

Abschlussbericht, 31. Oktober 2002

FEVER

Früherkennung von Ermüdungsschädigung an Kernkraftwerkskomponenten

Autor und Koautoren	D. Kalkhof, M. Grosse, M. Niffenegger, B. Tirbonod
beauftragte Institution	Paul Scherrer Institut, Nukleare Energie und Sicherheit
Adresse	5232 Villigen PSI
Telefon, E-mail, Internetadresse	056 310 2620, dietmar.kalkhof@psi.ch , http://www.psi.ch
BFE Projekt-/Vertrag-Nummer	35028 / 74.784
Dauer des Projekts (von – bis)	1.7.1999 – 30.6.2002

ZUSAMMENFASSUNG

Im Rahmen des Projektes FEVER wurden Veränderungen der mikrostrukturellen und magnetischen Eigenschaften bei niederzyklischer Ermüdung an rostfreien austenitischen Stählen untersucht. Langfristiges Ziel der Untersuchungen ist die Entwicklung eines Lebensdauermonitors für Ermüdung an Rohrleitungen. Für die untersuchten Material- und Versuchsbedingungen (Stahl X6CrNiTi18-10, totale Dehnamplitude 0.40 %, Temperaturbereich 20-260 °C) konnte gezeigt werden, dass die deformations-induzierte Martensitbildung als Ermüdungsindikator Verwendung finden kann. Als wesentliche Einflussgrössen auf die Martensitbildung sind der Materialausgangszustand, die akkumulierte plastische Dehnung und die Temperatur zu berücksichtigen. Die Temperaturabhängigkeit des Martensitgehalts liess sich mit einer Exponentialfunktion gut beschreiben. Die Temperaturkurven müssen in Abhängigkeit des Materialausgangszustandes, der beaufschlagten Dehnung und des Erschöpfungsgrades ermittelt werden.

Mit der Neutronendiffraktometrie konnte eine Methode gefunden werden, die eine genaue Bestimmung des Martensitgehalts ermöglichte. Untersuchungen mit Metallographie und Röntgendiffraktometrie (Synchrotronlicht) ergaben, dass eine inhomogene Martensitverteilung in den Ermüdungsproben vorlag. Änderungen des magnetischen Verhaltens wurden mit den Kenngrössen der magnetischen Permeabilität, der Restfeldstärke und der Wirbelstromimpedanz gemessen. Mit Hilfe der Hochtechnologie-Sensoren Fluxgate, SQUID und GMR, aber auch mit einem einfachen Handprüfgerät konnten monotone Zusammenhänge der magnetischen Kenngrössen zum Martensitgehalt bestimmt werden. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass unter gewissen Einschränkungen eine Bauteilbewertung und Ermüdungsfrüherkennung mittels zerstörungsfreier magnetischer Prüfmethoden möglich erscheint.

INHALT

1 Projektziele

1.1 TECHNISCHER HINTERGRUND

1.2 WISSENSSTAND ZUR DEFORMATIONS- INDUZIERTEN MARTENSITBILDUNG

1.3 AUFGABENSTELLUNG DES PROJEKTES FEVER

2 Durchgeführte Arbeiten und erreichte Ergebnisse

2.1 UNTERSUCHUNGSMATERIAL UND VERSUCHSBEDINGUNGEN

2.1.1 Werkstoff, Fertigungsverfahren und Wärmebehandlungen

2.1.2 Werkstoffproben für die Ermüdungsversuche

2.1.3 Versuchsdurchführung der Ermüdungsversuche

2.2 WERKSTOFFMECHANISCHE UNTERSUCHUNGEN

2.2.1 Probentemperatur während der Ermüdungsversuche

2.2.2 Charakterisierung des Materialverhaltens bei niederzyklischer Ermüdung

2.2 MIKROSTRUKTURELLE UNTERSUCHUNGEN

2.2.1 Bestimmung des Martensitgehaltes mittels Neutronendiffraktometrie

2.2.2 Beschreibung der Metallographieuntersuchungen

2.2.3 Durchführung von Röntgendiffraktionsexperimenten

2.2.4 Martensitverteilung in axialen und radialen Querschnitten der Werkstoffproben

2.2.5 Texturanalysen in austenitischen und martensitischen Phasengebieten

2.3 EINFLUSSGRÖSSEN AUF DIE DEFORMATIONS-INDUZIERTER MARTENSITBILDUNG

2.3.1 Lastwechselzahl (Lebensdauer)

2.3.2 Temperatur

2.3.3 Belastungsfrequenz

2.3.4 Fertigungsverfahren und Wärmebehandlung

2.5 DETEKTION DES MARTENSITS MITTELS MAGNETISCHER METHODEN

2.5.1 Beschreibung der magnetischen und magnetinduktiven Messtechnik

2.5.2 Permeabilitätsmessungen mittels Ferromaster

2.5.3 Messung der Remanenzfeldstärke mittels Fluxgate- und SQUID- Detektoren

2.5.4 Messung der Wirbelstromimpedanz mittels GMR- Magnetometer

2.6 DISKUSSION DER ERGEBNISSE

- 3 Nationale Zusammenarbeit**
- 4 Internationale Zusammenarbeit**
- 5 Schlussfolgerungen und Ausblick**
- 6 Literatur**

1 Projektziele

1.1 TECHNISCHER HINTERGRUND

Werkstoffalterungsvorgänge in druckführenden Primärkreislauf-Komponenten von Leichtwasserreaktoren können sowohl die Anlagensicherheit als auch ihre Verfügbarkeit und Wirtschaftlichkeit nachhaltig beeinträchtigen und spielen bei einer möglichen Lebensdauererweiterung eine entscheidende Rolle. Der heutige Wettbewerbs- und damit Kostendruck für Stromerzeugungsanlagen setzt für den wirtschaftlichen Betrieb der Kernkraftwerke auf hohem Sicherheitsniveau den Einsatz optimierter Methoden des Lebensdauermanagements voraus.

Die Werkstoffermüdung wird in Kernkraftwerken hauptsächlich durch Wechselbeanspruchungen infolge von Temperatur- und Druckänderungen verursacht. Durch An- und Abfahrvorgänge sowie im Teillastbetrieb kommt es zu thermischen und thermo-mechanischen Lastwechseln an Komponenten und Rohrleitungen, die bei genügend hoher Zahl an Zyklen bis zur Initiierung von Materialrissen führen können. Besonders kritisch sind Belastungen durch thermische Schichtungen und Strömungsvermischungen, deren Orte nicht hinreichend genau bekannt sind. Bedingt durch Dichteunterschiede im Fluid aufgrund von unterschiedlichen Temperaturen zwischen der Unter- und Oberseite des Rohres kann es in Kombination mit geringen Durchflussraten zur thermischen Schichtung in horizontalen Teilen des Rohrsystems kommen. Thermische Schichtungen verursachen eine in Umfangsrichtung variierende Temperaturverteilung in der Rohrwand, die wiederum lokale Spannungen in der Wand und globale Biegespannungen im Rohrsystem bewirken. Ausser Schichtungen sind auch Temperaturtransienten infolge kalter oder heisser Einspeisevorgängen zu beachten, die im Extremfall zu Thermoschockbeanspruchungen führen können.

Da die Gefahr einer Rissbildung mit der akkumulierten mikrostrukturellen Werkstoffschädigung zunimmt, gewinnt die Früherkennung von Ermüdungsschädigung an älteren Anlagen zunehmend an Bedeutung. Aus sicherheitstechnischer Sicht unterliegen vor allem folgende Komponenten einer Überwachung:

- SWR Speisewasserstutzen des Reaktordruckbehälters
- DWR Speisewasserstutzen des Dampferzeugers
- DWR Volumenausgleichsleitung einschliesslich Stutzen
- DWR Sprühleitungen des Druckhalters
- DWR Regenerative Wärmetauscher
- DWR Rohrleitungen des Restwärmesystems
- DWR Rohrleitungen der Sicherheitseinspeisung

Die Einbeziehung von thermischen Ermüdungsvorgängen durch unerwartet auftretende Schichtungs- und Strömungsphänomene ist bei der Auslegung der betroffenen Komponenten nicht möglich. Um die Auswirkungen dieser Lasten auf die Lebensdauer zu minimieren wurden materialspezifische Grenzwerte für die Temperaturdifferenzen der sich vermischenden Teilströme festgelegt. Auch werden zunehmend spezielle Bereiche von Komponenten und Rohrleitungen mit Temperatursensoren instrumentiert, die die Temperaturverteilung am Umfang der Rohrleitungen während des An- und Abfahrens der Anlage erfassen und auswerten. Mit Hilfe dieser Temperaturmessungen wird auf den aktuellen Materialzustand (Erschöpfungsgrad) geschlossen. Eine direkte zerstörungsfreie Messung mechanischer, physikalischer oder mikrostruktureller Eigenschaften an den Komponenten scheiterte bisher an Unzulänglichkeiten der Messtechnik und vor allem an der Interpretation der Messergebnisse. Die Zuordnung mikrostruktureller Veränderungen, wie Versetzungsdichte und -verteilung, Phasentransformation sowie Mikrorissbildung zu physikalisch messbaren Grössen wie elektrischer, thermoelektrischer und magnetischer Widerstand sowie elektrische und magnetische Leitfähigkeit erfordert zukünftige Forschungsanstrengungen auf dem Gebiet der Werkstoffdiagnostik. An metastabilen austenitischen Rohrleitungsstählen treten mikrostrukturelle Veränderungen auf, die geeignet erscheinen, eine Früherkennung zu ermöglichen.

1.2 WISSENSSTAND ZUR DEFORMATIONS- INDUZIERTEN MARTENSITBILDUNG

Die Austenit(γ)-Martensit(α')-Transformation ist der Grundmechanismus beim Härten von Stahl. Die Martensitumwandlung erfolgt diffusionslos und normalerweise durch einen Abkühlungsvorgang. Diffusionslose γ - α' Umwandlungen können mit grossen Beträgen von Scherung des Kristallgitters verbunden sein [1]. Die Umwandlung beginnt erst bei einer Unterkühlung unterhalb der Temperatur des thermo-dynamischen Gleichgewichts T_0 (metastabil) [2]. T_0 ist durch die Gleichheit der Freien Energien der Phasen α' und γ bei gleicher chemischer Zusammensetzung und gleichen Ordnungsgrad definiert. Die T_0 -Temperatur hängt stark von der chemischen Zusammensetzung ab. Die treibende Energie der γ - α' Umwandlung oder der Rückumwandlung ist näherungsweise proportional der Unterkühlung unter die Gleichgewichtstemperatur oder der entsprechenden Überhitzung. Bei Unterkühlung $T < T_0$ und für eine gittervariante Scherung kann eine Schubspannung definiert werden, die die Umwandlung herbeizuführen sucht. Die Idee dazu stammt von U. Dehlinger [3].

Die Temperatur, bei der die Martensitbildung beim Abkühlen beginnt, wird als M_s -Temperatur bezeichnet. Sie ist unabhängig von der Abkühlgeschwindigkeit. Unter der Einwirkung von plastischen Dehnungen kann die Martensitumwandlung auch bei höheren Temperaturen als M_s stattfinden [4]. Untersuchungen zur deformations-induzierten Martensitbildung gehen auf die Arbeiten von Scheil und Mathieu [5,6] zurück. Sie fanden an einer Eisen-Nickel-Legierung heraus, dass sich bei statischer Dehnung der Martensitanteil mit steigendem Kaltverformungsgrad vergrössert und mit steigender Prüftemperatur verringert. Erste systematische Experimente zu den Einflussgrössen der deformations-induzierten Martensitbildung bei statischer Belastung wurden von Angel [7] durchgeführt. Er untersuchte an CrNi-Stählen die durch plastische Verformung erzeugte isotherme Bildung von Martensit in Abhängigkeit von der Dehnungsbeanspruchung und der Verformungsenergie. Ludwigson und Mitarbeiter [8] konnten an Stählen der Serie AISI 300 zeigen, welchen Einfluss die chemische Zusammensetzung auf die Martensitbildung ausübt.

Beobachtungen im Transmissions-Elektronenmikroskop ergaben, dass zwei Arten von Martensit entstehen können: ϵ -Martensit (hexagonal dichtest gepacktes Gitter) und α' -Martensit (kubisch-raumzentriertes Gitter). Letzteres ist ferromagnetisch. Unter der Annahme, dass der α' -Martensit an den Schnittpunkten von Versetzungs-Scherbändern gebildet wird, entwickelten Olson und Cohen ein Modell zur Berechnung der Martensitkonzentration in Abhängigkeit der angelegten Dehnung [9]. Diese Annahme scheint für die untersuchten Material- und Versuchsbedingungen realistisch zu sein, da kein ϵ -Martensit (hexagonales Gitter) beobachtet wurde. Olsen und Cohen konnten zeigen, dass ihre Modellrechnungen mit den experimentellen Ergebnisse von Angel sehr gut übereinstimmen. In Ergänzung zum Einfluss der chemischen Zusammensetzung des metastabilen austenitischen Stahls (Schaeffler-Diagramm) agiert hier die Versetzungsdichte als Mikrostrukturparameter, der die Martensitbildung kontrolliert. Hinweise, dass schneidende Versetzungs-Scherbänder als Quellen der Martensitbildung betrachtet werden können, finden sich in TEM-Untersuchungen von Susuki und Mitarbeitern [10]. Messungen des Martensitanteils mittels magnetischer Verfahren wurden von Hecker und Mitarbeitern vorgestellt [11]. Sie verwendeten u.a. ein handelsübliches Ferritoscope zur Messung der magnetischen Permeabilität.

Frühe Untersuchungen zur deformations-induzierten Martensitbildung unter Ermüdungsbedingungen gehen auf Chanani und Mitarbeiter [12] sowie Hennessy und Mitarbeiter [13] zurück. Aus den Untersuchungen zu den Einflussgrössen der Martensitbildung sind vor allem die Arbeiten von Baudry und Pineau [14] sowie Bayerlein und Mitarbeiter [15] zu nennen. Der Einfluss der plastischen Dehnungsamplitude auf den gebildeten Martensitanteil wurde in [14,15] qualitativ beschrieben, der Einfluss der Temperatur in [14]. Oft werden die Ergebnisse jedoch nur für spezielle Last- und Materialbedingungen oder in einem kleinen Temperaturbereich präsentiert.

Zur Abhängigkeit des Martensitgehalts von der Zyklenzahl wird unterschiedliches Werkstoffverhalten beobachtet. Insbesondere gibt es verschiedene Ansichten über Schwellenwerte der Dehnungsamplitude und der Zyklenzahl, ab denen die Martensitbildung einsetzt [15,16,17]. In-situ Messungen während der Ermüdungsversuche bei unterschiedlichen Material- und Lastbedingungen könnten hier besser zur Klärung beitragen. Seit kurzem laufen verstärkt Entwicklungen für ein allgemeingültiges Werkstoffmodell der deformations-induzierten Martensitbildung, z.B. [18].

Eine umfassende Darstellung des derzeitigen Wissensstandes vermitteln die beiden Dissertationen von Basler [19] und Lang [20]. Basler untersuchte vor allem den Zusammenhang zwischen mikrostrukturellen Vorgängen und mechanischem Verhalten. Das Verdienst von Lang besteht in der Evaluierung verschiedener fortschrittlicher magnetischer Messtechniken zur Detektion des Martensits. Beide Dissertationen bildeten auch die Grundlage für die Untersuchungen am PSI [21-27]. Trotz des verbesserten Verständnisses der deformations-induzierten Martensitbildung bestehen nach wie vor keine gesicherten Erkenntnisse zur Wechselwirkung der mikrostrukturellen Mechanismen der Verformung, Ermüdung, Mikrorissbildung und technischen Risseinleitung mit den Vorgängen der Martensitumwandlung. Ein entscheidender Grund dafür besteht in den messtechnischen Schwierigkeiten, die Martensitverteilung an der Oberfläche und im Volumen zu bestimmen. Durch Streumethoden auf der Basis von Neutronenstrahlung und Synchrotronlicht ergeben sich dafür neue Möglichkeiten.

1.3 AUFGABENSTELLUNG DES PROJEKTES FEVER

Die Aufgabe der Werkstoffdiagnostik besteht darin, physikalisch-basierte Konzepte der Lebensdauerbestimmung zur Verfügung zu stellen. Sie beinhaltet die Entdeckung eines Indikators in der Mikrostruktur, der den Alterungsprozess auslöst, beeinflusst oder zumindest begleitet sowie die zerstörungsfreie Messung entsprechender vom Indikator beeinflusster mechanischer und physikalischer Eigenschaften. Das technische Ziel besteht in der Entwicklung eines Lebensdauermonitors für eine bestimmte Alterungsart und Klasse von Werkstoffen. Die Werkstoffdiagnostik nutzt mikrostrukturelle Veränderungen aus, die zeitlich weit vor der technischen Rissbildung stattfinden und ermöglicht somit die Früherkennung der Schädigung in den betroffenen Bereichen. Die elektrischen, thermoelektrischen und magnetischen Messgrößen reagieren auf alle mikrostrukturellen Veränderungen in bestimmter Weise. Der gewissenhaften Interpretation der Messergebnisse kommt deshalb besondere Bedeutung zu, die zu einer Selektion oder auch Kombination bestimmter Messgrößen führen kann.

Zur Bearbeitung von Themen der Werkstoffdiagnostik sind Untersuchungen auf den Gebieten Werkstoffmechanik, Strukturanalyse und zerstörungsfreier Materialprüfung notwendig. Ein erklärtes Ziel des Projektes bestand darin, die notwendigen Messverfahren zu optimieren bzw. erst aufzubauen und mit neuen Ideen zu verbessern. Bei den werkstoffmechanischen Versuchen kommt es darauf an, durch mechanische oder thermische Belastungen gezielt mikrostrukturelle Schädigungen in die Materialproben einzubringen. Dies geschieht im Falle der niederzyklischen Ermüdung (thermische Schichtungen in Rohrleitungen) durch dehnungsgeregelte zyklische Versuche auf servohydraulischen Prüfmaschinen. Für die Analyse der Mikrostrukturen eignen sich neben den klassischen Methoden der Metallographie und Elektronenmikroskopie vor allem Streumethoden auf der Basis von Neutronenstrahlung und hochenergetischem Röntgenlicht. Dazu stehen im PSI geeignete Diffraktometer in den Forschungsanlagen SINQ und SLS zur Verfügung. Mit den Methoden der Strukturanalyse können Versetzungsdichten, Phasenanteile und -verteilungen sowie Mikrorisse ausgewertet werden. Auf dem Gebiet der zerstörungsfreien Werkstoffcharakterisierung liegt das grösste Potential bei den magnetischen Verfahren. Die Palette der Messmöglichkeiten reicht vom einfachen Handgerät zur Messung der Permeabilität bis hin zu Prüfautomaten mit Hochtechnologie-Sensoren zur Magnetfeldmessung mit Ortsauflösung. Die für das Projekt optimierten und aufgebauten Messverfahren sind zusammenfassend in Tabelle 1 dargestellt.

Die im Arbeitsprogramm formulierten Aufgaben lassen wie folgt zusammenfassen:

- Mikrostrukturelle und werkstoffmechanische Untersuchungen des Zusammenhanges von Erschöpfungsgrad (Lastwechselzahl) und Volumenanteil des gebildeten Martensits bei Raumtemperatur
- Aufbau eines stationären Messplatzes zur Magnetfeldmessung mit hochempfindlichen Sensoren
- In-situ Messung der Martensitentwicklung während des Ermüdungsversuches
- Rohrbiegeversuch (Bauteilversuch) mit gleichzeitiger Messung der Martensitbildung mittels magnetischer Methoden

Nach den ersten Ermüdungsversuchen wurde bald klar, dass es einen starken Einfluss einiger Last- und Materialbedingungen auf die Martensitbildung gibt und die genaue Kenntnisse der einzelnen Einflussgrößen notwendig ist, um gutdefinierte Versuche fahren zu können. Deshalb wurde in Abstimmung mit der HSK-Projektleitung frühzeitig entschieden, dass der Bauteilversuch im Punkt 4 ersetzt wird durch systematische Untersuchungen der Einflussgrößen auf die Martensitbildung. Als wesentliche Einflussgrößen wurden angesehen:

- Lastwechselzahl (Erschöpfungsgrad)
- Temperatur
- Belastungsfrequenz
- Materialausgangszustand (Fertigungsverfahren, Wärmebehandlung)

Damit wurde das Untersuchungsprogramm wesentlich erweitert. Aus der ursprünglich geplanten einen Serie Ermüdungsproben bei Raumtemperatur wurden 3 Gross-Serien (3 Materialzustände) mit einigen Untererien für unterschiedliche Temperaturen und Frequenzen. Weiterhin kann die in Punkt 1 formulierte Aufgabe der Untersuchung des Einflusses der Lastwechselzahl (Erschöpfungsgrad) mit den Untersuchungen der anderen Einflussgrößen zu einer Teilaufgabe verbunden werden.

An allen Proben wurden nach der Ermüdung der Volumenanteil des Martensits mittels Neutronendiffraktometrie sowie mittels geeigneter magnetischer Verfahren bestimmt. An ausgewählten Proben erfolgten mikrostrukturelle Untersuchungen mittels Metallographie und Röntgendiffraktometrie. Der Bericht ist demzufolge in folgende Teilaufgaben gegliedert:

- Charakterisierung des mechanischen Werkstoffverhaltens bei niederzyklischer Ermüdung unter dem Einfluss deformations-induzierter Martensitbildung
- Mikrostrukturelle Untersuchungen zur Bestimmung von Martensitgehalt und Martensitverteilung in den Ermüdungsproben
- Untersuchung der Einflussgrößen Lastwechselzahl, Temperatur, Belastungsfrequenz und Materialzustand auf die Martensitbildung
- Aufbau von Versuchsanlagen zur Messung magnetischer Kenngrößen (magnetische Permeabilität, Remanenz-Feldstärke, Wirbelstrom-Impedanz (mit Ortsauflösung), In-situ Messung während des Ermüdungsversuches

Tab. 1: Übersicht der Teilgebiete der Werkstoffdiagnostik für Ermüdung mit den zugeordneten Verfahren und Messgrößen

Werkstoffmechanik	Mikrostrukturanalyse	Zerstörungsfreie Werkstoffcharakterisierung
Niederzyklische Ermüdung Gezielte Erzeugung von Defektstrukturen	Neutronendiffraktometrie Volumen-Phasenanteile	Ferritосkope Magnetische Permeabilität
Wärmebehandlung Einstellung des Materialausgangszustandes	Röntgendiffraktometrie Phasenverteilung	Magnetfeldmessplatz Fluxgate und SQUID-Sensoren
Thermo-mechanische Ermüdung Realisierung betriebsnaher Last- und Temperaturzyklen	Metallographie, Mikroskopie Bestimmung von Defekt- und Versetzungsstrukturen	Magnetometer Wirbelstrom-Impedanzmessungen mit Ortsauflösung

2 Durchgeführte Arbeiten und erreichte Ergebnisse

2.1 UNTERSUCHUNGSMATERIAL UND VERSUCHSBEDINGUNGEN

2.1.1 Werkstoff, Fertigungsverfahren und Wärmebehandlungen

Im Verlaufe des FEVER-Projektes wurden insgesamt 3 Probenserien untersucht, die sich in der chemischen Zusammensetzung, im Fertigungsverfahren und in der Wärmebehandlung unterschieden (ca. 100 Ermüdungsproben). Als Untersuchungsmaterial kam der titanstabilisierte nicht-rostende Stahl X6CrNiTi18-10 (DIN Werkstoffnummer 1.4541, AISI 321) zum Einsatz. Das Material wurde ausgewählt aufgrund seiner metastabilen Eigenschaften, bei Unterkühlung oder Verformung einer teilweisen Phasentransformation von Austenit zu Martensit zu unterliegen, und aufgrund seiner weitverbreiteten Anwendung als Rohrleitungswerkstoff in der Kraftwerkstechnik. Die chemische Zusammensetzung sowie Fertigungsverfahren und Wärmebehandlung der einzelnen Serien sind in Tab.2 aufgelistet.

