“ [250]) mit Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen zurückzuführen (vgl. Tab. 4.2). Die Farbschattierungen innerhalb von Körnern, welche die Orientierung der Messpunkte entsprechend der Farblegende wiedergibt, nehmen beim Werkstoff FOX DMO KB stark lokalisiert zu, was auf lokale Versetzungsbewegungen bei plastischer Verformung zurückzuführen ist. Zwar treten auch im weniger rekalterungsempfindlichen Werkstoff Tenacito 65 R in einigen Körnern Farbschattierungen aufgrund verschiedener Orientierung auf, jedoch sind diese Unterschiede bei FOX DMO KB deutlicher und lokaler ausgeprägt. Anhand hochauflösender EBSD-Analyse von einzelnen Körnern nach plastischer Verformung von $\epsilon_{pl} = 10\%$ am Werkstoff FOX DMO KB konnte die stark lokalisierte Verformung unter für dynamische Rekalterung kritische Verformungsbedingungen nachgewiesen werden (vgl. Abb. 4.37). Im abgebildeten Korn sind Spuren lokaler Versetzungsbewegung in der Korngrenzkippwinkelkarte durch „rote“ und besonders deutlich in der Missorientierungsverteilungskarte durch „hellgrün“ eingefärbte Bereiche festzustellen.

In den Grundwerkstoffen nehmen mit steigendem Verformungsgrad messbare Orientierungsunterschiede innerhalb von Körnern in etwa gleichem Maße zu. Dabei treten die Unterschiede in der Dehnungslokalisierung zwischen SA 508 Cl.2 und 22 NiMoCr 3 7 nicht so offensichtlich wie bei den beiden Schweißzusatzwerkstoffen auf (vgl. Tab. 4.1 bzw. 4.2). Der geringere Unterschied in der lokalen Verformung der beiden Grundwerkstoffe bestätigt auch die geringen Unterschiede



A) Korngrenzkippwinkelkarte

B) Missorientierungsverteilung

Abb. 4.37: Hochauflösende EBSD-Messung zur Analyse lokaler Verformung in einem Korn aus FOX DMO KB nach einer plastischen Verformung von $\epsilon_{pl} = 10\%$.

in den Spannungs-Dehnungs-Kurven hinsichtlich gemessenen „serrations“ (vgl. Kapitel 4.1.1). Die qualitativ beschriebene Bildung von Versetzungsnetzwerken ist mit einer starken Zunahme von Kleinwinkelkorngrenzen in Abhängigkeit des Betrages an plastischer Dehnung quantifizierbar (vgl. Abb. 4.38). Hierzu wurden Korngrenzkippwinkel ausgewertet, gemäß Legende in drei verschiedene Klassen eingeteilt, und schließlich der Anteil über dem Betrag plastischer Dehnung aufgetragen, wobei gilt:

$$f_{0-5^\circ} + f_{5-15^\circ} + f_{15-180^\circ} = 1. \quad (4.9)$$

Es sind folgende Ergebnisse festzuhalten (vgl. Abb. 4.38):

- Der Anteil der Großwinkelkorngrenzen f_{15-180° nimmt, wie zu erwarten, mit zunehmender plastischer Verformung für alle Werkstoffe ab, wogegen der Anteil der Kleinwinkelkorngrenzen f_{0-15° zunimmt.
- Die Ab- bzw. Zunahme ist für den gegen dynamische Reckalterung anfälligsten Werkstoff FOX DMO KB am deutlichsten zu beobachten. Ab einer plastischen Verformung von $\epsilon_{pl} = 8 \%$ nimmt f_{0-15° erheblich zu.
- Für den Schweißzusatzwerkstoff Tenacito 65 R und den Grundwerkstoff SA 508 Cl.2 zeichnet sich ab einer Dehnung von $\epsilon_{pl} = 10 \%$ eine geringfügig stärkere Zunahme von f_{0-15° gegenüber 22 NiMoCr 3 7 ab.

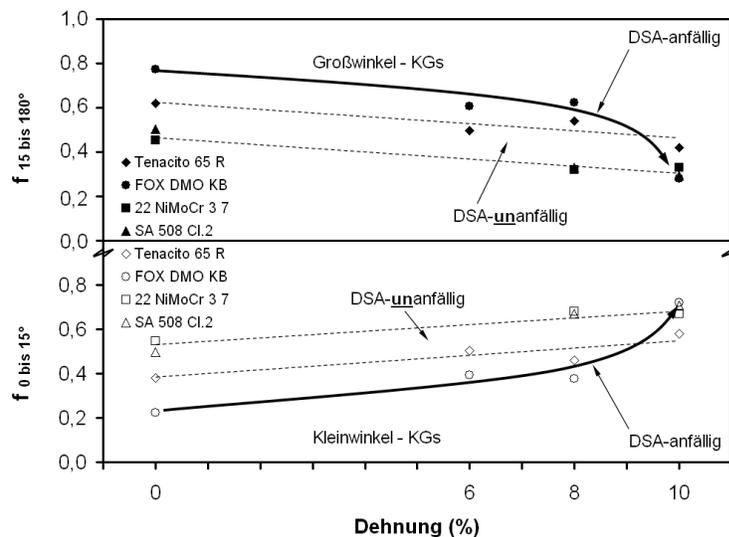
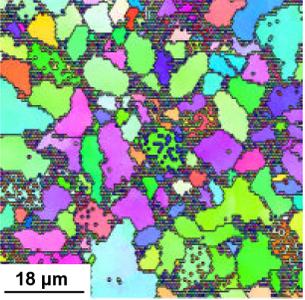
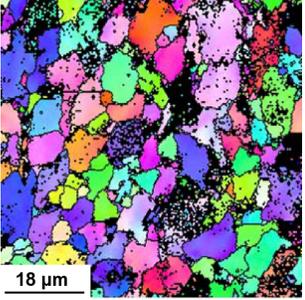
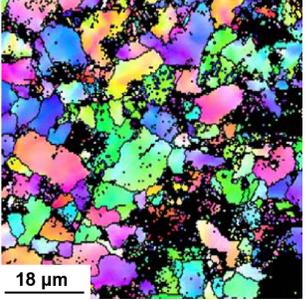
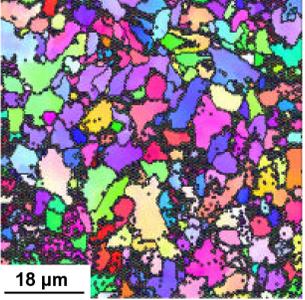
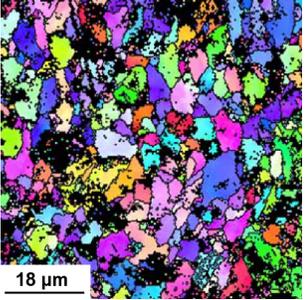
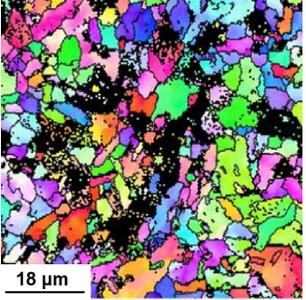
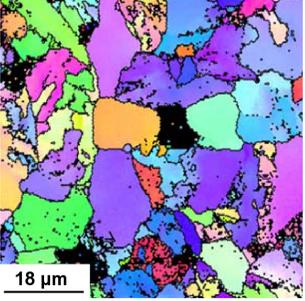
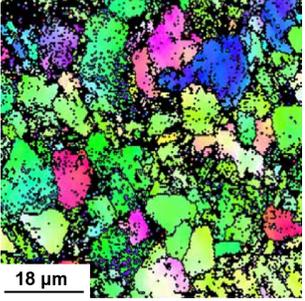
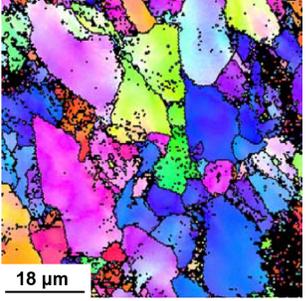
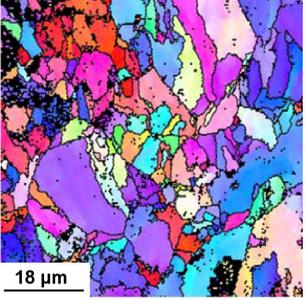
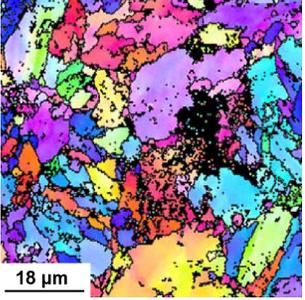
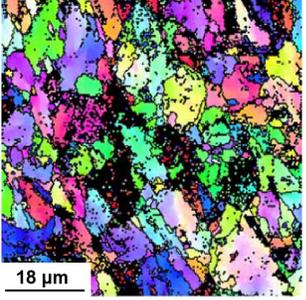
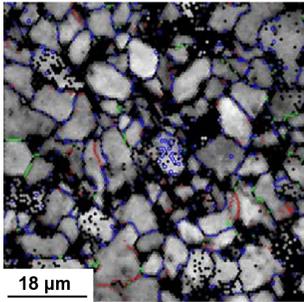
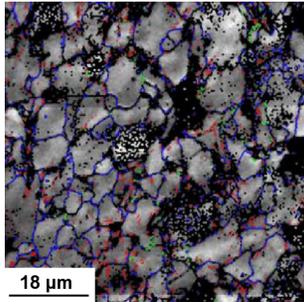
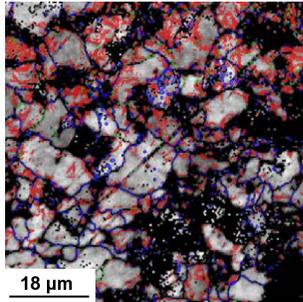
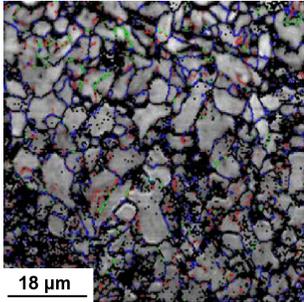
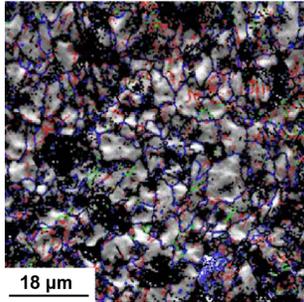
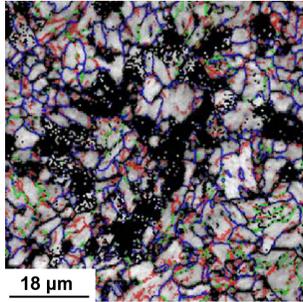
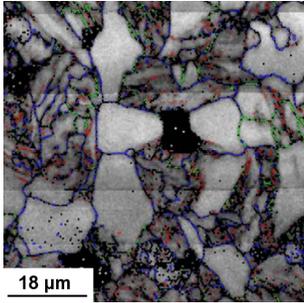
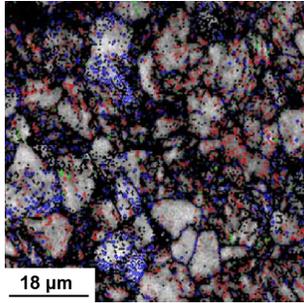
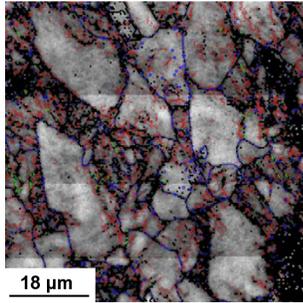
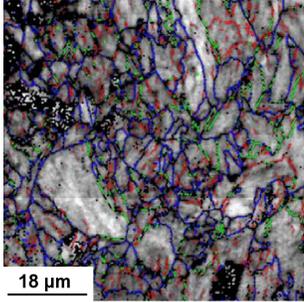
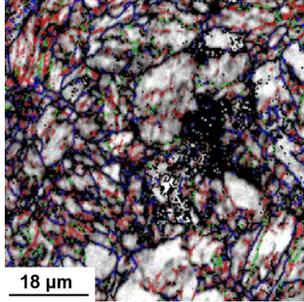
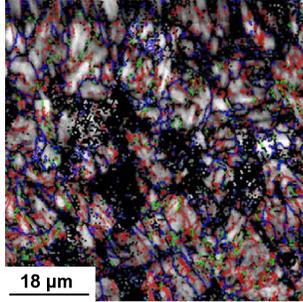


Abb. 4.38: Auswertung der Linienanteile gebildeter Korngrenzkippwinkelklassen: f_{0-15° und f_{15-180° .

Tab. 4.1: Auswertung der Inversepolfigurkarten im Ausgangszustand und nach plastischer Dehnung von $\epsilon_{pl} = 8$ bzw. 10 %: 1. Zeile: FOX DMO KB; 2. Zeile: Tenacito 65 R; 3. Zeile: SA 508 Cl.2; 4. Zeile: 22 NiMoCr 3 7.

	$\epsilon_{pl} = 0 \%$	$\epsilon_{pl} = 8 \%$	$\epsilon_{pl} = 10 \%$	σ
FOX DMO KB				
Tenacito 65 R				
SA 508 Cl.2				
SA 508 Cl.2				

Tab. 4.2: Zusammenstellung der Korngrenzkippwinkelkarten aus EBSD-Messungen im Ausgangszustand und nach plastischer Verformung zu $\epsilon_{pl} = 8$ bzw. 10 %: 1. Zeile: FOX DMO KB; 2. Zeile: Tenacito 65 R; 3. Zeile: SA 508 Cl.2; 4. Zeile: 22 NiMoCr 3 7.

	$\epsilon_{pl} = 0 \%$	$\epsilon_{pl} = 8 \%$	$\epsilon_{pl} = 10 \%$	σ								
FOX DMO KB				<div style="text-align: center;">  σ </div> <div style="text-align: right; margin-top: 10px;"> <table border="0"> <tr> <td>Min</td> <td>Max</td> </tr> <tr> <td>— 0°</td> <td>— 5°</td> </tr> <tr> <td>— 5°</td> <td>— 15°</td> </tr> <tr> <td>— 15°</td> <td>— 180°</td> </tr> </table> </div>	Min	Max	— 0°	— 5°	— 5°	— 15°	— 15°	— 180°
Min	Max											
— 0°	— 5°											
— 5°	— 15°											
— 15°	— 180°											
Tenacito 65 R				<div style="text-align: right; margin-top: 10px;"> <table border="0"> <tr> <td>Min</td> <td>Max</td> </tr> <tr> <td>— 0°</td> <td>— 5°</td> </tr> <tr> <td>— 5°</td> <td>— 15°</td> </tr> <tr> <td>— 15°</td> <td>— 180°</td> </tr> </table> </div>	Min	Max	— 0°	— 5°	— 5°	— 15°	— 15°	— 180°
Min	Max											
— 0°	— 5°											
— 5°	— 15°											
— 15°	— 180°											
SA 508 Cl.2				<div style="text-align: right; margin-top: 10px;"> <table border="0"> <tr> <td>Min</td> <td>Max</td> </tr> <tr> <td>— 0°</td> <td>— 5°</td> </tr> <tr> <td>— 5°</td> <td>— 15°</td> </tr> <tr> <td>— 15°</td> <td>— 180°</td> </tr> </table> </div>	Min	Max	— 0°	— 5°	— 5°	— 15°	— 15°	— 180°
Min	Max											
— 0°	— 5°											
— 5°	— 15°											
— 15°	— 180°											
22 NiMoCr 3 7				<div style="text-align: right; margin-top: 10px;"> <table border="0"> <tr> <td>Min</td> <td>Max</td> </tr> <tr> <td>— 0°</td> <td>— 5°</td> </tr> <tr> <td>— 5°</td> <td>— 15°</td> </tr> <tr> <td>— 15°</td> <td>— 180°</td> </tr> </table> </div>	Min	Max	— 0°	— 5°	— 5°	— 15°	— 15°	— 180°
Min	Max											
— 0°	— 5°											
— 5°	— 15°											
— 15°	— 180°											

4.11.3 Verformung unter Mediumseinfluss

Die Untersuchung des plastischen Verformungsverhaltens in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser gereckter Rundzugproben zeigt qualitativ gleiche Ergebnisse. Alle Rundzugproben wurden bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 2,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und unterschiedlichen Temperaturen von $T = 150, 200$ und 250 °C bis zu einer technischen Dehnung von $\epsilon_{\text{pl}} = 14 \%$ gereckt (vgl. Kapitel 4.8).

Die qualitative Auswertung der IPF-Karten im Übergangsbereich zwischen Einschnürung und Gleichmaßdehnung bestätigen eine überwiegend lokalisierte Verformung rekalterungsempfindlicher Werkstoffe (FOX DMO KB) auch unter Mediumseinfluss. Die Korngrenzkippwinkelkarten liefern für unterschiedliche Temperaturen aufgrund des hohen Betrages an plastischer Verformung rein qualitativ ähnliche Ergebnisse (vgl. Abb. A.9). Jedoch sind in den teilweise recht großen Körnern im Werkstoff FOX DMO KB „Spuren“ lokaler Verformung durch Agglomeration von Versetzungen in Kleinwinkelkorngrenzen und den damit messbaren Orientierungsunterschieden festgestellt worden. Zur quantitativen Auswertung der Korngrenzkippwinkelkarten wurden analog zu Versuchen an Laborluft drei Klassen (f_{0-5° , f_{5-15° und f_{15-180°) gebildet und entsprechende Linienanteile ausgewertet. Bei mittleren Temperaturen von $T = 200 \text{ °C}$ liegt für Großwinkelkorngrenzen f_{15-180° eine etwas größere Reduzierung mit gleichzeitiger Zunahme der Kleinwinkelkorngrenzen f_{0-15° vor. Dies ist sowohl für den Werkstoff FOX DMO KB als auch den Werkstoff Tenacito 65 R zu beobachten (vgl. Abb. 4.39).

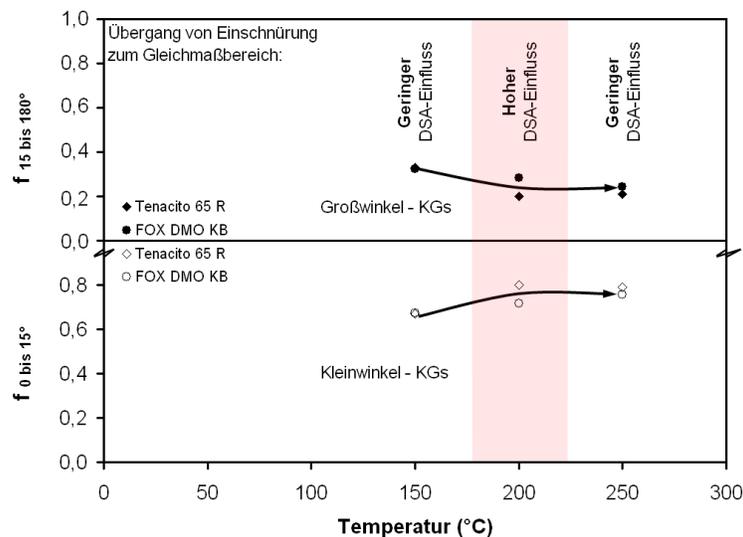


Abb. 4.39: Auswertung der Linienanteile gebildeter Korngrenzkippwinkelklassen (f_{0-15° und f_{15-180°) in Abhängigkeit der Temperatur.

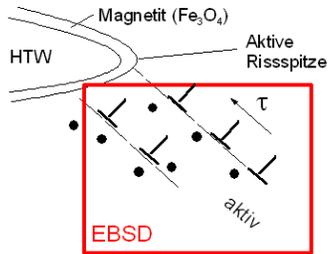
4.11.4 Bruchmechanikproben im Medium

In früheren, vergleichenden Risswachstumsversuchen von ROTH et al. wurde das unterschiedliche Risswachstumsverhalten der niedriglegierten Schweißzusatzwerkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser ($DO = 400$ ppb, $\kappa < 0,1 \mu\text{S}/\text{cm}$, $T = 215$ °C) bei verhältnismäßig niedrigen Spannungsintensitätsfaktoren unter konstanter Belastung untersucht (vgl. Kapitel 2.5, [13, 14]). Die bereits geprüften CT25-Bruchmechanikproben wurden nach Durchführung der Risswachstumsversuche zur fraktografischen Nachuntersuchung der Bruchflächen unter Laborbedingungen in flüssigem Stickstoff geöffnet. Zur Klärung des unterschiedlichen Risswachstumsverhaltens wurde ein Mittelebenenschliff senkrecht zur ehemaligen Rissspitze und parallel zur Risswachstumsrichtung präpariert, um das unterschiedliche plastische Verformungsverhalten im Bereich ehemaliger aktiver Rissspitzen zu analysieren. Der Radius der plastischen Zone unmittelbar vor der ehemaligen Rissspitze wurde nach IRWIN [72] mit bei einer Prüftemperatur von $T = 215$ °C zu $r_{\text{max}} \approx 1,5$ mm abgeschätzt.

$$r(T) = \frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \left(\frac{K_I}{\sigma_{\text{YS}}(T)} \right)^2 \quad (4.10)$$

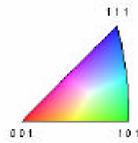
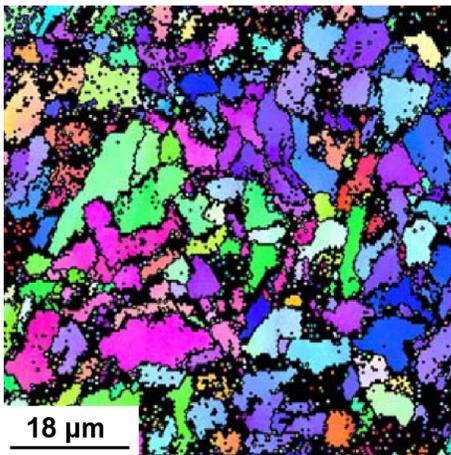
Die Ergebnisse der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten EBSD-Messungen mit einem Abstand von ca. $200 \mu\text{m}$ vor der eigentlichen Rissspitze liegen damit mit Sicherheit im Bereich der plastifizierten Zone und sind in Abb. 4.40 für die Werkstoffe Tenacito 65 R und FOX DMO KB zusammengestellt. Ein Vergleich der Inversepolfigurkarten zeigt eine Dehnungsagglomeration bei FOX DMO KB im oberen Bildbereich, welche aufgrund hoher plastischer Verformung und der gewählten „Misorientation Angle Deviation“ als „nicht berechenbare“ Beugungsinformationen (= schwarze Bildpunkte) interpretiert werden (vgl. Abb. 4.40, 2. Zeile). Daneben liegen Bereiche vor, welche zum Teil keine bzw. nur sehr geringe Anzeichen einer plastischen Verformung als Farbschattierungen in einzelnen Körnern bzw. als „nicht berechenbare“ Beugungsinformationen zeigen. Im Vergleich ist die plastische Verformung im Werkstoff Tenacito 65 R eher gleichmäßig über den gezeigten Bildausschnitt verteilt. Deutlich wird dieser Unterschied in der plastischen Verformung auch bei Analyse der Korngrenzkippwinkelkarten, in welcher für FOX DMO KB unter ca. 45° zur Horizontalen in wenig verformten Körnern Spuren lokaler Versetzungsbewegung zu erkennen sind (vgl. Abb. 4.40, 3. Zeile). Dagegen ist für Tenacito 65 R auch aus den Korngrenzkippwinkelkarten auf gleichmäßige Verteilung plastischer Verformung zu schließen. Aus diesen EBSD-Ergebnissen ist daher anzunehmen, dass das unterschiedliche Risswachstumsverhalten rekalterungsempfindlicher Werkstoffe auf lokale Verformungsprozesse im Bereich der plastifizierten Zone vor der Rissspitze zurück geht, welche bei ausgeprägter Rekalterung zur Bildung großer kumulierter Abgleitungen mit lokaler Verletzung der oxidischen Deckschicht im Bereich der Rissspitze führen.

GERING DSA-anfälliger Werkstoff:

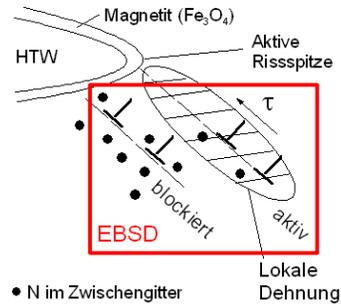


• N im Zwischengitter

Tenacito 65 R ↓



STARK DSA-anfälliger Werkstoff:



• N im Zwischengitter

Lokale Dehnung

↓ FOX DMO KB

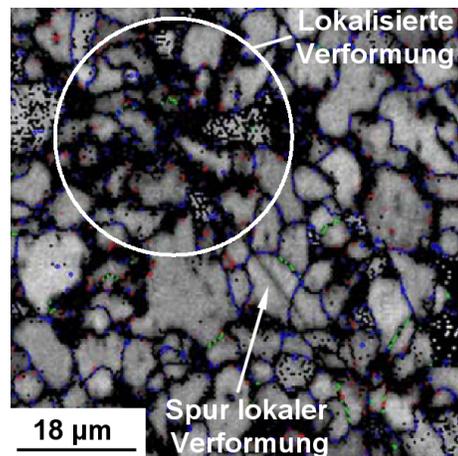
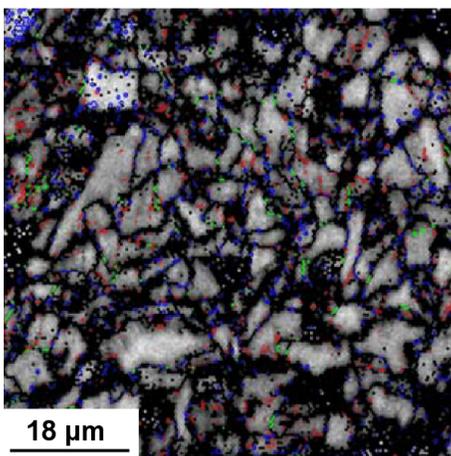
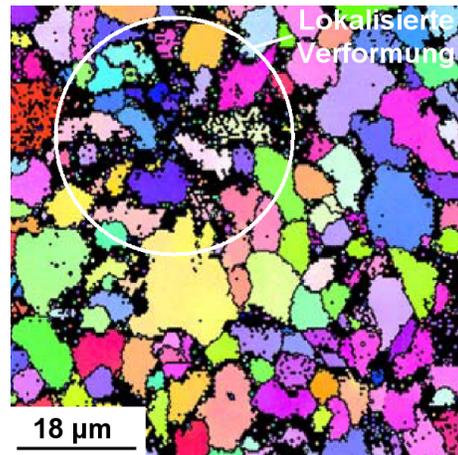


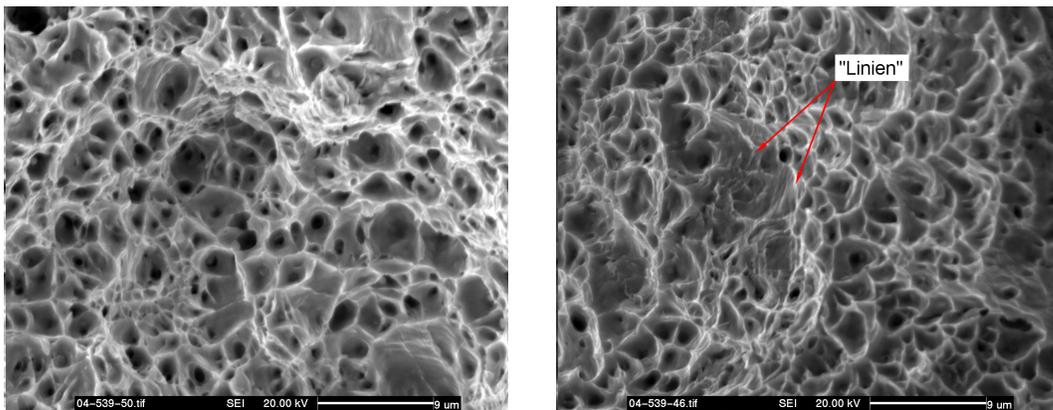
Abb. 4.40: EBSD-Analyse im plastifizierten Bereich aktiver Risspitzen aus Risswachstumsversuchen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser.