Tab.2: Chemische Zusammensetzung, Fertigungsverfahren und Wärmebehandlung der Ermüdungsproben (Stangenmaterial)

WLA: warmgezogen und lösungsgeglüht, K: lösungsgeglüht und kaltgezogen

Nr.	Zustand	C	Cr	Ni	Ti	Si	Mn	P	S	Mo	Co
1	WLA	0.061	17.70	9.92	0.375	0.439	1.07	0.036	0.016	0.501	0.172
2	WLA	0.020	17.05	9.60	0.140	0.450	1.88	0.028	0.030	0.320	0.100
3	K	0.022	17.70	9.84	0.148	0.381	1.85	0.029	0.022	0.334	0.118

Die Serien 1 und 2 unterschieden sich in der chemischen Zusammensetzung, wogegen Fertigungstechnologie und Wärmebehandlung identisch waren. Die Serie 3 entsprach in ihrer chemischen Zusammensetzung der Serie 2, unterschied sich aber in der Herstellung und Wärmebehandlung von den anderen beiden Serien. Während die Serien 1 und 2 warmgezogen und anschliessend lösungsgeglüht wurden, erfolgte die Endfertigung der Serie 3 durch Kaltziehen. Die Auswirkungen von Lösungsglühung und Kaltverfestigung auf die mechanischen Eigenschaften verdeutlicht Abbildung 1.

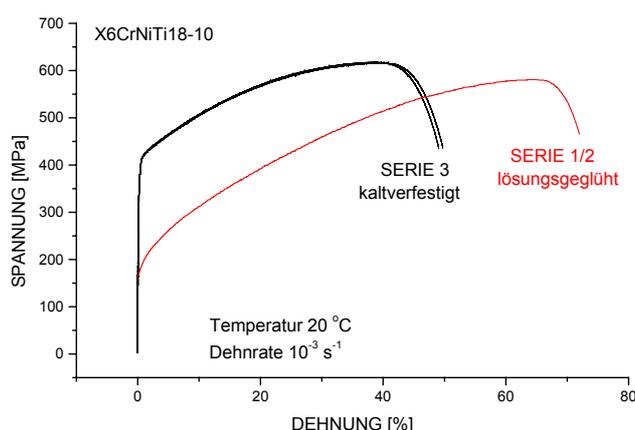


Abb. 1: Spannungs-Dehnungs-Diagramme bei Raumtemperatur für den lösungsgeglühten und kaltverfestigten Materialzustand

Durch das Lösungsglühen der Proben der Serien 1 und 2 kann angenommen werden, dass die mikrostrukturelle Defektdichte sowie auch der δ -Ferrit-Gehalt im Vergleich zum kaltverformten Material wesentlich verringert wurde. Die Bestätigung findet man in Abb. 1. Das kaltverfestigte Material mit der höheren Versetzungsdichte weist eine höhere 0.2%-Dehngrenze auf als das Material nach der Lösungsglühung. Die Bruchdehnung ist für den lösungsgeglühten Zustand grösser. Für beide Materialzustände wurden charakteristische Spannungs-Dehnungs-Kurven erhalten, wobei als Unterscheidung die Angabe der 0.2%-Dehngrösse ausreicht.

In den Vorschriften für die Auslegung der sicherheitsrelevanten Komponenten und Rohrleitungen aus nichtrostenden austenitischen Stählen (z.B. ASME-Code, KTA-Regeln) geht hervor, dass unabhängig von der Fertigungstechnologie die Bauteile nur im lösungsgeglühten Materialzustand eingesetzt werden dürfen. Damit entspricht der Materialzustand der Serien 1 und 2 den Kraftwerksbedingungen. Für die Ermüdungsüberwachung sind jedoch nicht nur der Grundwerkstoff, sondern auch die Schweißnähte von Interesse. Beim Schweißen entstehen in den Wärmeeinflusszonen mehr oder weniger ausgeprägte Bereiche höherer Härte und Eigenspannungen. Der Materialzustand der Prüfserie 3 kann somit als Beispiel für eine aufgehärtete Zone einer Schweißnaht angesehen werden.

2.1.2 Werkstoffproben für die Ermüdungsversuche

Aus den 3 Serien wurden für die Untersuchungen der deformations-induzierten Martensitbildung sowohl Zug- als auch Ermüdungsproben gefertigt. Als Zugprobe wurde die Standardprobe B nach DIN 50125 mit einem Durchmesser von 10 mm eingesetzt. Für die Ermüdungsversuche kamen 2 unterschiedliche Probentypen nach ASTM E606 zum Einsatz. Für die Serien 1 und 2 wurden sogenannte Uhrglas-Proben ($D=18$ mm) und für die Serie 3 Zylinderproben ($D=10$ mm) hergestellt. Form und Abmessungen der Uhrglasprobe sowie der Ermüdungsprobe in Zylinderform zeigen die Abbildungen 2 und 3.

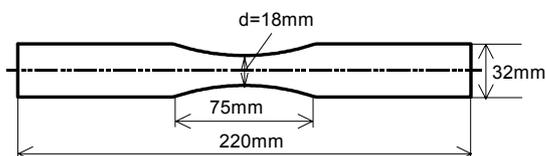


Abb. 2: Ermüdungsprobe mit der sogenannten Uhrglas- Form nach ASTM E 606

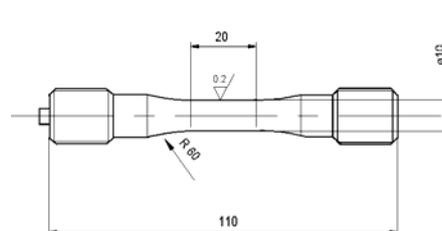


Abb. 3: Ermüdungsprobe mit zylindrischer Form im Messbereich nach ASTM E 606

Die Form der Uhrglasproben hat den Vorteil, dass die Maximaldehnung und somit die plastische Zone lokalisiert sind und dass an einer Probe verschiedene Dehnamplituden auftreten. Die Martensitbildung kann somit an einer Probe direkt als Funktion der Dehnung beobachtet werden. Der Nachteil besteht darin, dass die mit dem Dehnungsaufnehmer gemessene Dehnung nur einen über die Messlänge gemittelten Wert liefert.

Um den axialen Dehnungsverlauf in den Uhrglasproben zu bestimmen, wurden Finite Elemente (FE)- Berechnungen mit Berücksichtigung des elasto-plastischen Materialverhaltens durchgeführt. Abbildung 4 zeigt den axialen Verlauf der elastischen, plastischen und totalen Dehnungen bei quasistatischer Beanspruchung. Aus den FE-Berechnungen konnte ermittelt werden, dass die mittlere plastische Dehnung im Messbereich der Uhrglasproben 0.24 % beträgt, was vergleichbar war mit der plastischen Dehnung in den Zylinderproben, die bei der angelegten totalen Dehnungsamplitude von 0.40 % als Mittelwert während des Ermüdungsversuches gemessen wurde. Somit war es möglich, die Ergebnisse für die Uhrglasproben (Serien 1 und 2) mit denen der Zylinderproben (Serie 3) zu vergleichen.

In Abbildung 5 ist die Verteilung der totalen Dehnung im axialen Probenquerschnitt bei quasistatischer Beanspruchung dargestellt. Die entsprechende Ausdehnung der plastischen Zone zeigt Abbildung 6. Die plastische Zone beträgt bei quasistatischer Beanspruchung 10 mm und wächst im Verlauf des Ermüdungsversuches um einige mm an. Die Modellierung des elastisch-plastischen Verhaltens der Uhrglasprobe bei Ermüdung erfolgte unter Berücksichtigung der gemessenen zyklischen Verfestigung. In Abbildung 7 wird die Verteilung der im Ermüdungsversuch akkumulierten plastischen Dehnung dargestellt. In Modellen zur Berechnung der Restlebensdauer wird die akkumulierte plastische Dehnung als Schädigungsparameter eingesetzt. Unter der Bedingung, dass die Grösse der akkumulierten plastischen Dehnung ausschlaggebend ist für die Menge an gebildetem Martensit, ist nach Abbildung 7 zu erwarten, dass sich die Martensitbildung bevorzugt im Probeninneren vollzieht.

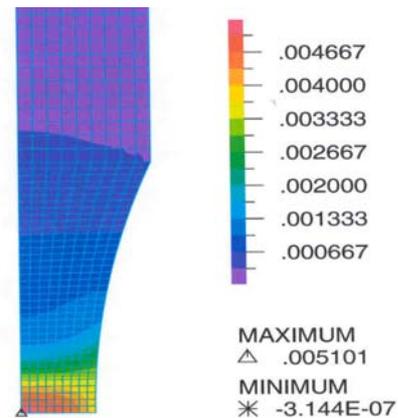
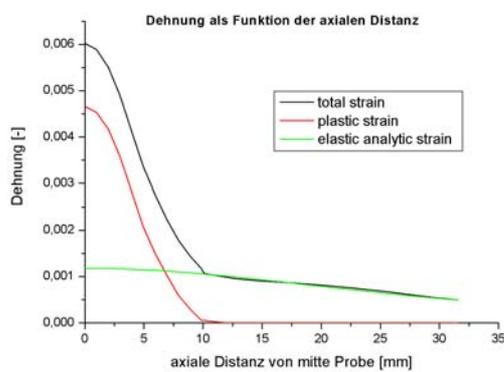


Abb. 4: Verlauf der elastischen, plastischen und totalen Dehnungsamplitude in Abhängigkeit der axialen Längskoordinate ab Probenmitte
 Mittlere plastische Dehnung im Messbereich (20 mm): 0.24 %

Abb. 5: Verteilung der totalen Dehnung im Längsschnitt der Uhrglas-Probe bei quasistatischer Beanspruchung

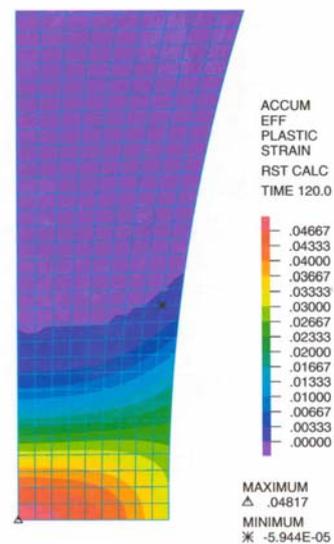
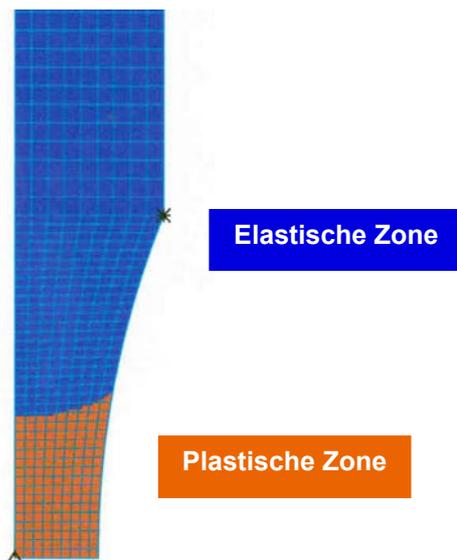


Abb. 6: Ausbreitung und Form der plastischen Zone bei quasistatischer Beanspruchung

Abb. 7: Verteilung der im Ermüdungsversuch akkumulierten plastischen Dehnung im Längsschnitt der Uhrglas-Probe

2.1.3 Versuchsdurchführung der Ermüdungsversuche

Die Ermüdungsversuche wurden an einer servohydraulischen Prüfmaschine (250 kN) der Fa. Schenck (Deutschland) durchgeführt. Für die Versuche im Bereich der niederzyklischen Ermüdung (LCF) kam eine spezielle Einspannung zum Einsatz, die eine hochpräzise axiale Ausrichtung der Probe gewährleistete. Die Versuchsdurchführung erfolgte dehnungsgeregelt mittels der digitalen Steuerung Instron FastTrack 8800 der Instron Corporation (USA). Die Dehnungen wurden im gesamten Temperaturbereich von 20-260 °C direkt an der Probe mit einem Aufnehmer der Fa. Sandner Messtechnik (Deutschland) vom Typ EXA 20-1.25 HT gemessen. Die Messlänge betrug 20 mm. Die Ermüdungsversuche erfolgten alternierend, d.h. im Zug-Druck-Bereich ohne Mittellast bei Frequenzen von 1.0, 0.5, 0.1 Hz. Das Spannungsverhältnis R der unteren zur oberen Spannungsamplitude war gleich -1.0 .

Zur Einstellung und Kontrolle der Temperatur kam eine spezielle für diese LCF Probenanordnung konstruierte Temperaturkammer vom Typ Instron SFL EC65 (GB) zum Einsatz. Die Kammer besitzt eine geringe Höhe, so dass kurze Proben-Einspannungen möglich waren. Die Temperatur an der Probenoberfläche wurde kontinuierlich während des Versuches gemessen. Beachtet werden musste, dass es bei Frequenzen grösser 0.1 Hz zur Wärmeentwicklung in der Probe kam, so dass hier die Umgebungstemperatur nachgeregelt wurde. Durch die Temperaturmessung an der Probenoberfläche wurde gewährleistet, dass die Versuche für alle Frequenzen bei den vorgegebenen Temperaturen abliefen.

Das Abbruchkriterium für die technische Anrissentstehung wurde auf 2% Lastabfall festgelegt, wobei sich der Lastabfall auf die maximale Spannungsamplitude bezog. Mit 5 Proben wurde eine mittlere Lastwechselzahl für die Anrissentstehung ermittelt und als Erschöpfungsgrad $D=1.0$ (oder 100%) bezeichnet. Erschöpfungsgrad $D=1.0$ bedeutet somit, dass 100% Lebensdauer bis zur technischen Anrissentstehung verbraucht ist. Die Materialzustände im Vorriss-Stadium wurden nun so eingestellt, dass der Ermüdungsversuch bei einer definierten Lastwechselzahl abgebrochen wurde, die dem gewünschten Erschöpfungsgrad entsprach. Somit entstanden Werkstoffproben für die Erschöpfungsgrade $D=0.4$, 0.6 und 0.8 .

2.2 WERKSTOFFMECHANISCHE UNTERSUCHUNGEN

2.2.1 Probentemperatur während der Ermüdungsversuche

Bei den Belastungsfrequenzen von 1.0 Hz und 0.5 Hz kam es ohne zusätzliche Kühlung zu einer merklichen Erhöhung der Probentemperatur. Bei Absenkung der Frequenz auf 0.1 Hz betrug die Temperatur an der Probenoberfläche nur noch 30 °C und konnte somit als Raumtemperatur gelten. Um die radiale und axiale Temperaturverteilung zu messen, wurden zylindrische Ermüdungsproben mit Thermoelementen versehen. Eine Übersicht der Positionen, an denen die Thermoelemente TE1 bis TE4 angebracht waren, zeigt die Abbildung 8. Zusätzlich wurde das Temperaturfeld mittels einer Thermographie-Kamera gemessen. Die Untersuchungen fanden bei einer totalen Dehnungsamplitude von 0.40 % und einer Frequenz von 1.0 Hz statt. Wie aus Abbildung 9 hervorgeht, stieg die Temperatur in den ersten 600 Zyklen im Zentrum der Probe auf ca. 80 °C an (rote Kurve). Der Temperaturverlauf an der Oberfläche und im Kern der Probe ergab keinen Unterschied (schwarze und rote Kurve). Während in radialer Richtung keine Temperaturabnahme verzeichnet wurde, erfolgte in axialer Richtung in einer Entfernung von 10 mm eine Abnahme um ca. 10 °C (grüne Kurve). In der Nähe der Probeneinspannungen ging die Temperatur auf ca. 45 °C zurück (blaue Kurve). Weiterhin konnten Temperaturschwankungen innerhalb eines Zyklus von ca. 1°C beobachtet werden (Abbildung 10). Ein Beispiel der Temperaturfeldmessung mittels Thermographie-Kamera ist in der Abbildung 11 dargestellt. Die Darstellung zeigt die Temperaturverteilung auf einer Teiloberfläche in der Mitte der Probe. Auch diese Messung bestätigte, dass ein nahezu homogenes Temperaturfeld vorlag, lediglich in axialer Richtung eine leichte Abnahme der Temperatur im Messbereich beobachtet wurde. Mit den durchgeführten Temperaturmessungen konnte gezeigt werden, dass die Temperaturmessung in Probenmitte an der Oberfläche der Probe geeignet ist, die Probentemperatur während des Ermüdungsversuches zu überwachen.

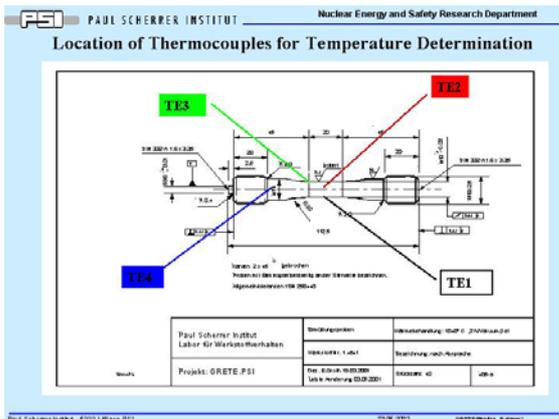


Abb. 8: Positionen der Temperaturmessungen mittels Thermoelementen

Temperatures of Fatigue Specimens B measured with Thermocouples

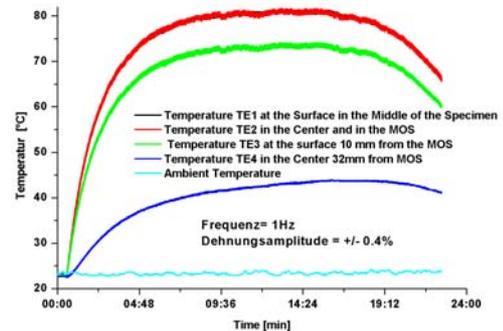


Abb.9: Temperaturmessungen an unterschiedlichen radialen und axialen Positionen

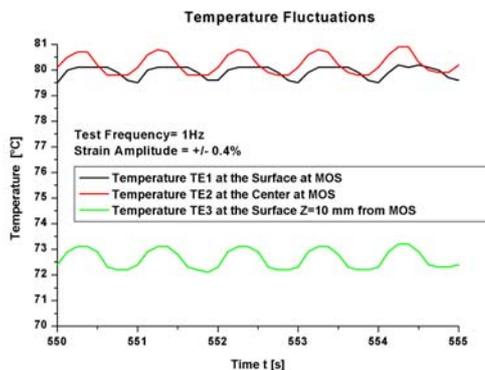


Abb. 10: Temperaturschwankungen innerhalb der Ermüdungszyklen

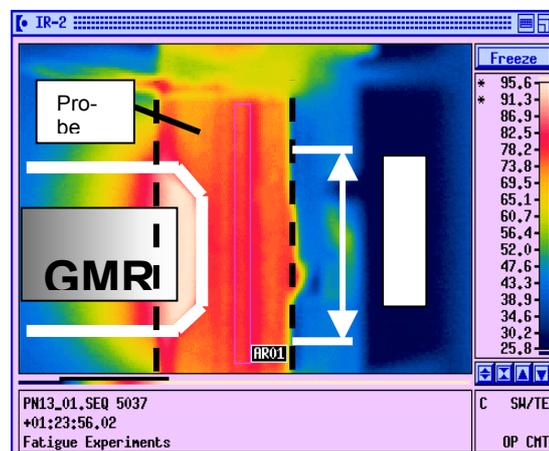


Abb. 11: Temperaturfeld im Bereich der Dehnungsmessung aufgenommen mit einer Thermographie-Kamera

2.2.2 Charakterisierung des Materialverhaltens bei niederzyklischer Ermüdung

Das mechanische Verhalten von metastabilen austenitischen Stählen wird bei statischer und zyklischer Belastung massgebend von der teilweisen deformations-induzierten Phasentransformation in Martensit beeinflusst. In der Abbildung 12 ist der typische Verlauf der Spannungsamplitude während des totaldehnungsgeregelten Ermüdungsversuches für den untersuchten Stahl dargestellt, hier am Beispiel von Versuchen der Serie 3 an Umgebungsluft bei einer Frequenz von 1.0 Hz (Probentemperatur 80°C). Das Materialverhalten ist charakterisiert durch eine Verfestigung in den ersten 10 Zyklen, gefolgt von einer Entfestigung bis zur Lastwechselzahl 1000. Nach dieser Zyklenzahl wurde bis zur technischen Rissentstehung in der sogenannten Sättigungsphase, die den weitaus längsten Lebensdauerabschnitt repräsentiert, eine sekundäre Verfestigung beobachtet. Das gesamte Materialverhalten bis hin zur technischen Anrissentstehung wird vom deformations-induzierten Martensit beeinflusst. Im besonderen lässt sich dieser Einfluss im Grad der sekundären Verfestigung beobachten. In der Literatur wurde ein Zusammenhang hergestellt zwischen dem Grad der sekundären Verfestigung und dem Martensitgehalt [14,15,17].

Das Materialverhalten wird entscheidend geprägt von der Prüftemperatur. Sowohl die mechanischen Kenngrößen 0.2%-Dehngrenze, Zugfestigkeit und Dauerschwingfestigkeit als auch der gesamte Spannungs- oder Dehnungsverlauf während des Versuches hängen in entscheidendem

Masse von der Temperatur ab. Bei den metastabilen austenitischen Stählen beeinflusst die Temperaturabhängigkeit des deformations-induzierten Martensits das mechanische Verhalten zusätzlich. Die Abbildungen 13 und 14 illustrieren das Werkstoffverhalten bei statischer und zyklischer Beanspruchung bei unterschiedlichen Temperaturen am Beispiel des untersuchten Stahls im kaltverformten Materialzustand. Die Zugversuche erfolgten bei einer Dehnrade von 10^{-3} s^{-1} , die Ermüdungsversuche bei einer totalen Dehnungsamplitude von 0.40 %. Im Zugversuch nahm der Grad der Verfestigung mit steigender Temperatur kontinuierlich ab. In den Ermüdungsversuchen erfolgte eine Abnahme des Grades der sekundären zyklischen Verfestigung, die sogar bei Temperaturen von 200 °C und höher zu einer sekundären Entfestigung überging. In Abbildung 14 erkennt man, dass die Kurven für eine bestimmte Temperatur sehr dicht zusammenliegen, wobei recht unterschiedliche Zyklenzahlen für die Rissinitiierung auftreten können. Die Kurvengruppen pro Temperatur sind deutlich voneinander getrennt, auch dann noch, wenn der Temperaturunterschied nur 10 °C beträgt. Das bestätigt die Auffassung in der Literatur, dass der Grad der sekundären zyklischen Verfestigung von der Martensitbildung bestimmt wird.

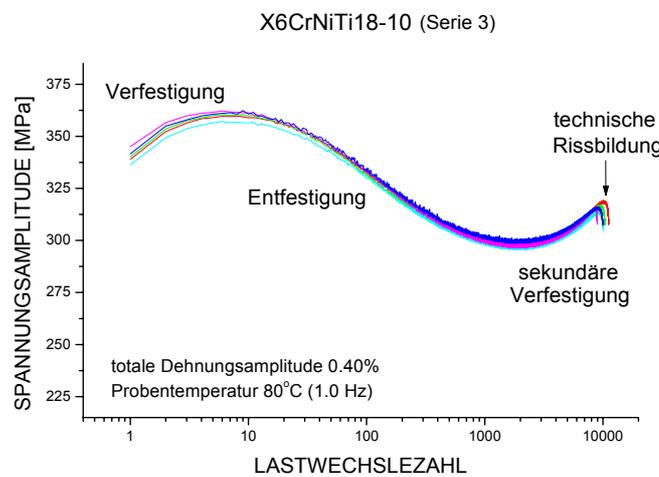


Abb. 12: Typischer Verlauf der Spannungsamplitude bei Ermüdung des metastabilen austenitischen Stahles X6CrNiTi18-10

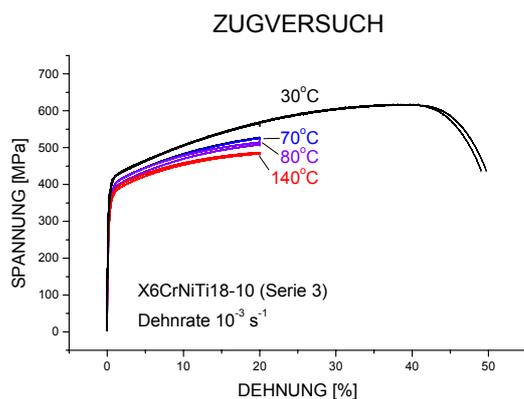


Abb. 13: Spannungs- Dehnungs- Kurven des austenitischen Stahls X6CrNiTi18-10 (Serie 3) bei unterschiedlichen Temperaturen

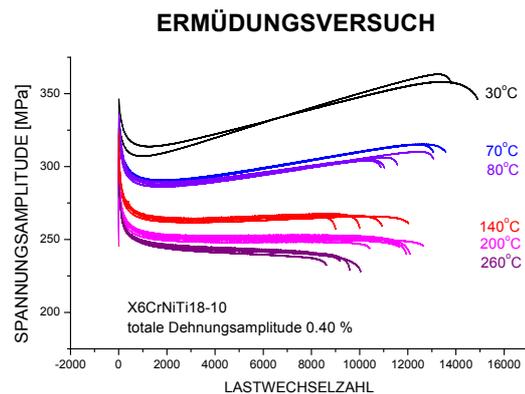


Abb. 14: Verlauf der Spannungsamplituden bei Ermüdungsversuchen von X6CrNiTi18-10 (Serie 3) bei unterschiedlichen Temperaturen

2.3. MIKROSTRUKTURELLE UNTERSUCHUNGEN

2.3.1 Bestimmung des Martensitgehaltes mittels Neutronendiffraktometrie

Der Martensitanteil, der sich deformations-induziert in der austenitischen Matrix bildet, lässt sich quantitativ mittels Neutronendiffraktometrie bestimmen. Die Beugungsmethode eignet sich deshalb so gut, da Martensit und Austenit unterschiedliche Kristallgittertypen aufweisen (kubisch-raumzentriertes und kubisch-flächenzentriertes Gitter), die zu einer deutlichen Unterscheidung der Beugungspeaks ausgewählter kristallographischer Ebenen führen. Die Neutronendiffraktometrie-Experimente wurden am Diffraktometer DMC durchgeführt, das aus der Spallationsneutronen-Quelle am PSI (SINQ) mit sogenannten kalten Neutronen gespeist wird [28]. Das Gerät ist optimiert auf hohe Intensitäten und ermöglicht es, Martensitgehalte unter 1vol.% -Anteil zu bestimmen. Mit einer Neutronenwellenlänge von $\lambda = 0.38 \text{ nm}$ kam ein Streuwinkelbereich von $68^\circ \leq 2\Theta \leq 147^\circ$ zur Auswertung. Für die Messungen an den Ermüdungsproben wurde ein grosser Strahlquerschnitt von 40 mm (Breite) x 10 mm (Höhe) eingestellt, um einen mittleren Martensitanteil im Messbereich der Proben zu bestimmen. Zum Ausgleich der inhomogenen Martensitverteilung wurde die Probe während der Martensitmessung ständig um ihre Achse gedreht. Die Bestimmung des Martensitgehaltes erfolgte mit der nachfolgend beschriebenen Methode.

Die Intensität der unter dem Winkel Θ von einer mehrphasigen Probe gestreuten Neutronen $I(\Theta)$ ist gegeben durch [29]:

$$I(\Theta) = \frac{I_0 \lambda^3 l_s V \rho'}{8\pi r \rho} \sum_i \frac{j_{hkl_i} F_{hk l_i}^2}{V_{c_i}^2 \sin \Theta_{hkl_i} \sin 2\Theta_{hkl_i}} e^{-2W_i} A_{hkl_i} \Omega_{hkl_i} v_i \quad (1)$$

hierbei sind:

I_0	Primärstrahlintensität
λ	Wellenlänge
l_s	Höhe der Detektorblende
r	Abstand Probe - Detektor
V	Volumen der Probe im Strahl
ρ, ρ'	theoretische und die wirkliche Dichte der Probe
i	Indizes der Phase
j	Multiplizität der gemessenen Netzebene
V_c	Volumen der Elementarzellen
F_{hkl}	Strukturamplitude des Reflexes
e^{-2W}	Debye-Temperatur-Korrelationsfaktor
A_{hkl}	Absorptionsfaktor des Reflexes
Ω_{hkl}	Texturfaktor des Reflexes
v_i	Volumenanteil der Phase

Ausgegangen wurde von der Voraussetzung des Zweiphasengemisches Austenit / Martensit. Hieraus ergibt sich folgende Randbedingung:

$$v_{Austenit} + v_{Martensit} = 1 \quad (2)$$

Zur Berechnung der Volumenanteile aus den Intensitätsverhältnissen zweier Peaks folgt aus Gl.(1) unter der Annahme gleicher Schwächungskoeffizienten :

$$v_1 = \left[\frac{I_2 \left(\frac{F_{hkl_1}^2}{V_{c_1}^2 \sin \Theta_{hkl_1} \sin 2\Theta_{hkl_1}} \right) j_{hkl_1} A_{hkl_1} \Omega_{hkl_1}}{I_1 \left(\frac{F_{hkl_2}^2}{V_{c_2}^2 \sin \Theta_{hkl_2} \sin 2\Theta_{hkl_2}} \right) j_{hkl_2} A_{hkl_2} \Omega_{hkl_2}} + 1 \right]^{-1} \quad (3)$$

Für die kubisch-raumzentrierte Phase Martensit wurde der 110-Reflex und für den kubisch-flächenzentrierten Austenit der 111-Reflex untersucht. Aufgrund der relativ grossen freien Weglängen, die die Neutronen in Eisenwerkstoffen zurücklegen, kann davon ausgegangen werden, dass sich die Absorption über alle Phasen mittelt und damit A_{hkl} bei etwa gleichen Beugungswinkeln gleich sind und herausfallen. Setzt man noch voraus, dass keine Textur vorhanden ist, oder dass es eine eindeutige, von der Phasenumwandlung resultierende Texturkorrelation gibt, dann gilt $\Omega_{hkl1} \sim \Omega_{hkl2}$. Für die einzelnen Phasen gelten die in Tabelle 3 angegebenen Parameter.

Tabelle 3: Parameter zur Bestimmung der Phasenzusammensetzung

Phase	Austenit (111)	Martensit (110)
Strukturtyp	kfz	krz (tetragonal verzerrt)
F_{hkl}	4	2
j_{hkl}	8	12
V_c in nm^3	0.04648	0.02362
Θ in Grad	66.25	69.09

Die Abbildungen 15 a) und b) zeigen beispielhaft Beugungsbilder einer martensitfreien und einer martensithaltigen Probe. Die Linienlage des 111- Austenitreflexes entsprach einer Gitterkonstante von $a = 3.597 \text{ \AA}$ (Literaturwert $\gamma\text{-Fe}$: 3.647). Der 110-Martensitreflex lag bei 138.20° , das einer Gitterkonstante von $a = 2.876 \text{ \AA}$ entspricht.

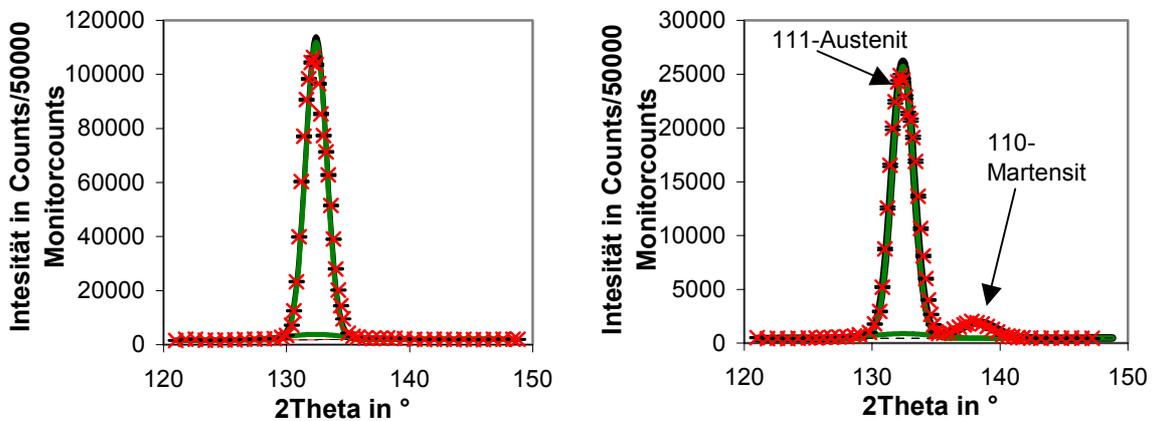


Abb. 15: Beispiele für Beugungsbilder an martensitfreien und martensithaltigen Ermüdungsproben

Die Beugungsbilder wurden mit drei Gaußkurven angepasst, d.h. es wurde bei der Auswertung vorausgesetzt, dass Martensit in der Probe enthalten ist. Somit wird auch in martensitfreien Proben ein solcher Peak angepasst. Folgende zwei Anforderungen für den Nachweis von Martensit wurden formuliert, die beide gleichzeitig erfüllt sein müssen:

- Die Integralintensität geteilt durch die Zahl der Messpunkte innerhalb der Halbwertsbreite des Peaks ist grösser als die aus der Zählstatistik resultierenden Fehler der Untergrundbestimmung.
- Im Beugungsbild ist eine Schulter am 111-Austenitpeak deutlich sichtbar.

2.2.2 Beschreibung der Metallographieuntersuchungen

Zur Herstellung metallographischer Schlitte wurden aus der Probenmitte durch Quer- und Längsschnitte 5 mm dicke Scheiben entnommen. Zum Probentrennen kam eine Korund-Trennschleifscheibe zum Einsatz. Zur weiteren Präparation wurden die Proben in Epoxydharz eingebettet. Das Schleifen erfolgte mit SiC-Nassschleifpapier der Körnung 320 oder mit einer Diamandschleifscheibe der Körnung 20 μm solange, bis Planparallelität der Schlitflächen erreicht war. Zum anschliessenden Polliervorgang wurden Diamandsuspensionen mit den Körnungen 9, 3 und 1 μm verwendet. Um vor allem die Martensitstrukturen sichtbar zu machen, kamen Ätzverfahren mit sogenannter ATM V2A-Beize und Beraha-Lösung zur Anwendung [30]. Für die metallographischen Aufnahmen stand ein Auflichtmikroskop der Firma LEICA zur Verfügung. Im wesentlichen wurden die Objektive mit 50-, 200-, 500-facher Vergrößerung eingesetzt. Die Schwarz-Weiss-Bilder wurden mit schrägem Lichteinfall, die Farbbilder mit polarisiertem Licht aufgenommen. Eine CCD-Kamera ermöglichte das digitale Abspeichern und Auswerten der Aufnahmen. Zur quantitativen Gefügeanalyse stand das LEICA-Programm QUANTIMET zur Verfügung.

Mit diesen Präparationsschritten konnten die Strukturen und die Verteilung des deformations-induzierten Martensits in den Schlitflächen qualitativ bestimmt werden. Eine quantitative Bestimmung des Martensitgehaltes an den Schliffen war sehr schwierig und führte zu Ergebnissen, die von den Neutronendiffraktionsmessungen abwichen. Nach unseren Erfahrungen wird die Martensitgehaltsbestimmung mittels metallographischer Methoden, wie sie oft auch in der Literatur zur Untersuchung der deformations-induzierten Martensitbildung vorkam, als zu ungenau eingeschätzt und kann deshalb nicht empfohlen werden.

2.3.3 Durchführung von Röntgendiffraktionsexperimenten

Die Verwendung von Synchrotronlicht anstelle der Neutronenstrahlung ermöglicht die Erfassung des Martensitgehaltes mit höherer Ortsauflösung, die zu einer bildgebenden Darstellung der Martensitverteilung ausgenutzt werden kann [31]. Allerdings beschränkt sich die gewonnene Information auf den unmittelbaren Oberflächennahbereich. Für die Röntgenbeugungs (XRD)- Experimente wurden metallographische Schliffproben verwendet. Damit war eine unmittelbare Zuordnung der XRD- und der Metallographie-Aufnahmen möglich. Die XRD-Bilder dienten zum besseren Verständnis der Martensitverteilung in den Quer- und Längsschnitten und ermittelten quantitativ die Martensitkonzentration an der Oberfläche. Die Metallographie-Befunde hingegen konnten die latenförmige Martensitstruktur auflösen und deren Verteilung qualitativ beschreiben.

Für die XRD-Experimente konnte die ROBL-Beamline an der ESRF Grenoble genutzt werden [32]. Eine Übersicht der Gesamtanlage zeigt Abbildung 16. Die verwendeten Versuchsparameter sind in Tabelle 4 zusammengestellt. Aufgrund der schlechten Kornstatistik im Austenit wurde der Mittelwert der Integralintensität des (111)-Austenit-Peaks zur Bestimmung des Martensitgehaltes verwendet. Im Rahmen des FEVER-Projektes kam es insgesamt zu zwei Messkampagnen. Für die erste Messkampagne wurde eine Probe der Serie 1 ausgewählt. In einer zweiten Kampagne erfolgten Messungen an vier ausgewählten Proben der Serie 3.

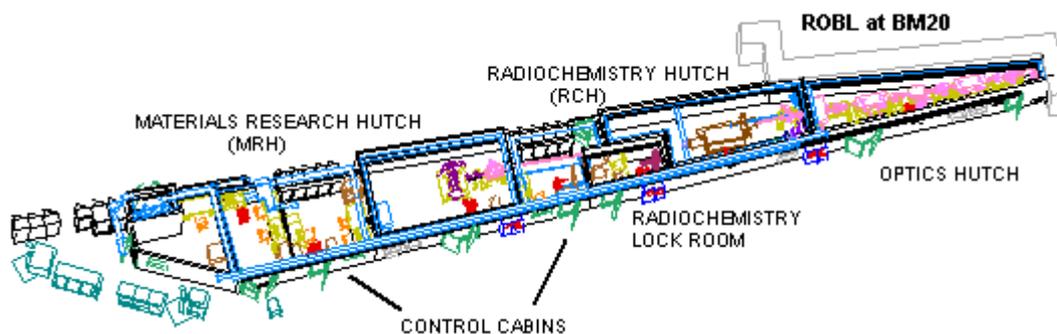


Abb. 16: Übersicht der ROBL Beamline (Rossendorfer Beamline) an der ESRF Grenoble

Tabelle 4: Versuchsparmeter zur Durchführung der XRD-Experimente an der ROBL-Beamline

Messzeit	1	2
Wellenlänge	0.07107 nm	0.1787 nm
Röntgenenergie	17.415 keV	6.926 keV
Strahlquerschnitt	0.2 * 0.5 mm ²	0.4 * 0.8 mm ²
Querschnitt auf der Probe	ca. 1.0 * 0.5 mm ²	ca. 0.8 * 0.8 mm ²
Winkelbereich (2 θ)	19.3-20.5°	49.0-54.0°
Schrittweite (2 θ)	0.025°	0.04°

2.3.4 Martensitverteilung in Längs- und Querschnitten der Ermüdungsproben

a) Probenserie 1/2

Für die Ermüdungsexperimente der Serien 1 und 2 kamen sogenannte Uhrglas-Proben zum Einsatz. Die Uhrglas-Form mit veränderlichem Querschnitt hat den Vorteil, dass sich im Messbereich ein Dehnungsgradient einstellt, der ausgehend von der Probenmitte mit zunehmendem axialen Abstand eine Veränderung in der Martensitkonzentration zur Folge hat. Um die Dehnungsabhängigkeit des deformations-induzierten Martensits bei Ermüdung zu untersuchen, wurden Neutrorendiffraktions-Experimente an Proben mit unterschiedlichen Erschöpfungsgrad durchgeführt. Die Blende des Strahls wurde auf nur 2 mm Schlitzbreite begrenzt, so dass ein über den Querschnitt gemittelter Martensitgehalt in 2 mm dünnen Scheiben bestimmt wurde. In Abständen von 5 mm kam es zu Beugungsmessungen, die zu einer Verteilung des Martensitanteils in Probenlängsrichtung führte. In der Abbildung 17 sind die Ergebnisse zusammenfassend dargestellt. Zunächst ist festzustellen, dass für 3 der 4 Kurven der Martensitgehalt in der Probenmitte am grössten ist und nach dem Probenende hin abfällt. Damit konnte bestätigt werden, dass die Martensitbildung direkt mit der Dehnung gekoppelt ist. Weiter kann der Abbildung entnommen werden, dass mit steigender Lastwechselzahl bzw. anwachsendem Erschöpfungsgrad der Martensitgehalt kontinuierlich anwächst.

Eine Ausnahme in der Martensitverteilung bildete eine Probe, bei der die technische Rissbildung nicht in Probenmitte, sondern in einer axialen Entfernung von ca. 5 mm stattfand. Hier trat die grösste Martensitbildung in der Position der Rissentstehung und nicht im kleinsten Querschnitt auf. Daraus lässt sich ableiten, dass die Rissentstehung mit einem zusätzlichen Beitrag an Martensitbildung verbunden ist.

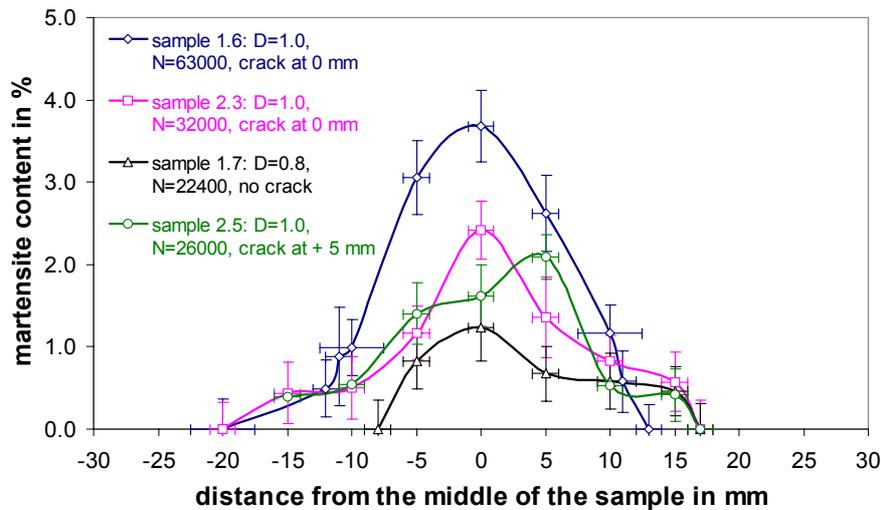
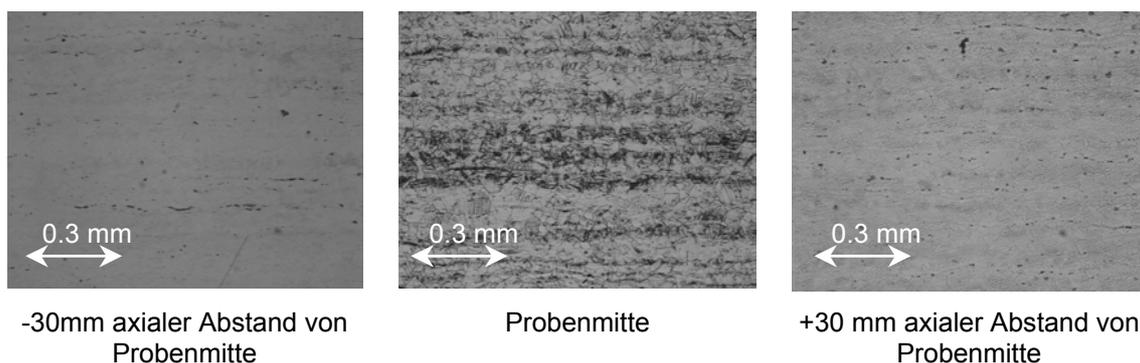


Abb.17: Martensitverteilung in Längsrichtung an Ermüdungsproben der Serie 1 mit unterschiedlichen Lastwechselzahlen bzw. Erschöpfungsgraden

An ausgewählten Proben der Serie 1 wurden an Längsschliffen metallographische Untersuchungen durchgeführt. Die Abbildung 18 zeigt beispielhaft die Martensitstrukturen im Längsschnitt der Probe mit dem höchsten Martensitgehalt. Durch die Uhrglasprobe bedingt war die Martensitkonzentration in der Probenmitte am grössten. Verdeutlicht wird dies im mittleren Bild der Abb.18. Der Martensit ordnete sich hierbei in typischen Streifen an. Die Dichte der Streifen hing von der radialen Position ab. Sie war am grössten im Zentrum der Probe und nahm zum Rand hin ab. Aufgrund des Dehnungsgradienten in Längsrichtung der Uhrglas-Proben wurde in einem Abstand von 30 mm von der Probenmitte entfernt kein Martensit mehr gefunden (Abb.18, linkes und rechtes Bild). Werden die Streifenmuster im Lichtmikroskop vergrössert, erkennt man die sogenannten lattenförmigen Strukturen des Martensits (Abb.19, linkes Bild). Vergrössert man die Gebiete zwischen den Streifen, so liess sich hier kein Martensit finden, hingegen kamen die Austenitkorngrenzen teilweise deutlich zum Vorschein (Abb.19, rechtes Bild).

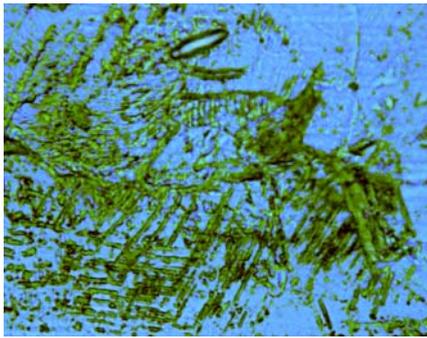


-30mm axialer Abstand von Probenmitte

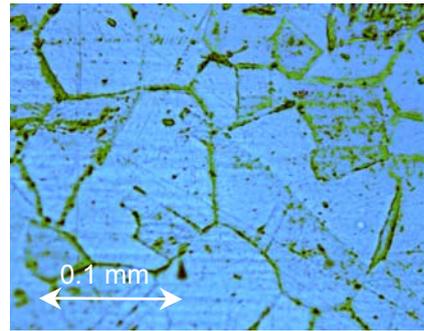
Probenmitte

+30 mm axialer Abstand von Probenmitte

Abb.18: Längsschnitte einer ausgewählten Ermüdungsprobe des lösungsgeglühten Materialzustandes mit hohem Martensitanteil in unterschiedlicher Entfernung von der Probenmitte



Gebiet innerhalb der Streifen



Gebiet zwischen den Streifen

Abb.19a): Lattenförmiger Martensit in den Streifengebieten

Abb.19b): Austenitkornstrukturen in Gebieten zwischen den Streifen ohne Martensitbildung

In der ersten Messkampagne der Röntgendiffraktionsexperimente wurden Untersuchungen nur an einer Probe durchgeführt. Um den Vergleich mit den metallographischen Befunden zu ermöglichen, wurde die Proben mit dem grössten Martensitanteil für diese Serie ausgewählt. Die erhaltene Martensitverteilung in einem Längsschnitt der Probe zeigt die Abbildung 20. Die Untersuchungen zur Martensitverteilung mittels Röntgendiffraktometrie bestätigten die metallographischen Untersuchungen. Der Martensit war auch hier in der Probenmitte konzentriert und nahm zum Rand hin kontinuierlich ab. Auch der dehnungsabhängige Konzentrationsabfall in axialer Richtung konnte bestätigt werden. Der höchste Martensitgehalt wurde in der Umgebung des technischen Risses detektiert, wobei an der Oberfläche im Rissinitiationsgebiet nur sehr wenig Martensit gefunden wurde.