4.12 Bruchflächenanalyse

4.12.1 Rundzugproben

Das duktile Bruchbild von Rundzugproben unter den gewählten Verformungsbedingungen ($\dot{\epsilon}$, T) zeigt bekannte wabenförmige Strukturen („dimples“) und z.T. Einschlüssen bzw. Partikel in Wabenmitte, kennzeichnend für verformungsreichen Bruch [32, 82]. Aus detaillierten Betrachtungen der Bruchflächen und besonders der Wabenstruktur ($d \approx 2\text{-}10\ \mu\text{m}$) bei höherer Vergrößerung treten im Wabeninneren in Abhängigkeit von Verformungsbedingungen ($\dot{\epsilon}$, T) und Werkstoff feine linienförmige Strukturen auf (vgl. Abb. 4.41). Diese Linien sind von ihrer Lage so orientiert, dass sie nahezu parallel zur Wabekante verlaufen. Sie zeichnen sich durch periodische Aneinanderreihung von kleineren Scherlippen im Wabeninneren aus und wurden stets dann beobachtet, wenn Werkstoffe mit hoher Reckalterungsempfindlichkeit unter kritischen Verformungsbedingungen mit unstetigen Fließerscheinungen in Spannungs-Dehnungs-Kurven verformt wurden. Ähnliche Strukturen neben einem verschwommenen Gesamteindruck der Bruchflächen wurden auch von [251] bei dynamischer Reckalterung beobachtet. Sofern auf den Bruchflächen der hier untersuchten Werkstoffe linienförmige Strukturen auftraten, sind sie bei den Werkstoffen FOX DMO KB und SA 508 Cl.2 stärker als bei Tenacito 65 R und 22 NiMoCr 3 7 ausgeprägt, was den Schluß zulässt, dass ein diskontinuierlicher Verformungsprozess während des Bruchvorgangs in reckalterungsempfindlichen Werkstoffen unter kritischen Verformungsbedingungen vorliegen muss.

In einer Untersuchungen der Bruchflächen von reckalterungsempfindlichen Kohlenstoff-Mangan-Stählen durch WAGNER et. al. wurde festgestellt, dass der



A) Tenacito 65 R

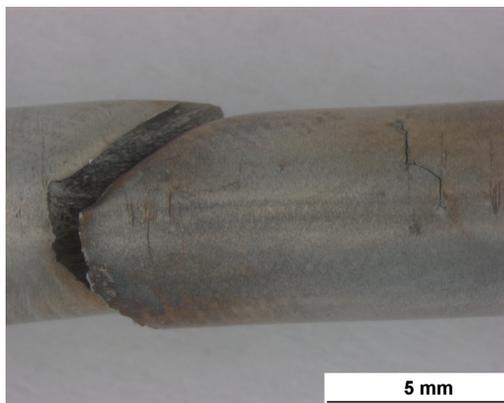
B) FOX DMO KB

Abb. 4.41: Bruchflächen von reckalterungsempfindlichen Werkstoffen unter kritischen Verformungsbedingungen.

zugrunde liegende Schädigungsmechanismus auf Porenbildung und -wachstum an oxidischen Einschlüssen (Al_2O_3 , SiO_2 , CaO) beruht [252]. Im Wabeninneren der von WAGNER et al. untersuchten Bruchflächen liegen ebenfalls linienförmige Strukturen wie bei BRINDLEY vor [251], sofern dynamische Reckalterung in zugehörigen Spannungs-Dehnungs-Kurven durch un stetige Fließerscheinungen („serrations“) beobachtet wurde. Dies führt zu dem Schluß, dass sich zwar der grundsätzliche Fehlermechanismus über Porenbildung an z.B. Einschlüssen oder „pile-ups“ von Versetzungen mit und ohne dynamische Reckalterung nicht unterscheidet, es jedoch zu unterschiedlichem Fließverhalten während duktilen Bruchvorgängen in reckalterungsempfindlichen Werkstoffen kommt, welche zu oben beschriebenen Bruchmerkmalen führen.

4.12.2 Ermüdungsproben

Anhand geprüfter Messlängen der Ermüdungsproben sind bereits Unterschiede im zyklischen Schädigungsverhalten abzuleiten. So bilden sich unter Verformungsbedingungen, bei welchen reckalterungsempfindliche Werkstoffe planare Gleitung zeigen, nur wenige Mikroanrisse an Extrusionen der Werkstoffoberfläche. Die Dehnungslokalisierung mit hohen kumulierten Dehnungen auf wenigen Gleitsystemen führt ihrerseits zu einer geringen Anzahl an Mikroanrissen, von denen einer zum Makroriss wächst und schließlich zum Versagen der Probe führt. Bei Werkstoffen mit einer geringeren Reckalterungsempfindlichkeit liegen dagegen entlang der Meßlänge viele Ermüdungsanrisse vor, von welchen durch Zusammenschluß ein wachsender Makroriss entsteht (vgl. Abb. 4.42).



A) FOX DMO KB
„hohe“ DSA-Anfälligkeit



B) Tenacito 65 R
„geringe“ DSA-Anfälligkeit

Abb. 4.42: Ermüdungsanrisse entlang der Meßlänge bei „hoher“ und „geringer“ Reckalterungsempfindlichkeit.

Die Ermüdungsbruchflächen zeigen das gewohnte Bruchbild mit Bereich I (unter ca. 45° zur Normalspannung entlang von Gleitebenen) und II (nahezu senkrecht zur Normalspannungsachse) sowie „striations“ (Schwingstreifen) senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung gefolgt von duktilem Restgewaltbruch bzw. Sprödbbruch unter Laborbedingungen zum Öffnen der Bruchfläche. Die Bruchflächen von stark und wenig rekalterungsempfindlichen Werkstoffen zeigen bei Verformungsbedingungen ohne dynamische Rekalterung keine Unterschiede. Unter den für dynamische Rekalterung kritischen Verformungsbedingungen aus Dehnrate und Temperatur werden für Tenacito 65 R weiterhin typische Ermüdungsbruchflächen beobachtet. Hingegen wurden auf Ermüdungsbruchflächen aus FOX DMO KB neben normalem Ermüdungsbruchbild Bereiche mit „striations“ parallel (!) zur eigentlichen Rissausbreitungsrichtung beobachtet (vgl. Abb. 4.43), was sich mit abnehmender Dehnrate verstärkt. Unter diesen Verformungsbedingungen wurde in zugehörigen $\Delta\sigma/2-N$ -Kurven eine starke Verfestigung zum Ende der Lebensdauer gemessen (vgl. Kapitel 4.5).

Infolge inhomogen verteilter Zwischengitteratome liegen in rekalterungsanfälligen Werkstoffen „weiche“ neben „harten“ Bereichen im Gefüge vor. „Harte“ Bereiche können unter vorliegender Schubspannung nicht plastisch verformt werden und die Dehnung beschränkt sich zunächst auf „weiche“ Bereiche im Werkstoff. Dies führt zu lokaler Verformung und schließlich durch hohe kumulierte Dehnungen auf wenigen Gleitsystemen zur lokalen Werkstoffschädigung und

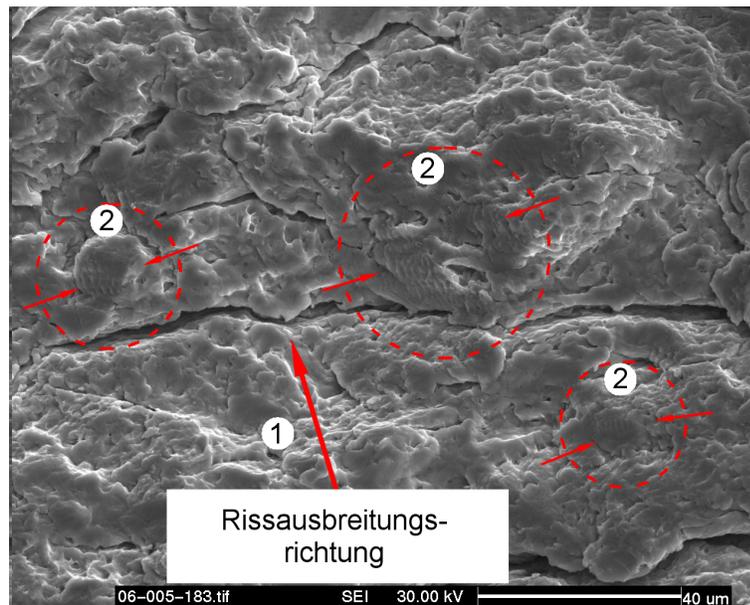


Abb. 4.43: Ermüdungsbruchfläche bei dynamischer Rekalterung (FOX DMO KB, $\dot{\epsilon} = 3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $T = 175^\circ \text{ C}$).

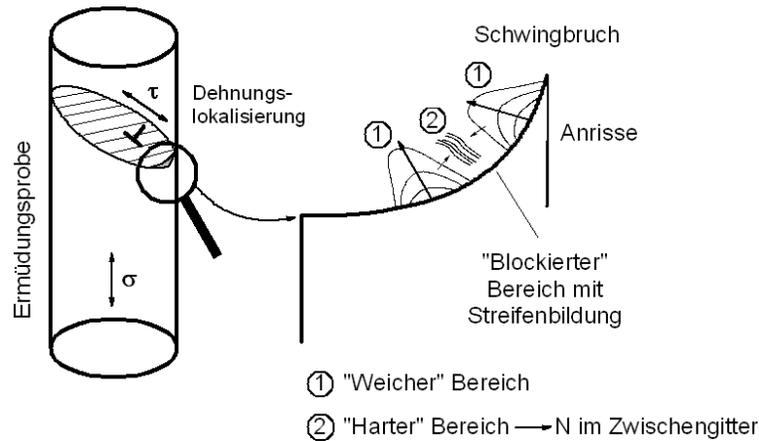


Abb. 4.44: Modell zur Rissausbreitung unter zyklischer Belastung in gegen dynamische Reckalterung empfindlichen Werkstoffen (Erklärung im Text).

schließlich zur Ermüdungsanrissbildung (vgl. Abb. 4.44, Bereiche 1) [89]. Indiz für das Auftreten von „harten“ neben „weichen“ Werkstoffbereichen ist der beobachtete BAUSCHINGER-Effekt nach Lastumkehr [235]. Plastische Verformung tritt nach vorangegangener Zugbelastung unter Druckbelastung früher ein als im reinen Druckversuch, da in „weichen“ Bereichen durch plastische Verformung im Zug mit anschließender Entlastung Druckeigenstressungen verbleiben. Ein Fließen tritt daher schon bei geringeren Druckbelastungen als im reinen Druckversuch auf [49]. Mit zunehmender Risstiefe in „weichen“ Bereichen steigt die Spannung in „harten“ Bereichen im Werkstoff an und verbliebene Ligamente brechen schließlich entlang seitlicher Rissflanken (vgl. Abb. 4.44, Bereiche 2), wodurch die beobachteten Bruchmerkmale zu erklären sind.

4.12.3 Bruchmechanikproben

Bruchmechanikproben wurden in einer früheren Untersuchung [13, 14] unter für dynamische Reckalterung kritischen Umgebungsbedingungen unter zyklischer und konstanter Belastung in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser geprüft (vgl. Kapitel 2.5). Für beide Schweißzusatzwerkstoffe wurde lokal beschränktes Risswachstum im Bereich von etwa zweidrittel der ursprünglich initiierten Rissfront beobachtet (vgl. Abb. 4.45). Durch Übergang der Bruchmorphologie und aufgewachsenes Hochtemperaturoxid (Magnetit) sind der Anschwingriss an Laborluft und Bereiche mit Rissfortschritt unter Mediumseinfluss von einander abzugrenzen. In Übereinstimmung mit den Belastungsphasen wurden zu jeder Versuchsphase abgrenzbare Bereiche auf der Bruchfläche festgestellt, welche dem jeweiligen gemessenen Rissfortschritt zuzuordnen sind. An der Risspitze wurden für FOX DMO KB deutliche Korrosionsmulden mit einer Ausdehnung von

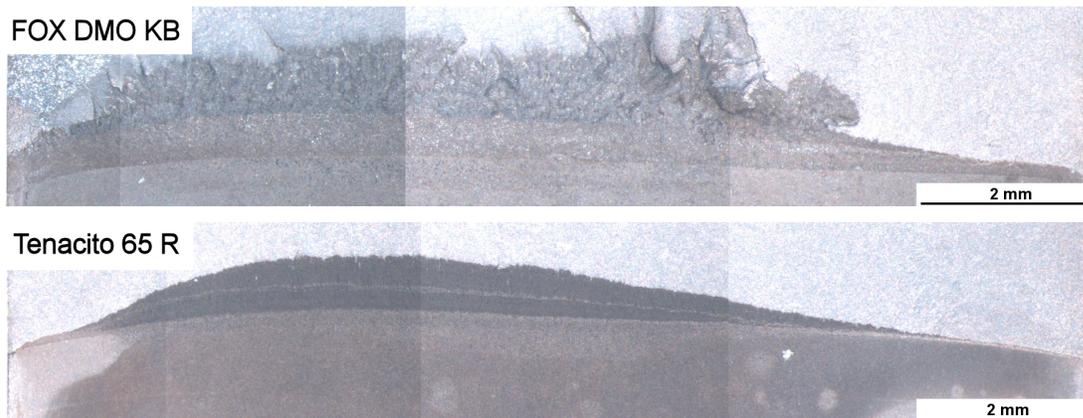


Abb. 4.45: Übersicht der Bruchflächen von $C(T)25$ -Bruchmechanikproben aus FOX DMO KB und Tenacito 65 R ($T = 215\text{ °C}$, $\kappa \leq 0,1\ \mu\text{S/cm}$, $DO = 200\text{ ppb}$).

ca. $250\ \mu\text{m} \times 160\ \mu\text{m}$ (Grundlinie entlang Rissfront \times Tiefe bezogen auf Grundlinie) gemessen (vgl. Abb. 4.46 A)). Vergleicht man diese Bereiche mit Bruchflächen des Werkstoffs Tenacito 65 R, so sind nur vereinzelt und wenn um etwa den Faktor 4 kleinere Korrosionsmulden beobachtet worden. In weiten Bereichen liegt für diesen Werkstoff eine scharfe Rissfront mit nur sehr geringen Anzeichen von Muldenkorrosion an der Risssspitze vor (vgl. Abb. 4.46 B)). Bei schwingender Belastung im Medium („Korrosionsermüdung“) ist eine Bruchoberfläche zu beobachten, welche sich durch fingerartige Bruchebenen beschreiben lässt. Diese in ihrer Lage etwas versetzten Bruchebenen entstehen durch bevorzugt mediumgestützte Rissausbreitung entlang kritischer Bereiche im Werkstoff, wie z.B. entlang von Schweißlagen oder interdendritischen Bereichen, wobei an der Risssspitze bei Verletzung der oxidischen Deckschicht durch direkten Kontakt mit dem Risselektrolyten aktive Metallauflösung stattfindet (vgl. Kapitel 2.4.5).

Ist der korrosiven Metallauflösung eine mechanische Belastung überlagert, so werden verbleibende Stege zwischen zwei Ebenen bevorzugter Rissausbreitung durch mechanische Belastung zerstört, und es entsteht eine quasi-ebene Rissfront [86]. Diese Bereiche unterscheiden sich von Bereichen, in welchen konstante Lastbedingungen vorlagen und Rissfortschritt durch korrosive Metallauflösung und plastische Verformung an der Risssspitze (Fließvorgänge) bestimmt wurden. Beim Werkstoff FOX DMO KB werden ferner viele Rissverzweigungen parallel zur Rissfront beobachtet. Die Rissflanken zeigen „striations“ senkrecht zur Rissfront in diffuser Umgebung mit wenig scharfen Konturen, sowie „Quasi-Sprödbbruch“ Bereiche mit kleineren Spaltflächen (vgl. Abb. 4.46 C+D)).

Die ausgeprägte Bildung von Korrosionsmulden im Werkstoff FOX DMO KB ist wahrscheinlich auf un stetige Gleitprozesse und lokale Verformung vor der Risssspitze zurückzuführen. Aus lokalen Schwankungen der Verteilung an Zwischengitteratomen resultieren, wie bereits diskutiert, „harte“ neben „weichen“ Werkstoffbereichen. Unter positiver Dehnrates entstehen Korrosionsmulden in „wei-

chen“ Bereichen, welche unter mechanischer Belastung plastifizieren. Mit steigender Belastung bzw. mit tieferen Korrosionsmulden nehmen Verfestigung und Dehnungsbehinderung durch Schneidprozesse benachbarter Gleitebenen zu, so dass eine lokale Dehnungsblockade erfolgt. „Quasi-Sprödbbruch“-Merkmale auf der Bruchfläche sind die Folge bei Rissfortschritt unter lokalen Dehnungsbehinderungen (vgl. Abb. 4.46 C)). Eine Versprödung des Bereichs unmittelbar vor der Risspitze durch Einlagerung von atomarem Wasserstoff wird bereits bei Diskussion des Slip-Step-Dissolution-Modells berücksichtigt [132]. Größere Gehalte an atomarem Stickstoff im Zwischengitter führen wie gezeigt zu ausgeprägten Dehnungsbehinderung durch dynamische Reckalterung und bei mediumgestützten Bruchvorgängen offensichtlich zu Materialtrennung unter teilweise „Quasi-Sprödbbruch“-Bedingungen.

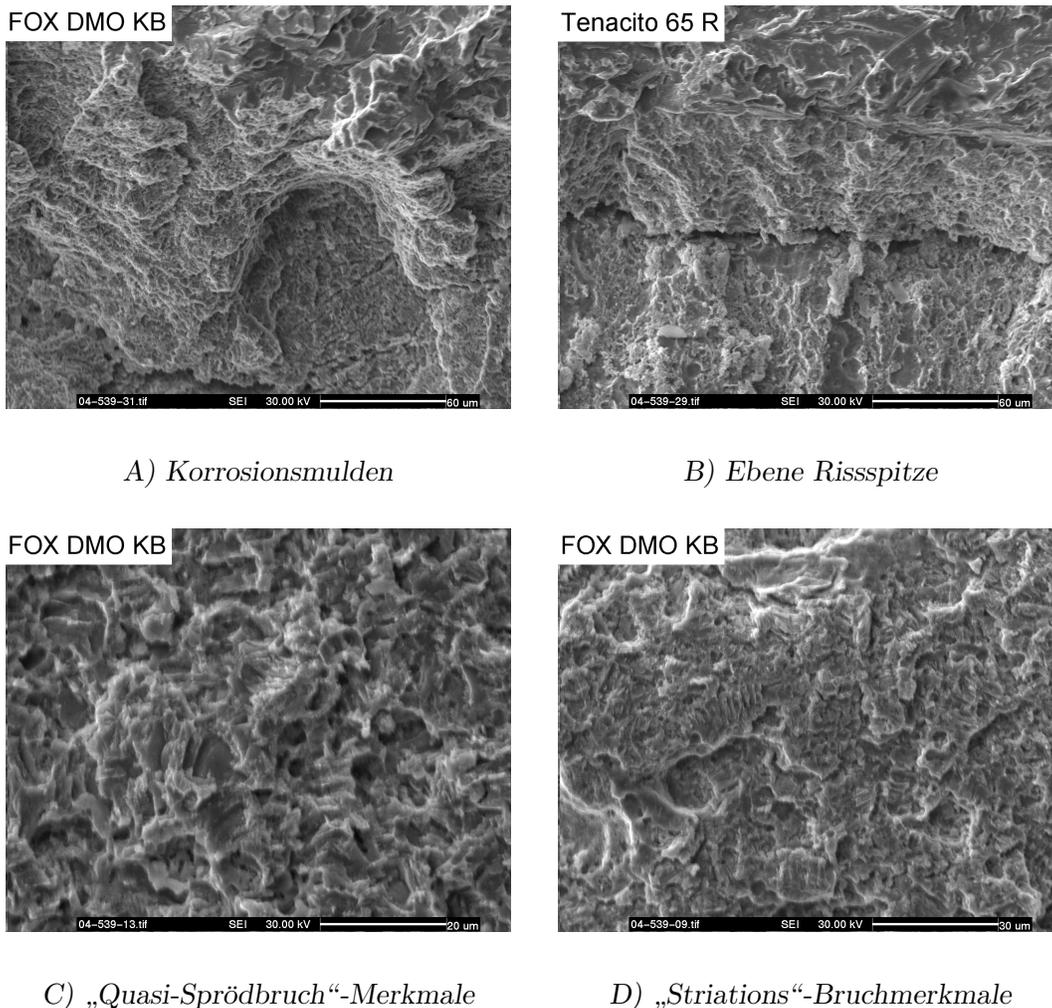


Abb. 4.46: Analyse der Bruchflächen von $C(T)25$ -Bruchmechanikproben aus FOX DMO KB und Tenacito 65 R ($T = 215\text{ °C}$, $\kappa \leq 0,1\ \mu\text{S/cm}$, $\text{DO} = 200\ \text{ppb}$).

5. Diskussion

5.1 Messung der Reckalterungsempfindlichkeit

Verschiedene werkstoffprüfende bzw. charakterisierende Untersuchungsmethoden wurden zur Messung und Beschreibung der Reckalterungsempfindlichkeit warmfester Feinkornbaustähle aus der Kerntechnik und deren Wechselwirkung mit mediumgestützter Korrosion angewendet. Diese zeigten eine reproduzierbare Unterscheidung unterschiedlicher Reckalterungsempfindlichkeiten niedriglegierter Werkstoffe. In Abb. 5.1 sind angewandte Methoden zusammengestellt und hinsichtlich Aussagekraft und erforderlichem Aufwand bewertet, wobei insbesondere für praktische Anwendungen hohe Aussagekraft bei geringem Aufwand anzustreben ist. Es wurde zwischen zerstörender („Vierecke“) und zerstörungsfreier Werkstoffprüfung („Dreiecke“) bzw. mikrostrukturellen Methoden im Anschluß an i.d.R. zerstörende Prüfung („Kreise“) unterschieden (siehe auch Tab. 5.1).

5.1.1 Werkstoffprüfung an Luft

Versuche unter mechanischer Belastung mit Plastifizierung des Werkstoffs bilden die Basis für Aussagen zum Einfluss dynamischer Reckalterung auf das plastische Verformungsverhalten, wobei langsame Zugversuche mit variierender Dehnrates und Temperatur sowohl qualitative als auch quantitative Ergebnisse ermöglichen. Anhand von Spannungs-Dehnungs-Kurven sind Aussagen zu unzeitigem Fließen in Form von Spannungssprüngen („serrations“) möglich. Werkstoffkennwerte, wie Festigkeits- und Duktilitätskennwerte, in Abhängigkeit der Verformungsparameter, zeigen bei dynamischer Reckalterung Festigkeitssteigerungen mit gleichzeitiger Herabsetzung der Duktilität bei mittleren Temperaturen. Dies führt zu zuverlässigen Aussagen hinsichtlich dynamischer Reckalterung mit sicherer Zuordnung in sogenannten „Anfälligkeitsfenstern“ oder anhand negativer Dehnratesempfindlichkeit.

Elementaranalysen gelöster Fremdatome und die Wechselwirkung von interstitiellen Fremdatomen mit Versetzungen in Abhängigkeit der Temperatur („Internal Friction“) zeigen, dass dem Verhältnis aus Aluminium- zu Stickstoffgehalt in niedriglegierten Stählen große Bedeutung beizumessen ist. Kohlenstoff ist dagegen in warmfesten Stählen nahezu vollständig in Karbiden gebunden und spielt daher

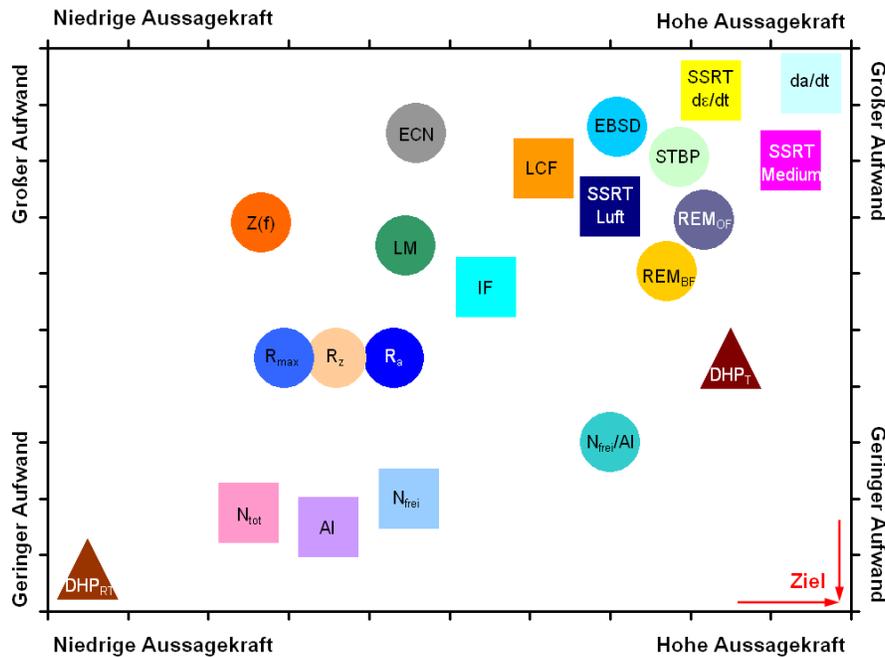


Abb. 5.1: Zusammenstellung angewandter Methoden zur Bestimmung der Reckalterungsempfindlichkeit (siehe Text).

bei Diskussion dynamischer Reckalterung dieser Werkstoffe eine untergeordnete Rolle [10]. Der im Vergleich zu den Grundwerkstoffen hohe Stickstoffgehalt, insbesondere des interstitiellen Stickstoffs, ist bei den Schweißzusatzwerkstoffen auf den Herstellungsprozess der Schweißnaht, respektive der Blockschweißungen, in Verbindung mit einem im Vergleich zu den Grundwerkstoffen niedrigeren Aluminiumgehalt zurückzuführen. Bei sehr hohen Temperaturen während des Schweißprozesses wird die Bindung des Stickstoffmoleküls⁹ aufgebrochen und atomarer Stickstoff in das Zwischengitter der erstarrenden Schmelze aufgenommen. Bei der Herstellung der Grundwerkstoffe wird der atomare Stickstoff dagegen bei der Beruhigung des niedriglegierten Stahls mit Titan, Bor oder Aluminium aufgrund der hohen Affinität zum Stickstoff (respektive Kohlenstoff) weitestgehend in Nitriden (Karbonitriden, Karbiden) abgebunden.

Ergebnisse aus Internal Friction Messungen im Torsionspendel geben Anhaltspunkte über Gehalt an gelöstem Stickstoff im Zwischengitter und z.B. dessen Anlagerung an Versetzungen im lösungsgeglühten oder verformten Werkstoffzustand. Aktivierungsenergien für Wechselwirkung zwischen Fremdatomen und Versetzungen ermöglichen eine Unterscheidung zwischen Art der Zwischengitteratome (Kohlenstoff oder Stickstoff) in niedriglegiertem Stahl. Außerdem

⁹Stickstoff ist i.d.R. immer als Verunreinigung im Schutzgasstrom anzunehmen.

Tab. 5.1: Angewandte Methoden und Aussagen zur Rekalterungsanfälligkeit (Bewertung von -, o, + bis ++).