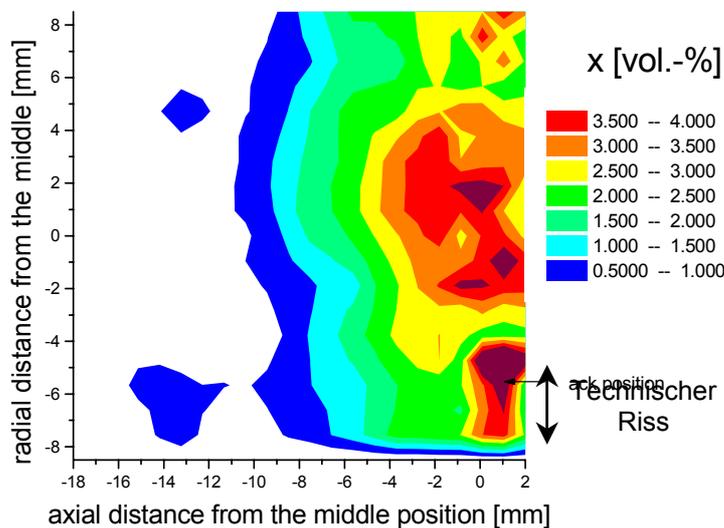


Abb.20: Martensitverteilung im Längsschnitt einer Ermüdungsprobe mit hohem Martensitgehalt gemessen mittels Röntgendiffraktometrie an der Synchrotron- Lichtquelle ESRF Grenoble

b) Probenserie 3

In den metallographischen Untersuchungen liess sich die Martensitverteilung im Querschnitt nicht in einem Bild darstellen, da die Vergrösserungen im Lichtmikroskop zu gross sind, um eine Übersicht zu erhalten. Werden viele Bilder zusammengesetzt, zeigten sich elliptische bis kreisförmige Ringe als typische Martensitverteilung. Die Martensitverteilung bestand aus einem kompakten Kern im Zentrum der Proben und aufeinanderfolgenden Schalen, wobei sich die Schalenabstände zum Rand hin immer weiter vergrösserten.

In einer zweiten Messkampagne konnten die Röntgendiffraktions-Experimente an der ESRF Grenoble an insgesamt vier ausgewählten Ermüdungsproben der Serie 3 fortgesetzt werden. Hierbei wurden sowohl Quer- als auch Längsschnitte untersucht. Um den Vergleich mit den Metallographie-Abbildungen zu ermöglichen, wurden die XRD-Experimente an den gleichen Probenstücken durchgeführt. Es wurden Proben mit bestimmten Martensitgehalten und Temperaturen ausgewählt, um beispielhaft die Martensitverteilung für niedrige, mittlere und hohe Martensitanteile darstellen zu können. Die Ergebnisse sind in den Abbildungen 21 bis 26 zusammengestellt.

Die Abbildungen 21 bis 24 zeigen Martensitverteilungen im Querschnitt der Ermüdungsproben bei von Abbildung zu Abbildung ansteigendem Martensitgehalt. Die entsprechenden metallographischen Schliffbilder für die Probenmitte und den linken und rechten Probenrand sind beigegefügt. In allen XRD-Bildern wird deutlich, dass im wesentlichen der Martensit im Probenzentrum konzentriert war. Dieses Ergebnis hat Konsequenzen für die Schädigungsvorhersage. Es ist bekannt, dass sich die Bildung der Mikrorisse an der Oberfläche der Ermüdungsproben an den sogenannten Intrusionen und Extrusionen vollzieht. Demnach ist eine hohe Martensitkonzentration nicht unmittelbar mit der Bildung von Mikrorisse gekoppelt. In den Verteilungen kam es zu grossen örtlichen Schwankungen im Martensitgehalt. Diese Unterschiede können durch die beobachteten Ringstrukturen erklärt werden. In den Ringen besteht eine hohe Martensitkonzentration, wobei zwischen den Ringen kein Martensit vorkam. Die XRD-Ortsauflösung reichte jedoch nicht aus, diese Strukturen sichtbar zu machen. Die Metallographiebilder bestätigten den Befund, dass der Martensitgehalt im Probenzentrum am grössten war und am Rand nur wenig Martensit vorlag.

Martensitverteilungen an Längsschnitten werden beispielhaft in den Abbildungen 25 und 26 gezeigt. Hierbei konnten ähnliche Beobachtungen gemacht werden wie an den Querschnitten. Der grösste Martensitgehalt befand sich im Probenzentrum und in der Umgebung des technischen Risses. Bemerkenswert ist das metallographische Bild der Rissumgebung in Abbildung 25. Entlang der Rissufer wurden Bereiche gefunden, bei denen zwischen den Martensitstreifen nach wie vor kein Martensit auftrat. Es gab aber auch Bereiche, wo eine Martensitbildung als Folge der Rissausbreitung stattfand und die Martensitstreifen mit Brücken entlang der Rissufer verbunden waren. Demnach muss eine technische Rissausbreitung nicht immer zu einer zusätzlichen Martensitbildung führen.

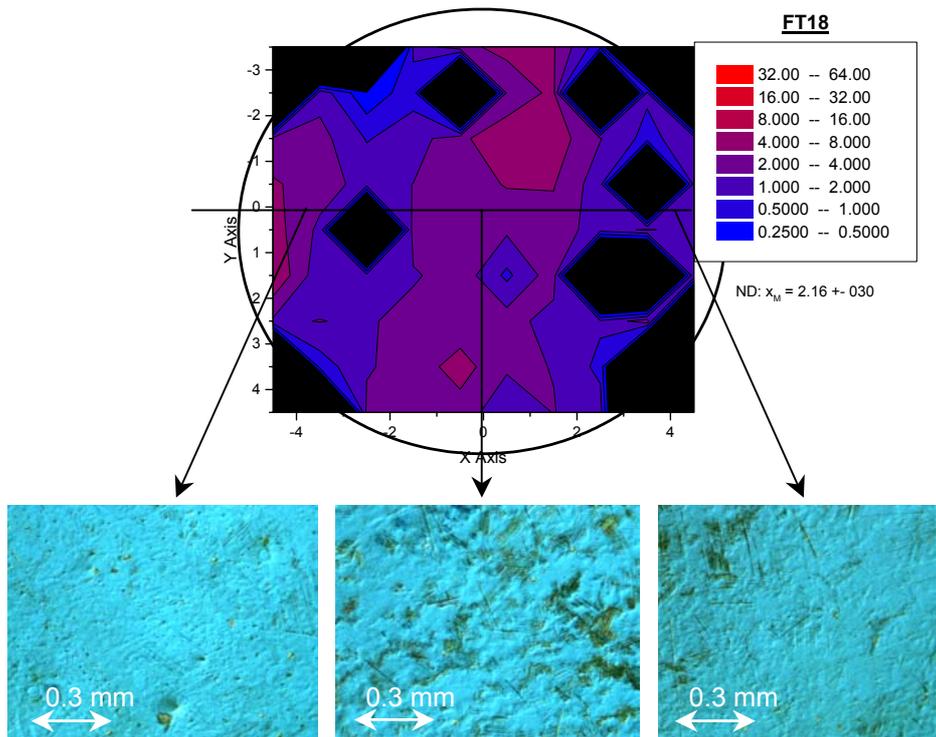


Abb.21: Martensitverteilung im Querschnitt bei 2.16 vol.-% Martensit (200 °C)

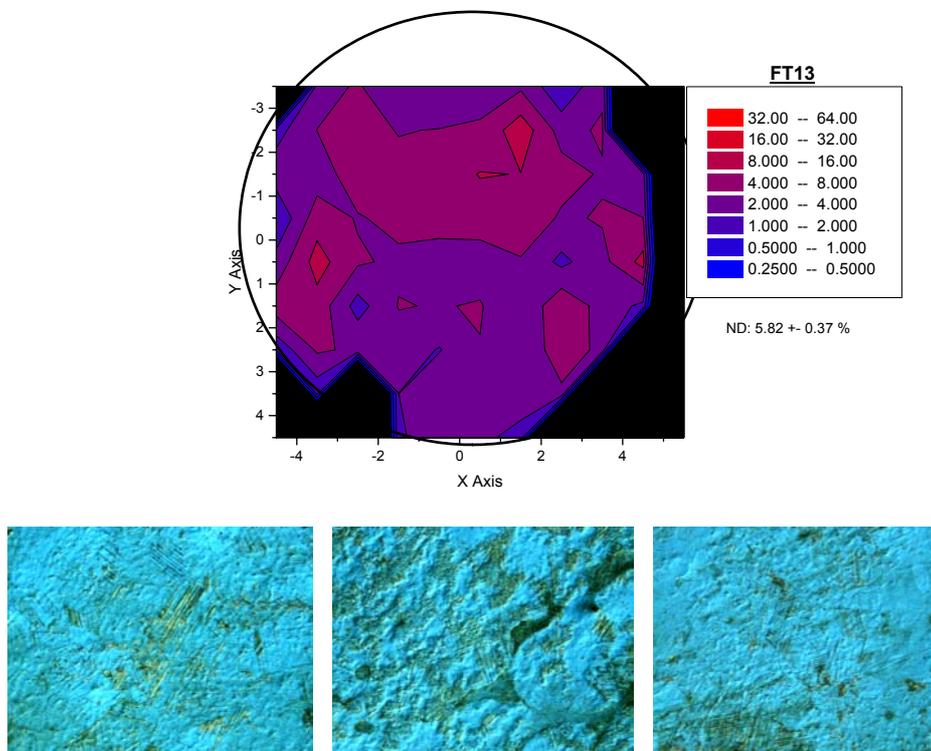


Abb.22: Martensitverteilung im Querschnitt bei 5.82 vol.-% Martensit (80 °C)

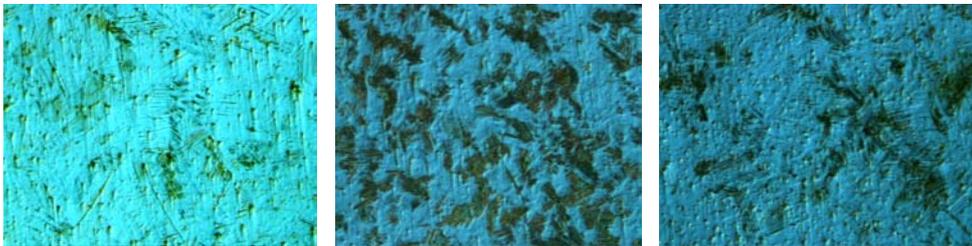
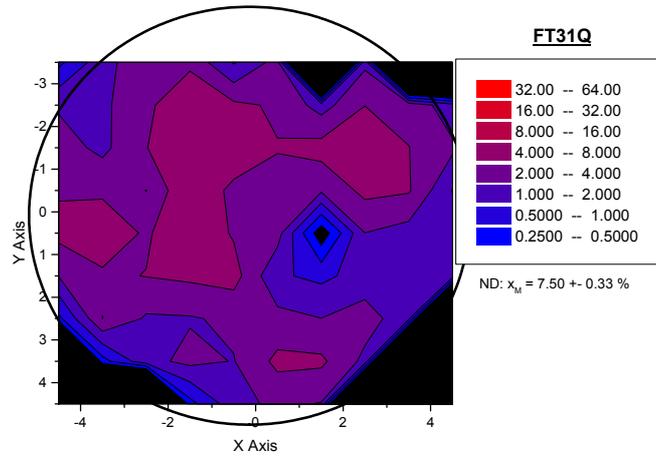


Abb.23: Martensitverteilung im Querschnitt bei 7.50 vol.-% Martensit (80 °C)

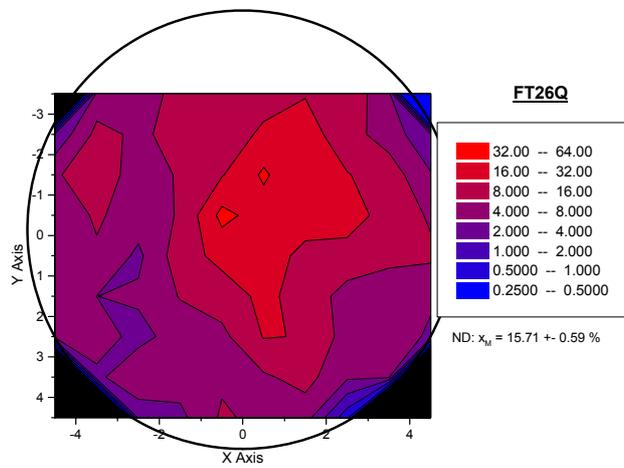


Abb.24: Martensitverteilung im Querschnitt bei 15.71 vol.-% Martensit (30 °C)

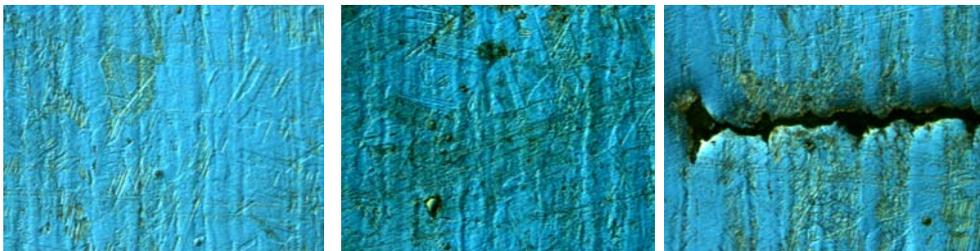
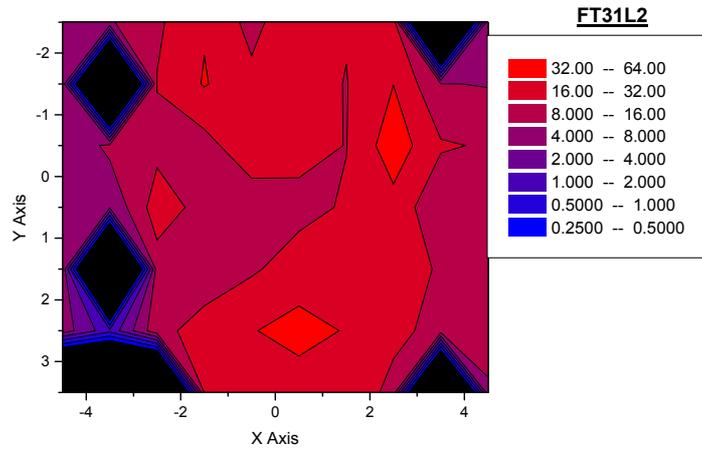


Abb.25: Martensitverteilung im Längsschnitt bei 7.50 vol.-% Martensit (80 °C)

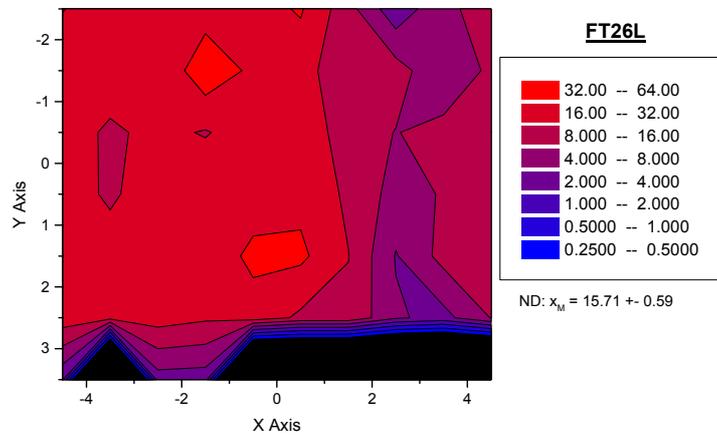


Abb.26: Martensitverteilung im Längsschnitt bei 15.71 vol.-% Martensit (30 °C)

2.3.5 Texturen im Austenit und Martensit

Der technische Vielkristall Stahl mittelt die Anisotropien der einzelnen Körner, ist also quasiisotrop. Kommt es zur Bevorzugung einer Orientierung der Körner eines polykristallinen Stahles, so spricht man von einer Textur. Die Ausbildung von Texturen gibt wichtige Hinweise zu den abgelaufenen Prozessen bei der Herstellung und Wärmebehandlung von Stählen. So stellen sich zum Beispiel bei gewalzten Blechen sogenannte Goss- und Würfeltexturen ein, je nach dem ob ein krz- und kfz-Gitter vorliegt. Die Bestimmung von Vorzugsrichtungen der Kristallorientierung ergab sich für das Projekt FEVER noch aus einem anderen wichtigen Grund. Die Martensitbestimmung am Neutronendiffraktometer erfolgte in einer Strahl-Messanordnung 90° zur Probenachse. Eine stark ausgeprägte Textur wäre somit als Fehlerquelle bei der Bestimmung des Martensit-Phasenanteils aus zwei Reflexen zu berücksichtigen und gegebenenfalls zu korrigieren.

Die Textur kann allgemein durch eine Orientierungsverteilungsfunktion beschrieben werden. Es bedarf dazu jedoch vieler Messpunkte in einem weiten Winkelbereich in drei Messebenen. Für den einfachen Fall einer Fasertextur hängt die Orientierungsverteilung nur vom Winkel zur Faserachse ab und kann mit einer Linienabtastung aufgenommen werden. Für die Fasertextur kann ein Texturfaktor wie folgt definiert werden:

$$\Omega_{hkl}(\Psi) = \frac{I_{hkl}(\Psi)}{\overline{I_{hkl}}(\Psi)} \quad (4)$$

Hierbei sind

Ω_{hkl}	der Texturfaktor
Ψ	der Winkel zur Faserachse
$I_{hkl}(\Psi)$	die Intensität beim Winkel Ψ
$\overline{I_{hkl}}(\Psi)$	der Mittelwert der Intensität über alle Ψ .

a) Probenserie 1/2

Aus der Uhrglas-Ermüdungsprobe mit dem höchsten Martensitgehalt wurde aus der Probenmitte eine Kugel mit einem Durchmesser von 5 mm herausgearbeitet. An dieser Kugel fanden Neutronenbeugungsexperimente statt, die den Martensitgehalt in Ebenen quer und längs zur Probenachse ermittelten. Die Messebenen wurden vom Dreh- bzw. Kippwinkel bestimmt. Die Abbildungen 27 und 28 zeigen die Ergebnisse der Martensitbestimmung aus zwei Reflexen nach Gleichung (3) in Abhängigkeit des Dreh- und Kippwinkels. Bei Drehung der Kugel um die Probenachse schwankt der Martensitgehalt leicht um einen Mittelwert (Abb. 27). In dieser Messebene ist keine Vorzugsrichtung zu erkennen. Bei Drehung der Probenachse selbst (Kippwinkel) ergaben sich zwei ausgeprägte Maxima des Martensitphasenanteils bei 0° und 90° (Abb. 28). Dieser Befund ist ein typisches Kennzeichen einer Fasertextur.

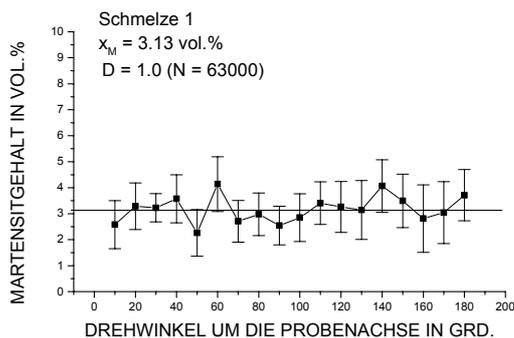


Abb.27: Martensitgehalt bestimmt mittels Neutronendiffraktometrie an einer Kugelprobe aus der Mitte einer Ermüdungsprobe in Abhängigkeit des Drehwinkels um die Probenachse

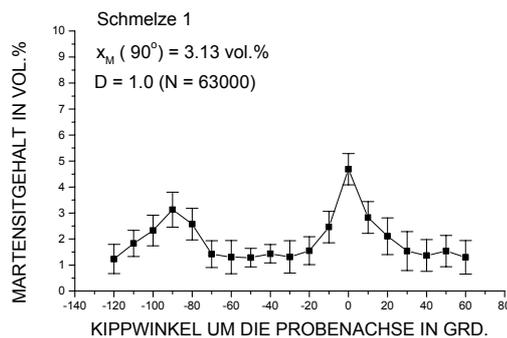


Abb.28: Martensitgehalt bestimmt mittels Neutronendiffraktometrie an einer Kugelprobe aus der Mitte einer Ermüdungsprobe in Abhängigkeit des Kippwinkels um die Probenachse

b) Probenserie 3

In Fortsetzung der Texturuntersuchungen wurden an ausgewählten Ermüdungsproben der 3. Serie Zylinderstücke aus dem mittleren Messbereich entnommen. Die Zylinder hatten einen Durchmesser und eine Höhe von jeweils 10 mm. Die Ermüdungsproben wurden so ausgewählt, dass Proben für unterschiedliche Prüftemperaturen und unterschiedliche Martensitgehalte vorlagen. Von einer Fasertextur ausgehend konzentrierten sich die Untersuchungen auf eine Messebene (parallel zur Probenachse, Kippwinkel). Zunächst wurden die Texturfaktoren für die Martensitphase nach Gleichung (4) für unterschiedliche Martensitgehalte bestimmt. In den Abbildungen 29 bis 32 sind einige ausgewählte Beispiele der Messungen dargestellt. Man erkennt, dass bei einem kleinen Martensitanteil (hohe Temperaturen) eine ausgeprägte Textur vorliegt (Abb. 29), die sich jedoch mit steigender Martensitkonzentration abbaut (Abb. 30,31). Das erklärt sich damit, dass zunächst die Martensitumwandlung in denjenigen Körnern stattfindet, die gitterstrukturell „günstig“ zur Belastungsrichtung orientiert sind. Diese bevorzugte Gitterebene liegt bei 45° zur Probenachse, wie Abbildung 29 zu entnehmen ist. Es wurde somit eine Vorzugsorientierung der (111) Martensit-Ebene beobachtet, was mit den bisherigen Erkenntnissen zur Martensitbildung übereinstimmt. Mit Erhöhung der Martensitbildungsrate bei niedrigeren Temperaturen kam es zu einer gleichmässigeren Orientierungsverteilung, so dass hier die Phasenumwandlungen in den Körnern aller Orientierungen stattfanden.

Aus der Bestimmung des Martensitgehaltes durch Phasenanalyse nach Gleichung (3) kann ein Korrekturfaktor für die Martensitmessung für jeden Kippwinkel abgeleitet werden. Die im FEVER-Projekt durchgeführten Diffraktionsmessungen zur Martensitgehaltsbestimmung wurden so durchgeführt, dass der Neutronenstrahl in einem Winkel von 90° zur Probenachse auf die Probe auftraf. In den Abbildungen 33 und 34 sind die Abhängigkeiten des Korrekturfaktors vom Kippwinkel für einen hohen und niedrigen Martensitgehalt gezeigt. Aus beiden Abbildungen geht hervor, dass bei einem Kippwinkel von 90° der Korrekturfaktor für die Martensitmessung ca. 1.0 ist. Damit konnte gezeigt werden, dass bei der im Rahmen des Projektes durchgeführte Martensitbestimmung auch beim Auftreten einer Martensittextur nur geringe Fehler auftreten, die keiner Korrektur bedürfen.

Ein Beispiel für Messungen der Austenittextur ist in Abbildung 35 dokumentiert. In der Darstellung des Texturfaktors für Austenit in Abhängigkeit des Kippwinkels wird deutlich, dass hier eine ausgeprägte Vorzugsorientierung der (111) Austenit-Ebenen vorliegt. Diese Orientierungsverteilung wurde in allen Messungen für unterschiedliche Martensitgehalte und Temperaturen in einer mehr oder weniger ausgeprägten Form beobachtet, so dass sie der Herstellung des Stangenmaterials zugeschrieben werden kann.