Methoden	Vor- / Nachteile	DSA-Anfälligkeit	Aussage
Dynamische Härte <ul style="list-style-type: none"> o $T = RT$: o $T \geq RT$: 	Einfache Proben	Qualitativ + Quantitativ	
	keine Aussage	-	-
	$\dot{\epsilon}$ - und T -Einfluss	bei mittleren T	++
Langsamer Zugversuch an Luft (SSRT)	Werkstoffkennwerte T - und $\dot{\epsilon}$ -Abhängigkeit	Unstetiges Fließen ⇒ „Zacken“ $R_m, R_{p0.2} \uparrow; A, Z \downarrow$	++
Kurzzeitermüdungsversuch (LCF)	Zyklisches Schädigungsverhalten	Verfestigung $\Delta\sigma/2 \uparrow, N_f \downarrow$	++
Internal Friction	Wechselwirkung FA mit \perp	Aktivierungsenergie FA-Gehalt	++
N_{frei} -Gehalt N_{tot} -Gehalt Al -Gehalt $\frac{N_{\text{tot}}}{Al}$ -Gehalt	H_2 -Gasstrom He -Gasstrom Schmelzanalyse -	Überschreitung von geeigneten Schwellenwerten Stabilisierung	+
Electron Back Scatter Diffraction	Messung lokaler Dehnungen	Planare Gleitung Kleinwinkel-KGs	+
Rauhigkeitsmessungen	Normierte Messung, Vergleich A zu B	Starke Extrusion, $R_a, R_z, R_{\text{max}} \uparrow$	+
Lichtmikroskop	Porenbildung nach Verformung	Agglomeration (lokale Dehnung)	o
Rasterelektronen-M. <ul style="list-style-type: none"> o Bruchfläche o Oberfläche o Anrisse 	Linien in Waben Gleitbandabstände Verteilung	Abstand/Anzahl Abstand von GBs Häufigkeit	++
Stereobildpaare	Quantitative Analyse der Topographie	Stufenhöhe $h_{\text{max}} \uparrow$, lokale Dehnung ϵ_{pl}	++
Langsamer Zugversuch im Medium	siehe SSRT _{Luft} Mediumseinfluss	lokale Dehnung → lokale Rissinitiierung	++
Electrochemical Noise (ECN)	aufwendig und störanfällig	$R_{\text{SV}} > R_{\text{RP}}$	+
Risswachstumsversuch im Medium	aufwändig und zuverlässig	$da/dt, da/dN$ bei DSA-Einfluss	++

ist aufgrund des Betrages der Aktivierungsenergie aus IF-Messungen offensichtlich zwischen stark und gering rekalterungsempfindlichen Werkstoffen zu unterscheiden, da in dieser Arbeit für die beiden Werkstoffe (je ein Grund- und Schweißzusatzwerkstoff) mit höherer Rekalterungsempfindlichkeit sehr hohe Aktivierungsenergien gemessen wurden. Auf attraktive Wechselwirkung interstitieller Fremdatome mit Versetzungen basierende lokale Dehnungsvorgänge mit Reduzierung des plastischen Verformungsvermögens sind neben Kristallstruktur und eventueller kristallographischer Textur mit der EBSD-Methode auf mikroskopischer Ebene zu analysieren. Eine durch dynamische Rekalterung im Werkstoff verursachte Dehnungslokalisierung führt in lokal begrenzten Bereichen zu hoher, kumulierter Dehnung. Daraus entsteht eine bevorzugte Anrissbildung in Dilatationszonen aufgestauter Versetzungen, z.B. an Korngrenzen und unbeweglichen Versetzungen im Korninneren, entsprechend bekannter Prozesse duktiler Rissbildungen.

Das zyklische Verformungsverhalten stark rekalterungsempfindlicher Werkstoffe in dehnungsgeregelten Versuchen unter kritischen Verformungsbedingungen hebt sich ebenfalls von gering empfindlichen Werkstoffen ab. Bei dynamischer Rekalterung wird zyklische Verfestigung durch Zunahme der Spannungsschwingbreite zum Ende der Ermüdungsversuche gemessen. Je kritischer die gewählten Verformungsbedingungen, um so stärker tritt zyklische Verfestigung bei starker Anfälligkeit gegen dynamische Rekalterung zum Lebensdauerende auf. Die Ermüdungsbruchflächen, ebenso wie die Bruchflächen aus langsamen Zugversuchen stark rekalterungsempfindlicher Werkstoffe, heben sich von Werkstoffen mit geringer Rekalterungsempfindlichkeit ab, was zu Unterscheidungskriterien für z.B. Schadensfallanalysen führt.

Dynamische Rekalterung bedingt planare Gleitung mit relativ großen Gleitmerkmalen an der freien Werkstoffoberfläche verformter Rundzugproben und führt zu rauhen Oberflächen mit ausgeprägter Stufenbildung. Topographieanalysen unter kritischen Verformungsbedingungen gereckter Werkstoffe mit hoher Rekalterungsempfindlichkeit zeigen wenige und große Gleitstufen im Vergleich zu weitestgehend rekalterungsunempfindlichen Werkstoffen mit geringer Stufenhöhe. Die Verletzung der oxidischen Deckschicht mit großen blanken Metalloberflächen ist eine wesentliche Ursache für Rissinitiierung oxidbelegter glatter Werkstoffoberflächen.

5.1.2 Prüfung unter HTW-Mediumseinfluss

Die mediumgestützte Korrosion niedriglegierter Werkstoffe in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser stellt ein „Vielparametersystem“ mit gegenseitiger Wechselwirkung einzelner Einflussgrößen dar. Eine isolierte Betrachtung von Parametern bzw. Angabe eindeutiger Korrelationen sind nur dann möglich, wenn andere Parameter bei den durchgeführten Laborversuchen konstant gehalten werden. Aus diesem Grund wurden Versuche zur Bewertung des Einflusses dynamischer

Rekalterung auf Prozesse mediumgestützter Korrosionsvorgänge stets an Werkstoffen mit unterschiedlicher zuvor gemessener Rekalterungsempfindlichkeit bei konstanter „Wasserchemie“ (Sauerstoffgehalt und Leitfähigkeit) und Dehnrates aber unterschiedlicher Temperatur durchgeführt.

Aus unterbrochenen langsamen Zugversuchen mit gleichzeitiger Messung des elektrochemischen Rauschens sind Unterschiede im Rissinitiierungsverhalten rekalterungsempfindlicher Werkstoffe mit ausgeprägter Dehnungslokalisierung im Vergleich zu Werkstoffen mit gleichmäßig verteilter Verformung abzuleiten. Mikroskopische Dehnungen auf wenigen, aktiven Gleitsystemen führen zur lokalen Verletzung oxidischer Deckschichten und zu einer, die ablaufenden Repassivierungsprozesse überwiegenden Rate, der Schichtverletzung. Eine stetige Drift der elektrochemischen Potentialwerte zu negativen Ausschlägen bei lokalen Dehnungsvorgängen unter Bildung blanker Metalloberfläche ist die Folge, wobei eine zeitliche Korrelation zwischen Schichtverletzungen und Spannungsabfällen in Spannungs-Dehnungs-Kurven festgestellt wurde. Der grundlegende Korrosionsmechanismus stark rekalterungsempfindlicher Werkstoffe unterscheidet sich jedoch nach Analyse von Impedanzspektren, wie zu erwarten war, nicht von Werkstoffen mit sehr geringer Rekalterungsempfindlichkeit.

Eine unter für das Auftreten von dynamischer Rekalterung kritischen Verformungsbedingungen applizierte mechanische Belastung kann bei stark rekalterungsempfindlichen Werkstoffen zur Rissinitiierung an glatten Werkstoffoberflächen führen. Dabei wird die schützende Magnetitschicht im Bereich von während plastischer Verformung gebildeten Gleitstufen mit einer deutlich größeren Stufenhöhe als die innere schützende Magnetitschicht ($h_{\max} \gg d_{\text{topotactic}}$) lokal beschädigt und begünstigt die anodische Metallauflösung mit anschließendem ausgeprägtem Tiefenwachstum der Anrissbildung. Hierdurch kommt es im Vergleich zu Werkstoffen mit geringer Rekalterungsempfindlichkeit zu der oben diskutierten, die Rate der Repassivierung überwiegenden, Rate der Schichtverletzung. D.h. es liegen wesentlich größere blanke Metalloberflächen bei ausgesprochener Rekalterungsempfindlichkeit vor, welche den erneuten Aufbau der oxidischen Deckschicht gegenüber niedriglegierten Stählen mit geringer Rekalterungsempfindlichkeit erschweren.

Risswachstumsversuche verschiedener Autoren zeigen außerdem erhöhte Risswachstumsraten bei mittleren Temperaturen und Spannungsintensitätsfaktoren unter konstanter als auch zyklischer Belastung sofern eine erhöhte Anfälligkeit gegen dynamische Rekalterung gemessen bzw. vermutet wird [157-160]. Aus dem aufgetragenen Spannungsintensitätsfaktor resultiert nach den Überlegungen von FORD und ANDRESEN an der Risspitze niedriglegierten Stahls in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser bei einer Temperatur von $T = 288 \text{ °C}$ und einer konstanten Belastung nach Gleichung 5.1 eine lokale Dehnrates $\dot{\epsilon}_{\text{ct}}$ [102].

$$\dot{\epsilon}_{\text{ct}} = 3,29 \cdot 10^{-13} \cdot (K_I)^4 \quad (5.1)$$

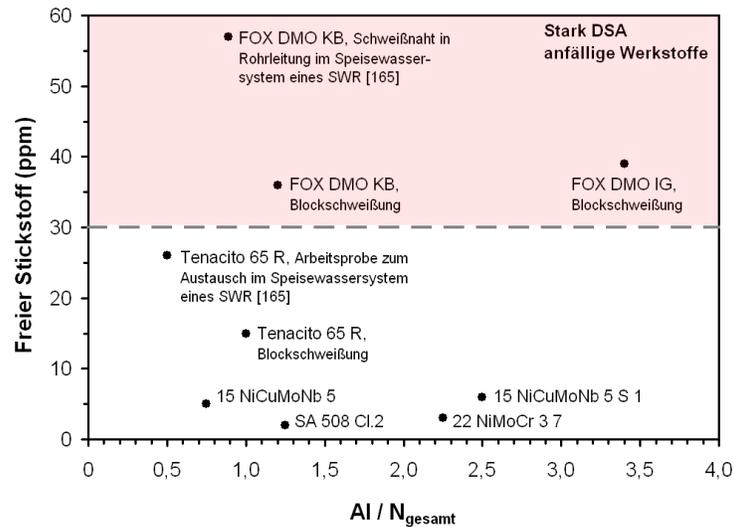


Abb. 5.2: Hinsichtlich mediumgestützter Risskorrosion kritische Werte an freiem Stickstoffgehalt rekalterungsempfindlicher niedriglegierter Stähle.

Ein Spannungsintensitätsfaktor von $K_I \approx 45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, in früheren vergleichenden Risswachstumsversuchen der Schweißzusatzwerkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R von ROTH et al. [13, 14], entspricht daher nach Gleichung 5.1 einer lokalen Dehnrates an der Rissspitze von $\dot{\epsilon}_{ct} \approx 1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Damit wurden die Risswachstumsversuche bei einer Temperatur von $T = 215 \text{ °C}$ unter kritischen Verformungsbedingungen im „Anfälligkeitsfenster“ rekalterungsempfindlicher Feinkornbaustähle geprüft.

Erhöhte Risswachstumsraten sind daher auf Reduzierung der Duktilität mit ausgeprägter Grobgleitung vor allem im Bereich der plastifizierten Rissspitze durch dynamische Rekalterung betroffener niedriglegierter Werkstoffe zurückzuführen und traten bei FOX DMO KB unter in Abb. 5.2 gekennzeichneten hohen Gehalten an interstitiellem Stickstoff auf.

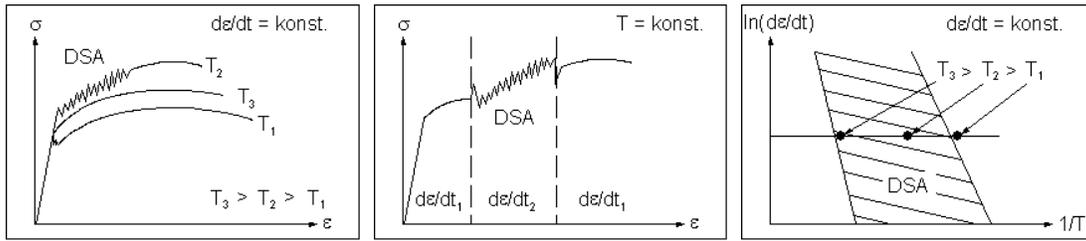
Auf den Gehalt an interstitiellem Stickstoff zurückzuführende dynamische Rekalterung als werkstoffseitiger Parameter beeinflusst somit Prozesse der Rissinitiierung an glatten Oberflächen und der mediumgestützten Risskorrosion auf mikrostruktureller Ebene. Er ist daher als wesentlicher werkstoffseitiger Parameter bei der mediumgestützten Risskorrosion niedriglegierter Feinkornbaustähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser anzusehen.

5.1.3 Quasi-Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung

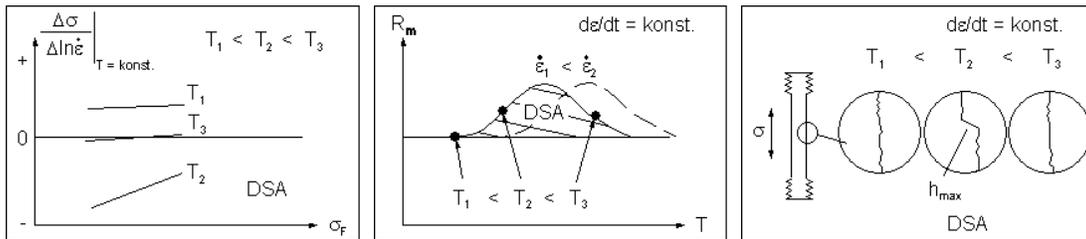
Dynamische Härteprüfung ermöglicht die Prüfung der Wechselwirkung zwischen Probe und Eindringkörper während Be- und Entlastung aus Kraft-Eindringtiefe-Kurven ohne i.d.R. die Bauteilfunktion nach Prüfung einzuschränken. Bei kleinen Probenvolumina, welche nicht für Fertigung von z.B. Zugproben ausreichen, ist eine Prüfung der unterschiedlichen Reckalterungsempfindlichkeit somit erst möglich. Versuche bei niedriger Temperatur zeigen keine messbaren Unterschiede zwischen stark und gering reckalterungsanfälligen Werkstoffchargen. Ergebnisse bei erhöhten Temperaturen von $T = 100$ bis 250 °C und mittleren Eindringgeschwindigkeiten von $\dot{l} \approx 0,01$ bis $0,1$ mm/min mit ausgeprägter Wechselwirkung zwischen interstitiellen Fremdatomen und Versetzungen lassen aufgrund von Unregelmässigkeiten in Kraft-Eindringtiefe-Kurven, analog zu „serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Kurven langsamer Zugversuche, qualitativ zwischen Werkstoffen mit geringer und hoher Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung unterscheiden. Quantitative Analysen der Kraft-Eindringtiefe-Kurven ermöglichen weitere Vergleiche zwischen Härtewerten verschiedener Werkstoffchargen. Dynamische Härteprüfungen mit flexiblem Aufbau und geringem Aufwand bei der Probenpräparation sind daher vorteilhaft, um die mobile Prüfung der unterschiedlichen Reckalterungsempfindlichkeit von eingesetzten Werkstoffchargen an Bauteilen, wie z.B. Rohrleitungen und Behälter, durch quasi-zerstörungsfreie Werkstoffprüfung in Zukunft grundsätzlich zu ermöglichen.

5.2 Einfluss auf das Verformungsvermögen

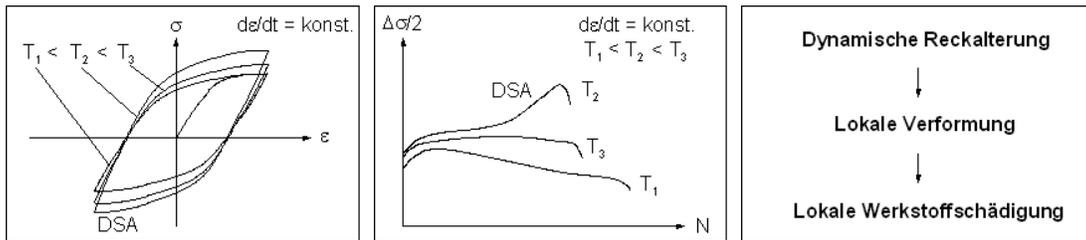
Unablässig bei der Diskussion dynamischer Reckalterung als weitere Einflussgröße auf mediumgestützte Korrosion niedriglegierter Stähle sind hervorgerufene Eigenschaftsveränderungen während plastischer Verformung. Durch dynamische Reckalterung werden Festigkeitskennwerte, wie Zugfestigkeit und Streckgrenze, angehoben und die Verformbarkeit (Duktilität) herabgesetzt (vgl. Abb. 5.3 A)). Sofern Gleichgewicht aus Driftgeschwindigkeit interstitieller Fremdatome und Abgleitgeschwindigkeit der Versetzungen vorliegt, tritt unstetiges Fließen in Form von „serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Diagrammen auf. Bei konstanter Dehnrates und variierender Temperatur wird der mit „DSA“ gekennzeichnete Bereich in Abb. 5.3 C) durchlaufen. D.h. bei tiefen und hohen Temperaturen ist kein Einfluss dynamischer Reckalterung auf das plastische Verformungsvermögen zu messen. Wird hingegen die Temperatur konstant gehalten, und die Dehnrates variiert, so treten wie in Abb. 5.3 B) dargestellt, Bereiche mit unstetiger Verformung neben Bereichen mit normaler Verfestigungskurve bei negativer Dehnratesempfindlichkeit auf (vgl. Kapitel 4.3, Abb. 5.3 D)). Die herabgesetzte Duktilität der Werkstoffe bedingt eine Dehnungslokalisierung auf wenige, unter äußerer Spannung, günstig orientierte Gleitsysteme (= Gleitrichtung + Gleitebene). Ver-



A) Langsamer Zugversuch B) „Umschaltversuche“ C) Kritische Bedingungen



D) Dehnratenempfindlichkeit E) Festigkeitszuwachs F) Gleitstufenhöhe



G) Zyklische Verformung H) Lebensdauer (LCF) I) Ergebnis

Abb. 5.3: Einfluss dynamischer Rekalterung auf Verformungseigenschaften niedriglegierter Stähle in Abhängigkeit von Dehnrates und Temperatur.

formung unter diesen Bedingungen führt zwangsläufig zur Bildung von größeren Gleitstufen an inneren (z.B. Rissspitze) und äußeren (z.B. glatte Oberfläche) Materialoberflächen verformter Werkstoffzustände (vgl. Abb. 5.3 F)). Bei zyklischer Verformung führt ein herabgesetztes Verformungsvermögen zu hoher kumulierter Dehnung und schneller zur Werkstoffschädigung im Vergleich zu Verformungsbedingungen ohne dynamische Rekalterung (vgl. Abb. 5.3 H)). Genannte Veränderungen des Werkstoffzustandes zeigen, dass unter kritischen Verformungsbedingungen verstärkte lokale Verformung und damit lokale Werkstoffschädigung vorliegt, was zu angepassten Modellvorstellungen zur Rissinitiation und zum mediumgestützten Risswachstum unter ausgeprägter Rekalterungsempfindlichkeit niedriglegierter Werkstoffe führen muss (vgl. Abb. 5.3 I)).

5.3 DSA-Effekt in Korrosionsmodellen

Bei mediumgestützter Risskorrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser unter mechanischen Belastungen wird bei Diskussion des Rissfortschrittsverhaltens das allgemein anerkannte Slip-Step-Dissolution-Modell zu Grunde gelegt (vgl. Kapitel 2.4.5.3, [132-135]). In diesem Modell wird die fest haftende und niedriglegierte Stähle passiv schützende Oxidschicht durch plastische Dehnungsvorgänge wiederholt lokal beschädigt. Es entstehen bei Dehnung des Metalls aufgrund der geringen Bruchdehnung des Magnetits von $\epsilon_f \approx 0,05\%$ Risse in der Oxidschicht [253], wodurch das korrosive Medium direkten Kontakt zur blanken Metalloberfläche erhält. Eine aktive anodische Metallauflösung ist die Folge. Ein erneuter Aufbau der oxidischen Deckschicht an der verletzten Stelle unterbindet eine weitere Metallauflösung und eine Repassivierung ist die Folge. Sofern keine weiteren transienten mechanischen Belastungen wie z.B. zyklische Belastungen vorliegen, kommt ein Risswachstum unter konstanter mechanischer Belastung bis zu mittleren Spannungsintensitätsfaktoren im Korrosionssystem niedriglegierter Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, wie z.B. in [3, 137, 142] gezeigt und in Kapitel 2.4.6 ausführlich dargestellt wurde, zum vollständigen Erliegen. Dies wird mit allgemein anerkannten Grenzkurven für mediumgestütztes Risswachstum von un- und niedriglegierten Stählen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser („Disposition-Lines“, vgl. Abb. 5.4) für

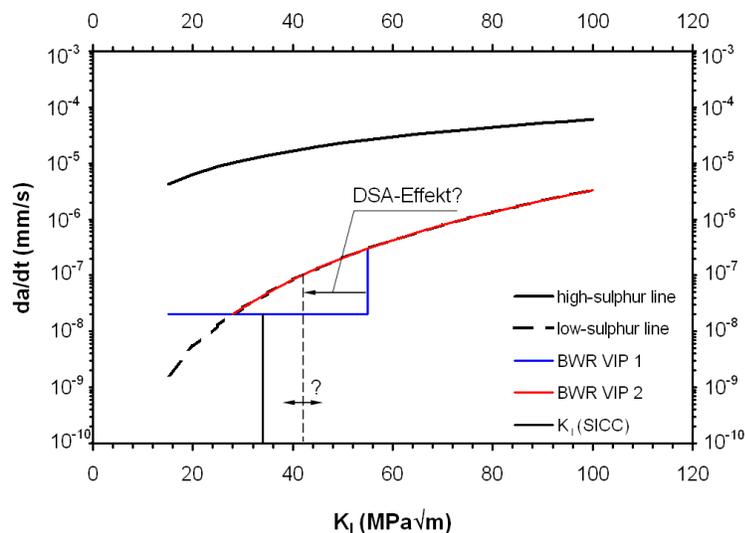


Abb. 5.4: „Disposition-Lines“ für mediumgestütztes Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser unter konstanter Belastung [5, 166].

das Risswachstumsverhalten unter konstanter Last beschrieben [5, 166]. Werden aufgrund von zyklischen Belastungen oder durch lokale Abgleitungen wiederholt große metallisch blanke Oberflächen gebildet, kann es zu fortschreitendem Risswachstum bei mittleren Spannungsintensitätsfaktoren und einer Überschreitung entsprechender „Disposition-Lines“ für stark gegen dynamische Rekalterung anfälligen Werkstoffen kommen (vgl. Kapitel 2.5, Abb. 2.18, [13, 14]).

Der Übergang zwischen der „BWR-VIP 1“ auf die „BWR-VIP 2“-Kurve in Abb. 5.4 bei einem Spannungsintensitätsfaktor von $K_I = 55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ist auf den Einfluss der mechanischen Belastung auf lokal ablaufende plastische Verformungsprozesse z.B. durch „Kriechfließen“ im Bereich der Rissspitze zurückzuführen. Ein dynamisches Gleichgewicht zwischen der Rate der Schichtverletzung einer oxidischen Deckschicht aus Magnetit auf niedriglegiertem Stahl und der Rate der Repassivierung in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser führt offensichtlich zu diesem experimentell ermittelten Schwellenwert des Spannungsintensitätsfaktors bei relativ geringer Anfälligkeit der untersuchten niedriglegierten Stähle gegen dynamische Rekalterung.

Bei einer hohen Anfälligkeit gegen dynamische Rekalterung liegt dagegen, wie aus der stetigen Potentialverschiebung zu negativeren Potentialwerten während mechanischer Belastung geschlossen wird, eine die Rate der Repassivierung übertreffende Rate der Schichtverletzung vor (vgl. Kapitel 4.10). Eine Verschiebung des Überganges in Abb. 5.4 der „BWR-VIP“-Kurven zu geringeren Spannungsintensitätsfaktoren mit $K_I \ll 55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ für stark rekalterungsempfindliche niedriglegierte Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser unter für dynamische Rekalterung kritischen Verformungsbedingungen ist daher sehr wahrscheinlich (vgl. Abb. 2.18). D.h. für stark rekalterungsempfindliche niedriglegierte Stähle ist aufgrund der Verschiebung des dynamischen Gleichgewichtes zwischen Schichtverletzung und Repassivierung durch eine lokalisierte Dehnung mit wenigen, dafür größeren Gleitstufen bei plastischer Verformung an der Rissspitze schon bei niedrigeren Werten des Spannungsintensitätsfaktors mit ausgeprägtem Risswachstum unter konstanter Belastung zu rechnen (vgl. Kapitel 2.5, [13-15, 150]).

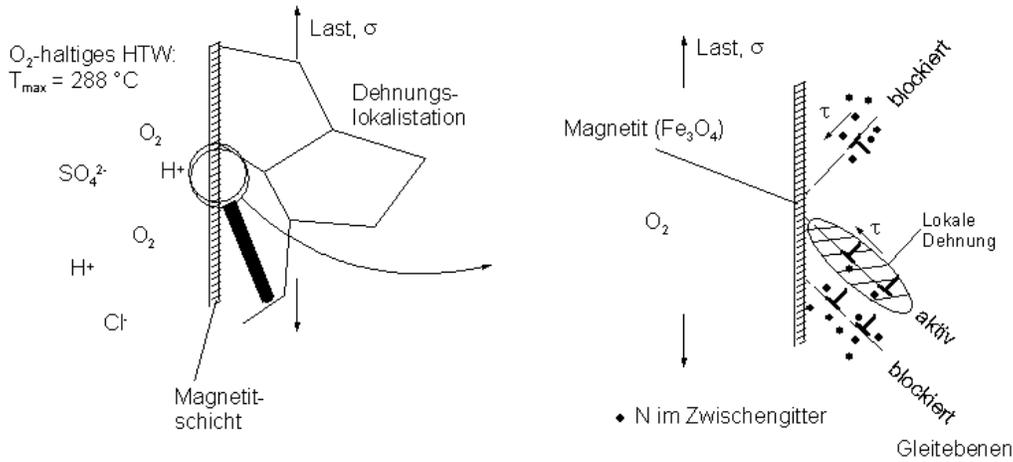
5.3.1 Rissinitiierung

Vor der Rissausbreitung durch mediumgestütztes Risswachstum muss ein Anriss bereits vorhanden sein, oder Rissinitiierung stattfinden. Vorhandene Anrisse können z.B. durch raue Oberflächen oder Korrosionsmulden während Stillstandskorrosion entstanden sein [111, 112]. Können kritische Oberflächenzustände mit rauhen Oberflächen sowie Lunkern, Poren oder Mangansulfideinschlüssen im oberflächennahen Bereich ausgeschlossen werden, so ist Rissinitiierung an glatten oxidbelegten Oberflächen durch z.B. Bildung von Gleitstufen eine zwingende Voraussetzung, welche durch anschließendes Risswachstum zur späteren Schädigung bzw. zum Versagen einer Probe oder eines Bauteils führen kann.