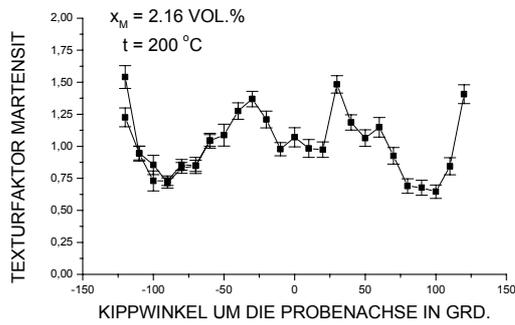


Abb.29: Texturfaktor Martensit in Abhängigkeit des Kippwinkels für einen niedrigen Martensitgehalt

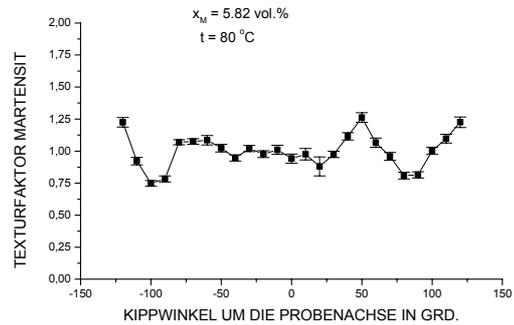


Abb.30: Texturfaktor Martensit in Abhängigkeit des Kippwinkels für einen mittleren Martensitgehalt

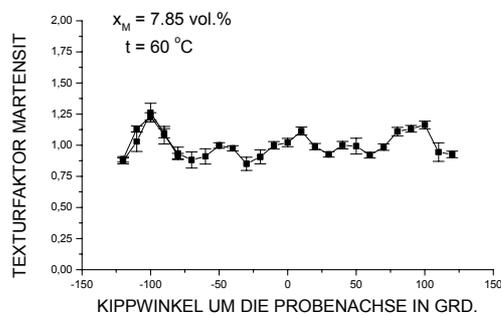


Abb.31: Texturfaktor Martensit in Abhängigkeit des Kippwinkels für einen mittleren Martensitgehalt

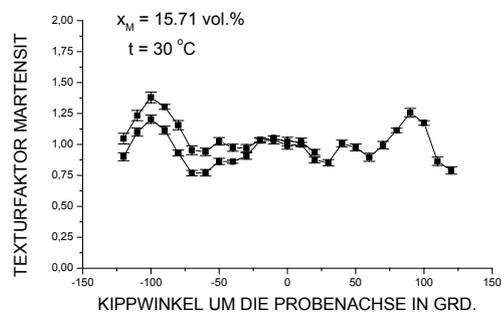


Abb.32: Texturfaktor Martensit in Abhängigkeit des Kippwinkels für einen hohen Martensitgehalt

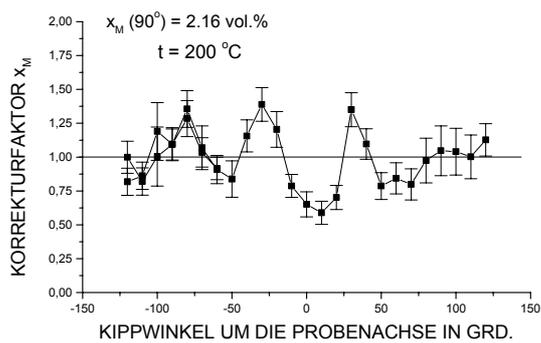


Abb.33: Korrekturfaktor für die Martensitmessung für einen niedrigen Martensitgehalt

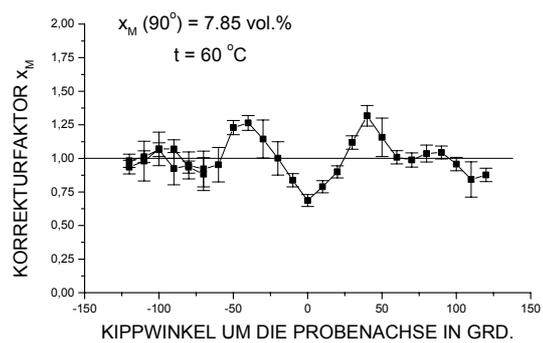


Abb.34: Korrekturfaktor für die Martensitmessung für einen hohen Martensitgehalt

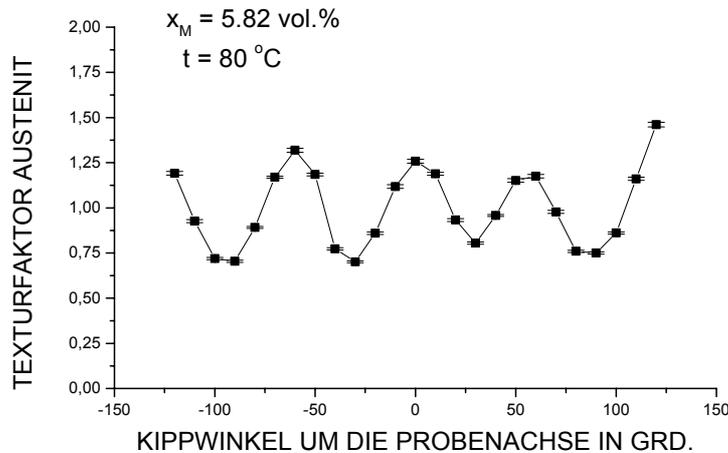


Abb.35: Texturfaktor Austenit in Abhängigkeit des Kippwinkels

2.4 EINFLUSSGRÖSSEN AUF DIE DEFORMATIONS-INDUZIERTER MARTENSITBILDUNG

2.4.1 Lastwechselzahl (Lebensdauer)

Vor den Ermüdungsversuchen wurden an zwei Serien von Zugproben der Einfluss von Dehnung und Temperatur bei quasistatischer Belastung untersucht. Als Werkstoff kam das kaltverformte Stangenmaterial der Probenserie 3 zum Einsatz. Das Ziel der quasistatischen Untersuchungen bestand zum einen darin, Anschluss an die Messungen aus der Literatur zu finden und zum anderen, den magnetischen Methoden einen Probensatz mit definiert abgestuften Martensitgehalten zum Zwecke der Kalibrierung zur Verfügung zu stellen. Für die Untersuchungen unter quasistatischer Belastung wurden Standardzugproben mit einem Durchmesser von 10 mm eingesetzt. In einer ersten Serie wurden bei Raumtemperatur die Zugproben bis zu definierten plastischen Dehnungen belastet, danach langsam entlastet und ausgebaut. Der deformations-induzierte Martensitgehalt, der sich im Messbereich (50 mm) der Zugproben eingestellt hatte, wurden am Neutrenddiffraktometer bestimmt. Die Ergebnisse zeigt die Abbildung 36. Eine einfache lineare Korrelation konnte für die Dehnungsabhängigkeit des Martensitgehaltes unter den gegebenen Material- und Lastbedingungen aufgestellt werden.

$$x_m = x_{m0} + 0.3 \epsilon_{\text{plastic}} \quad (5)$$

gültig für X6CrNiTi18-10 (Serie 3, $\sigma_Y = 430$ MPa) und Raumtemperatur, wobei x_m und x_{m0} die Martensitgehalte in vol.% für den Belastungs- und den Ausgangszustand sowie $\epsilon_{\text{plastic}}$ der plastische Dehnungsanteil sind.

Die ersten Ermüdungsproben wurden bis zur Entstehung eines technischen Anrisses zyklisch beansprucht. Aus 10 Proben wurde der Mittelwert für die Lastwechselzahl bei Rissinitiierung bestimmt ($N=10100$). Er diente als Basis für die Einstellung der unterschiedlichen Erschöpfungsgrade. Die weiteren niederzyklischen Ermüdungsversuche wurden bei definierten Lastwechselzahlen abgebrochen, die den Erschöpfungsgraden von $D=0.4$ ($N=4040$), $D=0.6$ ($N=6060$) und $D=0.8$ ($N=8080$) entsprachen. Die Ergebnisse der Abhängigkeit des Martensitgehaltes von der Lastwechselzahl sind in der Abbildung 37 dargestellt. Für die gegebenen Material- und Belastungsbedingungen konnte eine lineare Korrelation von Martensitgehalt zu Lastwechselzahl gefunden werden.

$$x_m = x_{m0} + 8.0 \cdot 10^{-4} N \quad (6)$$

gültig für X6CrNiTi18-10 (Serie 3, $\sigma_Y = 430$ MPa) und $t = 80^\circ\text{C}$, wobei x_m und x_{m0} die Martensitgehalte in vol.% für den Belastungs- und den Ausgangszustand sowie N die Lastwechselzahl sind.

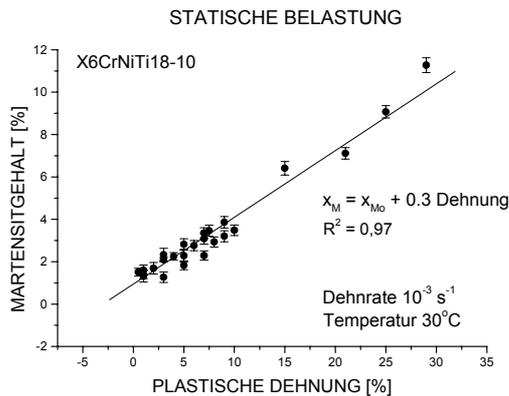


Abb.36: Bildung von deformations-induzierten Martensit bei quasistatischer Beanspruchung in Abhängigkeit von der Grösse der plastischen Dehnung

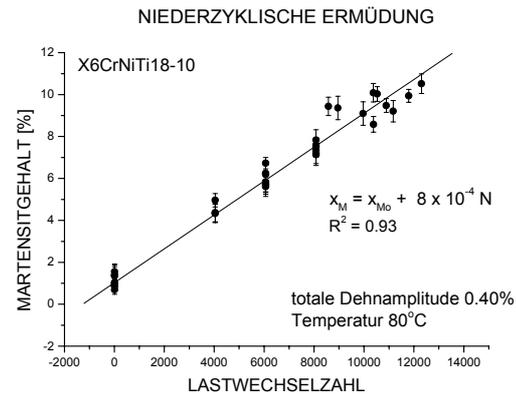


Abb.37: Bildung von deformations-induzierten Martensit bei niederzyklischer Ermüdung in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl

2.4.2 Temperatur

Die treibende Kraft der Phasenumwandlung von Austenit in Martensit wird bestimmt vom Grad der Unterkühlung bezogen auf die Temperatur, bei der sich die Phasen Austenit und Martensit im thermodynamischen Gleichgewicht befinden. Durch die Zufuhr von mechanischer Energie (Dehnung, Ermüdung) erhöht sich die Freie Energie des Austenits, so dass sich der Beginn der Umwandlung zu höheren Temperaturen hin verschiebt. Deshalb muss die Temperaturabhängigkeit auf die Martensitbildung unter den gegebenen Material- und Belastungsbedingungen systematisch untersucht werden.

Die Temperaturabhängigkeit der Martensitbildung wurde zunächst an Zugproben untersucht. Proben der Serie 3 wurden bei unterschiedlichen Temperaturen bis zu einer plastischen Dehnung von 20% beansprucht. Die ermittelten Werte für den Martensitgehalt in Abhängigkeit der Temperatur im Bereich von 20 – 300 °C sind in der Abbildung 38 dargestellt. Der beste Fit der Ergebnisse im untersuchten Temperaturbereich ergab sich mit einer fallenden Exponentialfunktion.

Nach den Zugversuchen erfolgten Untersuchungen zum Temperatureinfluss auf die Martensitkonzentration bei niederzyklischer Ermüdung. Bei einem definierten Erschöpfungsgrad und konstanter Lastamplitude wurden Ermüdungsversuche bei verschiedenen Temperaturen durchgeführt. Die Ergebnisse für $D=1.0$ und einer totalen Dehnamplitude von 0.40% sind für den Temperaturbereich von 20 – 300 °C in Abb.39 dargestellt. Wie auch bei der statischen Belastung wurde ein exponentieller Abfall der Martensitkonzentration bei steigender Temperatur ermittelt. Die Exponentialfunktion der Temperaturabhängigkeit im Bereich von 20 – 300 °C lässt sich allgemein in der folgenden Form darstellen:

$$x_m = x_{m0} + A \cdot \exp[-T / B] \quad (7)$$

x_m und x_{m0} sind die Martensitgehalte in vol.% für den Belastungs- und den Ausgangszustand, T ist die Temperatur in K. Die Parameter A und B sind in Abhängigkeit des Materials, Materialzustand und der Dehnungsamplitude zu bestimmen.

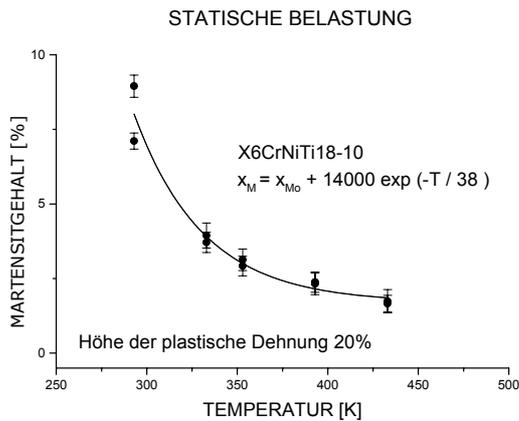


Abb.38: Temperaturabhängigkeit der Martensitbildung bei quasistatischer Beanspruchung. Plastische Dehnung 20 %, Dehnrates 10^{-3} s^{-1} .

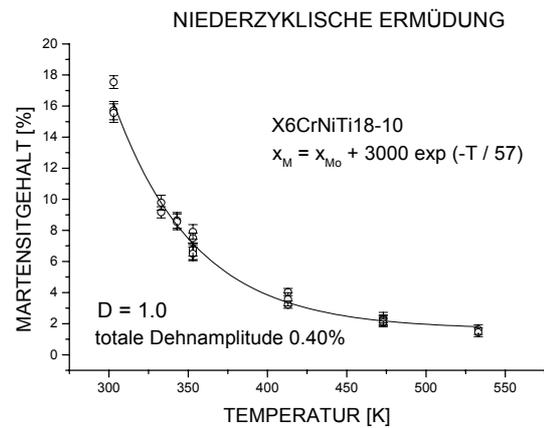


Abb. 39: Temperaturabhängigkeit der Martensitbildung bei niederzyklischer Ermüdung. Totale Dehnungsamplitude 0.40 %
 Frequenz 1.0, 0.5, 0.1 Hz
 Erschöpfungsgrad D=1.0.

2.3.4 Belastungsfrequenz

Temperaturabhängige Martensitwerte wurden bei unterschiedlichen Frequenzen von 0.1, 0.5, und 1.0 Hz und ansonsten gleichen Material- und Belastungsbedingungen ermittelt. In der Abbildung 40 sind die Ergebnisse für den Erschöpfungsgrad D=1.0 und die totale Dehnamplitude von 0.40 % dargestellt. Zur Auswertung der Daten wurde die Exponentialfunktion (7) genutzt. Die Ergebnisse verdeutlichen, dass die Belastungsfrequenz beim Umgebungsmedium Luft keinen Einfluss auf die Martensitbildung ausübt.

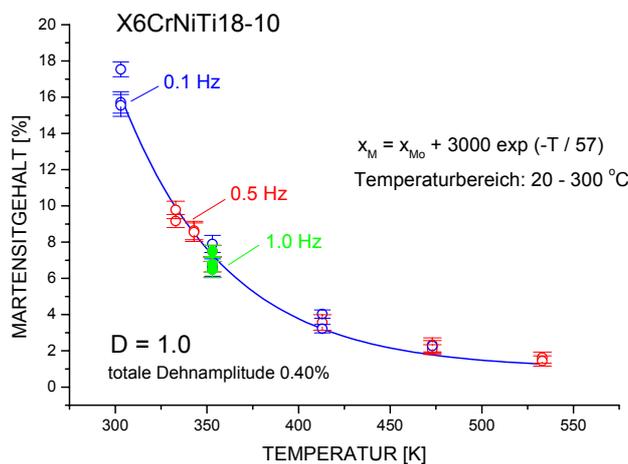


Abb. 40: Frequenzabhängigkeit der Martensitbildung bei folgenden Material- und Belastungsbedingungen: Kaltverformter Materialzustand, Erschöpfungsgrad D=1.0, totale Dehnamplitude 0.40 %.

2.3.5 Fertungsverfahren und Wärmebehandlung

Für die Untersuchung des Einflusses der Fertigung und der Wärmebehandlung auf die Martensitbildung standen zwei unterschiedliche Materialausgangszustände zur Verfügung. Die Schmelzen 1 und 2 repräsentieren den lösungsgeglühten Materialzustand, der nach den kerntechnischen Vorschriften für den Einsatz austenitischer Rohrleitungen im Primärkreislaufes gefordert wird. Die mechanischen Kennwerte des lösungsgeglühten Zustandes werden der Auslegung der Rohrleitungen zugrunde gelegt. Das Material der Schmelze 3 wurde kaltverfestigt und weist eine relativ hohe 0.2% Dehngrenze und eine geringe Bruchdehnung auf. Diese Eigenschaften stehen für bereits gealtertes Material, das seine Zähigkeit teilweise eingebüsst hat. Auch kann in den Wärmeinflusszonen (WEZ) von austenitischen Schweißnähten ein mehr oder weniger grosser Abfall der Zähigkeit auftreten. Da der Grad der Verfestigung auf keinen konkreten Material- und Belastungsfall eingestellt ist, soll der Materialzustand der Schmelze 3 allgemein als gealtertes Material gelten.

Die Ergebnisse der Martensitbestimmung an allen Probenserien in Abhängigkeit der Lastwechselzahl sind in Abbildung 41 zusammengestellt. Alle hier dargestellten Ermüdungsversuche wurden bei einer totalen Dehnamplitude von 0.40 % und bei einer Temperatur von 80 °C (1.0 Hz) durchgeführt. Es sind Messwerte für Erschöpfungsgrade von 0.4 bis 1.0 eingetragen. Im kaltverformten Material wurde ein Martensitgehalt im Ausgangszustand von 0.7 – 1.5 vol.% ermittelt.

Die Martensitbildungsraten für die beiden Materialzustände waren überraschenderweise sehr unterschiedlich. Der Effekt des Materialausgangszustandes auf die Martensitbildung erwies sich als sehr bedeutend. Wesentlich mehr Martensit wurde in den Proben der Schmelze 3 gebildet als in den Proben der Schmelzen 1 und 2. Während die lösungsgeglühten Proben am Lebensdauerende nur etwa 3 vol.% Martensitanteil aufwiesen, brachten es die kaltverfestigten Proben auf 9 vol.% Martensit. Die Lastwechselzahl (Lebensdauer) bis zur technischen Risseinleitung sank von 26000-63000 für den lösungsgeglühten Zustand auf 8500-12300 für das kaltverfestigte Material. Für beide Materialzustände wurde eine lineare Korrelation von Martensitgehalt und Lastwechselzahl gefunden, d.h. die Martensitbildung vollzog sich kontinuierlich von den ersten Lastwechseln an bis zur Rissiniierung. Schlussfolgernd kann festgestellt werden, dass zur Beurteilung des Martensitgehaltes in den Ermüdungsproben oder am Bauteil der Materialausgangszustand bekannt sein muss. Diese Einschätzung kann mittels Bestimmung der 0.2%-Dehngrenze aus dem Zugversuch erfolgen. Bei gealtertem Material muss mit einer erhöhten Martensitbildungsrate gerechnet werden.

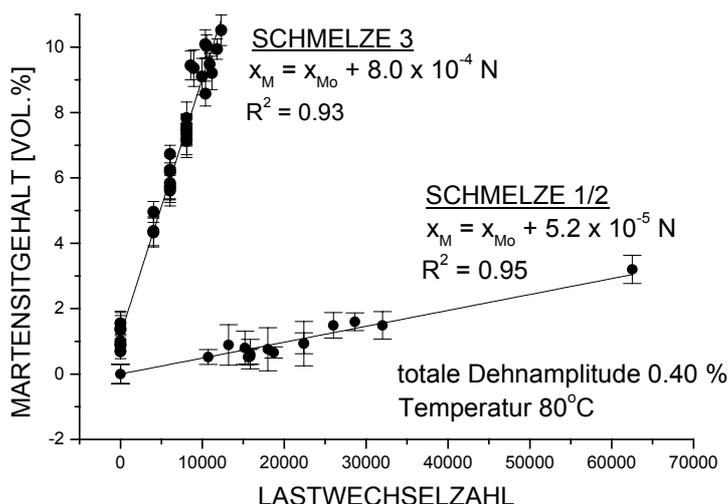


Abb.41: Martensitbildung bei niederzyklischer Ermüdung für verschiedene Materialausgangszustände des austenitischen rostfreien Stahls X6CrNiTi18-10

2.5 DETEKTION DES MARTENSITS MITTELS MAGNETISCHER METHODEN

2.5.1 Beschreibung der magnetischen und magnetinduktiven Messtechnik

Im Projekt wurde ein neues Labor für magnetische Diagnoseverfahren eingerichtet. Folgende Messplätze und Verfahren wurden aufgebaut und stehen für Messungen zur Verfügung:

- Permeabilitätsmessung mittels Handprüfgerät FERROMASTER®
- Restfeldmessung mittels 3-D-FLUXGATE und SQUID (Superconducting QUantum In-terference Device)- Magnetometer
- Wirbelstromimpedanz-Messungen mittels GMR (Giant Magneto Resistance)- Messtechnik

Die Sensoren sind zum Teil komplementär und geben aufgrund des jeweiligen physikalischen Prinzips Informationen über unterschiedliche Materialkennwerte. Um auch kleinste ferromagnetische Ausscheidungen detektieren zu können, welche sich im Anfangsstadium des Ermüdungsvorganges oder unter höheren Temperaturen bilden, wurden hochempfindliche Magnetfeldsensoren wie Fluxgate, SQUID und GMR eingesetzt. Die Abbildung 42 liefert eine Übersicht über die spektralen Magnetfeldempfindlichkeiten der verwendeten wie auch anderer bekannter Magnetfeldsensoren. Die verwendeten Messtechniken werden nachfolgend im Detail beschrieben.

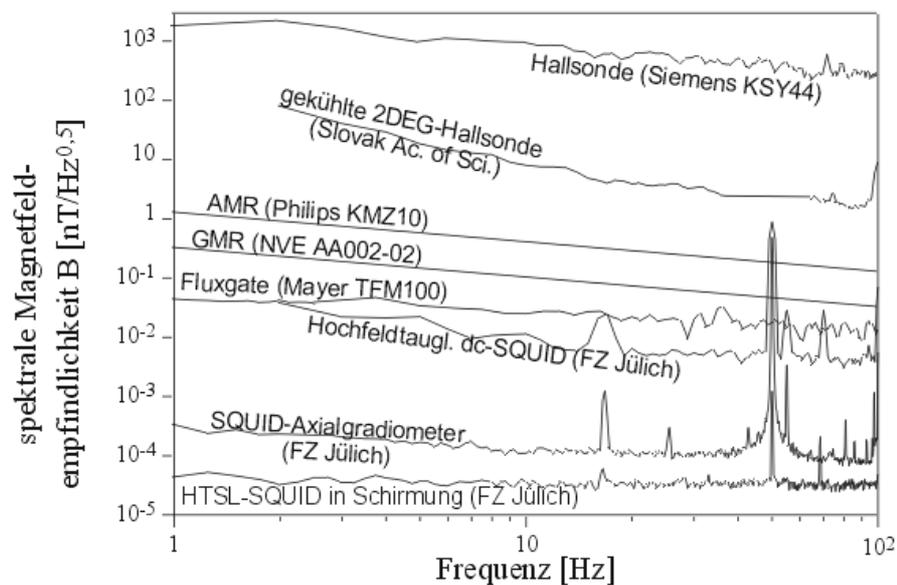


Abbildung 42: Spektrale Magnetfeldempfindlichkeit für verschiedene Magnetfeldsensoren [20]

a) Permeabilitätsmessung mittels Handprüfgerät FERROMASTER®

Handprüfgeräte zur Ferritgehaltmessung in austenitischen Stählen sind Stand der Technik seit ca. 1970. Je nach Verwendung der austenitischen Stähle werden für den Ferritgehalt bestimmte Grenzwerte gefordert. So ist z.B. in Schweissnähten und Auftragsschweissungen ein Ferritgehalt zwischen 2 und 5 % erwünscht, während bei Druckgefässen für die Harnstoffsynthese der Ferritgehalt kleiner 0.5 % sein soll. Da der in der Technik zu messende Ferritgehalt in der gleichen Grössenordnung liegt wie der Gehalt an deformations-induziertem Martensit in den Ermüdungsproben, kann das Messprinzip auch in den FEVER-Untersuchungen genutzt werden.