In Abb. 5.5 sind verschiedene Stadien der Rissinitiierung unter Einfluss dynamischer Reckalterung an einer glatten mit Magnetit belegten Oberfläche aus niedriglegiertem Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser schematisch dargestellt. Zunächst liegt, wie in Abb. 5.5 A) skizziert, für niedriglegierten Stahl in Kontakt mit sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser eine glatte passivierte Oberfläche mit oxidischer Deckschicht aus Magnetit vor. Das umgebende Medium umspült die betrachtete Stelle frei, so dass von keinen chemischen Konzentrationsunterschieden des Mediums an der Oberfläche auszugehen ist. Das Medium enthält in geringen Konzentrationen neben Sauerstoff auch Wasserstoff z.B. aus Radiolyse oder der kathodischen Teilreaktion. Die mechanische Belastung unterliegt durch unterschiedliche Lastzustände sehr geringen zeitlichen Veränderungen aufgrund von z.B. Schwankungen in Druck und Temperatur ist jedoch weitestgehend als konstant anzunehmen. Deutliche Laständerungen liegen dagegen bei erforderlichen An- und Abfahrvorgängen vor, welche zu zeitlich veränderlichen Lastzuständen mit großen Dehnungen führen. Auch unter einer äußerlich konstanten Belastung ist jedoch von spontanen lokal begrenzten Dehnungsvorgängen mit positiver Dehnrate auszugehen.

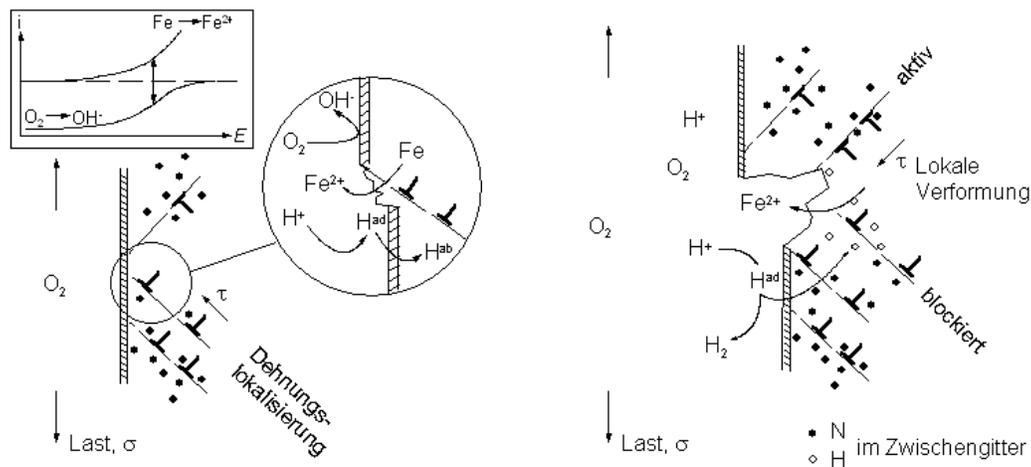
Tritt bei Werkstoffen mit geringer Reckalterungsempfindlichkeit eine lokale Schichtverletzung an einer durch Abgleitung erzeugten kleinen Gleitstufe auf, so ist mit geringer Korrosion und sofortiger Repassivierung der entsprechenden Stelle zu rechnen. Bei Werkstoffen mit hoher Reckalterungsempfindlichkeit führen die nachgewiesenen lokalen Verformungsprozesse zu einer starken Dehnungslokalisierung auf wenige Gleitebenen, welche unter der resultierenden Schubspannung und dem lokalen Stickstoffgehalt im Zwischengitter allein die makroskopische Verformung tragen. Daher ist zu unterstellen, dass es in stark reckalterungsempfindlichen Werkstoffen auch bei äußerlich sehr kleinen Dehnungen lokal zur deutlichen Überschreitung der Streckgrenze und somit zur Plastifizierung „weicher“ neben lediglich elastisch verformten „harten“ Werkstoffbereichen kommt (vgl. Abb. 5.5 B)). Die lokale Plastifizierung kann durch auftretende Spannungsüberhöhungen im Bereich von z.B. kaltverformten Oberflächen bzw. oberflächennahen Fehlern, wie Einschlüsse oder Poren, im Stahl zusätzlich zur durch dynamische Reckalterung verursachten Grobgleitung begünstigt werden. Eine zusätzliche Spannungskonzentration ist jedoch nicht für die Rissinitiierung an glatten Oberflächen durch dynamische Reckalterung zwingend erforderlich, sie verstärkt lediglich unter Umständen die Dehnungslokalisierung. Eine Versetzungsbewegung während lokaler plastischer Verformung im oberflächennahen Bereich führt daher bei stark reckalterungsanfälligen niedriglegierten Werkstoffen zur Bildung von größeren Gleitstufen als bei gering reckalterungsempfindlichen Werkstoffen.

Aufgrund geringer Duktilität der oxidischen Deckschicht im Vergleich mit Stahl treten an großen Gleitstufen im anhaftenden Oxid hohe Spannungen auf, welche wie auch bei Werkstoffen mit geringer Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung zur Überschreitung der Bruchdehnung des Magnetits, lokalem Ein-



A) Glatte Oberfläche (Übersicht) aus oxidbelegtem niedriglegiertem Stahl

B) Glatte Oberfläche (Detail) mit lokalen Verformungsprozessen

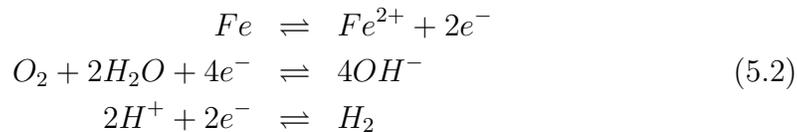


C) Glatte Oberfläche mit Gleitstufe und Verletzung der Oxidschicht

D) Glatte Oberfläche mit lokalem Anriss an Gleitstufe

Abb. 5.5: Rissinitiierungsmodell für niedriglegierte Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser bei gleichzeitiger Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung (Schichtbildendes Korrosionssystem): A) Glatte Oberfläche mit oxidischer Deckschicht, B) Dehnungslokalisation auf wenige Gleitsysteme durch dynamische Reckalterung im Stahl führt zur Verletzung der oxidischen Deckschicht bei positiver Dehnrates, C) Gleitstufenbildung mit blanken Metallflächen ermöglicht anodische Oxidation des Stahls (aktive Metallauflösung), D) Langsam aufwachsende Deckschicht und Bildung von erneut blanker Metalloberfläche durch fortschreitende lokale Gleitprozesse (dynamische Reckalterung) führt zu einer Anrissbildung (Beschreibung im Text).

reißen und anschließendem Abplatzen der Deckschicht führen. Bei Werkstoffen mit starker Reckalterungsanfälligkeit werden jedoch wesentlich höhere Gleitstufen und damit eine deutlich größere blanke Metalloberfläche als bei Werkstoffen mit geringer Reckalterungsempfindlichkeit gebildet. Die Ausbildung eines Korrosionselementes mit aktiver Metallauflösung durch anodische Oxidation des Stahles und kathodische Reduktion von Sauerstoff bzw. Wasserstoff an der deutlich größeren Kathodenoberfläche ist die Folge, wobei hohe Stromdichten im Bereich lokaler Schichtverletzung zu höheren Korrosionsgeschwindigkeiten als bei flächiger Korrosion führen. Eine hohe Versetzungsdichte begünstigt zusätzlich durch herabgesetzte Gitterkohäsion die Metallauflösung an plastifizierten Stellen (vgl. Abb. 5.5 C)).



Aus der kathodischen Reduktion von Protonen zu atomarem Wasserstoff bzw. aus der Radiolyse gebildeter atomarer Wasserstoff kann durch Absorption im Zwischengitter des Stahles gelöst werden [85]. Atomarer Wasserstoff wird bevorzugt an Potentialsenken, wie z.B. Versetzungslinien im Gitter, angelagert. Hierdurch ist eine zusätzliche Lokalisierung der Verformung zu unterstellen, da gerade noch gleitfähige Versetzungen nun unter vorliegender Schubspannung und zusätzlich zum interstitiellen Stickstoff durch angelagerten atomaren Wasserstoff nicht mehr abgleiten können und daher als „blockiert“ gelten. Im Zwischengitter gelöste Fremdatome und eingelagerter atomarer Wasserstoff führen daher nach dem „Superpositionsprinzip“ zur verstärkten Blockade von Gleitebenen und lokaler Verformung auf wenigen Gleitsystemen, was wiederum zur Bildung von großen Gleitstufen führt. (vgl. Abb. 5.5 D)). Die Überlagerung des Wasserstoffeinflusses mit dem Stickstoffeinfluss auf das plastische Verformungsverhalten niedriglegierter Stähle ist jedoch für die Anrissbildung unter ausgeprägter Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung nicht zwingend erforderlich, verstärkt aber die Dehnungslokalisierung und damit erhöht sie zusätzlich die bereits durch starke Reckalterungsempfindlichkeit große Stufenhöhe von gebildeten Gleitstufen. Schließlich ist bei hinreichend großen lokalen Anrissen von Bildung eines gegenüber dem Medium mit z.B. schwefelhaltigen Anionen angereicherten Risselektrolyten aufgrund eventueller bereits aufgelöster Verunreinigungen im Stahl wie z.B. Mangansulfiden auszugehen, was wiederum zur Beschleunigung der Risskorrosion des niedriglegierten Stahles in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser führt.

Die untersuchten Werkstoffe zeigten bei ausgeprägter dynamischer Reckalterung im Bereich der Gleichmaßdehnung auf Rundzugproben Gleitstufen bis zu einer Höhe von $h_{\max} \approx 3 \mu\text{m}$. Eine Expositionsdauer der hier durchgeführten

Voroxidation vor SSRT-Versuchen ($\Delta t = 200$ h) bei Temperaturen von $T = 150$ bis 250 °C und einem Sauerstoffgehalt von $DO = 400$ ppb führte zu Magnetitschichtdicken von einigen Mikrometern, wie sie z.B. auch von MABUCHI et al. angegeben werden [232]. Somit ist, wie oben diskutiert, von einer Triggerung der Rissinitiierung aufgrund dynamischen Gleichgewichtes zwischen der wiederholten Bildung von großer blanker Metalloberfläche und Ausheilungsprozessen der schützenden oxidischen Deckschicht mit Repassivierung des niedriglegierten Stahls in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser auszugehen. Mit zunehmender Expositionsdauer nimmt die Dicke der Magnetitschicht zu. Das Schichtdickenwachstum der Deckschicht aus Magnetit auf niedriglegiertem Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser unterliegt einem parabolischen Zeitgesetz, was mit einem verlangsamten Dickenzuwachs der Magnetitschicht mit zunehmender Schichtdicke führt. Berücksichtigt man ferner den Aufbau der Magnetitschicht mit Unterteilung in „innere“ (topotactic) und „äußere“ (epitactic) Deckschicht [136], so ist zu unterstellen, dass die Dicke der inneren kompakten Deckschicht auch bei langer Expositionsdauer deutlich kleiner als gebildete Gleitstufen bei entsprechender Anfälligkeit gegen dynamische Rekalterung sind. Durch dynamische Rekalterung verursachte große lokale Abgleitungen von Versetzungen können daher auch bei langen Expositionsdauern zum Aufbrechen der oxidischen Deckschicht unter Bildung von großer blanker Metalloberfläche führen, was wiederum die Rissinitiierung an glatten Oberflächen rekalterungsempfindlicher niedriglegierter Stähle begünstigt.

5.3.2 Risswachstum

Im Gegensatz zur Rissinitiierung liegt, wie in Abb. 5.6 A) dargestellt, bei Diskussion eines Modells zum Risswachstum von gegen dynamische Rekalterung stark anfälligen niedriglegierten Stählen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser bereits ein Anriss im Bauteil oder der Probe vor. Die Oberfläche um den Anriss wird frei umspült und durch die bereits vorhandene Risstiefe ist aufgrund einer je nach Strömungsverhältnissen herabgesetzten Konvektion an der Risspitze von einer Ausbildung eines gegenüber dem Medium veränderten Risselektrolyten auszugehen. Der sich ausbildende Risselektrolyt unterscheidet sich vom Medium an glatten Oberflächen („Bulk“) durch einen herabgesetzten Sauerstoffgehalt und eventuell durch eine Anreicherung von ionalen Verunreinigungen, z.B. von Sulfat, welches durch die Auflösung von Mangansulfiden im Bereich der Risspitze gebildet wird, und die mediumgestützte Risskorrosion begünstigt.

Bei niedriglegierten Werkstoffen mit geringer Anfälligkeit gegen dynamische Rekalterung kommt es in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser im Bereich der Risspitze aufgrund der sich ausbildenden plastifizierten Zone zu, auf diese Zone begrenzte, plastische Dehnungsprozesse. Dabei wird die Ausdehnung und Form der plastischen Zone an der Risspitze von der Höhe des Spannungsinten-

sitätsfaktors und somit durch die äußere mechanische Belastungen, die Risstiefe und die Geometrie beeinflusst (vgl. Kapitel 2.3). Entsprechend dem Slip-Step-Dissolution-Modell führen plastische Dehnungen mit positiver Dehnrate schließlich zur Verletzung der Magnetitschicht durch Ausbildung von Gleitstufen mit geringer Stufenhöhe und dadurch verursachtes mediumgestütztes Risswachstum.

Aufgrund der Schichtverletzung im Bereich von aktiven Gleitsystemen liegt für dieses Korrosionssystem ein vorwiegend transkristalliner Rissverlauf vor. Die geringe Verletzung der Magnetitschicht repassiviert und sofern keine weiteren positiven Dehnraten vorliegen, kommt eine Riss in niedriglegiertem Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser bei geringer Reckalterungsempfindlichkeit unter konstanter Belastung ($K_I < 55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) zum völligen Stillstand (vgl. Kapitel 2.4.6).

Im direkten Vergleich zu niedriglegierten Werkstoffen mit geringer Reckalterungsempfindlichkeit ist bei Dehnungsprozessen in niedriglegierten Werkstoffen mit einer hohen Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung die plastische Dehnung im Bereich der plastifizierten Risspitze auf wenige Gleitebenen beschränkt und es liegt ausgesprochene Grobgleitung vor. Dies äußert sich, wie in Abb. 5.6 B) gezeigt, in einer stark lokalisierten Abgleitung mit Ausbildung von wesentlich größeren Gleitstufenhöhen als ohne den Einfluss dynamischer Reckalterung (vgl. Kapitel 4.4.3). Ein Aufbrechen der oxidischen Deckschicht im Bereich der Risspitze aufgrund geringer Bruchdehnungen des Hochtemperaturoxides mit anodischer Korrosion des Stahles und wesentlich größeren blanken Metalloberflächen, als ohne den Einfluss dynamischer Reckalterung, ist die Folge (vgl. Abb. 5.6 C)). Dabei ist aufgrund der größeren Gleitstufenhöhe bei stark reckalterungsempfindlichen Werkstoffen von einer die Repassivierungsprozesse überwiegenden Rate der Schichtverletzung auszugehen. Eine Auflösung zeiliger Mangansulfideinschlüsse in niedriglegiertem Stahl oder von Schlackeeinschlüssen in Schweißzusatzwerkstoffen erhöhen, wie auch bei Werkstoffen mit geringer Reckalterungsempfindlichkeit, zusätzlich die Konzentration an schwefelhaltigen ionalen Verunreinigungen im Risselektrolyten und tragen somit mit großer Sicherheit zum beschleunigten Rissfortschritt bei.

Ein Risswachstum in die Tiefe verschiebt wiederum die plastifizierte Zone und in zunächst elastisch beanspruchten Bereichen wird die Fließspannung unter vorliegendem Spannungsintensitätsfaktor überschritten. Die makroskopische Dehnung wird durch hohe Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung stets auf lokale Werkstoffbereiche kumuliert und eine lokal hohe plastische Dehnung führt zum wiederholten Aufbrechen mit deutlich größeren Gleitstufen der während Repassivierung gebildeten Deckschicht, als in Werkstoffen mit geringer Reckalterungsempfindlichkeit. Eine dauerhafte Repassivierung des Stahls zum Schutz vor weiterer korrosiven Metallauflösung durch Ausheilung der oxidischen Deckschicht mit anschließender Risspitzenabstumpfung („crack-tip blunting“) unter konstanter Belastung ist daher in Werkstoffen mit hoher Anfälligkeit gegen dy-

namische Reckalterung während Prozessen der mediumgestützten Risskorrosion nicht möglich (vgl. Abb 5.3.2 D)).

Bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen kann im Bereich der Riss Spitze gebildeter Korrosionswasserstoff zusätzlich zum interstitiellen Stickstoff im Zwischengitter an entsprechenden Potentialsenken, wie z.B. Versetzungslinien, Leerstellen oder Poren, eingelagert werden [10]. Dies führt, wie auch bei der zuvor diskutierten Rissinitiierung an glatten Werkstoffoberflächen mit hoher Reckalterungsempfindlichkeit, zu einer verstärkenden Überlagerung („Superposition“) der versprödenden Effekte durch interstitiellen Stickstoff und atomaren Wasserstoff. Der zusätzliche Effekt der Wasserstoffversprödung ist jedoch keine zwingende Voraussetzung für das mediumgestützte Risswachstum von gegen dynamische Reckalterung stark anfälligen niedriglegierten Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, kann jedoch die Grobgleitung durch eine zusätzliche lokale Versprödung begünstigen. Die lokale Behinderung plastischer Verformung, mit einer eventuellen Superposition der Effekte aus dynamischer Reckalterung und Wasserstoffversprödung, führt somit zu einer Triggerung der mediumgestützten Risskorrosion von gegen dynamische Reckalterung stark anfälligen niedriglegierten Stählen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser mit kontinuierlichem Risswachstum unter konstanter Belastung bei vergleichbar niedrigen Spannungsintensitätsfaktoren (z.B. $K_I \approx 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, vgl. Abb. 5.6 D)).

5.4 Wechselwirkung mit Neutronenbestrahlung

Durch Neutronenbestrahlung werden in kristallinen Werkstoffen Gitteratome von ihren regulären Gitterplätzen verschoben, i.d.R. auf Zwischengitterplätze. Dieser Prozess führt zu sogenannten Punktdefekten, welche je nach Art der Anordnung mit z.B. FRENKEL- oder SCHOTTKY-Fehlordnung bezeichnet werden. Punktdefekte führen durch Störung der Gitterstruktur und dadurch hervorgerufene Gitterverzerrungen zur Erhöhung des Gitterpotentials (Energie im Kristall). Interstitiell gelöste Fremdatome lagern sich bevorzugt im Bereich der Dilatationszonen von Versetzungen, Substitutionsatomen oder Leerstellen an. Daraus entsteht eine Wechselwirkungskraft zwischen interstitiellen Fremdatomen und Gitterbereichen mit erhöhter Gitterenthalpie [43].

Neutronenbestrahlung von kubisch-raumzentrierten Werkstoffen mit Neutronenfluenzen von $2 \cdot 10^{22} \text{ n/m}^2$ ($E \geq 1 \text{ MeV}$) kann schon ab einer Bestrahlungstemperatur von $T \geq 80 \text{ °C}$ zur Ansammlung von Zwischengitteratomen an entstehenden Gitterbaufehlern (Punktdefekten) führen [254]. Hierdurch wird die Konzentration an interstitiell gelösten Fremdatomen im Zwischengitter durch Agglomeration herabgesetzt und die Verteilungsfunktion der Fremdatome um Versetzungen durch niedrigere Gesamtkonzentration im Zwischengitter c_{FA} verändert (vgl. Gleichung 2.12, [239]). Bei plastischer Verformung nach Bestrahlung reckalterungsempfindlicher Werkstoffe werden daher herabgesetzte Festigkeit und

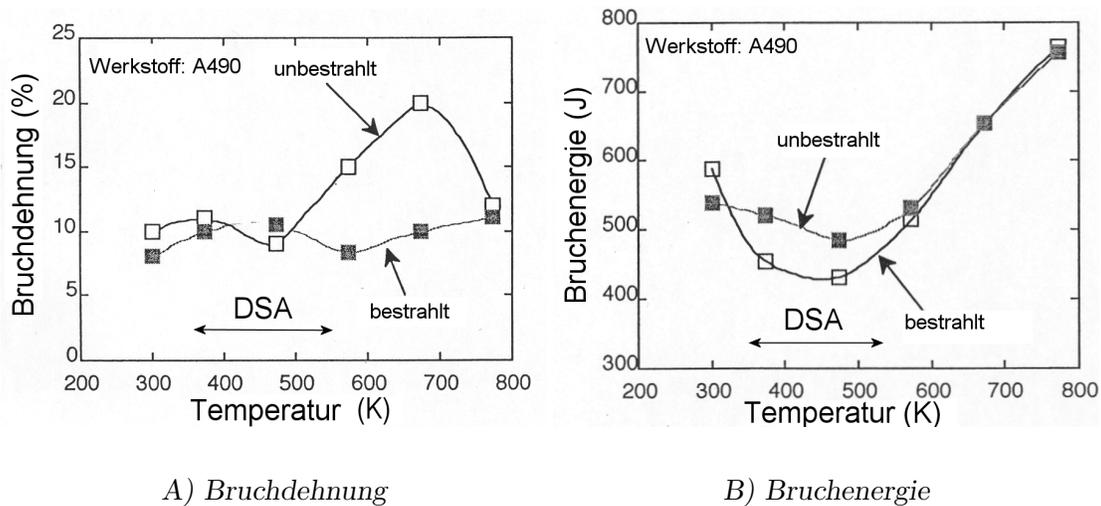


Abb. 5.7: Einfluss einer Neutronenbestrahlung auf Bruchdehnung im langsamen Zugversuch A) und Bruchenergie B) gegenüber der Versuchstemperatur rekalterungsempfindlicher Werkstoffe, [255].

erhöhte Duktilität im Vergleich zum unbestrahlten Werkstoffzustand gemessen, in welchem dynamische Rekalterung bei geeigneten Verformungsbedingungen zur Festigkeitssteigerung und Herabsetzung der Duktilität führt (vgl. Abb. 5.7). D.h. der verspröde Effekt durch dynamische Rekalterung ist durch die Reduktion des Gehaltes an interstitiellem Stickstoff im bestrahlten Werkstoffzustand weniger stark ausgeprägt als im unbestrahlten Werkstoff. Neutronenbestrahlung niedriglegierter Stähle kann somit unter bestimmten Bedingungen den Auswirkungen dynamischer Rekalterung durch Herabsetzung des Gehaltes an frei beweglichem Stickstoff im Gitter entgegenwirken [254-258].

Dies ist besonders für den aus niedriglegierten Feinkornbaustählen gefertigten Reaktordruckbehälter von Interesse, sofern ein Anriss im niedriglegierten Stahl bzw. eine Verletzung der betrieblichen oxidischen Deckschicht aus Magnetit postuliert wird. Liegt eine erhöhte Rekalterungsempfindlichkeit des niedriglegierten RDB-Stahles vor, so kann die durch dynamische Rekalterung angehobene Festigkeit und herabgesetzte Duktilität mit lokalen Verformungsprozessen durch eine entsprechende Neutronenbestrahlung relativiert werden. Daraus ist zu schließen, dass beim Reaktordruckbehälter nicht von einer erhöhten Anfälligkeit gegen mediumgestützte Risskorrosion durch den Effekt der dynamischen Rekalterung auszugehen ist. Für die Rohrleitungen des Wasser-Dampf-Kreislaufs ist aufgrund der geringen Neutronenfluenzen der Rohrleitungen, wenn überhaupt messbar, in der Praxis von einem nur sehr geringen Effekt durch Neutronenbestrahlung auszugehen. Daher ist bei entsprechender Anfälligkeit gegen dynamische Rekalterung von niedriglegierten Werkstoffen im Rohrleitungssystem mit einem beschleunigenden Effekt der mediumgestützten Risskorrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser zu rechnen.

5.5 Bewertung des Werkstoffeinsatzes

In Kernkraftwerken werden bei langsamen An- und Abfahrvorgängen in Rohrleitungen aus niedriglegiertem Stahl unter Umständen für dynamische Reckalterung kritische Dehnraten in einem weiten Temperaturbereich zwischen $T = RT$ und Betriebstemperatur durchlaufen. Daher ist i.d.R. vom Auftreten kritischer Parameterkombinationen aus Dehnrate und Temperatur, unter welchen reckalterungsanfällige Werkstoffe zu gemessener Festigkeitssteigerung bei gleichzeitiger Herabsetzung der Duktilität neigen, auszugehen.

Bei ausgeprägter dynamischer Reckalterung kann es, wie ausführlich diskutiert, durch Bildung von Gleitstufen mit großer Stufenhöhe zu einer Rissinitiierung an glatten Oberflächen auch ohne eine Spannungsüberhöhung an Korrosionsmulden oder anderen potentiellen oberflächennahen Fehlern, wie z.B. Lunker, Poren, Schlacke- oder Mangansulfideinschlüsse, kommen. Die oberflächennahen Fehler können jedoch durch entsprechende Spannungsüberhöhungen die lokalen Dehnungsvorgänge bei starker Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung zusätzlich zur bereits vorliegenden Grobgleitung begünstigen. Sofern Prozesse der Rissinitiierung bereits zu einem Mikroanriss geführt haben, kann es bei verhältnismäßig geringen mechanischen Belastungen von z.B. $K_I \approx 35 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und entsprechend hoher Anfälligkeit niedriglegierter Stähle gegen dynamische Reckalterung aufgrund der stark lokalisierten Verfestigungsprozesse während plastischer Verformung im Rissspitzenbereich mit großen Gleitstufen zu stabilem Risswachstum unter konstanter Belastung in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser kommen.

Zur Absicherung von eingesetzten Werkstoffchargen auf ausgeprägte Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung ist die Durchführung von entsprechenden Werkstoffprüfungen möglich. Hierzu eignen sich aufgrund der größtmöglichen Anzahl an Bewertungskriterien besonders langsame Zugversuche („serrations“ in Spannungs-Dehnungs-Kurven, R_m , $R_{p0.2}$, A , Z , Oberflächenanalyse gereckter Werkstoffzustände, ...). Hierbei ist auf geeignete Wahl der Verformungsparameter mit geringer Dehnrate (z.B. $\dot{\epsilon} \approx 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) und engen Stützstellen der Temperatur im Bereich von $T = RT$ bis $300 \text{ }^\circ\text{C}$ mit $\Delta T \leq 50 \text{ }^\circ\text{C}$ zu achten. Ebenfalls ist bei stark gegen dynamische Reckalterung anfälligen Werkstoffchargen eine chemische Analyse des interstitiell gelösten Stickstoffgehaltes und des Aluminiumgehaltes zur weiteren Absicherung möglich, welche z.B. durch Internal Friction Messungen ergänzt werden können.

Eine Beschleunigung von mediumgestütztem Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser durch eine werkstoffversprödende Neutronenbestrahlung wird i.d.R. für Rohrleitungen ausgeschlossen. Die Herabsetzung der Anfälligkeit niedriglegierter Stähle gegen dynamische Reckalterung durch Neutronenbestrahlung wird daher für Rohrleitungen aus niedriglegierten Stählen als eher gering angesehen. Für den Reaktordruckbehälter ist dagegen aufgrund der höheren Neutronenfluenz von einer Relativierung des Einflusses

der dynamischen Rekalterung auf die mediumgestützte Risskorrosion niedriglegierter Feinkornbaustähle auszugehen.

Die Veränderung der Werkstoffeigenschaften von stark rekalterungsanfälligen niedriglegierten Stählen durch die Effekte der dynamischen Rekalterung führt daher unter bestimmten Umständen zu einer eingeschränkten Verwendbarkeit entsprechender niedriglegierter Werkstoffchargen für Rohrleitungssysteme in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser. Für bereits eingesetzte rekalterungsempfindliche Werkstoffchargen ist zur Prävention gegen Rissbildungen bzw. mediumgestütztem Risswachstum von stark rekalterungsanfälligen niedriglegierten Stählen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser eine Kombination kritischer Parameter (Werkstoff, Umgebung und mechanische Belastung) zu vermeiden.

6. Zusammenfassung

Die dynamische Reckalterung kann das plastische Verformungsverhalten von entsprechend anfälligen un- und niedriglegierten Stählen erheblich beeinflussen. Im Zwischengitter niedriglegierter Stähle gelöste Kohlenstoff- und Stickstoffatome verändern sowohl im Grundwerkstoff als auch im Schweißzusatzwerkstoff die mechanischen Kennwerte wie Festigkeit und Duktilität in Abhängigkeit von der Temperatur und der Dehnrates in der Weise, dass es unter bestimmten Kombinationen aus Temperatur und Dehnrates zu einer lokalisierten Verfestigung aufgrund der Begünstigung von planaren Gleitprozessen kommt. Hierdurch werden makroskopisch gemessene Festigkeitskennwerte angehoben, und gleichzeitig die Duktilität der Werkstoffe reduziert.

An verschiedenen niedriglegierten Stählen für druckumschließende Komponenten von Kernkraftwerken wurde daher das plastische Verformungsverhalten hinsichtlich des Einflusses der dynamischen Reckalterung auf eine Festigkeitssteigerung mit gleichzeitiger Reduzierung der Duktilität und insbesondere die Lokalisierung der Dehnung in langsamen Zugversuchen unter entsprechend kritischen Parametern untersucht (vgl. Tab. 6.1). Zunächst wurden die Werkstoffe auf Basis mechanischer Werkstoffprüfungen in weniger und stark gegen dynamische Reckalterung anfällige niedriglegierte Stähle eingeteilt, und Bewertungskriterien für dynamische Reckalterung abgeleitet. Die Reckalterungsempfindlichkeit niedriglegierter Stähle ist jedoch wegen unterschiedlichem Gehalt an interstitiellem Stickstoff im Gitter nicht nur werkstoffabhängig sondern kann auch chargenabhängig sein, weshalb nicht von einer grundlegenden Anfälligkeit von warmfesten Feinkornbaustählen der Kraftwerkstechnik gegen dynamische Reckalterung auszugehen ist.

Für mikrostrukturelle Untersuchungen der Dehnungslokalisierung wurden Gefügestände verschiedener plastischer Dehnungen erzeugt und anschließend hinsichtlich lokaler Verformung analysiert. Hierbei wurde die EBSD-Methode zur Analyse lokaler Dehnungen im Werkstoffgefüge und der sich bildenden Kleinwinkelkorngrenzen herangezogen. Mittels dieser Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass die auf Basis von mechanischen Versuchen als gegen dynamische Reckalterung stark anfällig eingestuften Werkstoffe eine ausgeprägte lokalisierte Verformung aufweisen und somit die auf einzelne Gleitebenen kumulierte Dehnung vergleichsweise hohe Beträge annimmt.

Tab. 6.1: *Untersuchte Bedingungen zum Zusammenspiel dynamischer Reckalterung und mediumgestützter Korrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser.*

<i>Einflussgröße</i>	<i>Untersuchte Werte</i>	<i>Anmerkung</i>
Gehalt an interstitiell gelöstem Stickstoff	$2 \leq N_{\text{frei}} \leq 57$ ppb	für untersuchte niedriglegierte Stähle
Stabilisierungsverhältnis Al/N_{tot}	$0,5 \leq \frac{Al}{N_{\text{tot}}} \leq 3,5$	kann starke dynamische Reckalterung auftreten
Temperatur	$100 \leq T \leq 300$ °C	je nach Dehnrates
Positive Dehnrates	$\dot{\epsilon} \geq 10^{-7}$ s ⁻¹	an Risspitze oder im oberflächennahen Bereich
Dehnungslokalisierung	$\sigma \geq \sigma_{\text{YS}}$	hervorgerufen durch DSA und H_{atomar}
Stufenbildung	$h_{\text{Stufe}} \geq h_{\text{Oxid}}$	Extrusion bei plastischer Verformung
Spannungsintensitätsfaktor (konstante Last)	z.B. $K_{\text{I}} \approx 35$ MPa√m	$\dot{\epsilon}_{\text{ct}} > 0$
SWR-Medium	$\kappa \leq 0,1$ μS/cm $DO = 400$ ppb	„Speisewasser“

Ferner wurden anhand verformter Oberflächen die Gleitstufenhöhe bzw. die Rauigkeit und Welligkeit von Gleitstufen analysiert. Diese Untersuchungen zeigen, dass die Gleitstufenhöhe, bei entsprechend hoher Reckalterungsanfälligkeit der Werkstoffe und plastischer Verformung unter kritischen Verformungsparametern (Temperatur und Dehnrates), im Bereich der Dicke bzw. größer als gebildete oxidische Deckschichten aus Magnetit auf niedriglegiertem Stahl in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser (z.B. an einer Risspitze) ist. Daraus ist zu schließen, dass bei entsprechender Anfälligkeit eines Werkstoffs gegen dynamische Reckalterung von einer Begünstigung von lokalen Verletzungen der oxidischen Deckschichten in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser z.B. im Bereich einer aktiven Risspitze ausgegangen werden muss. Dies wiederum kann zur Triggerung korrosiver Metallauflösung an Risspitzen niedriglegierter Stähle in sauerstoffhal-

tigem Hochtemperaturwasser und somit zu kontinuierlichem Risswachstum mit beschleunigter Risswachstumsrate unter konstanter Belastung bei vergleichsweise niedrigen Spannungsintensitätsfaktoren mit entsprechend kritischer Dehnrate an der Rissspitze führen.

Ebenso kann hinsichtlich Rissinitiierung bei dynamischer Reckalterung an glatten Oberflächen aufgrund lokaler Verformung von einer bevorzugten Rissinitiierung an niedriglegierten Stählen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser im Bereich von Gleitlinien ausgegangen werden, sofern es durch dynamische Reckalterung zur Bildung von hohen Gleitstufen und damit zur lokalen Verletzung der oxidischen Schutzschicht kommt. Daher ist die Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung als weiterer wichtiger Werkstoffparameter für die Bewertung und Diskussion mediumgestützter Risskorrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser anzusehen. Für das mediumgestützte Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser ist die dynamische Reckalterung keine notwendige Einflussgröße, begünstigt aber bei stark reckalterungsempfindlichen Werkstoffen die Rissbildung an glatten Oberflächen und das mediumgestützte Risswachstum. Für korrosionstechnische Bewertungen niedriglegierter Konstruktionswerkstoffe in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser ist sie daher von entscheidender Bedeutung und sollte stets berücksichtigt werden.

Anhang

Tab. A.1: Zusammenstellung untersuchter Werkstoffe, angewendeter Regelwerke und durchgeführter Wärmebehandlungen (WA: Wasserabgeschreckt, OA: Ofenabkühlung).

Werkstoff	Norm	Wärmebehandlung
<i>Grundwerkstoffe:</i>		
22 NiMoCr 3 7 (Werks.-Nr: 1.6751)	KTA 3201.1	Härten: 890 - 900 °C / 6,83 h / WA Anlassen: 640 - 650 °C / 17,25 h / Luft
SA 508 Cl.2 (Werks.-Nr: ≡ 1.6751)	ASME	Härten: 900 °C / 8 h / WA Anlassen: 600 °C / 9 h / Luft
15 NiCuMoNb 5 (Werkst.-Nr: 1.6368)	KTA 3201.1	Härten: 880 - 960 °C / ? h / WA Anlassen: 580 - 680 °C / ? h / Luft
15 NiCuMoNb 5 S 1 (Werkst.-Nr: 1.6369)	KTA 3201.1	Härten: 880 - 930 °C / ? h / WA Anlassen: 640 - 690 °C / ? h / Luft
<i>Schweißzusatzwerkstoffe:</i>		
FOX DMO KB (E Mo B 20+)	DIN 8575, [259]	Spannungsarmglühung: 550 °C / 3 h / OA
FOX DMO IG (E Mo B 20+)	DIN 8575	Spannungsarmglühung: 550 °C / 3 h / OA
Tenacito 65 R (E Mn 1 NiMo B H5)	DIN 8529, [260]	Spannungsarmglühung: 610 °C / 3 h / OA

Tab. A.2: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Werkstoffe. Mit „-“ gekennzeichnete Werte wurden nicht analysiert.

	Grundwerkstoffe				Schweißzusatzwerkstoffe		
	22 NiMoCr 3 7	SA 508 Cl.2	15 NiCuMoNb 5	15 NiCuMoNb 5 S 1	FOX DMO KB	FOX DMO IG	Tenacito 65 R

Zeugnisangaben in Gew.-%:

C	0,22	0,21	0,17	0,17	0,10	0,10	0,05
Si	0,20	0,27	0,50	0,50	0,65	0,65	0,30
Mn	0,91	0,69	1,20	1,20	1,10	1,20	1,40
P	0,008	0,005	0,030	0,160	0,025	0,020	<0,012
S	0,007	0,004	0,025	0,005	0,025	0,020	<0,020
Cr	0,42	0,38	0,30	0,30	0,20	0,20	-
Mo	0,53	0,63	0,50	0,40	0,60	0,60	0,40
Ni	0,88	0,78	1,30	1,30	0,20	0,20	1,20
Cu	0,04	0,16	0,80	0,80	0,20	0,30	<0,90

Separat durchgeführte Analysen in Gew.-% bzw. ppm:

N_{total}	0,008	0,012	<0,020	<0,020	0,005	0,005	0,005
N_{frei}	3 ppm	2 ppm	5 ppm	6 ppm	36 ppm	39 ppm	15 ppm
Al	0,018	0,015	<0,015	<0,050	0,006	0,017	<0,005
Al/ N_{total}	2,25	1,25	0,75	2,50	1,20	3,40	1,00

Tab. A.3: Mechanische Kenngrößen der untersuchten Werkstoffe bei $T = 22 \text{ °C}$ (RT).

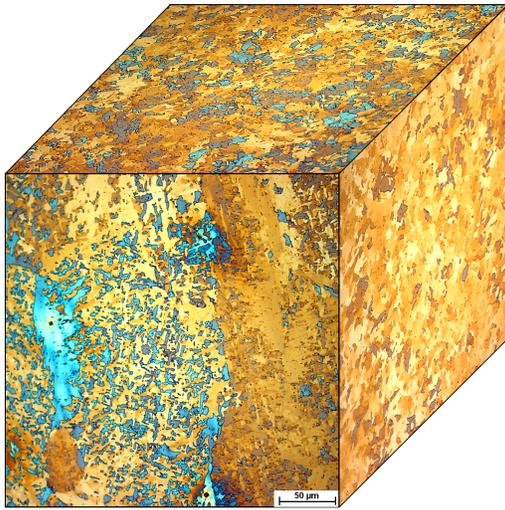
	Grundwerkstoffe				Schweißgüter		
	22 NiMoCr 3 7	SA 508 Cl.2	15 NiCuMoNb 5	15 NiCuMoNb 5 S 1	FOX DMO KB	FOX DMO IG	Tenacito 65 R
	MPa						
$R_{p0.2}$	467	448	514	513	481	534	557
R_m	605	611	610	636	540	561	593
	%						
A	17,0	17,9	29,5	25,5	26,0	27,5	24,5
Z	72,0	71,0	69,5	70,0	73,0	82,5	74,0

Tab. A.4: Aktivierungsenergien zur Temperaturabhängigkeit der Dehnrates der Schweißzusatzwerkstoffe und Grundwerkstoffe.

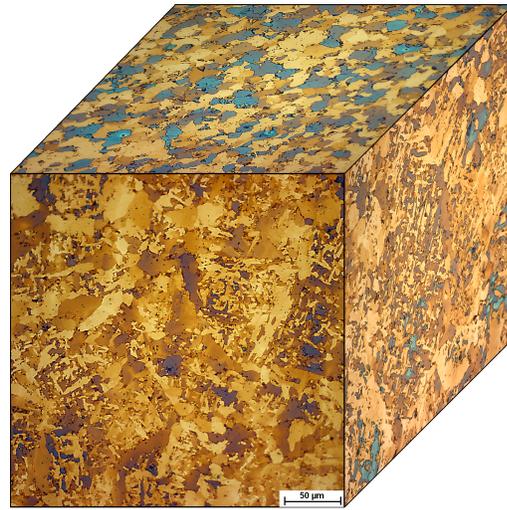
Werkstoff	Q_{Peak} (kJ/mol)	Q_{Onset} (kJ/mol)	Q_{Peak} (eV)	Q_{Onset} (eV)
FOX DMO IG	237,2	84,7	2,5	0,9
FOX DMO KB	282,5	87,3	2,9	0,9
Tenacito 65 R	207,2	78,5	2,2	0,8
22 NiMoCr 3 7	182,6	68,6	1,9	0,7
SA 508 Cl.2	250,0	75,7	2,6	0,8

Tab. A.5: Mit der EBSD-Technik berechnete Korngröße (KG) untersuchter niedriglegierter Stähle im Ausgangszustand.

Werkstoff	KG_{Gemessen} (μm)	$KG_{\text{Korrektur}}$		ASTM-KG DIN, [261]
		4 Nachbarn (μm)	8 Nachbarn (μm)	
FOX DMO KB	3,8	5,5	6,9	11.0
Tenacito 65 R	2,5	4,2	4,9	12.5
22 NiMoCr 3 7	2,2	4,2	5,2	12.0
SA 508 Cl.2	2,1	5,0	6,7	11.5



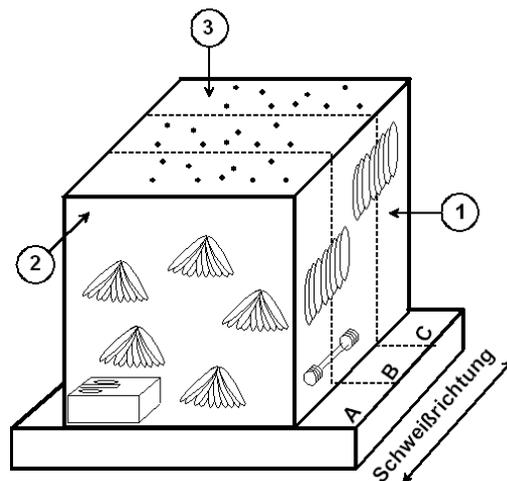
A) Tenacito 65 R



B) FOX DMO KB

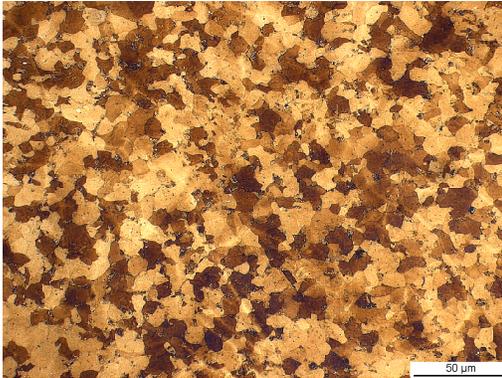


C) FOX DMO IG

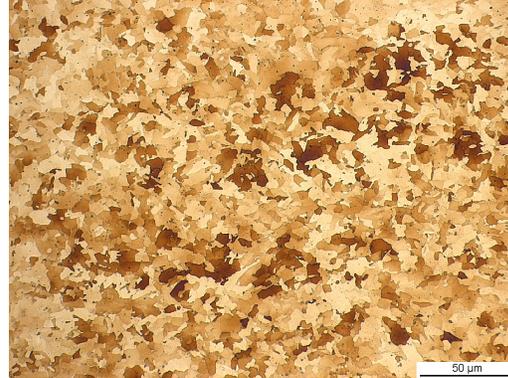


D) Räumliche Übersicht

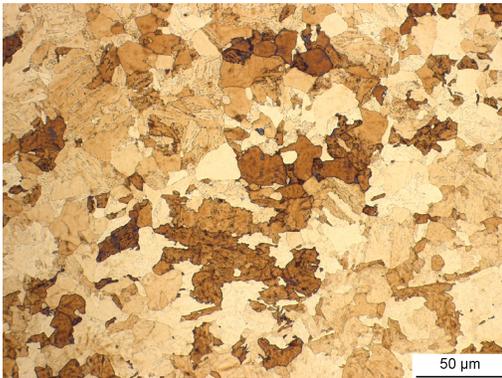
Abbildung A.1: A)-C) Richtungsabhängige Gefügaufnahmen der Blockschweißungen aus Schweißzusatzwerkstoffen Tenacito 65 R, FOX DMO KB und FOX DMO IG. In D) sind markante Unterschiede in der Mikrostruktur zwischen den Raumrichtungen neben den Probenlagen der Rundzug-, Ermüdungs- und C(T)25-Bruchmechanik-Proben angegeben: 1) Fächerartige Anordnung der ehemaligen Grobkornzonen im Bereich der Wärmeinflusszone der einzelnen Schweißbraunen, 2) Stängelartige Ausrichtung der ehemaligen Grobkornzone, 3) Poren vom Herstellungsprozess (Ätzung: Farbätzmittel nach Klemm, Natriumthiosulfat + Kaliumdisulfid).



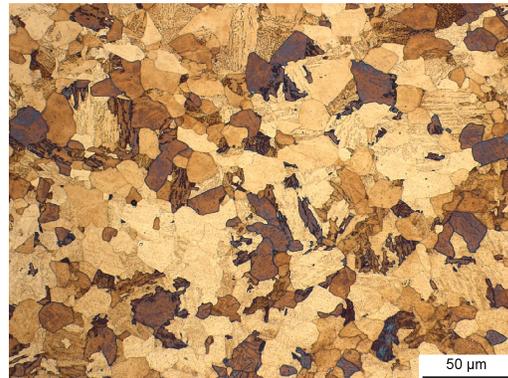
A) FOX DMO KB



B) Tenacito 65 R



C) 22 NiMoCr 3 7



D) SA 508 Cl.2

Abbildung A.2: Vergleich des Gefüges von Schweißzusatzwerkstoffen FOX DMO KB und Tenacito 65 R und Grundwerkstoffen 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2. Für die Schweißzusatzwerkstoffe wurde die in Abb. A.1 mit „3“ bezeichnete Richtung herangezogen (Ätzung: Farbätmittel nach Klemm, Natriumthiosulfat + Kaliumdisulfid).

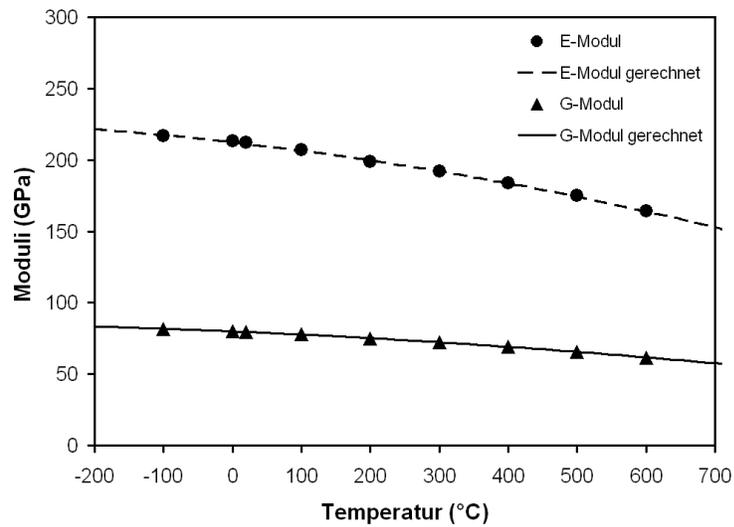


Abbildung A.3: Temperaturabhängigkeit des Elastizitäts- bzw. Schubmoduls, nach [29].

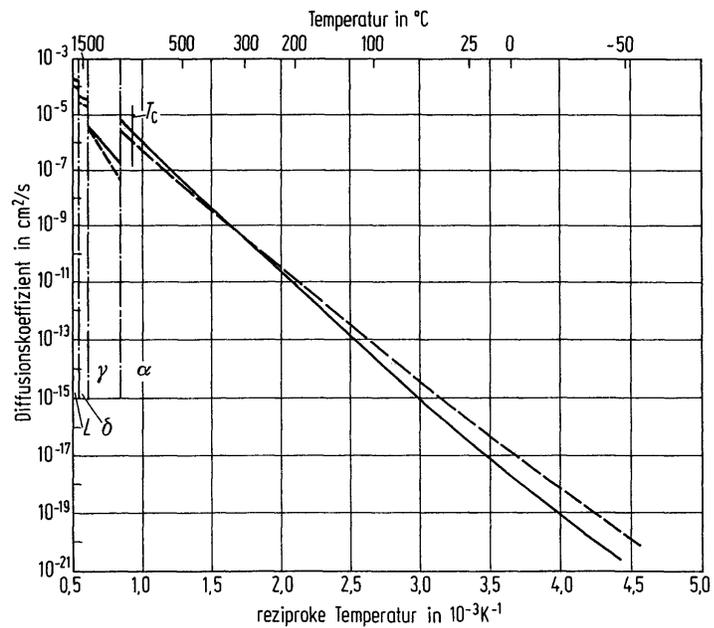


Abbildung A.4: Temperaturabhängigkeit des Diffusionskoeffizienten von Kohlenstoff (durchgezogene Linie) und Stickstoff (gestrichelte Linie) in Eisen [262].

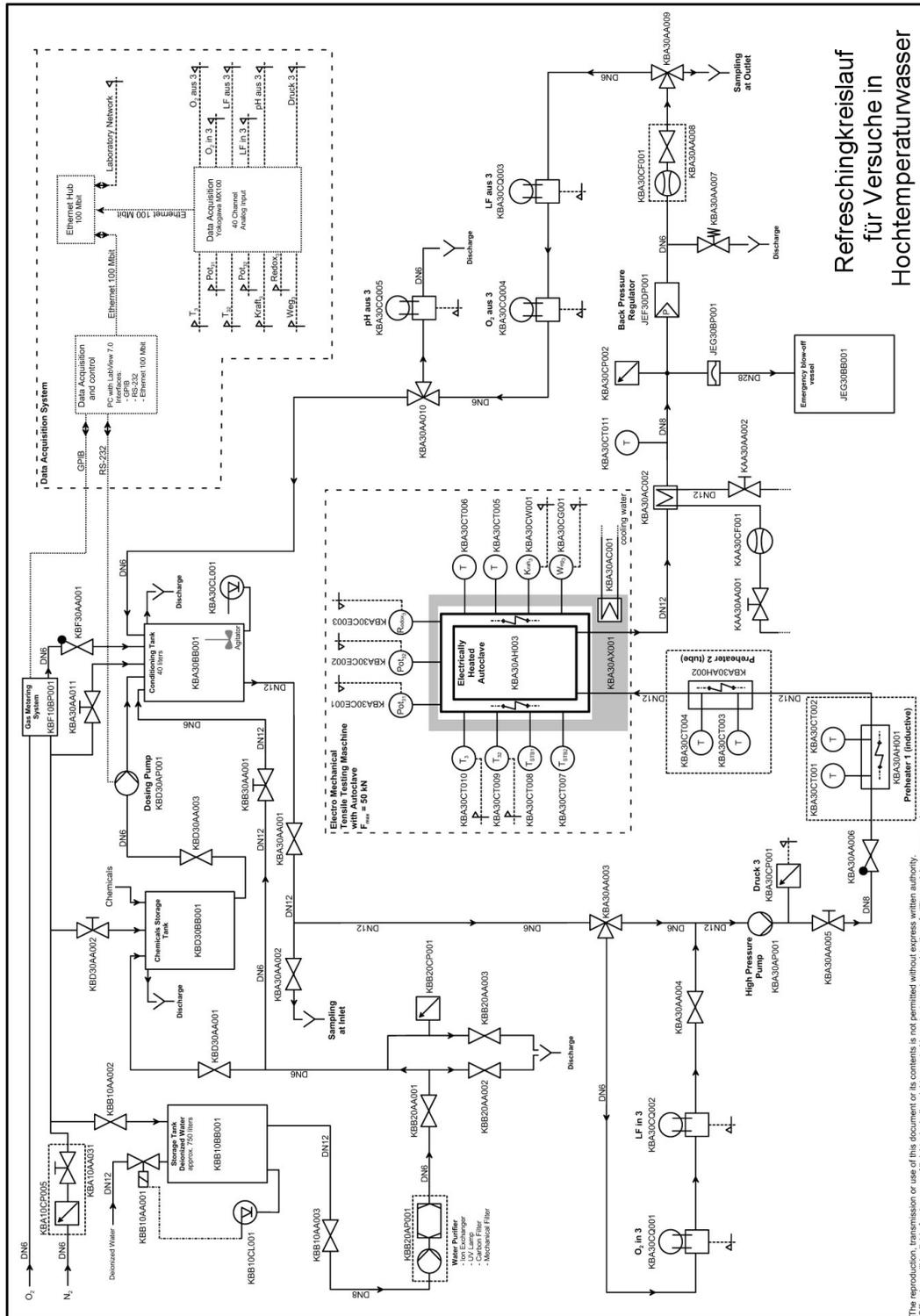
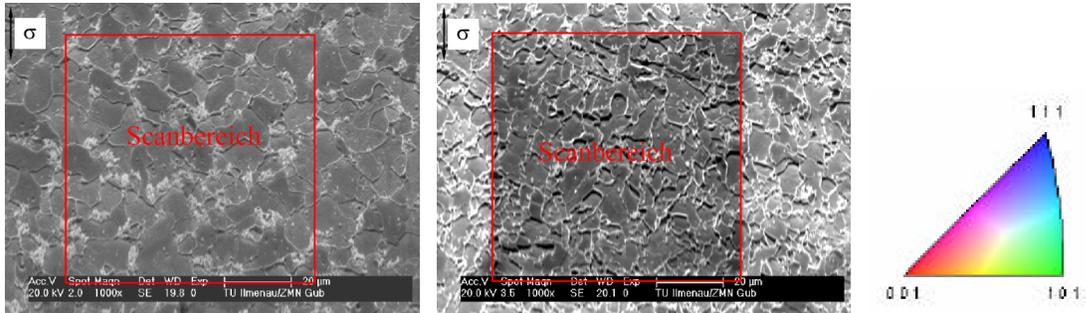


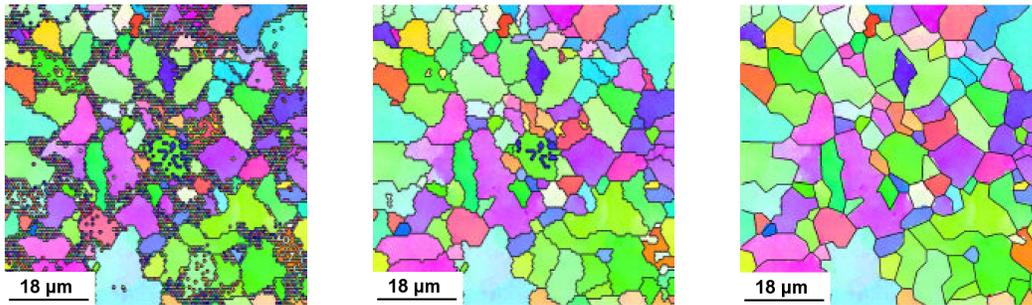
Abbildung A.5: Schaltplan des verwendeten Hochtemperaturwasserkreislaufes (HTW-Refreshungskreislauf) zur Durchführung von Versuchen in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser.



A) Messfeld FOX DMO KB

B) Messfeld Tenacito 65 R

C) Legende

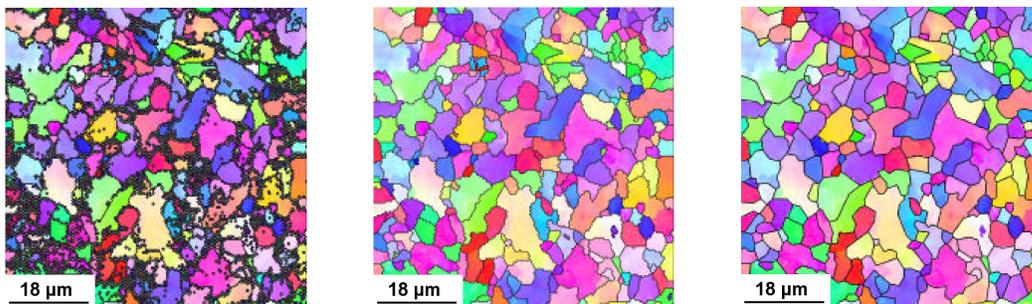


D) Unkorrigiert

E) Korrigiert mit 4 n.N.*)

F) Korrigiert mit 8 n.N.