Die entwickelten Geräte arbeiten nach unterschiedlichen Verfahren. Meist erfolgt eine direkte Messung der Permeabilität (magnetische Leitfähigkeit) bei grossen Magnetfeldstärken bis hin zur magnetischen Sättigung um 800 A/cm. Ausgenutzt wird die Beobachtung, dass die Permeabilität austenitischer Stähle bis zu einem Ferritgehalt von etwa 20 % nahezu linear ansteigt. Das im Projekt FEVER verwendete Ferritoskop der Firma Stefan Mayer, Deutschland, arbeitet nach dem Prinzip der indirekten Bestimmung der Permeabilität über den Effekt der Feldverzerrung eines Gleichfeldes [33]. Ein einpoliger Taster als Sensor enthält einen Dauermagneten und zwei Aufnahmespulen, die als sogenannte Förster-Sonden arbeiten. Enthält das Werkstück Teilchen einer magnetischen Phase kommt es beim Aufsetzen des Sensors zur Ablenkung der Feldlinien des Gleichfeldes. Die Förster-Sonden messen nun die axiale Feldkomponente des gestörten Gleichfeldes, wobei deren Grösse mit steigendem Gehalt der magnetischen Phase zunimmt.

Die Abbildung 43 zeigt das Handprüfgerät FERROMASTER®, das aus dem Sensor mit kugelförmiger Kontaktfläche (rechter Bildabschnitt) und dem elektronischen Anzeigegerät besteht. Die Geräteeichung muss bei der Martensitmessung nicht am Werkstück selbst erfolgen, sondern wird anhand speziell erzeugter Eichproben durchgeführt.



Abb. 43: Handprüfgerät zur Messung der magnetischen Permeabilität bestehend aus Sensor (Dauermagnet und Förster-Sonde) und Anzeigegerät

b) Restfeldmessung mittels 3-D-FLUXGATE und SQUID (Superconducting QUantum Interference Device)- Magnetometer

Eine Methode, Informationen über die Menge ferromagnetischer Ausscheidungen (z.B. Martensit) im paramagnetischen Austenit zu erhalten, bietet die Restfeldmessung (Remanenz). Dazu werden die Proben bis zur magnetischen Sättigung magnetisiert und anschliessend wird das Restfeld mit empfindlichen Magnetfeldsensoren gemessen. Grösse und Form des Remanenzfeldes geben Auskunft über die Menge und Verteilung des Martensites.

Der Messplatz zur Bestimmung des magnetischen Restfeldes besteht aus einem Manipulator, der die Ermüdungsprobe mäanderförmig in einer horizontalen Ebene bewegt, einem empfindlichen Magnetfeldsensor sowie einer Steuer- und Auswerte-Elektronik. Als Sensoren kamen sowohl sogenannte Fluxgate- als auch SQUID-Aufnehmer zum Einsatz. Da beim Fluxgate-Sensor nur die in Richtung der Spulenkern verlaufende Komponente des Gleichfeldes zur Wirkung kommt, kann das zu messende Feld nach Grösse und Richtung bestimmt werden. Beim SQUID-Sensor wurde prinzipiell nur eine Feldkomponente gemessen. SQUID weist jedoch im Vergleich zum Fluxgate eine höhere Magnetfeldstärke-Empfindlichkeit auf (ca. eine Grössenordnung), die allerdings nur bei extrem kleinen Anteilen der magnetischen Phase benötigt wird.

Der Fluxgate-Sensor ist eine hochempfindliche Sonde zum Messen von Magnetfeldern. Er arbeitet nach dem Prinzip der sogenannten Förstersonden. Förster entdeckte 1939 eine Methode zur Messung von magnetischen Gleichfeldern, die von ihm zur Entwicklung einer sehr empfindlichen Messsonde benutzt wurde. Zwei hochpermeable Kerne tragen je eine Primär- und eine Sekundärwicklung. Die Primärwicklungen sind gegeneinander geschaltet. Fliesst durch diese ein Wechselstrom, so wird in den Spulenkernen ein magnetisches Wechselfeld erzeugt. Bei Anwachsen der momentanen Feldstärke während eines Wechsels wird in dem einen Kern eine positive Magnetisierung und im anderen eine negative Magnetisierung auftreten. Die Summe beider Magnetisierungen ist bei jedem Momentanwert der Feldstärke Null. Wird dem Wechselfeld ein Gleichfeld überlagert, so wird die Magnetisierung in einem Kern verstärkt und im anderen geschwächt. Addiert man nun die erhaltenen Magnetisierungskurven für jeden Momentanwert, ergibt sich eine Kurve mit einem resultierenden Maximum. Die Grösse der resultierenden Magnetisierung ist dem zu messenden, überlagerten Gleichfeld proportional, so dass dieses Verfahren zur absoluten (differenziellen) Messung kleinster Magnetfelder herangezogen werden kann. In den FEVER-Untersuchungen wurde ein 3-Achsen-Fluxgate vom Typ FL3-100 der Firma Stefan Mayer Instruments, Deutschland, verwendet. Die Fluxgate-Messanordnung ist in Abbildung 44 dargestellt.

Der empfindlichste Magnetfeldsensor ist der Supraleitende QUanten-Interferenz-Detektor (SQUID). Die Funktionsweise eines SQUID basiert auf den physikalischen Effekten Supraleitung, Meissner-Ochsenfeld-Effekt, Magnetische Flussquantisierung und Josephson-Tunnelung von sog. Cooper-Paaren. Die magnetische Flussquantisierung erlaubt es, einzelne Flussquanten ($\Phi_0 = 2 \cdot 10^{-15} \text{Tm}^2$) zu messen, woraus die unübertroffene Empfindlichkeit des SQUID resultiert. Der Nachteil dieses Messprinzips ist die zum Erreichen der Supraleitung erforderliche Kühlung, welche einen Kryostaten erfordert und somit zu einem relativ grossen Messsystem führt (Abbildung 45). Verwendet wurde ein Hochtemperatur-Radiofrequenz-SQUID (HTSL-rf-SQUID) der Jülicher SQUID GmbH mit YBaCuO als Hochtemperatursupraleiter. Das Instrument ist als sog. Vektorgradiometer ausgeführt, d.h. es misst lediglich Felddifferenzen und gibt somit keine Auskunft über die absolute Grösse des Magnetfeldes. Die SQUID-Messanordnung ist in Abbildung 45 dargestellt.



Abb. 44: Messanordnung des Restfeldverfahrens mit Fluxgate-Sensor, Manipulator und Messelektronik.

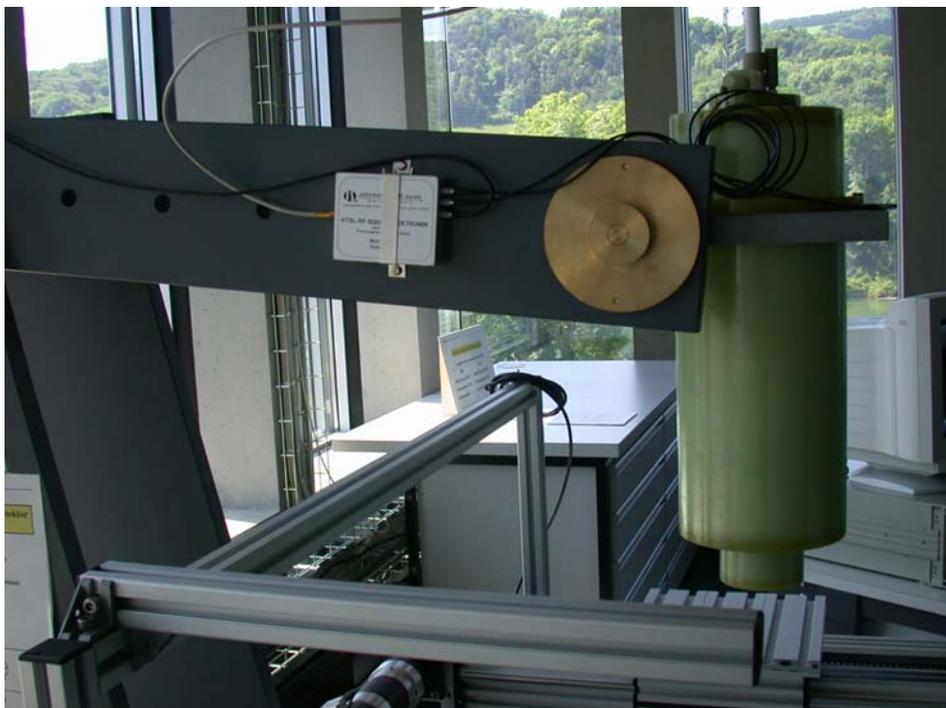


Abb.45: Messanordnung des Restfeldverfahrens mit SQUID-Sensor, Kryostat, Manipulator und Messelektronik

c) Wirbelstromimpedanz-Messungen mittels GMR-Messtechnik

Das Phänomen des Giant Magnetoresistiven Widerstandes (GMR) wurde 1988 von einer Gruppe um Fert in der Universität Paris entdeckt. Das Phänomen, welches in dünnen, anisotropen Sandwichstrukturen von ferromagnetischen und antiferromagnetischen Schichten beobachtet wird, besteht darin, dass sich der elektrische Widerstand in Abhängigkeit eines externen Magnetfeldes stark ändert. Der GMR-Effekt ist theoretisch noch nicht vollständig verstanden. Dennoch haben die auf diesem physikalischen Phänomen beruhenden GMR-Sensoren heute grosse Bedeutung, insbesondere in der Technik der Datenspeicherung. Näheres zur Funktion von GMR-Sensoren kann z.B. in [34] gefunden werden.

Der für unsere Untersuchungen verwendete GMR-Sensor (Abb. 46) zeichnet sich durch hohe Messempfindlichkeit und Signaldynamik, geringe Temperaturabhängigkeit des Messwertes sowie durch kleine Baugrösse aus. Er wird in einer Wirbelstromanordnung betrieben, d.h. das magnetische Wechselfeld eines Jochmagneten induziert in der Probe Wirbelströme, welche ihrerseits ein Magnetfeld erzeugen. Der GMR-Sensor misst das resultierende Magnetfeld an der Probenoberfläche. Aus Speisestrom und GMR-Signal wird von der Messelektronik die frequenzabhängige Impedanz berechnet. Die Impedanz ist im Wesentlichen von der Frequenz f , der elektrischen Leitfähigkeit σ und der magnetischen Permeabilität μ_r abhängig. Die Auswertung gestaltet sich schwierig, da σ und μ_r von vielen Parametern unterschiedlich stark abhängen (Tabelle 3).

Tabelle 3: Einflussgrössen auf die Wirbelstromimpedanz nach [35]

Einflussgrösse	El. Leitfähigkeit σ	Magn. Permeabilität μ_r
Chem. Zusammensetzung	++	+
Mischkristall-Zusammensetzung	+	+
Gefüge, Korngrösse	-	++
Mischgefüge-Zusammensetzung	+	+
Ausscheidungen	-	++
Einschlüsse, Poren	-	+
Innere Spannungen	+	++
Anisotropie	-	+
Mikrorissfelder	+	+
Verformungsgrad	-	+
Dendriten im Stahl	-	-
δ -Ferrit im Austenit	+	++
α -Martensit im Austenit	+	++

Einfluss: (-) unwesentlich, (+) gering, (++) starke

GMR-Kombisensor

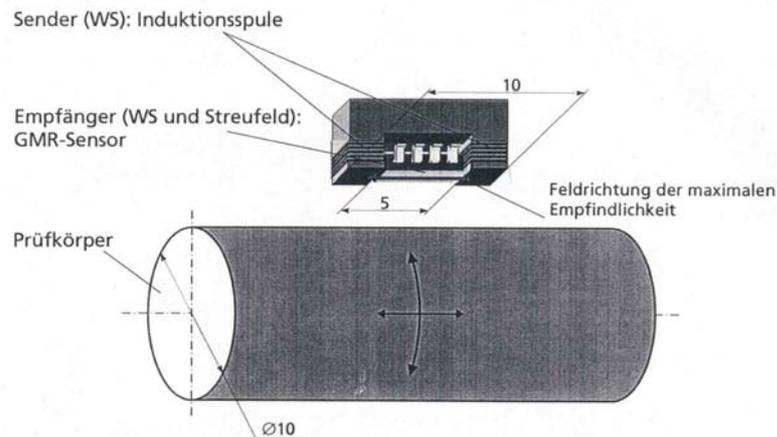


Abb. 46: Schema einer Messanordnung bestehend aus Wirbelstrom-Induktionsspule, GMR-Sensor und Probenkörper

Eine wichtige Größe bei der Wirbelstromprüfung ist die Eindringtiefe δ der induktiven Anregung bzw. die Dicke der geprüften Materialschicht. Die Eindringtiefe δ ist abhängig von der Prüffrequenz f , der elektrischen Leitfähigkeit σ_{el} und der magnetischen Permeabilität μ_r , es gilt:

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi \sigma_{el} f \mu_0 \mu_r}} \quad (8)$$

Für die untersuchten Austenite ergibt sich für die Prüffrequenz von 1kHz eine Eindringtiefe von ca. 5 mm.

Für die Bestimmung des Martensitgehaltes in den Ermüdungsproben, wurde ein spezieller Manipulator gebaut, der ein Abscannen der Oberfläche der Probe mittels GMR-Sensor ermöglicht. (Abbildung 47). Ein auf Rollen geführter Sensorschlitten ist notwendig, der über die zu prüfende Oberfläche fährt und garantiert, dass während der Messung der Abstand des Sensors zur Probenoberfläche konstant bleibt (Abb. 48). Zum Kalibrieren der Messtechnik wurde ein Probensatz mit bekanntem Martensitgehalt verwendet.



Abb. 47: Wirbelstromimpedanz- Messplatz mit Manipulator und GMR-Sensor

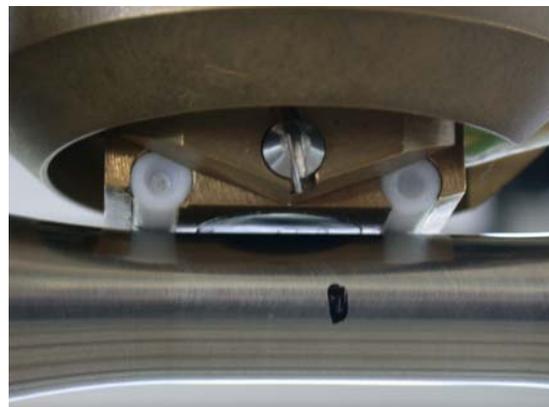


Abb. 48: GMR-Sensor und Aufnehmerschlitten zum Abscannen der Ermüdungsproben

2.5.2 Permeabilitätsmessungen mittels Ferromaster

Durch Bestimmung der magnetischen Permeabilität μ_r bzw. der Suszeptibilität $\chi = \mu_r - 1$ können Änderungen des magnetischen Verhaltens festgestellt werden. Die Bestimmung der absoluten Grösse der jeweiligen Permeabilität ist bei Anwendung des Feldverzerrungsverfahrens (Ferromaster) nicht direkt möglich. Die Bestimmung der Permeabilität erfolgt über spezielle Eichproben. Mit dem Ferromaster kann die Permeabilität im Bereich von $1 < \mu_r < 2$ bestimmt werden.

Messungen mittels Ferromaster wurden an allen Proben der Serie 3 durchgeführt, einschliesslich auch der Zugproben. In Anlehnung an die Neutronendiffraktometrie-Messungen, bei denen die Probe kontinuierlich um die Achse rotierte, wurde beim Einsatz des Ferromasters ein Mittelwert aus 12 unterschiedlichen Messpositionen bestimmt (3 axiale Positionen mit jeweils 4 Messungen am Umfang). Die Abbildung 49 zeigt die an den Zugproben gemessene Suszeptibilität in Abhängigkeit der totalen Dehnung. Es konnte ermittelt werden, dass zwischen der magnetischen Kenngrösse Suszeptibilität und der angelegten Dehnung ein linearer Zusammenhang besteht. Da der mittels Neutronendiffraktometrie bestimmte Martensitgehalt ebenfalls nahezu linear von der Dehnung abhängt, besteht eine einfache lineare Beziehung zwischen Suszeptibilität und Martensitgehalt. In Abbildung 50 ist die Korrelation für das Untersuchungsmaterial angegeben. Anhand der einfachen Messung der Suszeptibilität lässt sich innerhalb einer gewissen Streubreite der Martensitgehalt, der bei quasistatischer Beanspruchung entstanden ist, bestimmen.

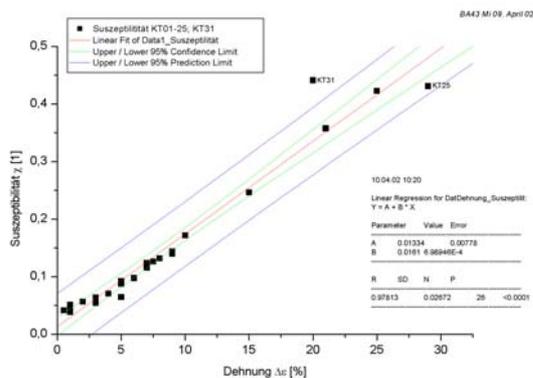


Abb.49: Zusammenhang der magnetischen Suszeptibilität und der während der quasistatischen Beanspruchung angelegten totalen Dehnung.

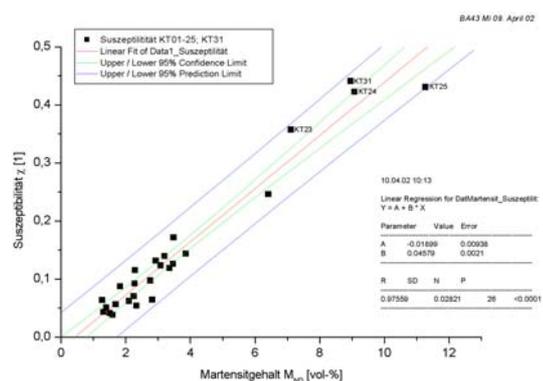


Abb.50: Zusammenhang der magnetischen Suszeptibilität und des Martensitgehaltes, der unter quasistatischen Lastbedingungen erzeugt wurde.

Für die Ermüdungsproben erfolgten die Messungen an dem Temperatur- (FT-Proben) und Zyklenzahl-Probensatz (P- und PN-Proben) der Serie 3, deren Ergebnisse in den Abbildungen 51 und 52 dargestellt sind. Es ergaben sich einfache lineare Zusammenhänge zwischen der magnetischen Suszeptibilität und dem Martensitgehalt bzw. der Lastwechselzahl. Für die untersuchten Material- und Lastbedingungen lassen sich somit innerhalb eines gewissen Streubandes aus der Suszeptibilitätsmessung der gebildete Martensitgehalt und die zugeordnete Lastwechselzahl bestimmen. Anzumerken ist, dass die Suszeptibilität bereits im Anlieferungszustand des Materials grösser Null sein kann.

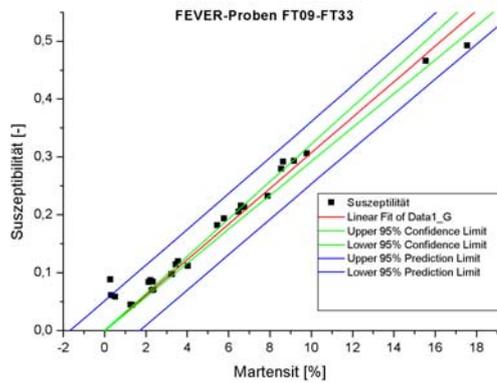


Abb.51: Abhängigkeit der magnetischen Suszeptibilität vom Martensitgehalt, der bei Ermüdungsbeanspruchung mit einer totalen Dehnamplitude von 0.40 % und bei unterschiedlichen Temperaturen erzeugt wurde.

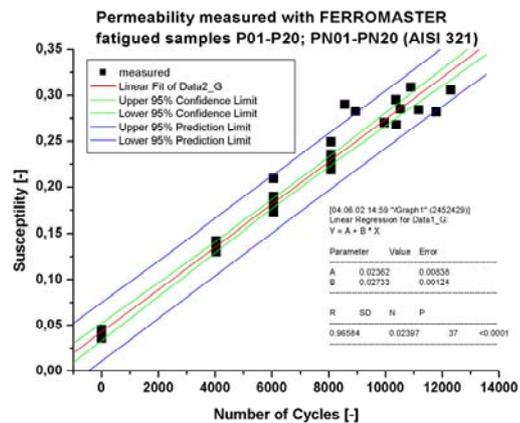


Abb. 52: Abhängigkeit der magnetischen Suszeptibilität von der Lastwechselzahl aus Ermüdungsversuchen bei der totalen Dehnamplitude von 0.40 % und Temperatur von 80 °C (1.0 Hz) bei unterschiedlichen Erschöpfungsgraden

Die Änderung der Permeabilität während des Ermüdungsversuches wurde mittels In-situ-Messung bestimmt. Der Sondenkopf des Ferromasters wurde über eine speziell gefederte Halterung an die Ermüdungsprobe angekoppelt. Die Messwerte wurden periodisch am Anzeigergerät abgelesen. Deshalb war es nicht möglich, im Nulldurchgang der Dehnung zu messen. Die Abbildung 53 zeigt beispielhaft eine In-situ-Messung der magnetischen Suszeptibilität während des Ermüdungsversuches. Auch bei der In-situ-Messung konnte eine mit der Zyklenzahl lineare Zunahme der magnetischen Suszeptibilität beobachtet werden.

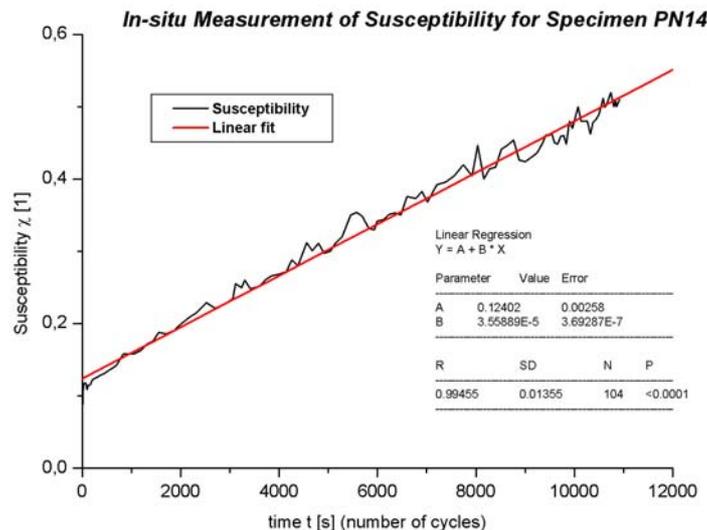


Abb. 53: In-situ-Messung der magnetischen Suszeptibilität in Abhängigkeit der Lastwechselzahl während eines Ermüdungsversuches

2.5.3 Messung der Restfeldstärke mittels Fluxgate- und SQUID-Detektoren

Mit der Messung der Restfeldstärke (Remanenz) können kleinste ferromagnetische Phasenanteile gemessen werden, falls die Messungen in einer magnetisch abgeschirmten Umgebung erfolgt. Diese Anforderung kann nur im Prüflabor erfüllt werden. Dort werden Remanenzmessungen für grundlegende Untersuchungen eingesetzt. Insbesondere für die einfache Probengeometrie unserer Ermüdungsproben kann die Restfeldstärke als Mass für den mittleren Martensitgehalt verwendet werden. Ein Vorteil der Methode besteht darin, dass der Martensit berührungslos und in relativ grossen Entfernungen vom Prüfstück (100 mm) detektiert werden kann. Der Nachteil ist die vor der Messung durchzuführende Magnetisierung mit relativ starken Magnetfeldern.

In Übereinstimmung mit Modellrechnungen, in denen die Probe als Stabmagnet mit konstanter Magnetisierung angenommen wurde, befindet sich der Ort der maximalen axialen Feldkomponente B_x in der Mitte der Probe. In der Abbildung 54 sind beispielhaft Messungen an verschiedenen Proben der Serie 1 gezeigt, die beim linienförmigen Überfahren der Probe aufgenommen wurden. Der Verlauf der radialen Feldkomponente B_z ist in Abbildung 55 dokumentiert. Hier wird ein Nulldurchgang in Probenmitte registriert. Nach entsprechender Kalibrierung können die Maximalwerte sowohl der axialen als auch der radialen Feldkomponente zur Martensitbestimmung eingesetzt werden. Beispiele für Messungen der axialen und radialen Feldkomponente in einer Abtastebene zeigen die Abbildungen 56 und 57. Die dargestellten Feldverteilungen erfolgten an einer Kalibrierungsprobe mit einem Martensitgehalt von 9 vol.% in einem Abstand von Messebene zur Probe von 110 mm. Die zusätzliche Aufnahme der Feldverteilung in tangentialer Richtung (y-Koordinate) ermöglicht eine genauere Bestimmung der Maximalwerte der Feldkomponenten.