Inverse Polfigurkarten des Werkstoffs FOX DMO KB im Ausgangszustand.



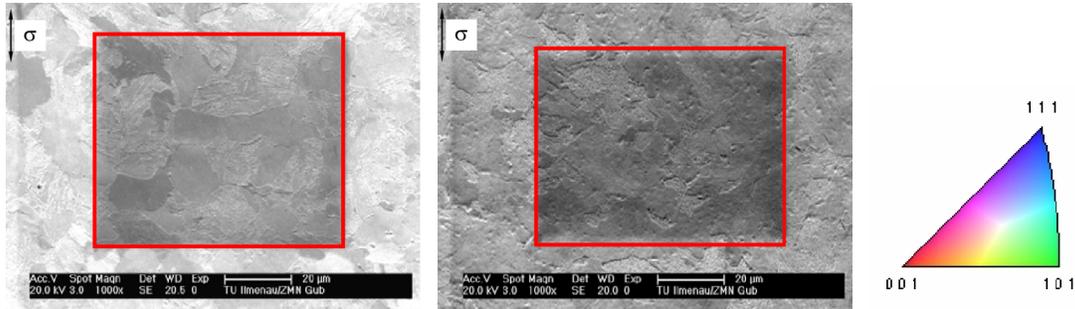
G) Unkorrigiert

H) Korrigiert mit 4 n.N.

I) Korrigiert mit 8 n.N.

Inverse Polfigurkarten des Werkstoffs Tenacito 65 R im Ausgangszustand.

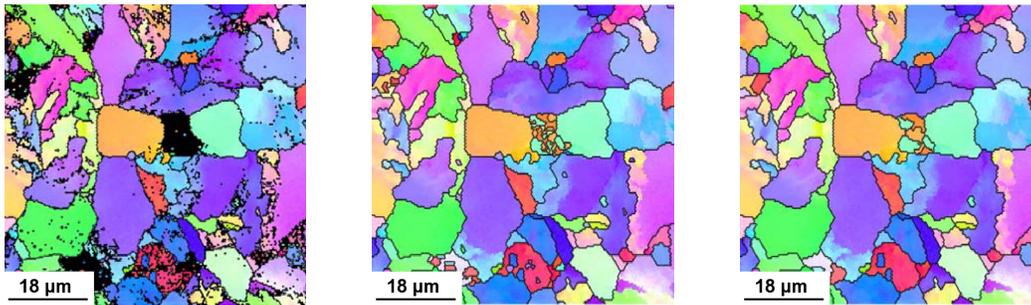
Abbildung A.6: Zusammenstellung der EBSD-Messungen an FOX DMO KB und Tenacito 65 R im Ausgangszustand (Stepsize = 0,5 μm, *) nächste Nachbarn).



A) Messfeld SA 508 Cl.2

B) Messfeld 22 NiMoCr 3 7

C) Legende

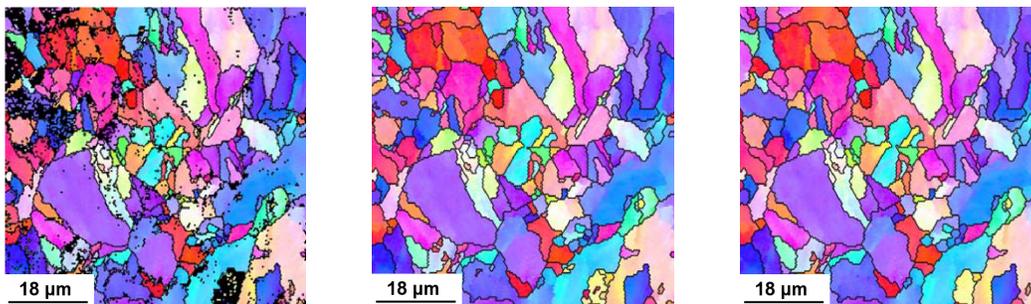


D) Unkorrigiert

E) Korrigiert mit 4 n.N.^{*)}

F) Korrigiert mit 8 n.N.

Inverse Polfigurkarten des Werkstoffs SA 508 Cl.2 im Ausgangszustand.



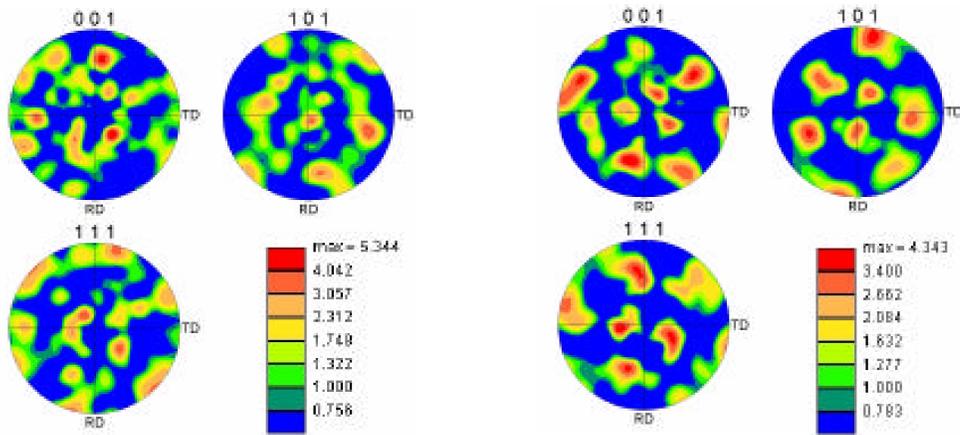
G) Unkorrigiert

H) Korrigiert mit 4 n.N.

I) Korrigiert mit 8 n.N.

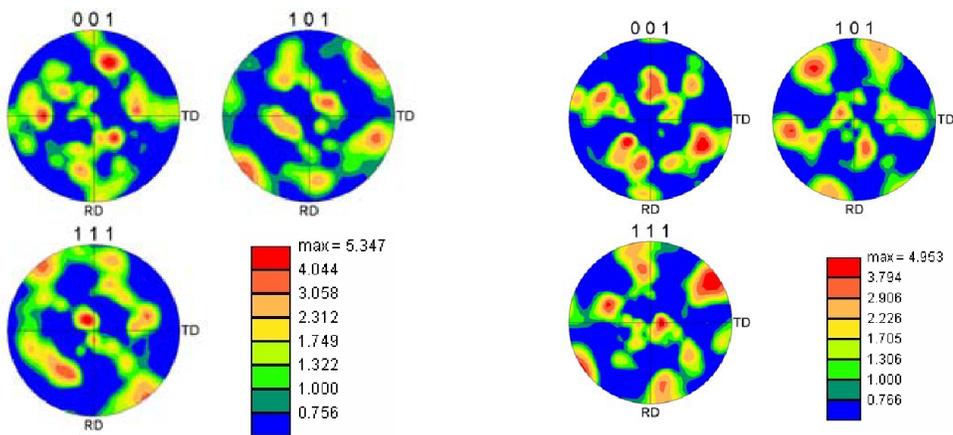
Inverse Polfigurkarten des Werkstoffs 22 NiMoCr 3 7 im Ausgangszustand.

Abbildung A.7: Zusammenstellung der EBSD-Messungen an SA 508 Cl.2 und 22 NiMoCr 3 7 im Ausgangszustand (Stepsize = 0,5 µm, ^{*)} nächste Nachbarn).



A) FOX DMO KB

B) Tenacito 65 R



C) 22 NiMoCr 3 7

D) SA 508 Cl.2

Abbildung A.8: Polfigurkarten der niedriglegierten Werkstoffe im Ausgangszustand.

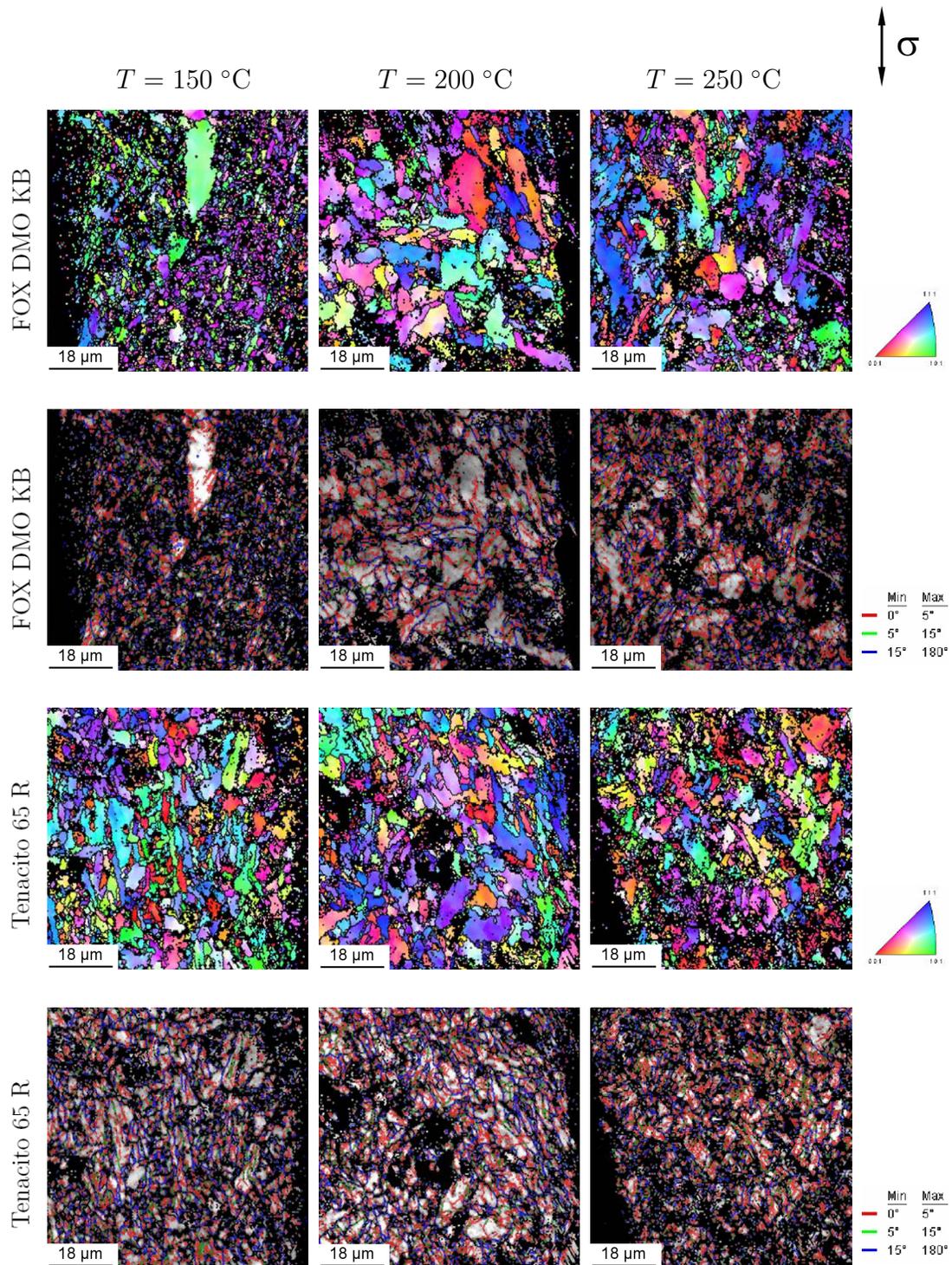


Abbildung A.9: Zusammenstellung der Inversepolfigur- und Korngrenzkippwinkel-Karten von EBSD-Messungen nach plastischer Verformung in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser bei verschiedenen Temperaturen von $T = 150, 200$ und $250 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tabellenverzeichnis

2.1	Schädigungsmechanismen bei mediumgestütztem Risswachstum . . .	28
4.1	Orientierungsunterschiede aus inversen Polfigurkarten nach plastischer Verformung	120
4.2	Korngrenzkippwinkelkarten aus EBSD-Messungen nach plastischer Verformung	121
5.1	Methodenbewertung zur Messung der Reckalterungsempfindlichkeit	133
6.1	Untersuchte Bedingungen zum Zusammenspiel dynamischer Reckalterung und mediumgestützter Korrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser	152
A.1	Zusammenstellung untersuchter Werkstoffe	155
A.2	Chemische Zusammensetzung untersuchter Werkstoffe	156
A.3	Mechanische Kenngrößen der untersuchten Werkstoffe	157
A.4	Aktivierungsenergien zur Temperaturabhängigkeit der Dehnrates .	157
A.5	Berechnete Korngröße untersuchter niedriglegierter Stähle	158

Abbildungsverzeichnis

1.1	Wechselwirkung verschiedener Parameter auf mediumgestützte Risskorrosion niedriglegierter Stähle	2
1.2	Datenbasis zum Risswachstum niedriglegierter Stähle in Hochtemperaturwasser unter konstanter Belastung	3
2.1	Unterteilung der Erscheinungsformen des un stetigen Fließens . . .	10
2.2	Zusammenhang zwischen rücktreibender Reibungskraft und Versetzungsgeschwindigkeit	16
2.3	Vergleich zwischen Driftgeschwindigkeit von interstitiellem Stickstoff und Abgleitgeschwindigkeit von Versetzungen	20
2.4	Einfluss dynamischer Reckalterung auf die Zugfestigkeit	21
2.5	Grundlagen zur linearelastischen Bruchmechanik	23
2.6	Einfluss von Umgebung und mechanischer Belastung auf zeitlich basiertes Risswachstum	25
2.7	Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf das freie Korrosionspotential .	30
2.8	Slip-Step-Dissolution-Modell zur Beschreibung des Risswachstums schichtbildender Korrosionssysteme	34
2.9	Abhängigkeit der Risswachstumsgeschwindigkeit vom Spannungsintensitätsfaktor	37
2.10	Risswachstumsraten niedriglegierter Stähle unter konstanter Last in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser	38
2.11	Einfluss ionaler Verunreinigungen auf mediumgestütztes Risswachstum niedriglegierter Stähle	40
2.12	Einfluss mechanischer Last auf mediumgestütztes Risswachstum niedriglegierter Stähle	41
2.13	Einfluss der Temperatur auf zyklische Risswachstumsraten	42
2.14	Zusammenhang zwischen Risswachstumsrate und Auftreten dynamischer Reckalterung	43
2.15	Temperaturabhängigkeit der Bruchzähigkeit reckalterungsempfindlicher Werkstoffe	44
2.16	Belastungspfade der Risswachstumsversuche	47
2.17	Risswachstumsversuche an FOX DMO KB und Tenacito 65 R . .	48
2.18	Vergleich der erzielten Risswachstumsraten mit Grenzkurven für konstante Belastung	49

3.1	Zur Prüfung unter Umgebungsbedingungen verwendete Refreshing-anlagen	52
3.2	Versuchsaufbau bei der Messung des elektrochemischen Rauschens und Korrosionsreaktionen beim Potential- und Stromrauschen . .	54
3.3	Versuchsaufbau zur dynamische Härteprüfung im Indenterversuch	56
3.4	Schematische Darstellung des verwendeten Torsionspendels und der abklingenden Schwingungsamplitude während Messung der inneren Reibung (Internal Friction)	57
3.5	Messprinzip der EBSD-Methode	60
3.6	Messprinzip bei der Anwendung von „Stereobildpaaren“	62
4.1	Spannungs-Dehnungs-Kurven der Grundwerkstoffe 15 NiCuMoNb 5, 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2	65
4.2	Vergleich der Zugfestigkeit der Grundwerkstoffe	66
4.3	Auswertung langsamer Zugversuche hinsichtlich des Auftretens von dynamischer Reckalterung an den Werkstoffen 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2	67
4.4	Spannungs-Dehnungs-Kurven der Werkstoffe FOX DMO IG, FOX DMO KB und Tenacito 65 R	69
4.5	Vergleich der Zugfestigkeit der Schweißzusatzwerkstoffe	70
4.6	Auswertung langsamer Zugversuche hinsichtlich des Auftretens von dynamischer Reckalterung an den Werkstoffen FOX DMO IG, FOX DMO KB und Tenacito 65 R	70
4.7	Analyse der „serrations“ im Spannungs-Dehnungs-Diagramm . . .	72
4.8	Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit Θ_i bzw. Θ_{ss}	74
4.9	Dehnratenempfindlichkeit der Schweißgüter FOX DMO KB und Tenacito 65 R	76
4.10	Dehnratenempfindlichkeit der Grundwerkstoffe 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2	77
4.11	Oberflächenanalyse der Werkstoffe FOX DMO KB und Tenacito 65 R	79
4.12	Oberflächenanalyse der Werkstoffe SA 508 Cl.2 und 22 NiMoCr 3 7	80
4.13	Ergebnisse aus den Rauheitsmessungen	82
4.14	Digitale Oberflächenmodelle von verformten Rundzugproben . . .	84
4.15	Vergleich der Messung von Linienprofilen mit der Methode der Stereobildpaare und dem Tastschnittverfahren	85
4.16	Auswertung der Gleitstufenhöhen mittels Stereobildpaaren	86
4.17	Verletzung der oxidischen Deckschicht bei Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung	87
4.18	LCF-Ergebnisse an den Schweißzusatzwerkstoffen bei $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	90
4.19	LCF-Ergebnisse an den Schweißzusatzwerkstoffen bei $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ und 10^{-5} s^{-1}	92
4.20	LCF-Ergebnisse an den Grundwerkstoffen bei 10^{-4} s^{-1}	93
4.21	Zeitliche Analyse des Kraft- bzw. Wegsignals aus dem instrumentierten Eindruckversuch	94

4.22	Kraft-Eindringtiefe-Kurven aus dynamischen Härteprüfungen im Indentierversuch (Schweißgüter)	95
4.23	Ergebnisse aus dynamischer Härteprüfung im Indentierversuch . .	97
4.24	Ergebnisse aus den IF-Messungen (Innere Reibung) im Temperaturbereich von $T = 90$ bis 500 K	99
4.25	Aktivierungsenergien zwischen interstitiellen Fremdatomen und Versetzungen	101
4.26	Schematische Darstellung der Verformungs- und Umgebungsbedingungen in Versuchen mit Mediumkontakt	102
4.27	Spannungs-Dehnungs-Kurven der Schweißzusatzwerkstoffe in HTW-Medium	104
4.28	Vergleich der Ergebnisse aus langsamen Zugversuchen in HTW und an Luft	106
4.29	Oberflächenaufnahmen von gereckten Rundzugproben (Grundwerkstoffe) in sauerstoffhaltigem HTW	108
4.30	Oberflächenaufnahmen von gereckten Rundzugproben (Schweißgüter) in sauerstoffhaltigem HTW	109
4.31	Rissinitiierung im Bereich von Gleitstufen auf Rundzugproben . .	110
4.32	Magnetitschichtaufbau im Vergleich mit gemessener Gleitstufenhöhe bei Verformung	111
4.33	Auswertung der Rauschsignale im Potential im Vergleich zu den σ - ϵ -Kurven	113
4.34	Impedanz-Spektren niedriglegierter Stähle	114
4.35	Einstellung und Präparation verformter Werkstoffzustände	116
4.36	Entwicklung der Mikrostruktur im langsamen Zugversuch (Querschleiff)	117
4.37	EBSD-Analyse lokaler Verformung in einem Korn aus FOX DMO KB nach plastischer Verformung	118
4.38	Quantitative Auswertung der Korngrenzkippwinkel	119
4.39	Quantitative Auswertung der Korngrenzkippwinkel mit der Temperatur	122
4.40	EBSD-Analyse in plastifiziertem Bereich aktiver Rissspitzen aus Risswachstumsversuchen	124
4.41	Bruchflächen von Rundzugproben mit dynamischer Reckalterung .	125
4.42	Ermüdungsrisse entlang der Meßlänge mit und ohne Einfluss dynamischer Reckalterung	126
4.43	Ermüdungsbruchfläche bei dynamischer Reckalterung	127
4.44	Rissfortschritt unter zyklischer Belastung bei dynamischer Reckalterung	128
4.45	Bruchflächenübersicht an C(T)25-Bruchmechanikproben	129
4.46	Bruchflächenanalyse an C(T)25-Bruchmechanikproben	130
5.1	Methodenbewertung zur Bestimmung der Anfälligkeit gegen dynamische Reckalterung	132

5.2	Kritischer Werkstoffzustand bei mediumgestützter Risskorrosion durch freien N -Gehalt	136
5.3	Verformungseigenschaften bei dynamischer Reckalterung	138
5.4	„Disposition-Lines“ für mediumgestütztes Risswachstum niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser	139
5.5	Rissinitiierungsmodell für reckalterungsempfindliche Stähle in Hochtemperaturwasser	142
5.6	Risswachstumsmodell für gegen dynamische Reckalterung anfällige Stähle in Hochtemperaturwasser	145
5.7	Bestrahlungseinfluss auf Bruchdehnung und Bruchenergie reckalterungsempfindlicher Werkstoffe	148
A.1	Gefügeaufnahmen der Blockschweißungen	159
A.2	Gefügeaufnahmen untersuchter niedriglegierter Stähle	160
A.3	Temperaturabhängigkeit des Elastizitäts- bzw. Schubmoduls	161
A.4	Diffusionskoeffizient von Stickstoff in α - und γ -Eisen	161
A.5	Schaltplan des verwendeten Hochtemperaturwasserkreislaufes	162
A.6	EBSD-Messungen an FOX DMO KB und Tenacito 65 R im Ausgangszustand	163
A.7	EBSD-Messungen an 22 NiMoCr 3 7 und SA 508 Cl.2 im Ausgangszustand	164
A.8	Polfigurkarten niedriglegierter Werkstoffe im Ausgangszustand	165
A.9	IPF- und Korngrenzkippwinkel-Karten aus EBSD-Messungen nach plastischer Verformung im HTW	166

Literaturverzeichnis

- [1] M.O. SPEIDEL:
Stress corrosion cracking and corrosion fatigue fracture mechanics, In Proceedings of the 8th International Brown Boveri Symposium, New York, USA, 1984, 85-132.
- [2] P.L. ANDRESEN:
Effects of testing characteristics on observed SCC behavior in BWRs, Corrosion 98, *NACE International*, Houston, 1998, paper-no. 137.
- [3] V. LÄPPLE:
Untersuchungen zum korrosionsgestützten Rißwachstum ferritischer Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, *Technisch-wissenschaftlicher Bericht der MPA Stuttgart 96/02*, Staatliche Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart, 1996.
- [4] ELECTRIC POWER RESEARCH INSTITUTE:
BWR vessel and internals project: Evaluation of stress corrosion cracking in low alloy steel vessel materials in the BWR environment, *BWR VIP-60*, 1999.
- [5] F. P. FORD, R. M. HORN, J. HICKLING, R. PATHANIA, G. BRÜMMER:
Stress corrosion cracking of low alloy steels under BWR conditions; Assessment of crack growth rate algorithms, In Proceedings on 9th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Newport Beach, CA, 1999, 855-864.
- [6] J. HICKLING, H.-P. SEIFERT, S. RITTER:
Research and service experience with environmentally assisted cracking of low-alloy steel, *Power Plant Chemistry*, 2005, Vol.7, 4-14.
- [7] H.-P. SEIFERT:
Literature survey on the stress corrosion cracking of low-alloy steels in high-temperature water, *PSI Bericht 02-06*, 2002.
- [8] F.P. FORD, P.L. ANDRESEN, D. WEINSTEIN, S. RANGANATH, R. PATHANIA:

Stress corrosion cracking of low-alloy steels in high temperature water, In Proceedings of the 5th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Monterey, CA (USA), 25-29 August, 1991, American Nuclear Society Inc., La Grange Park, Illinois, USA, 1991, pp. 561-570.

- [9] M.O. SPEIDEL, R.M. MAGDOWSKI:
Stress corrosion cracking of nuclear reactor pressure vessel and piping steels, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, Vol. 34, 1988, 119-142.
- [10] J.D. ATKINSON, J. YU:
The role of dynamic strain-ageing in the environment assisted cracking observed in pressure vessel steels, *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct.*, Vol. 20, 1997, 1-12.
- [11] J.D. ATKINSON, Z.-J. ZHAO, J. YU:
Interactive effect of dynamic strain ageing with high temperature water on the crack initiation behaviour of reactor pressure vessel steels, In Effects of the Environment on the Initiation of Crack Growth, ASTM STP 1298, Edited by W.A. van der Sluys, R.S. Piascik and R. Zawierucha, Eds., *American Society for Testing and Materials*, 1997, 199-215.
- [12] G.P. KARZOV, B.T. TIMOFEEV, Y.G. FILCHAGIN:
The influence of prolonged exposure to operating temperatures and strain aging on the material properties of nuclear power plant reactor vessels and pipings, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, Vol. 53, 1993, 195-216.
- [13] A. ROTH, H. HÄNNINEN, G. BRÜMMER, O. WACHTER, U. ILG, M. WIDERA, H. HOFFMANN:
Investigation of dynamic strain aging effects of low alloy steels and their possible relevance for environmentally-assisted cracking in oxygenated high-temperature water, In Proceedings of 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems, Edited by G.S. Was, L. Nelson, P. King, *Pergamon Press LTD.*, London, 2003, 317-329.
- [14] A. ROTH, B. DEVRIENT, H. HÄNNINEN, G. BRÜMMER, O. WACHTER, U. ILG, M. WIDERA, H. HOFFMANN:
Experimental investigations concerning the possible effect of dynamic strain ageing on environmentally-assisted cracking of low alloy steels in oxygenated high-temperature water, In Proceedings of 29th MPA-Seminar, *MPA Stuttgart*, Stuttgart, 2003, 52.1-52.15.

-
- [15] H.-P. SEIFERT, S. RITTER:
New observations about the SCC crack growth behavior of low-alloy RPV steels under BWR/NWC conditions, In Proceedings of 11th International Conference Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems, Edited by G.S. Was, L. Nelson, P. King, *Pergamon Press LTD.*, London, 2003, 341-350.
- [16] H.-P. SEIFERT, S. RITTER:
Effect of temperature and loading frequency on the SICC and corrosion fatigue crack growth behavior of low-alloy RPV steels under BWR/NWC conditions, In Proceedings of 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems - Water Reactors, Edited by G.S. Was, L. Nelson, P. King, *Pergamon Press LTD.*, London, 2003, 351-361.
- [17] H.-P. SEIFERT, S. RITTER, J. HICKLING:
Environmentally-assisted cracking of low alloy RPV and piping steels under LWR conditions, In Proceedings of 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems - Water Reactors, Edited by G.S. Was, L. Nelson, P. King, *Pergamon Press LTD.*, London, 2003, 73-89.
- [18] H.D. SOLOMON, R.E. DELAIR, E. TOLKSDORF:
LCF crack initiation in WB36 in high temperature water, In Proceedings of the 9th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Edited by F.P. Ford, S.M. Bruemmer, G.S. Was, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), *Pergamon Press LTD.*, London, 1999, 865-872.
- [19] H.D. SOLOMON, R.E. DE LAIR:
The influence of dynamic strain aging on the low cycle fatigue behavior of low alloy and carbon steels in high temperature water, In Proceedings of 10th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, *Pergamon Press LTD.*, London, 2001, 1-12.
- [20] B. DEVRIENT, A. ROTH, E. ROOS, H. HOFFMANN:
Untersuchungen zur Bestimmung des Anfälligkeitsgrades von niedriglegierten Stählen gegen dynamische Reckalterung, In Proceedings of 31th MPA-Seminar, *MPA Stuttgart*, Stuttgart, 2005, paper 34.
- [21] E. HOUDREMONT:
Handbuch der Sonderstahlkunde Band 1, 3. Auflage, *Springer Verlag*, Berlin, 1956.