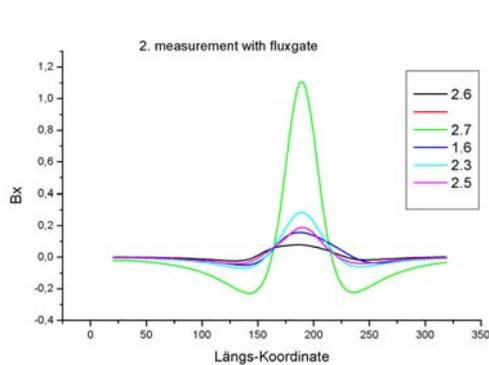


Abb.54: Linienförmiges Überfahren der Ermüdungsprobe in einem Abstand von 110 mm. Verlauf der axialen Feldkomponente an Proben mit unterschiedlichen Martensitgehalt

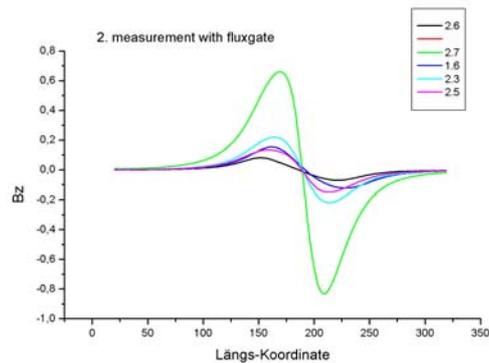


Abb.55: Linienförmiges Überfahren der Ermüdungsprobe in einem Abstand von 110 mm. Verlauf der radialen Feldkomponente an Proben mit unterschiedlichen Martensitgehalt

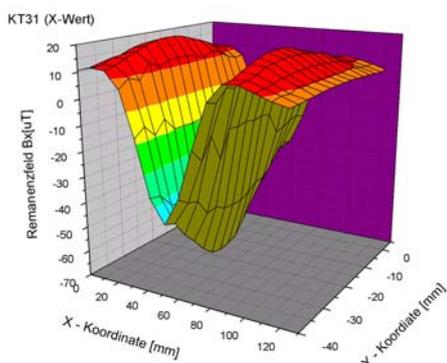


Abb. 56: Feldverteilung der axialen Komponente an einer Kalibrierungsprobe

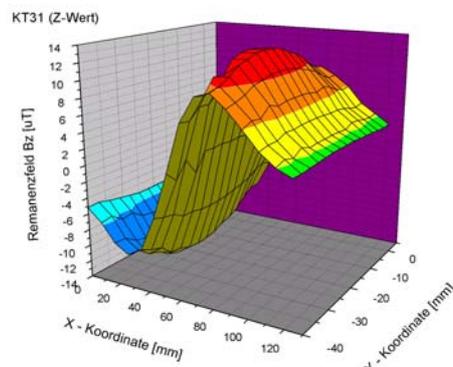


Abb.57: Feldverteilung der radialen Komponente an einer Kalibrierungsprobe

Die Probensätze FT (Temperaturproben) und P/PN (Lastwechselzahlproben) wurden mittels Fluxgate-Magnetometer ausgemessen. Vor der Remanenzmessung wurden die Proben in einer Spule mit einer Feldstärke von 112 kA/m in Längsrichtung bis zur magnetischen Sättigung magnetisiert. Zur Auswertung wurde der Maximalwert der axialen Feldkomponente verwendet. Die Abbildung 58 zeigt die maximale Restfeldstärke B_x in Funktion des Martensitgehalts. Für die FT-Proben sind auch die Resultate für den entmagnetisierten Zustand eingetragen. Auffallend ist die sehr gute Reproduzierbarkeit welche durch 1. und 2. Messung der PN-Proben belegt wird. Es konnte ermittelt werden, dass der erwartete lineare Zusammenhang zwischen Feldstärke und Martensitgehalt besteht. Der Unterschied zwischen den Messungen der PN- und FT-Proben, die für denselben Martensitgehalt unterschiedliche Werte der Remanenzfeldstärke ergaben, kann zur Zeit nicht erklärt werden. Durch die im Projekt DIAGNOSTIK geplanten Messungen der vollständigen Umagnetisierungskurve (magn. Hystereseschleife) wird der Effekt näher untersucht.

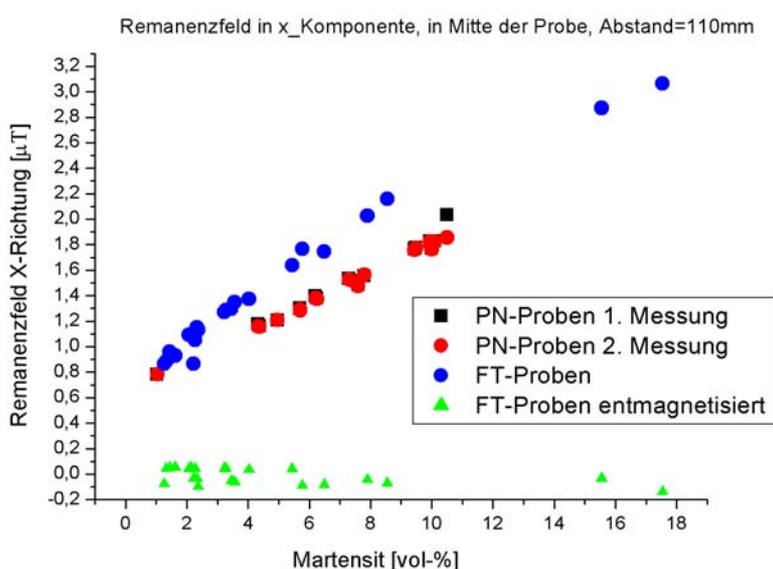
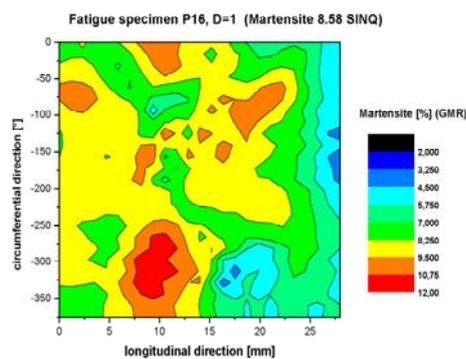


Abb.58: Zusammenhang von Restfeldstärke (Maximalwert der axialen Komponente) und Martensitgehalt an Ermüdungsproben der Serie 3

2.5.4 Messung der Wirbelstromimpedanz mittels GMR- Magnetometer

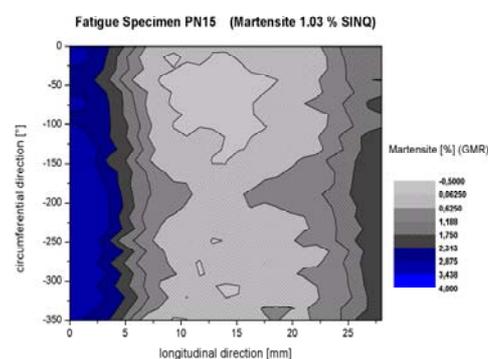
Die Bestimmung des Martensitgehaltes mit Hilfe der Wirbelstrom-Impedanz ist vielversprechend, da neuartige Hochtechnologie-Sensoren (GMR) hohe Empfindlichkeit und gute Ortsauflösung versprechen. Für den praktischen Einsatz ist von Nachteil, dass das Bauteil vor einer Messung entmagnetisiert werden muss. Wird ein Bauteil, welches etwa mit einem Magnet in Berührung gekommen ist, nicht vollständig entmagnetisiert, so wird das Messresultat erheblich verfälscht. Hinzu kommt, dass das GMR-Messsystem nicht nur für den interessierenden Martensit empfindlich ist, sondern auch auf diverse andere Parameter wie beispielweise auf den Abstand vom Sensor zur Probe reagiert. Dieser Schwierigkeit begegnet man damit, dass mit speziellen Algorithmen (z.B. Ritz-Methode) das System auf nur eine interessierende Zielgrößen kalibriert wird. Für unsere Messungen wurde das GMR-Messsystem mittels Kalibrierproben auf den Martensitgehalt eingestellt. Somit war es möglich, den Martensit an der Probenoberfläche direkt zu bestimmen. In den Abbildungen 59 und 60 sind Beispiele für GMR-Messungen an einer ermüdeten und nicht ermüdeten Probe mit 8.58 vol.% bzw. 1.03 vol.% Martensit dargestellt. Die Bilder geben Auskunft über die Martensitverteilung in der Probe. Während der Martensit im Ausgangszustand relativ homogen über der Oberfläche verteilt ist, bildeten sich bei der Ermüdungsbeanspruchung Stellen mit hoher

Martensitkonzentration heraus. Der technische Riss, der sich in der Ermüdungsprobe ausbildete, konnte mittels GMR-Sensor gut nachgewiesen werden (dunkelrote Stelle am unteren Bildrand). Der technische Riss lag genau in der Probenmitte (Position 10 mm an der x-Achse). In seiner Umgebung bildet sich am meisten Martensit (siehe auch Abb.25). Im zylindrischen Messbereich von 20 mm (Position 0-20 mm an der x-Achse) kam es zu lokal sehr unterschiedlicher Martensitkonzentration. Diese inhomogene Martensitverteilung an der Probenoberfläche ohne ausgewiesene Vorzugsrichtungen deutet darauf hin, dass unterschiedliche Mechanismen der Martensitbildung an der Oberfläche und im Probenvolumen ablaufen. Insbesondere die Rolle der für die Ermüdung typischen Mikrorissbildungen an der Oberfläche auf die Martensitbildung ist durch mikrostrukturelle Untersuchungen und Modellrechnungen abzuklären (Projekt DIAGNOSTIK). Der abfallende Martensitgehalt am rechten Bildrand entspricht dem Probenbereich mit ansteigendem Querschnitt ausserhalb des Messbereiches.



P16, D=1, MD_SINQ=8.6 %

Abb.59: Martensitverteilung an der Oberfläche einer Probe, die bis zur technischen Rissentstehung ermüdet wurde.



PN15, D=0, MD_SINQ=1.0 %

Abb.60: Martensitverteilung an der Oberfläche einer Probe im Ausgangszustand

Analog zur In-situ-Messung der Permeabilität konnte auch die Wirbelstrom-Impedanz während des Ermüdungsversuches gemessen werden. Die Abbildung 61 zeigt den mittels GMR-Messtechnik bestimmten Martensitgehalt, der während eines Ermüdungsversuches bei 80 °C (1.0 Hz) in den ersten 1000 Lastwechsel gemessen wurde. Der starke Anstieg des Martensitgehalts in den ersten 300 Lastzyklen war überraschend und stimmte nicht mit dem Ergebnis der Ferromaster-Messung überein. Das verdeutlicht einmal mehr, dass die GMR-Wirbelstrom-Messsignale sehr sensibel auf verschiedenste Einflussgrößen der geometrischen und physikalischen Versuchsbedingungen reagieren und die Kalibrierung auf nur eine Zielgrösse Schwierigkeiten bereitet. In dem starken Anstieg des gemessenen Martensitgehaltes zu Beginn des Ermüdungsversuches wird ein Temperatureffekt vermutet, da sich die Probe bei der Belastungsfrequenz von 1.0 Hz von Raumtemperatur auf 80 °C erwärmt (siehe Kapitel 2.2.1). Weitere In-situ-Versuche bei niedrigeren Frequenzen werden zur Abklärung dieses Effektes beitragen (Projekt DIAGNOSTIK).

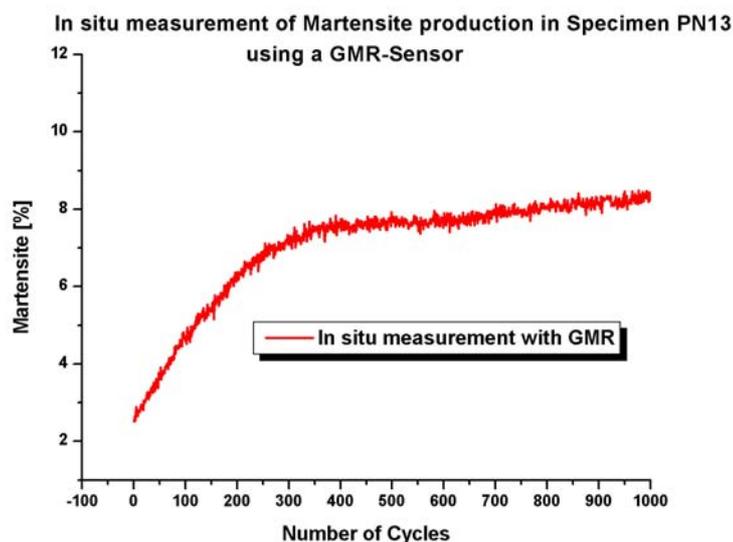


Abb. 61: In-situ-Messung des Martensitgehaltes während eines Ermüdungsversuches bei 80 °C (1.0 Hz) mittels GMR-Messtechnik

2.6 DISKUSSION DER ERGEBNISSE

a) Mikrostrukturelle Untersuchungen

Die mikrostrukturellen Erkenntnisse basierten auf den Untersuchungen der Metallographie sowie der Neutronen- und Röntgendiffraktometrie (SINQ, ESRF Grenoble).

An den metallographischen Schlifften konnten die Martensitstrukturen und deren Verteilung in den Ermüdungsproben qualitativ bestimmt werden. Martensit wurde ausschliesslich in lattenförmigen Strukturen gefunden, die als typische Form des α' -Martensits anzusehen sind. Die Martensitverteilung im Querschliff von Serie 3 war charakterisiert durch einen kompakten Kern und anschließende Ringe, deren Dichte zum Probenrand hin abnahm. Im Längsschnitt zeigte sich der Martensit konzentriert in Längsstreifen. Räumlich gesehen kam der Martensit in einem zentralen kompakten Zylinderkern vor, der von Zylinderschalen umgeben war. Zwischen den Schalen wurde kein Martensit gefunden. Auch an der Oberfläche war relativ wenig Martensit vorhanden. Diese Strukturen sind wohl als typische Erscheinung des Stangenmaterials anzusehen. Dort wurde durch das Warm- oder Kaltziehen eine Textur in die Austenitmatrix eingebracht, die sich bei der Martensitentstehung abbildete, da der Martensit zunächst in den für die Umwandlung kristallographisch günstig gelegenen Körnern entstand. Bei grösseren Erschöpfungsgraden wurde die Martensitverteilung als zunehmend homogener beobachtet. Eine quantitative Bestimmung des Martensits mittels metallographischer Methoden führte zu sehr grossen Streuungen in den Messungen. Der Martensit war farblich schwer zu markieren, da oft andere Strukturen, wie z.B. Austenitkorngrenzen, TiC-Ausscheidungen, Schlacken und Gleitlinien, dem Martensit überlagert waren. Dennoch lieferten die metallographischen Untersuchungen wichtige Informationen über die Art, Form und Verteilung des Martensits, die wichtige Hinweise für die Durchführung der Neutronen- und Röntgenbeugungsexperimente erbrachten. Eine Bestimmung des Martensitgehalts in den Ermüdungsproben war mit den bisher erprobten Metallographie-Techniken nicht möglich.

Mit der Neutronendiffraktometrie wurde ein Verfahren gefunden, mit dem es möglich war, sehr genau den Martensitgehalt in einem definierten Probenvolumen zu bestimmen. Dabei konnte auch über eine Blende der Messbereich eingeschränkt werden, was eine Längsabtastung der Ermüdungsprobe ermöglichte. Bei den Messungen war es unbedingt erforderlich, dass sich die Probe kontinuierlich um ihre Achse drehte, um die inhomogene Martensitverteilung auszugleichen. Die Neutronendiffraktometrie ist eine verifizierte Methode zur Phasenanalyse in Stählen und wurde

demzufolge als Referenzmethode zur Martensitbestimmung für die zerstörungsfreien Prüfverfahren eingesetzt. Die Durchführung der Messungen am Neutronendiffraktometer DMC (SINQ) war teilweise zeitaufwendig und bedurfte der Antragstellung. Darum war eine sehr gute Planung der einzelnen Projektphasen notwendig.

Neutronendiffraktometrie-Experimente wurden auch zur Texturanalyse durchgeführt. Zunächst konnte gezeigt werden, dass in der austenitischen Matrix eine ausgeprägte Textur vorlag, die sich wahrscheinlich infolge der Fertigung des Stangenmaterials ausbildete. Auch konnte die Fasertextur des deformations-induzierten Martensits bestimmt werden. Durch Messungen der Textur an Proben mit unterschiedlichem Martensitgehalt wurde gezeigt, dass sich die Ausprägung der Textur mit steigender Martensitkonzentration zunehmend verliert. Texturmessungen sollten auch weiterhin durchgeführt werden, da ausgeprägte Texturen zu Messfehlern bei der Bestimmung des Martensitgehalts mittels Neutronendiffraktometrie führen können.

Eine vollständige Übersicht der Martensitverteilung an Längs- und Querschnitten von Proben wurde mit der Methode der Röntgendiffraktometrie mittels Synchrotronlicht (ESRF Grenoble) erreicht. Allerdings beschränkte sich die Methode auf den unmittelbaren Oberflächennahbereich und war somit komplementär zur Metallographie. Der Vorteil gegenüber metallographischen Verfahren bestand darin, dass die Messungen quantitativ den Martensitgehalt ermitteln konnten. Der Aufwand zur Durchführung von Röntgendiffraktionsmessungen mittels Synchrotronlicht war hoch. Die Experimente mussten lange im voraus geplant und vorbereitet werden. Da in Zukunft an der SLS die Möglichkeit besteht, vergleichbare Messungen durchzuführen, sollten weitere Untersuchungen vorgesehen werden. Ziel sollte es sein, den Zeitaufwand für Messung und Auswertung zu senken. Mit den durchgeführten Versuchen konnte bestätigt werden, dass die Martensitkonzentration im Zentrum der Ermüdungsproben am höchsten war und sich mit zunehmendem Erschöpfungsgrad eine homogenere Martensitverteilung in den Proben einstellte.

b) Einflussgrößen auf die deformations-induzierte Martensitbildung

Als wesentliche Einflussgrößen auf die Martensitbildung ergaben sich aus den Untersuchungen die Temperatur und der Materialausgangszustand. Um zukünftig aus dem Martensitgehalt auf den Erschöpfungsgrad schliessen zu können, bedarf es deshalb einer Reihe von Materialkennlinien. Zunächst ist die grundlegende Abhängigkeit des Martensitgehaltes von der Lastwechselzahl für die relevanten Materialausgangszustände zu ermitteln. Für den Fall dickwandiger Rohrleitungen im Primärkreislauf von Kernkraftwerken ist nur der warmgefertigte und lösungsgeglühte Materialzustand zu berücksichtigen, da die grossen Wanddicken keine andere Fertigung zulassen. Wenn auch dünnere Rohre in Sicherheitssystemen in Betracht kommen, muss der kaltgefertigte und lösungsgeglühte Materialzustand mit untersucht werden. In den FEVER-Untersuchungen liessen sich die Materialzustände durch die 0.2%-Dehngrenze gut unterscheiden. Es erscheint demnach auch möglich, Materialkennlinien für speziell gealtertes Material oder Schweißnahtwerkstoffe aufzustellen und eine Unterscheidung durch die 0.2%-Dehngrenze vorzunehmen. In diesen Fällen wären dann wenige Zugversuche zur Unterscheidung notwendig.

Zusätzlich werden Temperatur-Kurven benötigt, die den Zusammenhang des Martensitgehaltes und der Temperatur beschreiben. Hier müssen eine Vielzahl von Kurven erstellt werden, da die Temperaturabhängigkeit vom Materialausgangszustand, der beaufschlagten Dehnungsamplitude und vom Erschöpfungsgrad beeinflusst wird. Messungen des Martensitgehaltes bei Temperaturen unter Raumtemperatur führen zu einem besseren Fit der Daten und sollten generell mit ermittelt werden. Die Entwicklung eines Werkstoffmodells zur Martensitbildung, das alle Einflussgrößen auf die Temperaturabhängigkeit berücksichtigt, wäre von grosser Bedeutung und könnte die Anwendung der Methode wesentlich beschleunigen.

Die realen Beanspruchungen an den Rohrleitungen setzen sich aus Temperatur- und Dehnungszyklen zusammen, die meistens nicht synchron ablaufen. Deshalb müssen weitere Untersuchungen zeigen, welchen Einfluss die Belastungsgeschichte (variable Dehnamplitude, variable Temperatur etc.) auf Martensitbildung und Lebensdauer haben und ob die akkumulierte plastische Dehnung ein zuverlässiges Mass für die Bauteilbeurteilung ist.

c) Detektion des Martensits mittels magnetischer Methoden

Mit allen angewendeten zerstörungsfreien Messmethoden konnten die magnetischen Veränderungen nachgewiesen werden, die sich als Folge der verformungs-induzierten Martensitbildung im metastabilen austenitischen Stahl X6CrNiTi18-10 unter den gegebenen Ermüdungs-Versuchsbedingungen einstellten. Für Laborproben konnte gezeigt werden, dass ein eindeutiger, monotoner Zusammenhang zwischen Martensitgehalt und der gemessenen magnetischen Kenngrösse besteht. Bezüglich der Anwendbarkeit der verschiedenen Methoden gibt es jedoch Unterschiede.

Die Messung der magnetischen Permeabilität mit Hilfe des Handprüfgerätes Ferromaster ist eine einfache und billige Messmethode. Der lineare Zusammenhang zwischen Martensitgehalt und Permeabilität erlaubt es, auf den Erschöpfungsgrad zu schliessen. Der Messbereich des Ferromasters deckt die beim untersuchten Stahl auftretenden Permeabilitätsänderungen für die beschriebenen Versuchsbedingungen vollständig ab. Neben der Einfachheit des Messverfahrens gibt es weitere Vorteile beim Einsatz des Ferromasters. Das magnetische Gleichfeld des Gerätes erfasst grosse Materialdicken, so dass ganze Wandstärken von Rohrleitungen analysiert werden können. Die grösste Empfindlichkeit hat Ferromaster bei Stahl in einer Tiefe von 10 mm. Dabei liegt die laterale Auflösung innerhalb eines Millimeters und erlaubt somit auch das Detektieren von inhomogenen Martensitverteilungen. Bezüglich Oberflächenbeschaffenheit des Prüfobjektes sind keine besonderen Anforderungen zu erfüllen. Vor der Messung mittels Ferromaster wird ein Entmagnetisieren des Prüflings empfohlen. Da der Sensorkopf relativ gross im Vergleich zu den Ermüdungsproben ist, muss mit einem Geometrieeffekt gerechnet werden, der bei der Übertragung auf Messungen an grösseren Bauteilen berücksichtigt werden muss. Das stellt jedoch kein prinzipielles Hindernis für den praktischen Einsatz dar, da das Problem durch Anfertigen eines Kalibriersatzes mit entsprechender Geometrie gelöst werden kann. Wie eine erste Messung gezeigt hat, liefert der Ferromaster auch bei In-situ-Messungen verlässliche Resultate und könnte als kontinuierliche Überwachung eingesetzt werden.