- [22] W. DOMKE:
Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung, 10. Auflage, *Cornelsen Verlag*, Bielefeld, 1986.
- [23] J.D. BAIRD, A. JAMIESON:
Effects of manganese and nitrogen on the tensile properties of iron in the range 20-600 °C, *Journal of the Iron and Steel Institute*, 1966, 793-803.
- [24] VEREIN DEUTSCHER EISENHÜTTENLEUTE:
Werkstoffkunde Stahl Band 2: Anwendung, *Springer Verlag*, Berlin, 1985.
- [25] E. HOUDREMONT:
Handbuch der Sonderstahlkunde Band 2, 3. Auflage, *Springer Verlag*, Berlin, 1956.
- [26] F.-J. ADAMSKY, H. TEICHMANN, E. TOLKSDORF:
Betriebserfahrungen mit dem warmfesten Werkstoff 15 NiCuMoNb 5 in konventionellen Anlagen, *VGB Kraftwerkstechnik*, Vol. 77, 1997, 667-675.
- [27] B.J. BRINDLEY, J.T. BARNBY:
The effect of nitrogen content on dynamic strain-ageing in mild steel, *Acta Metallurgica*, Vol. 16, 1968, 41-44.
- [28] DEUTSCHE NORM - DIN EN ISO 10002:
Zugversuch - Teil 5: Prüfung bei erhöhter Temperatur, *Beuth Verlag*, Berlin, 1992.
- [29] STAHL-EISEN-WERKSTOFFBLÄTTER - SEW 310:
Physikalische Eigenschaften von Stählen, Stahl-Eisen-Werkstoffblätter des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute, *Verlag Stahleisen mbH*, Düsseldorf, 1992.
- [30] P. HÄHNER:
On the physics of the Portevin-Le Chatelier effect part 1: The statistics of dynamic strain ageing, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 207, 1996, 208-215.
- [31] P. HÄHNER:
On the physics of the Portevin-Le Chatelier effect part 2: from microscopic to macroscopic behaviour, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 207, 1996, 216-223.
- [32] E. MACHERAUCH:
Praktikum in Werkstoffkunde, *Vieweg Verlag*, Braunschweig, 1970.

-
- [33] C.L. HALE, W.S. ROLLINGS, M.L. WEAVER:
Activation energy calculations for discontinuous yielding in Inconel 718SPF, *Materials Science and Engineering*, Vol. 300, 2001, 153-164.
- [34] M. MAYER:
Die dynamische Reckalterung von CuZn-, CuNi- und CuNiZn-Legierungen, *Dissertation*, Universität Karlsruhe, 1978.
- [35] E. PINK, A. GRINBERG:
Serrated flow in a ferritic stainless steel, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 51, 1981, 1-8.
- [36] R.B. SCHWARZ:
The Portevin-Le Chatelier Effect: I. Model for the Type-B serrations, In Proceedings of 7th International Conference of Metals and Alloys, Edited by H.J. McQueen, J.P. Bailon, J.I. Dickson, G.G. Jonas, J.G. Akben, *Pergamon Press LTD.*, London, 1985, 343-348.
- [37] CH. SCHWINK, A. NORTMANN:
The present experimental knowledge of dynamic strain ageing in binary f.c.c. solid solutions, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 234-236, 1997, 1-7.
- [38] D. VIERECK:
Das Zug- und Relaxationsverformungsverhalten von Hochtemperaturblechwerkstoffen im Temperaturbereich $78\text{ K} \leq T \leq 1473\text{ K}$, *Dissertation*, Universität Karlsruhe, 1990.
- [39] R. ILOLA, M. KEMPPAINEN, H. HÄNNINEN:
Dynamic strain aging of austenitic high nitrogen Cr-Ni and Cr-Mn steels, *Materials Science Forum*, Vol. 318-320, 1999, 407-412.
- [40] K-F. HÜTTEBRÄUCKER:
Das zügige Verformungsverhalten normalisierter untereutektoider Kohlenstoffstähle, *Dissertation*, Universität Karlsruhe, 1977.
- [41] E. FROMM, H. JEHN, W. HEHN, H. SPECK, G. HÖRZ:
Physics data: Gases and carbon in metals (Thermodynamics, kinetics and properties), Pt. XV: Ferrous metals (3) Iron-Nitrogen (Fe-N), *Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaften*, Stuttgart, 1982.
- [42] E. FROMM, H. SPECK, H. JEHN, G. HÖRZ:
Physics data: Gases and carbon in metals (Thermodynamics, kinetics

and properties), Pt. XIII: Ferrous metals (1) Iron-Hydrogen (Fe-H), *Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaften*, Stuttgart, 1981.

- [43] E.O.HALL:
Yield point phenomena in metals and alloys, *Macmillian*, New York, 1970.
- [44] J. FRIEDEL:
Dislocations, *Pergamon Press*, Oxford, 1964.
- [45] A.S. KEH, Y. NAKADA, W.C. LESLIE:
Dynamic strain aging in iron and steel, Dislocation Dynamics, Edited by A.R. Rosenfield, G.T. Hahn, A.L. Bement, R.I. Jaffee, *McGraw-Hill*, New York, 1967, 381-408.
- [46] H. MECKING, U.F. KOCKS:
Kinetics of flow and strain-hardening, *Acta Metallurgica*, Vol. 29, 1981, 1865-1875.
- [47] J. CHENG, S. NEMAT-NASSER, W. GUO:
A unified constitutive model for strain-rate and temperature dependent behavior of molybdenum, *Mechanics of Materials*, Vol. 33, 2001, 603-616.
- [48] A. SEEGER:
Theorie der Kristallplastizität - III. Die Temperatur- und Geschwindigkeits-abhängigkeit der Kristallplastizität, *Zeitschrift für Naturforschung*, Vol. 9a, 1954, 870-881.
- [49] F. VOLLERTSEN, S. VOGLER:
Werkstoffeigenschaften und Mikrostruktur, *Hanser Verlag*, München Wien, 1989.
- [50] L.J. CUDDY, W.C. LESLIE:
Some aspects of serrated yielding in substitutional solid solutions of iron, *Acta Metallurgica*, Vol. 20, 1972, 1157-1167.
- [51] G. SCHOECK, A. SEEGER:
The flow stress of iron and its dependence on impurities, *Acta Metallurgica*, Vol. 7, 1959, 469-477.
- [52] G. GOTTSTEIN:
Physikalische Grundlagen der Materialkunde, *Springer Verlag*, Berlin, 1998.
- [53] P. HAASEN:
Physikalische Metallkunde, 3. Auflage, *Springer Verlag*, Berlin, 1994.

-
- [54] A.H. COTTRELL, M.A. JASWON:
Distribution of solute atoms round a slow dislocation, *Proceedings of the Royal Society of London*, Vol. A199, 1949, 104-114.
- [55] W. RÄUCHLE:
Der Portevin-Le Chatelier-Effekt von α -Kupfer-Legierungen, *Dissertation*, Universität Karlsruhe, 1970.
- [56] L.P. KUBIN, Y. ESTRIN:
The Portevin-Le Chatelier Effect at constant stress rate: A simple mathematical description, In Proceedings of 7th International Conference of Metals and Alloys, Edited by H.J. McQueen, J.P. Bailon, J.I. Dickson, G.G. Jonas, J.G. Akben, *Pergamon Press LTD.*, London, 1985, 331-336.
- [57] L.P. KUBIN, Y. ESTRIN:
The Portevin-Le Chatelier-Effect in deformation with constant stress rate, *Acta Metallurgica*, Vol. 33, 1985, 397-407.
- [58] A. VAN DEN BEUKEL:
Theory of the effect of dynamic strain aging on mechanical properties, *Physical Status Solidi A*, Vol. 30, 1975, 197-206.
- [59] A.H. COTTRELL:
A note on the Portevin-Le Chatelier Effect, *Philosophical Magazine*, Vol. 44, 1953, 829-832.
- [60] P.G. MCCORMICK:
A model for the Portevin-Le Chatelier effect in substitutional alloys, *Acta Metallurgica*, Vol. 20, 1972, 351-354.
- [61] P.G. MCCORMICK:
Theory of flow localisation due to dynamic strain ageing, *Acta Metallurgica*, Vol. 36, 1988, 3061-3067.
- [62] P.G. MCCORMICK:
Strain rate sensitivity prior to the onset of serrated yielding in a pressurized low carbon steel, *Scripta Metallurgica*, Vol. 12, 1978, 197-200.
- [63] Y. BERGSTRÖM, W. ROBERTS:
The application of a dislocation model to dynamical strain ageing in α -iron containing interstitial atoms, *Acta Metallurgica*, Vol. 19, 1971, 815-823.
- [64] Y. BERGSTRÖM, W. ROBERTS:
A dislocation model for dynamical strain ageing of α -iron in the jerky-flow region, *Acta Metallurgica*, Vol. 19, 1971, 1243-1251.

- [65] Y. NAKADA, A.S. KEH:
Serrated flow in Ni-C alloys, *Acta Metallurgica*, Vol. 18, 1970, 437-443.
- [66] H. HÄNNINEN, H.-P. SEIFERT, Y. YAGODZINSKY, U. EHRNSTEN, O. TARASENKO, P. AALTONEN:
Effects of dynamic strain aging on environment-assisted cracking of low alloy pressure vessel and piping steels, In Proceedings of 10th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, August 5-9, 2001, Lake Tahoe, NV (USA), ANS, NACE, TMS, 2001.
- [67] Y. BERGSTRÖM, W. ROBERTS:
The dynamical strain ageing of α -iron: Effects of strain rate and nitrogen content in the jerky-flow region, *Acta Metallurgica*, Vol. 21, 1973, 741-745.
- [68] S.S. KANG, I.S. KIM:
Dynamic strain-aging effect on fracture toughness of vessel steels, *Nuclear Technology*, Vol. 97, 1992, 336-343.
- [69] S.I. HONG:
Influence of dynamic strain aging on the dislocation substructure in a uniaxial tension test, *Materials Science and Engineering*, Vol. 79, 1986, 1-7.
- [70] R. SIEGEL:
Temperatur- und Geschwindigkeitsabhängigkeit der Reckalterung von Stahl, *Neue Hütte*, Vol. 11, No. 3, 1966, 155-159.
- [71] D. WILLER, G. ZIES, D. KUPPLER, J. FÖHL, K.-H. KATERBAU:
Betriebsbedingte Eigenschaftsveränderungen kupferhaltiger ferritischer Behälter- und Rohrleitungsbaustähle - Abschlussbericht, *MPA-Stuttgart*, 2001.
- [72] T.L. ANDERSON:
Fracture Mechanics, Fundamentals and Applications, *CRC Press*, 1991.
- [73] H. BLUMENAUER, G. PUSCH:
Technische Bruchmechanik, *Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie*, Leipzig, 1993.
- [74] W. BROCKS, H.P. KELLER:
Bruchmechanik druckbeanspruchter Bauteile, *Hanser Verlag*, München, 1990.
- [75] D. GROSS, T. SEELIG:
Bruchmechanik, 3. Auflage, *Springer Verlag*, Berlin, 2001.

-
- [76] K. HECKEL:
Einführung in die technische Anwendung der Bruchmechanik, 2. Auflage,
Hanser Verlag, München, 1983.
- [77] R. KIENZLER:
Konzepte der Bruchmechanik, *Vieweg Verlag*, Braunschweig, 1993.
- [78] H.-P. ROSSMANITH:
Finite Elemente in der Bruchmechanik, *Springer Verlag*, Wien, 1982.
- [79] K.-H. SCHWALBE:
Bruchmechanik metallischer Werkstoffe, *Hanser Verlag*, München, 1980.
- [80] H. SPÄHN, H.W. LENZ:
Die Bruchmechanik und ihre Anwendung auf Fragen der Bauteilzähigkeit -
Anwendungsbeispiele, *Zeitschrift für Werkstofftechnik*, Vol. 7, 1973, 351-
362.
- [81] R. TWICKLER:
Anwendung der Finite-Elemente-Methode auf Bruchprobleme in der Werk-
stofftechnik, *VDI-Verlag*, Düsseldorf, 1988.
- [82] H.-J. BARGEL, G. SCHULZE:
Werkstoffkunde, 6. Auflage, *VDI Verlag*, Düsseldorf, 1994.
- [83] THE AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM):
ASTM E 399 (Reapproved 1997) - Standard test method for plane-strain
fracture toughness of metallic materials, *Annual Book of ASTM Standards*,
Section 3, Vol.03.01., 1998, 413-443.
- [84] Proceedings of the 1st - 12th International Symposium on Environmental
Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors.
- [85] H. KAESCHE:
Die Korrosion der Metalle, 3. Auflage, *Springer Verlag*, Berlin, 1990.
- [86] L.J. KORB, D.L. OLSON:
Metals Handbook, Ninth Edition, Volume 13, Corrosion, *ASM Internatio-
nal*, 1987.
- [87] P.L. ANDRESEN, P.W. EMIGH, M.M. MORRA, R.M. HORN:
Effects of yield strength, corrosion potential, stress intensity factor, silicon
and grain boundary character on the SCC of stainless steels, In Proceed-
ings on 11th International Conference on Environmental Degradation of
Materials in Nuclear Systems, Stevenson, WA, 2003, 816-833.

- [88] P.-H. EFFERTZ, P. FORCHHAMMER, J. HICKLING:
Spannungsrißkorrosionsschäden an Bauteilen in Kraftwerken - Mechanismen und Beispiele, *VGB Kraftwerkstechnik*, Vol. 62, 1982, 390-408.
- [89] P. NEUMANN:
Bildung und Ausbreitung von Rissen bei Wechselverformung, *Z. für Metallkunde*, Vol. 58, 1967, 780-789.
- [90] DEUTSCHE NORM - DIN EN ISO 8044:
Grundbegriffe und Definitionen, *Beuth Verlag*, Berlin, 1999.
- [91] DEUTSCHE NORM - DIN 50900:
Korrosion und Metalle (Allgemeine Begriffe), *Beuth Verlag*, Berlin, 1982.
- [92] J. HICKLING:
Dehnungsinduzierte Risskorrosion: Spannungsrißkorrosion oder Schwingungsrißkorrosion, *Der Maschinenschaden*, 55, 1982, 95-105.
- [93] J. HICKLING:
Strain-induced corrosion cracking of low-alloy steels under BWR conditions: are there still open issues?, In Proceedings on 10th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, August 5-9, 2001, Lake Tahoe, NV (USA), ANS, NACE, TMS, 2001.
- [94] S. RITTER, H.-P. SEIFERT:
Strain induced corrosion cracking of low-alloy reactor pressure vessel steels under BWR conditions, *PowerPlant Chemistry*, Vol. 5, 2003, 17-29.
- [95] S. RITTER, H.-P. SEIFERT:
Corrosion fatigue crack growth behaviour of low-alloy RPV steels at different temperatures and loading frequencies under BWR/NWC environment, In Proceedings of Eurocorr 2004: Long term prediction & modelling of corrosion, Nice, 2004, paper 276.
- [96] J.D. ATKINSON, J. YU, Z.-Y. CHEN:
An analysis of the effects of sulphur content and potential on corrosion fatigue crack growth in reactor pressure vessel steels, *Corrosion Science*, Vol. 38, 1996, 755-765.
- [97] J.D. ATKINSON, J.E. FORREST:
Factors influencing the rate of growth of fatigue cracks in RPV steels exposed to a simulated PWR primary water environment, *Corrosion Science*, Vol. 25, 1985, 607-631.

-
- [98] J.H. BULLOCH, J.D. ATKINSON:
An assessment of the influence of sulphide distribution in the promotion of environmentally assisted crack growth in ferritic pressure vessel steels, In Proceedings of the 18th MPA-Seminar, *Staatliche Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart*, Germany, 1992, 29/1-29/19.
- [99] P. COMBRADE, P. MARCUS, G. SLAMA, M. FOUCAULT:
On the role of sulfur on the dissolution of pressure vessel steels at the tip of a propagating crack in PWR environments, In Proceedings of 4th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Edited by D. Cubicciotti, *National Association of Corrosion Engineers*, Jekyll Island, USA, 1989, 8/48-8/62.
- [100] J.D. ATKINSON, J.E. FORREST:
The role of MnS inclusions in the development of environmentally assisted cracking of nuclear reactor pressure vessel steels, In Proceedings on the 2nd International Atomic Energy Agency Specialists' Meeting on Subcritical Crack Growth, *MEA-2090*, Vol. 2, 153-178.
- [101] J.D. ATKINSON, Z. CHEN, J. YU:
A predictive model for corrosion fatigue crack growth rates in RPV steels exposed to PWR environments, Fatigue and Crack Growth: Environmental Effects, Modeling Studies and Design Considerations *ASME 1995*, PVP-Vol. 306, 3-18.
- [102] F. P. FORD, P. L. ANDRESEN:
Stress corrosion cracking of low alloy steels in 288°C water, *Corrosion* 89, Paper-No. 498, New Orleans, 1989.
- [103] H. HÄNNINEN, K. TÖRRÖNEN, M. KEMPPAINEN, S. SALONEN:
On the mechanisms of environment sensitive cyclic crack growth of nuclear reactor pressure vessel steels, *Corrosion Science*, Vol. 23, 1983, 663-679.
- [104] H. HÄNNINEN, M. KEMPPAINEN, K. TÖRRÖNEN:
The role of inclusions in corrosion fatigue crack growth of pressure vessel steels in high temperature reactor water, In Proceedings of a Symposium in conjunction with the 1988 World Materials Congress, Chicago, Illinois, USA, 24-30 September, 1988, 157-172.
- [105] W.A. VAN DER SLUYS, R. PATHANIA:
Studies of stress corrosion cracking in steels used for reactor pressure vessels, In Proceedings of the 5th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Monterey, USA, 1991, 571-578.

- [106] J. HELDT, H.-P. SEIFERT:
Stress corrosion cracking of low-alloy, reactor-pressure-vessel steels in oxygenated, high-temperature water, *Nuclear Engineering and Design*, Vol. 206, 2001, 57-89.
- [107] J. HELDT, H.-P. SEIFERT:
Stress corrosion cracking of reactor pressure vessel steels under boiling water reactor conditions, In Proceedings of 9th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Newport Beach, CA, 1999, 901-909.
- [108] J. HELDT, H.-P. SEIFERT:
Stress corrosion cracking of reactor pressure vessel steels under boiling water reactor conditions, *Eurocorr 2000*, EFC, London.
- [109] K. KUSSMAUL, D. BLIND, V. LÄPPLER:
New observations on the crack growth rate of low alloy nuclear grade ferritic steels under constant active load in oxygenated high-temperature water, *Nuclear Engineering and Design*, Vol. 168, 1997, 53-75.
- [110] P. M. SCOTT, D. R. TICE:
Stress corrosion in low alloy steels, In Proceedings on 14th MPA-Seminar, Stuttgart, 1988, 20.1-20.30.
- [111] E. LENZ, N. WIELING:
Mediumseitige Einflußgrößen bei der dehnungsinduzierten Rißkorrosion und Beispiele für anwendungsbezogene Fälle, *VGB Kraftwerkstechnik*, Vol. 66, 1986, 481-485.
- [112] E. LENZ, N. WIELING:
Strain-induced corrosion cracking of low-alloy steels in LWR-systems - interpretation of susceptibility by means of a three dimensional (T , $\dot{\epsilon}$, dissolved oxygen) diagram, *Nuclear Engineering and Design*, Vol. 91, 1986, 331-344.
- [113] J.D. ATKINSON:
The effect of corrosion potential on fatigue crack growth rates in a pressure vessel steel exposed to PWR primary water environments, In Proceedings on the 4th International Symposium on Environment Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Edited by D. Cubicciotti, *National Association of Corrosion Engineers*, Jekyll Island, USA, 1989, 8/64-8/76.
- [114] J.D. ATKINSON, Z. CHEN:
The effect of temperature on corrosion fatigue crack propagation in reactor pressure vessel steels, In Proceedings of 6th International Symposium on

Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Edited by R.E. Gold, E.P. Simonen, *The Minerals, Metals and Materials Society*, San Diego, California, USA, 1993, 29-34.

- [115] J. CONGLETON, T. SHOJI, R.N. PARKINS:
The stress corrosion cracking of reactor pressure vessel steel in high temperature water, *Corrosion Science*, Vol. 25, 1985, 633-650.
- [116] G. GABETTA, G. BUZZANCA:
Measurement of corrosion potential inside and outside a growing crack during environmental fatigue tests, In Proceedings of 2nd International Atomic Energy Agency Specialists' Meeting on Subcritical Crack Growth, Sessions III and IV, Sendai, Japan, 1995, 219-230.
- [117] M. E. INDIG, J. E. WEBER, D. WEINSTEIN:
Environmental aspects of carbon steel stress corrosion in high purity water, *Reviews in Coatings and Corrosion* 5, 1982, 173-225.
- [118] D. D. MACDONALD, S. SMIALOWSKA, S. PEDNEKAR:
The general and localized corrosion of carbon and low-alloy steels in oxygenated high-temperature water, *EPRI Final Report NP-2853*, Project T115-5, Electric Power Research Institute, February, 1983.
- [119] T. MIZUNO, S. PEDNEKAR, Z. SZKLARSKA-SMIALOWSKA, D. D. MACDONALD:
Corrosion and stress corrosion cracking behavior of plain-carbon steels in BWR environments, *Corrosion* 81, Toronto, 1981, NACE, Paper No. 21.
- [120] T. SHOJI, H. TAKAHASHI:
Critical cracking potential for stress corrosion cracking of nuclear pressure vessel steels in pressurised high temperature waters, In Proceedings of 9th International Conference on Structural mechanics in reactor technology, Edited by F.H. Wittmann, Boston, 1987, 119-124.
- [121] K. RIPPSTEIN, H. KAESCHE:
The stress corrosion cracking of a reactor pressure vessel steel in high temperature water at high flow rates, *Corrosion Science*, Vol. 29, 1989, 517-534.
- [122] F.A. CHAMPION:
Effects associated with internal stresses - discussion, In Symposium on Internal Stesses in Metals and Alloys, Institute of Metals, 1948, 468-469.
- [123] H.L. LOGAN:
Film-rupture mechanism of stress corrosion, *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, Vol. 48, 1952, 99-105.

- [124] H.J. ENGELL:
The role of surface films on stress corrosion cracking of metals, In the theory of stress corrosion cracking in alloys, North Atlantic Treaty Organization, 1971, 86-104.
- [125] J.C. SCULLY:
Stress corrosion crack propagation: A constant charge criterion, *Corrosion Science*, Vol. 15, 1975, 207-224.
- [126] R.W. STAEHLE:
Stress corrosion cracking of the Fe-Cr-Ni alloy system, In The theory of stress corrosion cracking in alloys, North Atlantic Treaty Organization, 1971, 223-288.
- [127] R.W. STEAHLE:
Predictions and experimental verification of slip dissolution model for stress corrosion cracking of low strength alloys, In stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of iron based alloys, National Association of Corrosion Engineers, 1977, 180-207.
- [128] D.A. VERMILYEA:
A theory for the propagation of stress corrosion cracks in metals, *Journal of Electrochemical Society*, Vol. 119, 1972, 405-407.
- [129] D.A. VERMILYEA:
A film rupture model for stress corrosion cracking, In stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of iron based alloys, *National Association of Corrosion Engineers*, 1977, 208-217.
- [130] E.N. PUGH:
Progress toward understanding the stress corrosion problem, *Corrosion*, Vol. 41, 1985, 517-526.
- [131] A.J. FORTY, P. HUMBLE:
The influence of surface tarnish on the stress-corrosion of α -brass, *Philosophical Magazine*, Vol. 8, 1963, 247-264.
- [132] F.P. FORD, P.W. EMIGH:
The prediction of the maximum corrosion fatigue crack propagation rate in the low alloy steel-de-oxygenated water system at 288 °C, *Corrosion Science*, Vol. 25, 1985, 673-692.
- [133] G. SANDERSON, J.C. SCULLY:
The hot salt cracking of Ti alloys, *Corrosion science*, Vol. 8, 1968, 771-777.

-
- [134] J.C. SCULLY:
Kinetic features of stress-corrosion cracking, *Corrosion science*, Vol. 7, 1967, 197-207.
- [135] J.C. SCULLY:
The electrochemical parameters of stress-corrosion cracking, *Corrosion science*, Vol. 8, 1968, 513-523.
- [136] L. TOMLINSON:
Mechanism of corrosion of carbon and low alloy ferritic steels by high temperature water, *Corrosion Nace*, Vol. 37, 1981, 591-596.
- [137] S. RITTER, H.-P. SEIFERT, B. DEVRIENT, U. EHRNSTÉN,
M. ERNESTOVÁ, J. FÖHL, D. GOMÉZ-BRICEÑO, J. LAPEÑA, A. ROTH,
T. WEISSENBERG, M. ŽAMBOCH:
Crack growth behaviour of low-alloy steels for pressure boundary components under transient light water reactor operating conditions - CASTOC, Part I: BWR/NWC conditions, In Proceedings of Eurocorr 2004: Long term prediction & modeling of corrosion, Nice, 2004, paper 281.
- [138] V. LÄPPLE, D. BLIND, P. DEIMEL:
Beitrag zur Bestimmung der Geschwindigkeit von korrosionsgestütztem Rißwachstum unter konstanter äußerer Last in Hochtemperaturwasser, *VGB Kraftwerkstechnik*, Vol. 74, 1994, 797-803.
- [139] V. LÄPPLE, D. BLIND, P. DEIMEL:
Stand der Forschung zum korrosionsgestützten Rißwachstum niedriglegierter ferritischer Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, *VGB-Kraftwerkstechnik*, Vol. 77, 1997, 754-761.
- [140] V. LÄPPLE, P. DEIMEL:
Einfluß von Korrosion und mechanischer Belastung auf das Rißwachstum niedriglegierter, ferritischer Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, *Werkstoffe und Korrosion*, Vol. 45, 1994, 583-592.
- [141] V. LÄPPLE, M. HOFFMANN, K. KLENKE, G. ZIES, P. DEIMEL:
Korrosionsuntersuchungen an niedriglegierten Feinkornbaustählen für Kraftwerksanlagen, *Abschlußbericht zum Forschungsvorhaben 1500 826*, 12/1995.
- [142] V. LÄPPLE:
Untersuchungen zum korrosionsgestützten Rißwachstum ferritischer Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser, *Dissertation*, Universität Stuttgart, 1996.

- [143] W. SCHMIDT:
Der Einfluss einer ruhenden oder zeitlich veränderlichen Beanspruchung auf die mechanischen Eigenschaften von Stählen bei erhöhten Temperaturen und korrosiven Medien, *Thyssen Edelstahl*, Technischer Bericht, 16, 1990, 67-81.
- [144] D. BLIND, F. HÜTTNER, A. WÜNSCHE, K. KÜSTER, H.-P. SEIFERT, J. HELDT, A. ROTH, P. KARJALAINEN-ROIKONEN, U. EHRNSTÉN:
European round robin on constant load EAC tests of low alloy steel under BWR conditions, In Proceedings on 9th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Newport Beach, CA, 1999, 911-919.
- [145] A. KRAUS:
Stress corrosion cracking of pressure vessel steels in high temperature water, *Dissertation*, Eidgenössische Technische Hochschule, Zürich, Diss. ETH Nr. 10644, 1994.
- [146] R. MAGDOWSKI, A. KRAUS, M.O. SPEIDEL:
Stress corrosion cracking of reactor pressure vessel steel in 288°C water: The effect of oxygen, electrochemical potential and steel composition, *Corrosion 94*, NACE, Paper No. 133.
- [147] R. MAGDOWSKI, A. KRAUS, M.O. SPEIDEL:
Stress corrosion cracking of carbon and low alloy steels in high temperature water, *Corrosion 95*, NACE, Paper No. 402.
- [148] M. O. SPEIDEL, R. MAGDOWSKI:
Stress corrosion crack growth rates and general corrosion rates at crack tips of steels in high temperature water, *Corrosion 95*, NACE, 1995, Paper No. 179.
- [149] S. RITTER, H.-P. SEIFERT:
Spannungsrissskorrosion an ferritischen Reaktordruckbehälter-Stählen unter siedewasserreaktor-Bedingungen, In Proceedings on 27th MPA-Seminar, Stuttgart, 2001, 25.1-25.20.
- [150] H.-P. SEIFERT, S. RITTER, J. HICKLING:
Research and service experience with environmentally assisted cracking of low-alloy steel pressure-boundary components under LWR conditions, *Power Plant Chemistry*, Vol. 6, 2004, 111-123.
- [151] S. RITTER, H.-P. SEIFERT:
The effect of chloride and sulphate transients on the environmentally-assisted cracking behaviour of low-alloy RPV steels under simulated BWR

conditions, In Proceedings of Eurocorr 2003: Long term prediction & modelling of corrosion, Budapest, Hungary, 2003, paper 86.

- [152] A. ROTH:
Spannungsrissskorrosion niedriglegierter Druckbehälterstähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser und ihre Bedeutung für den sicheren Betrieb von Siedewasserreaktoren - Ein kritischer Rückblick auf 15 Jahre Forschung und Technik, In Proceedings of Jahrestagung Kerntechnik, paper 1211, 2005.
The effect of chloride and sulphate transients on the environmentally-assisted cracking behaviour of low-alloy RPV steels under simulated BWR conditions, In Proceedings of Eurocorr 2003: Long term prediction & modelling of corrosion, Budapest, Hungary, 2003, paper 86.
- [153] U. EHRNSTÉN, D. GOMEZ-BRICENO, J. LAPENA, M. ERNESTOVA, M. ZAMBOCH, S. RITTER, H.-P. SEIFERT, A. ROTH, J. FÖHL, F. HÜTTNER, T. WEISSENBERG:
Inter-laboratory crack growth test on pressure vessel steel 20 MnMoNi 5 5 in simulated BWR environment, In Proceedings on 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems, Stevenson, WA, 2003, 330-340.
- [154] M. ERNESTOVÁ, M. ŽAMBOCH, B. DEVRIENT, U. EHRNSTÉN, J. FÖHL, D. GOMÉZ-BRICEÑO, J. LAPEÑA, S. RITTER, A. ROTH, H.-P. SEIFERT, T. WEISSENBERG:
Crack growth behaviour of low-alloy steels for pressure boundary components under transient light water reactor operating conditions - CASTOC, Part II: VVER conditions, In Proceedings of Eurocorr 2004: Long term prediction & modeling of corrosion, Nice, 2004, paper 241.
- [155] A. ROTH, B. DEVRIENT, D. GÓMEZ-BRICEÑO, J. LAPEÑA, M. ERNESTOVÁ, M. ŽAMBOCH, M. EHRNSTÉN, J. FÖHL, T. WEISSENBERG, H.-P. SEIFERT, S. RITTER:
The effect of transients on the crack growth behavior of low alloy steels for pressure boundary components under light water reactor operating conditions, In Proceedings of 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems, *Pergamon Press LTD.*, Vol. 208, 2005.
- [156] ASME B&PVC:
Section XI - Division 1, Appendix A, 1998.
- [157] Y. KATADA, N. NAGATA:
The effect of temperature on fatigue crack growth behaviour of a low alloy

- pressure vessel steel in a simulated BWR environment, *Corrosion Science*, Vol. 25, 1985, 693-704.
- [158] N. NAGATA:
Environmentally assisted cracking of structural materials for light water reactors, NRIM special report, No. 94-01, Tokyo, Japan, 1994.
- [159] H.-P. SEIFERT, S. RITTER, J. HELDT:
Strain-induced corrosion cracking of low-alloy reactor pressure vessel steels under BWR conditions, In Proceedings on 10th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, August 5-9, 2001, Lake Tahoe, NV (USA), ANS, NACE, TMS, 2001.
- [160] H.-P. SEIFERT, J. HELDT, U. INEICHEN, U. TSCHANZ:
Risskorrosion in druckführenden ferritischen Komponenten des Primärkreislaufes von SWR, Im Auftrag des Bundesamtes für Energie der Schweiz, 2000.
- [161] J.-W. KIM, I.-S. KIM:
Effect of dynamic strain aging on the leak-before-break analysis in SA106 Gr.C piping steel, *Nuclear Engineering and Design*, Vol. 174, 1997, 59-67.
- [162] J.-W. KIM, I.-S. KIM:
Investigation of dynamic strain aging in SA106 Gr.C piping steel, *Nuclear Engineering and Design*, Vol. 172, 1997, 49-59.
- [163] I.S. KIM, S.S. KANG:
Dynamic strain aging in SA508-class 3 pressure vessel steel, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, Vol. 62, 1995, 123-129.
- [164] K.R. NARENDRNATH, H. MARGOLIN, Y.H. JUNG, P.S. GODAVARTI, K.L. MURTY:
A personal computer based system to evaluate J-integral by a single specimen unloading compliance method - Part II: Results on A533B class I steel and corona-5, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 30, 1988, 349-359.
- [165] M. ERVE, U. KLEEN, J. WEBER, G. MAUSSNER, A. ROTH, G. SCHMIDT:
Schadensfalluntersuchungen an Ribbildungen in Rohrleitungen eines SWR-Speisewassersystems und daraus abgeleitete Vorsorge- und Abhilfemaßnahmen, In Proceedings of the 21th MPA-Seminar, Sicherheit und Verfügbarkeit in der Energietechnik, *Staatliche Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart*, Germany, 1995, 40.1-40.25.

-
- [166] G. BRÜMMER, H. HOFFMANN, U. ILG, O. WACHTER, M. WIDERA, A. ROTH:
Beschreibung einer einhüllenden Risswachstumskurve zum Spannungsrissskorrosionsverhalten von ferritischen Reaktordruckbehälter (RDB)-Stählen unter Siedewasserreaktor (SWR)-Bedingungen, In Proceedings of the 28th MPA-Seminar, Sicherheit und Verfügbarkeit in der Energietechnik, *Staatliche Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart*, Germany, 2002, 13/1-13/30.
- [167] B. CHENG, J. GILMAN, L. NELSON, R. PATHANIA, C. WOOD:
BWR water chemistry guidelines - 1996 revision, EPRI-Report TR-103515-R1, *Electric Power Research Institute*, 1996.
- [168] J. HAAG, M. TROBITZ, M. WIDERA, R. KILIAN, B. STELLWAG:
Corrosion and redox potential measurements in German pressurized and boiling water reactors, In Proceedings of 8th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, August 10-14, 1997, Amelia Island, Florida, 1997, 632-640.
- [169] B.A. BOUKAMP:
Impedance Spectroscopy, Strength and Limitations, *Technisches Messen*, Vol. 71, 2004, 454-459.
- [170] A. BURKERT, J. GÖLLNER, A. HEYN:
Rauschdiagnostik bei Korrosionsprozessen Teil 1: Ergebnisse eines Ringversuches, *Materials and Corrosion*, Vol. 49, 1998, 630-641.
- [171] D.A. EDEN:
Electrochemical Noise - the first two octaves, *Corrosion* 98, 1998, paper 386.
- [172] D.A. EDEN, A.N. ROTHWELL, J.L. DAWSON:
Electrochemical noise for detection of susceptibility to stress corrosion cracking, *Corrosion* 91, 1991, paper 444.
- [173] G.L. EDGEMON, G.E.C. BELL:
Problems, pitfalls and probes: Welcome to the jungle of electrochemical noise technology, *Corrosion* 98, 1998, paper 383.
- [174] J. GÖLLNER, A. BURKERT, P. DEIMEL, K. KLENKE:
Elektrochemisches Rauschen bei der Rißinitiierung an niedriglegiertem Stahl in Hochtemperaturwasser, *Materials and Corrosion*, Vol. 49, 1998, 671-676.

- [175] J. GÖLLNER, A. BURKERT:
Untersuchung der Korrosionsneigung mit Hilfe des elektrochemischen Rauschens. Teil 1: Phänomen, Entwicklungstrends und Probleme, *Materials and Corrosion*, Vol. 49, 1998, 614-622.
- [176] J. HICKLING, D.F. TAYLOR, P.L. ANDRESEN:
Use of electrochemical noise to detect stress corrosion crack initiation in simulated BWR environments, *Materials and Corrosion*, Vol. 49, 1998, 651-658.
- [177] S. RITTER, K. KUMPF, H.P. SEIFERT, B. GERODETTI, U. TSCHANZ:
Electrochemical noise measurements - a possible „in-situ“ corrosion monitoring tool for detection of SCC initiation under BWR conditions?, *PSI Progress Report*, 2004.
- [178] G. SCHMITT, P. PLAGEMANN:
Untersuchungen zur Einsetzbarkeit elektrochemischer Rauschmessungen zum Studium des Korrosionsverhaltens von Kupferrohren in Trinkwasserinstallationen, *Materials and Corrosion*, Vol. 49, 1998, 677-683.
- [179] S. RITTER, T. DORSCH, R. KILIAN:
Using thionates for noise experiments - a reasonable combination?, *Materials and Corrosion*, Vol. 55, 2004, 781-786.
- [180] S. RITTER:
Detektion lokaler Korrosionserscheinungen mit elektrochemischen Rauschmessungen, *Diplomarbeit*, Uni Erlangen-Nürnberg, 2000.
- [181] S.S. MANSON:
Thermal stress and low-cycle fatigue, *McGraw-Hill*, 1966.
- [182] G. SCHOTT, M. SCHAPER, H. WORCH:
Werkstoffermüdung - Ermüdungsfestigkeit, *Dt. Verl. für Grundstoffindustrie*, 1997.
- [183] DEUTSCHE NORM - DIN EN ISO 14577-1:
Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter - Teil 1: Prüfverfahren, *Beuth Verlag*, Berlin, 2003.
- [184] DEUTSCHE NORM - DIN EN ISO 14577-2:
Instrumentierte Eindringprüfung der Härte und andere Werkstoffparameter - Teil 2: Prüfung und Kalibrierung der Prüfmaschine, *Beuth Verlag*, Berlin, 2003.
- [185] DEUTSCHE NORM - DIN EN ISO 14577-3:
Instrumentierte Eindringprüfung der Härte und anderer Werkstoffparameter - Teil 3: Kalibrierung von Referenzproben, *Beuth Verlag*, Berlin, 2003.

-
- [186] P. AU, G.E. LUCAS, J.W. SHECKHERD, G.R. ODETTE:
Flow property measurements from instrumented hardness tests, In Proceedings on 3rd conference on nondestructive evaluation, 1980, 597-610.
- [187] R.A. GEORGE, S. DINDA, A.S. KASPER:
Estimating yield strength from hardness data, *Metal Progress*, 1976, 30-35.
- [188] F.M. HAGGAG, E.L. GLENN:
Determination of LÜDERS strains and flow properties in steels from hardness/microhardness tests, *Metallurgical Transactions*, Vol. 14A, 1983, 1607-1613.
- [189] F.M. HAGGAG, T.S. BYUN, J.H. HONG, P.Q. MIRAGLIA, K.L. MURTY:
Indentation-energy-to-fracture (IEF) parameter for characterization of dbtt in carbon steels using nondestructive automated ball indentation (ABI) technique, *Scripta Materialia*, Vol. 38, 1998, 645-651.
- [190] F.M. HAGGAG:
In-Situ measurements of mechanical properties using novel automated ball indentation system, *American Society for Testing and Materials*, 1993, 27-44.
- [191] F.M. HAGGAG, W.L. SERVER, G.E. LUCAS, G.R. ODETTE, J.W. SHECKHERD:
The use of miniaturized tests to predict flow properties and estimate fracture toughness in deformed steel plates, *Journal of Testing and Evaluation*, Vol.18, 1990, 62-69.
- [192] F.M. HAGGAG, R.K. NANSTAD, J.T. HUTTON, D.L. THOMAS, R.L. SWAIN:
Use of automated ball indentation testing to measure flow properties and estimate fracture toughness in metallic materials, *American Society for Testing and Materials*, 1990, 188-208.
- [193] S. SMOUK:
Study of deformation mechanisms and relaxation phenomena in CrNi and CrNiMn austenitic stainless steels, *Degree Thesis*, University of Technology, Helsinki, 1995.
- [194] J.D. FAST:
Interaction of metals and gases: Vol. 1 Thermodynamics and Phase Relations, *Cleaver-Hume Press LTD.*, London, 1965.
- [195] J.D. FAST:
Interaction of metals and gases: Vol. 2 Kinetics and Mechanisms, *Cleaver-Hume Press LTD.*, London, 1971.

- [196] A.S. NOWICK, B.S. BERRY:
Anelastic relaxation in crystalline solids, Materials Science Series, *ACADF.MIC Press*, New York, 1972, S. 236ff.
- [197] D. WAGNER, J.C. MORENO, C. PRIOUL:
Dynamic strain aging sensitivity of heat affected zones in C-Mn steels, *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 252, 1998, 257-265.
- [198] D. WAGNER, J.C. MORENO, C. PRIOUL:
Influence of post weld heat treatment on the dynamic strain aging of C-Mn steels, *Journal de Physique IV*, Vol. 6, 1996, 159-162.
- [199] DEUTSCHE NORM - DIN 50125:
Zugproben, *Beuth Verlag*, Berlin, 1991.
- [200] THE AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM):
ASTM E 407 (Reapproved 1993) - Standard practice for microetching metals and alloys, *Annual Book of ASTM Standards*, Section 3, Vol.03.01, 1993, 444-459.
- [201] THE AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM):
ASTM E 340 (Reapproved 1995) - Standard test method for macroetching metals and alloys, *Annual Book of ASTM Standards*, Section 3, Vol.03.01., 1995, 372-381.
- [202] M. BECKERT, H. KLEMM:
Handbuch der metallographischen Ätzverfahren, *Dt. Verl.f.Grundst.ind*, 1984.
- [203] A. FRY:
Kraftwirkungsfiguren in Flußeisen, dargestellt durch ein neues Ätzverfahren, *Kruppsche Monatshefte: Technische Mitteilungen Krupp, Fried.-Krupp-Aktiengesellschaft*, Essen, 1921, 117-136.
- [204] G. PETZOW:
Metallographisches Aetzen, *Materialkundlich-Technische Reihe*, Band 1, Borntreger, 1976.
- [205] H. SCHUMANN, K. CYRENER, W. MOLLE:
Metallographie, *Dt. Verl.f.Grundst.ind*, 1991.
- [206] H. KLEMM:
Die Gefüge des Eisen-Kohlenstoff-Systems, *VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie*, 1987.

-
- [207] E. WECK, E. LEISTNER:
Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren, Teil I: Farbätzen nach Klemm, *Deutscher Verlag für Schweißtechnik*, 1982.
- [208] E. WECK, E. LEISTNER:
Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren, Teil II: Farbätzen nach Beraha und ihre Abwandlungen, *Deutscher Verlag für Schweißtechnik*, 1983.
- [209] A.J. SCHWARTZ, M. KUMAR, B.L. ADAMS:
Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, *Kluwer Academic/Plenum Publishers*, New York, 2000.
- [210] J.A. VENABLES, C.J. HARLAND:
Electron back-scattering patterns - A new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope, *Philosophical Magazine*, Vol. 27, 1973, 1193-1200.
- [211] A. TATSCHL:
Neue experimentelle Methoden zur Charakterisierung von Verformungsvorgängen, *Dissertation*, Montanuniversität Leoben, 2000.
- [212] R.R. KELLER, A. ROSHKO, R.H. GEISS, K.A. BERTNESS, T.P. QUINN:
EBSD measurement of strains in GaAs due to oxidation of buried AlGaAs layers, *Microelectronic Engineering*, Vol. 75, 2004, 96-102.
- [213] A.J. WILKINSON, D.J. DINGLEY:
Quantitative deformation studies using electron back scatter patterns, *Acta Metallurgica et Materialica*, Vol. 39, 1991, 3047-3055.
- [214] D. KATRAKOVA, F. MÜCKLICH:
Probenpräparation für die Rückstreuелектронен-Kikuchi-Beugung (Electron Backscatter Diffraction, EBSD), *Praktische Metallographie*, Vol. 38, 2001, 547-565.
- [215] DEUTSCHE NORM - DIN EN ISO 4287:
Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Beuth Verlag*, Berlin, 1998.
- [216] MAHR:
Betriebsanleitung 6800041, Perthometer S5P, *Mahr GmbH*, Göttingen, 1995.
- [217] M. MARX, T. ZIMMERMANN, W.-R. THIELE, H. VEHOFF:
Vergleichende Profil- und Rauigkeitsmessungen mittels Weisslichtinterferometer, Rasterkraftmikroskop und Rasterelektronenmikroskop, Procee-

- dings Euromet 2000, Fortschritte in der Metallographie, Sonderbänder der Prakt. Metallographie, Vol. 32, 2001, 151-154.
- [218] M.J. ROBERTS, W.S. OWEN:
Unstable flow in martensite and ferrite, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 1, 1970, 3203-3213.
- [219] D. MUNZ, E. MACHERAUCH:
Dynamische Reckalterung von α -Messing, *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol. 57, 1966, 552-559.
- [220] H.-P. SEIFERT, S. RITTER:
Environmentally-assisted cracking of low-alloy reactor pressure vessel steels under boiling water reactor conditions, *PSI Bericht 02-05*, 2002.
- [221] MATHCAD:
Mathcad Professional Benutzerhandbuch, *Math Soft*, Cambridge, 2001.
- [222] N. MORRISON:
Introduction to Fourier Analysis, *Wiley*, 1994.
- [223] Y. ESTRIN, L.P. KUBIN:
Local strain hardening and nonuniformity of plastic deformation, *Acta Metallurgica*, Vol. 34, 1986, 2455-2464.
- [224] R.A. MULFORD, U.F. KOCKS:
New observations on the mechanisms of dynamic strain aging and of jerky flow, *Acta Metallurgica*, Vol. 27, 1979, 1125-1134.
- [225] R.A. MULFORD:
Analysis of strengthening mechanisms in alloys by means of thermal-activation theory, *Acta Metallurgica*, Vol. 27, 1979, 1115-1124.
- [226] R.A. MULFORD:
The effect of precipitation hardening on dynamic strain aging and jerky flow, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 10, 1979, 1527-1532.
- [227] U.F. KOCKS:
Kinetics of solution hardening, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 16, 1985, 2109-2129.
- [228] W.S. OWEN, M. GRUJICIC:
Strain Aging of austenitic hadfield manganese steel, *Acta Materialia et Metallurgica*, Vol. 47, 1999, 111-126.

-
- [229] U.F. KOCKS, R.E. COOK, R.A. MULFORD:
Strain aging and strain hardening in Ni-C alloys, *Acta Metallurgica*, Vol. 33, 1985, 623-638.
- [230] A.W. SLEESWYK:
Blue-brittle armco ingot iron, *Acta Metallurgica*, Vol. 8, 1960, 130-132.
- [231] P.-H. EFFERTZ:
Morphologie and composition of magnetite layers in boiler tubes following long exposure, In Proceedings of 5th Int. Cong. on Metallic Corrosion, 1972, 920-924.
- [232] K. MABUCHI, Y. HORII, H. TAKAHASHI, M. NAGAYAMA:
Effect of temperature and dissolved oxygen on the corrosion behavior of carbon steel in high-temperature water, *Corrosion Science*, Vol. 47, 1991, 500-508.
- [233] S.L. MANNAN
Role of dynamic strain ageing in low cycle fatigue, *Bulletin of Materials Science*, Vol. 16, 1993, 561-582.
- [234] D.W. KIM, W.-S. RYU, J.H. HONG, S.-K. CHOI:
Effect of nitrogen on high temperature low cycle fatigue behaviors in type 316L stainless steel, *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 254, 1998, 226-233.
- [235] H. MUGHRABI:
Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals, *Acta Met.*, Vol. 31, 1983, 1367-1379.
- [236] K. POHL:
Zum Wechselverformungsverhalten des Stahles Ck10 im Temperaturbereich $293 \text{ K} \leq T \leq 850 \text{ K}$, *Dissertation*, Universität Karlsruhe, 1981.
- [237] M. WEISSE, C.K. WAMUKWAMBA, H.-J. CHRIST, H. MUGHRABI:
The cyclic deformation and fatigue behaviour of the low carbon steel SAE 1045 in the temperature regime of dynamic strain ageing, *Acta Metallurgica*, Vol. 41, No. 7, 1993, 2227-2233.
- [238] B.H. LEE, I.S. KIM:
Dynamic strain aging in the high-temperature low-cycle fatigue of SA508 Cl.3 forging steel, *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 226, 1995, 216-225.
- [239] E.A. LITTLE, D.R. HARRIS:
The correlation of radiation-hardening with interstitial nitrogen content in mild steels, *Metal Science Journal*, Vol. 4, 1970, 195-200.

- [240] Y. NAKADA, A.S. KEH:
Kinetics of Snoek ordering and Cottrell atmosphere formation in Fe-N single crystals, *Acta Metallurgica*, Vol. 15, 1967, 879-883.
- [241] J.L. SNOEK:
Effect of small quantities of carbon and nitrogen on the elastic and plastic properties of iron, *Physica*, Vol. 7, 1941, 711-733.
- [242] M. TIETZE:
Experimentelle Untersuchungen zur Snoek-Köster-Relaxation in Eisen-Stickstoff und in Eisen-Kohlenstoff, *Dissertation*, Universität Stuttgart, 1986.
- [243] Y. YAGODZINSKY, V. NEVDACHA, H. HÄNNINEN:
Internal friction of low alloy steels - Work Report, *Helsinki University of Technology*, 2004.
- [244] S. WANG, Y. TAKEDA, K. SAKAGUCHI, T. SHOJI:
The initiation of environmentally assisted cracking in BWR high temperature water, In Proceedings on 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, August 14-18, 2005, Salt Lake City, Utah (USA), ANS, NACE, TMS, 2005.
- [245] H.S. GADIYAR, N.S.D. ELAYATHU:
Corrosion and magnetite growth on carbon steels in water at 310 °C - Effect of dissolved oxygen, pH and EDTA addition, *Corrosion* 36, 1980, 306-312.
- [246] T. DORSCH:
Anwendung des elektrochemischen Rauschens für Korrosionssysteme im Hochtemperaturwasser, *Diplomarbeit*, Uni Erlangen-Nürnberg, 1997.
- [247] J.R. MACDONALD:
Impedance Spectroscopy - Emphasizing solid materials and systems, *John Wiley & Sons*, 1987.
- [248] A.H. COTTRELL:
The formation of immobile dislocations during slip, *Philosophical Magazine*, Vol. 43, 1952, 645-647.
- [249] W.M. LOMER:
A dislocation reaction in the face-centred cubic lattice, *Philosophical Magazine*, Vol. 42, 1951, 1327-1331.
- [250] N. HANSEN, D. KUHLMANN-WILSDORF:
Low energy dislocation structures due to unidirectional deformation at low temperatures, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 81, 1986, 141-161.

-
- [251] B.J. BRINDLEY:
The effect of dynamic strain-ageing on the ductile fracture progress in mild steel, *Acta Metallurgica*, Vol. 18, 1970, 325-329.
- [252] D. WAGNER, J.C. MORENO, C. PRIOUL, J.M. FRUND, B. HOUSSIN:
Influence of dynamic strain aging on the ductile tearing of C-Mn steels: modelling by a local approach method, *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 300, 2002, 178-191.
- [253] P.L. HARRISON:
Tensile fracture of magnetite films, *Corrosion Science*, Vol. 7, 1967, 789-794.
- [254] M.S. WECHSLER, K.L. MURTY:
Impurity-defect interactions and radiation hardening and embrittlement in BCC metals, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 20, 1989, 2637-2649.
- [255] G. SRIDHAR, J. HONG, Y. ZOU, J.C. BRITT, K.L. MURTY:
Dynamic strain aging and radiation effects in A490 steel, Proceedings of 6th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Edited by R.E. Gold, E.P. Simonen, *The Minerals, Metals and Materials Society*, Jerkyl Island, USA, 1993, 145-152.
- [256] K.L. MURTY:
Beneficial (!) effect of neutron irradiation on mechanical properties of mild steel in blue brittle range, *Scripta Metallurgica*, Vol. 18, 1984, 87-89.
- [257] K.L. MURTY:
Interaction of interstitial impurities with radiation-induced defects leading to improved elevated temperature mechanical properties of mild steel, *Nuclear Technology*, Vol. 67, 1984, 124-131.
- [258] C.S. SEOK, K.L. MURTY:
Effect of dynamic strain aging on mechanical and fracture properties of A516Gr70 steel, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, Vol. 76, 1999, 945-953.
- [259] DEUTSCHE NORM - DIN EN 1599:
Umhüllte Stabelektroden zum Lichtbogenhandschweißen von warmfesten Stählen, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Beuth Verlag*, Berlin, 1997.
- [260] DEUTSCHE NORM - DIN EN 757:
Umhüllte Stabelektroden zum Lichtbogenhandschweißen von hochfesten Stählen, DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Beuth Verlag*, Berlin, 1997.

- [261] THE AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM):
ASTM E 112 (Reapproved 1996) - Standard test methods for determining
average grain size, 1996, 1-23.
- [262] VEREIN DEUTSCHER EISENHÜTTENLEUTE:
Werkstoffkunde Stahl Band 1: Grundlagen, *Springer Verlag*, Berlin, 1984.

Lebenslauf:

<i>Name:</i>	Bastian Devrient
<i>Kontakt:</i>	Bastian.Devrient@t-online.de
<i>Geburtsort/-datum:</i>	Erlangen, 02.08.1975
<i>Schulbildung:</i>	
	09/82 - 08/86 Grundschule, Volksschule Neunkirchen am Brand
	09/86 - 06/95 Gymnasium, Ohm-Gymnasium Erlangen
<i>Studium:</i>	
	10/96 - 04/01 Studium der „Werkstoffwissenschaften“ an der Universität Erlangen-Nürnberg
	05/00 - 09/00 Studienarbeit mit dem Thema: „ <i>Einfluss der Legierungselemente Rhenium, Ruthenium und Iridium auf die Vergrößerung und gerichtete Vergrößerung („Floßbildung“) von stängelkristallinen Nickelbasis-Superlegierungen.</i> “
	07/01 - 04/01 Diplomarbeit mit dem Thema: „ <i>Röntgenographische Präzisionsbestimmung der lokalen Gitterkonstanten und Gitterfehlpassung von Nickelbasis-Superlegierungen bei Temperaturen bis 1100 °C.</i> “
	07/02 VDI-Preis für die beste Diplomarbeit im Studiengang <i>Werkstoffwissenschaften 2001/02</i>
<i>Promotion:</i>	
	10/02 - 05/07 Universität Stuttgart auf dem Gebiet der mediumsgestützten Korrosion niedriglegierter Stähle in sauerstoffhaltigem Hochtemperaturwasser
<i>Berufserfahrung:</i>	
	04/97 - 02/02 Universität Erlangen-Nürnberg, Lehrstuhl Allgemeine Werkstoffeigenschaften, Erlangen, studentische Hilfskraft
	08/92 - 09/00 Siemens AG, Erlangen, Werkstudent
	08/99 - 10/99 De Beers Industrial Diamond Division, Johannesburg, South Africa, Werkstudent
	10/00 - 12/00 MTU Aero Engines, München, Praktikant
	05/02 - 09/02 Universität Erlangen-Nürnberg, Lehrstuhl Allgemeine Werkstoffeigenschaften, Erlangen, wissenschaftlicher Mitarbeiter
	10/02 - AREVA NP GmbH, Erlangen, <i>Werkstofftechnik, Schadensfallanalyse</i> , Mitarbeiter als Dipl.-Ing./Doktorand