Auch Restfeldmessung mittels Fluxgate- und SQUID-Sensoren ergaben eine eindeutige Abhängigkeit der magnetischen Restfeldstärke vom Martensitgehalt. Das SQUID-Magnetometer ist das Verfahren mit der grössten Empfindlichkeit und der grössten Prüfgrössendynamik. Damit sind berührungslose Messungen im Abstand grösser 50 mm möglich. Für die Prüfpraxis könnte das bedeuten, dass Rohrleitungen untersucht werden könnten, ohne dabei die Isolation zu entfernen. Das würde zu erheblichen Kosteneinsparungen in der zerstörungsfreien Prüfung von Rohrleitungen führen. Aufgrund der notwendigen Kühlung und Isolierung des SQUID-Chip ergeben sich in der Praxis Einschränkungen bezüglich Handhabung des Gerätes und Zugänglichkeit zum Prüfstück. Auch ist die Messung in un abgeschirmter Umgebung problematisch und fehleranfällig. Zur Messung kleinster Martensitanteile, also in den Fällen, in denen der Einsatz eines SQUID gerechtfertigt ist, wird eine magnetische Abschirmung erforderlich.

Für viele Einsatzfälle würde jedoch die Empfindlichkeit der Fluxgate-Sensoren ausreichen, die weit über der Empfindlichkeit bisher eingesetzter Sensoren, wie Induktionsspulen und Hallsonden liegt. Das verwendete 3-Achsen Fluxgate-Messsystem ist einfach anzuwenden. Im Gegensatz zum SQUID-Sensor, der Magnetfelddifferenzen misst, erfasst das Fluxgate-Magnetometer das absolute Magnetfeld. Bei schwachen Restfeldern kann dieses jedoch durch die Umgebung stark verzerrt werden, so dass auch hier Messungen in einer abgeschirmten Umgebung empfohlen werden. Ein entscheidendes Hindernis bei der praktischen Anwendung des Restfeldverfahrens besteht jedoch generell in der erforderlichen Magnetisierung des Prüflings. Hierzu müssen bauteilspezifische Lösungen gesucht werden, anderenfalls bleibt die Methode auf das Labor beschränkt. Ein GMR-Sensor kann als Magnetometer zur Restfeldmessung oder als Empfänger des Wirbelstromsignals eingesetzt werden. Im Rahmen des Projekts wurde nur die zweite Variante erprobt. Es hat sich gezeigt, dass der GMR ein grosses Potential für die Werkstoffdiagnostik besitzt. Allerdings müssen auch hier gewisse Bedingungen erfüllt sein. Die wichtigste Einschränkung besteht in den Schwierigkeiten bei der Kalibrierung des Systems. Die Eigenschaften der Kalibrierproben müssen bezüglich Material- und Belastungsbedingungen mit den Bedingungen am zu prüfenden Bauteil übereinstimmen. Da der GMR auf mehrere Parameter empfindlich ist, müssen diese entweder konstant gehalten oder die Messsignale entsprechend der verschiedenen Einflüsse ge-

trennt werden. Sehr vorteilhaft ist, dass die Wirbelstrommessungen nicht durch externe Magnetfelder gestört werden und damit die Abschirmung des Prüflings entfällt. Bei entsprechender Oberflächenbeschaffenheit und Geometrie des Prüflings kann dieser mittels einer Verfahrensvorrichtung abgetastet werden, um so eine magnetische Karte des Bauteils zu erstellen. Aufgrund der Abhängigkeit insbesondere der GMR-Impedanz von den Spannungszuständen im Material ist der Einsatz dieser Messtechnik nicht auf metastabile austenitische Stähle beschränkt. Insbesondere bei rein ferromagnetischen Werkstoffen wie ferritisch-perlitischen Stählen und paramagnetischen Werkstoffen wie Aluminium-Basis-Legierungen, die eine ausgeprägte Abhängigkeit der Versetzungsdichte und –struktur von der Lastspielzahl zeigen, ist der Einsatz der GMR-Wirbelstromtechnologie erfolversprechend.

3 Nationale Zusammenarbeit

Es bestehen enge Kontakte zur Eidgenössischen Materialprüfungs- und -forschungsanstalt EMPA in Dübendorf. Mit der Abteilung Festigkeit und Schadensanalyse werden Messtechnik und Erfahrungen auf dem Gebiet der Ermüdungsschädigung ausgetauscht. Weiterhin bestehen enge Beziehungen zur Abteilung der zerstörungsfreien Materialprüfung. Ein wissenschaftlicher Austausch aller Projekte der Kerntechnik findet im PSI Arbeitskreis „Nuclear Materials“ statt, der monatlich im PSI durchgeführt wird. Eine enge Zusammenarbeit besteht mit der Gruppe Fusionsmaterialien der EPFL. Mitarbeiter der Gruppe nutzen die PSI Geräte zur mechanischen Werkstoffprüfung und Metallographie. Mitarbeiter der EPFL stellen Wissen und Erfahrung zur Transmissionselektronenmikroskopie zur Verfügung.

4 Internationale Zusammenarbeit

Im Rahmen bilateraler Zusammenarbeit wurden Messungen des Martensitgehalts an folgenden Forschungseinrichtungen durchgeführt: ESRF Grenoble (F) mit Röntgendiffraktometrie (ROBL-Beamline des Forschungszentrums Rossendorf (DE)), Forschungszentrum Jülich (DE), Siempelkamp Dresden (DE) mit SQUID-Messtechnik, Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren (DE) mit GMR-Messtechnik, Universität Hannover (DE) mit einer speziellen Wirbelstromtechnik, Electricite de France (F) mit Messungen der thermoelektrischen Kraft. In die PSI-Labors kamen Mitarbeiter von Siempelkamp (DE), IzfP (DE) und EdF (F) zu Gastmessungen.

Das Projekt Grete FIS5-1999-00280, das im 5. EU-Rahmenprogramm EURATOM Nuclear Fission durchgeführt wird, beschäftigt sich mit der Überwachung von Materialalterung in Kernkraftwerken, insbesondere der Überwachung der Strahlungsversprödung von Reaktordruckbehältern und der Überwachung von thermischer Ermüdung in Primärkreislauf-Rohrleitungen. Folgende Projektpartner nehmen daran teil: Electricité de France (F), Nuclear Reserach and Consulting Group (NL), VTT Technical Reserach Centre (FIN), Tecnatom (SP), Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren (DE), EC Joint Reserach Centre Petten (EC), AEA Technology (GB), CIEMAT (SP), Forschungszentrum Seibersdorf (A), Atomic Energy Research Institute (H), Universität Hannover (DE), Nuclear Research Institute Rez (CZ), Siempelkamp (DE), Institut National des Sciences Appliquees de Lyon (F), All-Russian Institute for Nuclear Power Plants Operation (RUS), Framatome ANP (DE).

Die Ergebnisse wurden an wissenschaftlichen Konferenzen vorgetragen [21-27].

Weiterhin werden aktuelle Forschungsergebnisse auf dem Gebiet der Alterungsüberwachung von Kernkraftwerkskomponenten in folgenden EU-Netzwerken bzw. Arbeitsgruppen ausgetauscht:

- AMES (Ageing Materials Evaluation and Studies)
- NESC (Network for Evaluating Steel Components)
- OECD NEA CSNI IAGE (Working Group on Integrity and Ageing of Components and Structures)

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die Zielsetzung des Projektes FEVER bestand darin, an einem konkreten Anwendungsfall mikrostrukturelle Veränderungen zu identifizieren, die den Ermüdungsprozess auslösen, beeinflussen oder begleiten und die einhergehende Änderung der physikalischen Eigenschaften mittels zerstörungsfreier Methoden zu messen. Aufgrund der grossen Bedeutung für die Sicherheit und Verfügbarkeit der Kernkraftwerke wurde als Anwendung die niederzyklische Ermüdung in Rohrleitungen des Primärkreislaufes ausgewählt, die bei An- und Abfahrvorgängen sowie im Teillastbetrieb infolge von Temperaturschichtungen und anderen Strömungsphänomenen auftritt. Bisher erfolgt die Ermüdungsüberwachung mit der Kontrolle der Beanspruchungen am Bauteil durch Temperatur- und Dehnungsmessungen und mit zerstörungsfreien Verfahren zur Detektion technischer Risse (> 3-5 mm). Die Untersuchungen in FEVER sollten Wege aufzeigen, dass es prinzipiell möglich ist, direkt am Bauteil eine umfassende Materialzustandsanalyse vorzunehmen. Es wurde untersucht, ob die deformations-induzierte Martensitbildung, die bei Ermüdung in den rostfreien austenitischen Rohrleitungsstählen unter bestimmten Bedingungen auftritt, als Alterungsindikator genutzt werden kann. Für die Material- und Versuchsbedingungen in FEVER (Stahl X6CrNiTi18-10, Serie 1,2 lösungsgeglüht, Serie 3 kaltverformt, beaufschlagte totale Dehnamplitude 0.40 %, Temperaturbereich 20-260 °C) konnte nachgewiesen werden, dass ein linearer Zusammenhang besteht zwischen dem Martensitgehalt und der Lastwechselzahl bei Ermüdung. Das ermöglichte die Ermittlung des Erschöpfungsgrades aus dem Martensitgehalt. Dabei hing die Martensitbildungsrate vom Materialausgangszustand ab. Es ist demzufolge notwendig, Kennlinien für die relevanten Materialzustände aufzustellen. Für den betrachteten Anwendungsfall kam nur der lösungsgeglühte Ausgangszustand in Frage, da die Fertigung der dickwandigen Rohren keine andere Möglichkeit zulässt. In FEVER wurde die Martensitbildung nur bei einer konstanten Dehnungsamplitude untersucht. Die realen Beanspruchungen an den Rohrleitungen setzen sich aus Temperatur- und Dehnungszyklen zusammen, die meistens nicht synchron ablaufen. Deshalb müssen weitere Untersuchungen zeigen, welchen Einfluss die Belastungsgeschichte (variable Dehnamplitude, variable Temperatur etc.) auf Martensitbildung und Lebensdauer haben und ob die akkumulierte plastische Dehnung ein zuverlässiges Mass für die Bauteilbeurteilung ist. Solche Untersuchungen werden im Projekt Diagnostik vorgeschlagen.

Eine wesentliche Einflussgrösse auf die Martensitbildung stellte die Temperatur dar. Für die untersuchten Material- und Versuchsbedingungen konnte ermittelt werden, dass sich der Zusammenhang von Martensitgehalt mit steigender Temperatur sehr gut mit einer abfallenden Exponentialfunktion beschreiben lässt. Die Parameter dieser Funktion hängen jedoch vom Materialausgangszustand, der beaufschlagten Dehnamplitude und vom Erschöpfungsgrad ab. Um aus dem Martensitgehalt am Bauteil auf den Erschöpfungsgrad schliessen zu können, müssen die wesentlichen Temperaturen und Dehnungen am Bauteil bekannt und die entsprechenden Martensit-Temperatur-Kurven bestimmt sein. Die Entwicklung eines Werkstoffmodells, das alle wesentlichen Einflussgrössen auf die Martensitbildung berücksichtigt, d.h. chemische Zusammensetzung des Stahls, Ausgangsversetzungsdichte, Dehnungsamplitude und Temperatur, würde den experimentellen Aufwand reduzieren und die praktische Anwendung wesentlich beschleunigen. Erste Schritte in diese Richtung sind unternommen und werden im Projekt DIAGNOSTIK verstärkt.

Für die mikrostrukturellen Untersuchungen wurden metallographische Methoden sowie Beugungsverfahren auf der Basis von Neutronen- und Synchrotronstrahlung eingesetzt. Die Metallographie ergab qualitative Informationen zu Art, Form und Verteilung des Martensits in den Ermüdungsproben. Es wurde ausschliesslich lattenförmiger Martensit beobachtet, der als typische Struktur des α' -Martensits gilt. Der Martensit war in einem zylindrischen Kern um die Probenachse konzentriert, der von Zylinderschalen mit Martensit umgeben war, deren Dichte zur Oberfläche hin abnahm. Diese Strukturen sind wohl als typische Erscheinung des Stangenmaterials anzusehen. Eine quantitative Bestimmung des Martensitgehalts mittels metallographischer Methoden war nicht möglich. Mit der Neutronendiffraktometrie wurde eine Methode gefunden, mit der eine genaue Bestimmung des Martensitgehalts in den Ermüdungsproben möglich war. Da die Neutronendiffraktometrie als Methode zur Phasenanalyse verifiziert ist, wurden die Messungen als Referenz für die zerstörungsfreien magnetischen Methoden verwendet. Die Messungen mit der Methode der Rönt-

gendiffraktometrie auf der Basis von Synchrotronlicht ermöglichten Übersichtsaufnahmen der Martensitverteilung in den metallographischen Quer- und Längsschliffen mit einer quantitativen Auswertung. Es konnte beobachtet werden, dass mit zunehmendem Martensitgehalt die Verteilung des Martensits in den Ermüdungsproben homogener wurde. Der Aufwand für Messung und Auswertung war hoch. Da zukünftig vergleichbare Messungen an der SLS möglich sein werden, sollte sich der Aufwand reduzieren lassen. Jede der eingesetzten Methoden zur Mikrostrukturanalyse trug zum Gesamtverständnis bei. Solange die magnetischen Methoden nicht zur Martensitbestimmung verifiziert sind, ist es unerlässlich, Neutronendiffraktionsmessungen durchzuführen. Metallographie und Röntgendiffraktometrie sind sich ergänzende Methoden und sollten auch im Projekt DIAGNOSTIK weiterhin eingesetzt werden.

Zur Detektion des Martensitgehaltes mittels zerstörungsfreier magnetischer Methoden wurden ein einfaches Handprüfgerät zur Bestimmung der magnetischen Permeabilität (Ferromaster), Fluxgate- und SQUID-Magnetometer zur Messung der Restfeldstärke nach vorheriger Magnetisierung sowie ein GMR-Messsystem zur Bestimmung der Wirbelstromimpedanz eingesetzt. Das Handprüfgerät Ferromaster erwies sich als sehr vorteilhaftes und praktisches Messmittel. Ein Vorteil neben der einfachen Handhabung besteht darin, dass die Messgrösse ferromagnetische Anteile in relativ grossen Tiefen erfasst (grösste Empfindlichkeit in Stahl bei einer Tiefe von 10 mm), so dass die Werte der Permeabilität auf den Martensitgehalt aus der Neutronendiffraktometrie bezogen werden können. Die Messung mit Ferromaster ergab einen linearen Zusammenhang der magnetischen Permeabilität mit dem Martensitgehalt. Die Fluxgate- und SQUID-Sonden sind sehr empfindliche Sensoren zur Magnetfeldmessung und wurden im Projekt zur Messung der Restfeldstärke eingesetzt. Ein Nachteil für den praktischen Einsatz des Restfeldverfahrens besteht darin, dass das Bauteil vorher örtlich, z.B. mit sogenannten Jochmagneten, magnetisiert werden muss. Weiterhin ist eine magnetische Abschirmung der Sensoren und im Falle von SQUID, eine Kühlung mit flüssigen Stickstoff notwendig, was die Handhabbarkeit und die Zugänglichkeit zum Bauteil erschwert. Deshalb wird ihr Einsatz wohl auf das Labor beschränkt bleiben. Die magnetische Messgrösse Restfeldstärke ist direkt an den Martensitgehalt gekoppelt und erfasst auch tieferliegende ferritische Anteile. Die Untersuchungen ergaben einen linearen Zusammenhang von Restfeldstärke und Martensitgehalt. Die genannten Nachteile von Fluxgate und SQUID bestehen für das GMR-Messsystem nicht. Deshalb hat es gute Chancen für einen praktischen Einsatz. Der GMR-Sensor wurde in FEVER zur Messung der Wirbelstromimpedanz genutzt. Da die Messgrösse auf diverse mikrostrukturelle und geometrische Parameter empfindlich ist, müssen diese entweder konstant gehalten oder die Messsignale entsprechend der verschiedenen Einflüsse getrennt werden. Je nach Prüffrequenz bleibt die Information auf den mehr oder weniger tiefen Oberflächenbereich begrenzt. Falls die Möglichkeit des Abfahrens der Oberfläche gegeben ist, kann eine magnetische Karte erstellt werden. Diese Möglichkeit wurde in FEVER genutzt, um die Martensitverteilung an der Oberfläche der Ermüdungsproben zu ermitteln. Dabei wurde beobachtet, dass in den Rissbereichen eine starke Martensitkonzentration vorlag. Demnach löste die Entstehung des technischen Risses zusätzliche Beiträge an Martensitumwandlungen aus. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass unter gewissen Einschränkungen eine Bauteilbewertung und Ermüdungsfrüherkennung mittels zerstörungsfreier magnetischer Prüfmethoden möglich ist. Unter den Voraussetzungen, dass der Materialausgangszustand und die Belastungsbedingungen bekannt sind, wird aus einer materialspezifischen Bewertungskennlinie, die den Zusammenhang von akkumulierter Belastung und magnetischer Messgrösse beschreibt, der Erschöpfungsgrad für den aktuellen Wert der magnetischen Kenngrösse abgelesen. Die Bestimmung der materialspezifischen Bewertungskennlinien erfordert einen entsprechend hohen Aufwand. In DIAGNOSTIK sind Messungen an neuwertigen und ermüdeten Rohrleitungsstücken im Labor und auch direkt im Kernkraftwerk mit Ferromaster und GMR-Messtechnik vorgesehen (Kernkraftwerk Gösgen).

6 Literatur

- [1] M. Cohen, E.S. Machlin, V.G. Paranjpe, Thermodynamics of the Martensitic Transformation, American Society Metals, Metals Park, 1950
- [2] L. Kaufmann, M. Cohen, Progress in Metal Physics 7 (1958) 165
- [3] U. Dehlinger, Theoretische Metallkunde, Springer Verlag Berlin, 1955
- [4] E. Hornbogen und M. Thumann, Die martensitische Phasenumwandlung und deren werkstofftechnische Anwendung, DGM Verlag, Düsseldorf, 1986
- [5] E. Scheil, Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie 207 (1932) 21
- [6] K. Mathieu, Mitteilungen des Kaiser-Wilhelm-Institut für Eisenforschung 24 (1942) 243
- [7] T. Angel, Formation of Martensite in Austenitic Stainless Steels, J. Iron and Steel Institute 177 (1954) 165
- [8] D.C. Ludwigson, J.A. Berger, Plastic Behaviour of Metastable Austenitic Stainless Steels, Journal of the Iron and Steel Institute 1 (1969) 63
- [9] G.B. Olson and M. Cohen, Kinetics of Strain-Induced Martensitic Nucleation, Metallurgical Transactions A, 6A (1975) 791
- [10] T. Susuki, H. Kojima, K. Susuki, T. Hasimoto, M. Ichihara, An Experimental Study of the Martensite Nucleation and Growth in Austenitic Stainless Steels, Acta Metallurgica, 25 (1977) 1151
- [11] S.S. Hecker, M.G. Stout, K.P. Staudhammer, J.L. Smith, Effects of Strain State and Strain Rate on Deformation-Induced Transformation in 304 Stainless Steel, Metallurgical Transactions A, 13A (1982) 619
- [12] G.R. Chanani, S.D. Antolovich, Low-Cycle Fatigue of a high strength metastable austenitic steel (called TRIP), Metallurgical Transactions, 5 (1974) 217
- [13] D. Hennessy, G. Steckel, C. Altstetter, Phase Transformation of Stainless Steel during Fatigue, Metallurgical Transactions A, 7A (1974) 415
- [14] G. Baundry, A. Pineau, Influence of Strain-Induced Martensitic Transformation on the Low-Cycle Fatigue Behaviour of a Stainless Steel, Mater. Sci. Eng. 28 (1977) 229
- [15] M. Bayerlein, H.-J. Christ und H. Mughrabi, Plasticity Induced Martensitic Transformation during Cyclic Deformation of AISI 304L Stainless Steel, Mater. Sci. Eng. A 114 (1989) 11
- [16] R.G. Teteruk, H.J. Maier, H.-J. Christ, Fatigue-Induced Martensitic Transformation in Metastable Stainless Steels, „Low-Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials“, ed. by K.-T. Rie and P.D. Portella, Elsevier Science Ltd., 1998
- [17] H.-J. Basler, D. Eifler, Characterisation of Plasticity-Induced Martensite Formation During Fatigue of Austenitic Steel, „Low-Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials“, ed. by K.-T. Rie and P.D. Portella, Elsevier Science Ltd., 1998
- [18] M. Cherkaoui, M. Berveiller, X. Lemoine, Couplings between Plasticity and Martensitic Phase Transformation: Overall Behavior of Polycrystalline TRIP Steels, International Journal of Plasticity, 16 (2000) 1215
- [19] H.-J. Basler, Wechselverformungsverhalten und verformungsinduzierte Martensitbildung bei dem austenitischen Stahl X6CrNiTi18-10, Dissertation, Universität Kaiserslautern, 1999
- [20] M.A. Lang, Zerstörungsfreie Charakterisierung des Wechselverformungsverhaltens und der verformungsinduzierten Martensitbildung bei dem austenitischen Stahl X6CrNiTi18-10 mittels empfindlicher Magnetfeldsensoren, Universität der Saarlandes, Saarbrücken, 2000

- [21] D. Kalkhof, Nondestructive Testing Methods for Monitoring of Material Degradation, IAEA Specialists Meeting, Petten, The Netherlands, 10 - 12 March 1999
- [22] D. Kalkhof, M. Grosse, M. Niffenegger, D. Stegemann, U. Gampe, Microstructural Investigations and Monitoring of Low-Cycle Fatigue Degradation in Metastable Austenitic Steel, Int. Conf. on Nondestructive Evaluation in Relation to Structural Integrity, New Orleans, USA, 24 -26 May 2000
- [23] D. Kalkhof, M. Grosse, M. Niffenegger, D. Stegemann, W. Weber, Microstructural Investigations and Monitoring of Degradation of LCF Damage in Austenitic Steel X6CrNiTi18-10, Proceedings of the 1st Int. Conf. on „Fatigue of Reactor Components“, Napa, USA, July 31 – August 2, 2000, EPRI 1006070 (2001)
- [24] M. Grosse, M. Niffenegger, D. Kalkhof, Monitoring of Low-Cycle Fatigue Degradation in X6CrNiTi18-10 Austenitic Stainless Steel, J. of Nuclear Materials 296 (2001) 305
- [25] D. Kalkhof, M. Grosse, M. Niffenegger, Monitoring of Fatigue Degradation in Austenitic Stainless Steels, 2nd Int. Conf. on „Fatigue of Reactor Components“, Snowbird, USA, 29-31 July 2002
- [26] D. Kalkhof, M. Niffenegger, M. Grosse, G. Bart, Influence of Cycle Number, Temperature and Manufacturing Process on Deformation-Induced Martensite in Meta-Stable Austenitic Stainless Steels, Int. Symposium. „Contribution of Materials Investigation to the Resolution of Problems Encountered in Pressurized Water Reactors“, Fontevraud, France, 23-27 September 2002
- [27] D. Kalkhof, M. Grosse, M. Niffenegger, Monitoring of Fatigue Degradation in Austenitic Stainless Steels, Int. Conf. „Fatigue and Durability Assessment of Materials, Components and Structures, Queens' College Cambridge, UK, 7-9 April 2003
- [28] http://www1.psi.ch/www_sinq_hn/SINQ/instr/DMC.html
- [29] G.E. Bacon, Neutron Diffraction, Clarendon Press, Oxford, 1975
- [30] E. Weck, E. Leistner, Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren, Band2: Farbätzung nach Beraha und ihre Anwendungen. Düsseldorf: Deutscher Verlag für Schweißtechnik, 1983
- [31] G. Fanninger, U. Hartmann, Physikalische Grundlagen der Quantitativen Röntgenographischen Phasenanalyse (RPA). Härterei Technische Mitteilungen HTM 27 (1972) 233
- [32] W. Matz et al., ROBL, a CRG Beamline for Radiochemistry and Materials Research at the ESRF. Journal Synchrotron Radiation, 6 (1999) 1076
- [33] F. Förster, Über Fortschritte der zerstörungsfreien Materialprüfung mit elektromagnetischen Verfahren, Zeitschrift Materialprüfung, 4 (1962) 397
- [34] P. Grünberg, Riesenmagnetowiderstand in magnetischen Schichtstrukturen, Physikalische Blätter, 51 (1995) 1077
- [35] R. Becker, Über die Prüfung auf Fehler in metallischen Werkstoffen und Bauteilen mittels eines zerstörungsfreien Mehrfrequenz-Wirbelstrom-Prüfverfahrens, Dissertation, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, 1980