



---

**Forschungszentrum Karlsruhe**  
Technik und Umwelt

---

**Wissenschaftliche Berichte**  
FZKA 6699

**Experimentelle Ergebnisse  
zum Kriechverhalten  
des Strukturwerkstoffes  
316-L (N)-DIN 1.4909 im  
niedrigen Spannungsbereich  
bei 550 ° und 600 °C  
(Abschlussbericht)**

**M. Schirra, A. Falkenstein, S. Heger**  
Institut für Materialforschung  
Programm Nukleare Sicherheitsforschung

Februar 2002

---



**Forschungszentrum Karlsruhe**

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6699

Experimentelle Ergebnisse zum Kriechverhalten  
des Strukturwerkstoffes 316-L (N)-DIN 1.4909 im  
niedrigen Spannungsbereich bei 550° und 600°C  
(Abschlussbericht)

M. Schirra, A. Falkenstein, S. Heger

Institut für Materialforschung

Programm Nukleare Sicherheitsforschung

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2002

**Als Manuskript gedruckt**  
**Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor**  
**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH**  
**Postfach 3640, 76021 Karlsruhe**  
**Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft**  
**Deutscher Forschungszentren (HGF)**  
**ISSN 0947-8620**

## Kurzfassung

### **Experimentelle Ergebnisse zum Kriechverhalten des Strukturwerkstoffes 316-L (N)-DIN 1.4909 im niedrigen Spannungsbereich bei 550° und 600°C (Abschlussbericht)**

Am Strukturwerkstoff 316-L (N) wurden Kriechversuche im auslegungsrelevanten niedrigen Spannungsbereich (150-60 MPa) durchgeführt. Die auch im internationalen Rahmen nur spärlich vorliegenden Daten ließen keine fundierte Aussage zum Kriechverhalten und den technisch wichtigen Zeit-Dehngrenzen zu, die für die Aufstellung zuverlässiger konstitutiver Auslegungsformeln zum Werkstoffverhalten notwendig sind.

In Ergänzung zu Zeitstandfestigkeitsuntersuchungen an diesem Stahl im T-Bereich 550-750°C bis zu 83 000 h wurden spezielle Kriechversuche mit gleichem Versuchsmaterial durchgeführt, die zwei Fragestellungen experimentell abdecken:

1. Das Kriechverhalten bei niedrigen, konstanten Spannungen unterhalb des bisher abgedeckten Spannungsbereiches bei 550 und 600°C.
2. Das Kriechverhalten bei ansteigender Spannung im Vergleich zu konstanter Spannung bei 600°C.

Die Kriechversuche mit konstanter Spannung mit Versuchszeiten bis 85 000 h zeigen, dass im auslegungsrelevanten Spannungsbereich 120-60 MPa ( $< R_{p0,2}$ ) eine deutlich geänderte Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_{p\min}$  vorliegt mit Spannungsexponenten von  $n = 5$  bzw.  $6$  (550° und 600°C), gegenüber  $n = 12,8$  bzw.  $10,5$  im Spannungsbereich  $> 120$  MPa. D.h., es treten deutlich höhere Kriechraten auf als vom höheren Spannungsniveau aus extrapoliert wurde und bisher internationaler Kenntnisstand war. Die kontinuierliche Registrierung des Kriechverlaufes erlaubte auch die Bestimmung der Zeit-Dehngrenzen von 0,01% bis 1% und die Anteile des primären und sekundären Kriechens.

Die Versuche mit ansteigender Spannung (10-150 MPa) zeigen im Vergleich zu den iso-stress-Versuchen bei Erreichen vergleichbarer Spannungsniveaus ein wesentlich geringeres Kriechen, woraus höhere äquivalente Spannungen für gleiche Dehnbeträge resultieren.

## Abstract

### **Experimental Results Regarding the Creep Behavior of 316-L (N)-DIN 1.4909 Structural Material in the Low-stress Range at 550 and 600°C (Final Report)**

The 316-L (N) structural material was subjected to creep experiments in the design-relevant low-stress range (150 - 60 MPa). In this range, data allowing statements to be made with regard to the creep behavior and technically relevant time-strain limits are rather scarce, also on the international level. Therefore, evaluation of creep data was considered to be absolutely necessary for setting up reliable constitutive equations for the material behavior.

Apart from creep rupture strength tests of this steel in the temperature range of 550 - 750°C over up to 83,000 h, special creep tests were performed to determine

1. The creep behavior at small, constant stresses below the stress range at 550 and 600°C covered so far.
2. The creep behavior at increasing stress as compared to constant stress at 600°C.

It was demonstrated by the creep tests at constant stress for periods of up to 85,000 h that the stress dependence of the minimum creep rate  $\dot{\epsilon}_{pmin}$  was changed considerably in the design-relevant stress range of 120 - 60 MPa ( $< R_{p0.2}$ ). Stress exponents amounted to  $n = 5$  or  $6$  (550 or 600°C) as compared to  $n = 12.8$  or  $10.5$  in the stress range of  $> 120$  MPa. Consequently, the existing creep rates were much higher than the values that had been extrapolated from the higher stress level. Continuous recording of the creep behavior also allowed to determine the time-strain limits of 0.01% to 1% and the fractions of primary and secondary creeping.

Compared to the isostress experiments, the experiments at increasing stress (10 - 150 MPa) exhibited much smaller creeping at comparable stress levels. This resulted in higher equivalent stresses at the same strain values.

**Resultados experimentales sobre el comportamiento de fluencia del material de estructura 316-L (N)-DIN 1.4909 en el campo de bajas tensiones a 550° y 600°C (Informe final)**

Sobre el material de estructura 316-L (N) se realizaron ensayos de fluencia en el campo de bajas tensiones, importante para la concepción (150-60 MPa). Los datos poco abundantes disponibles incluso al nivel internacional no permiten sacar conclusiones fundadas sobre el comportamiento de fluencia y los límites de alargamiento en función de tiempo, importante técnicamente, que se necesitan para establecer fórmulas de concepción constitutivas fiables sobre el comportamiento del material.

Para completar estudios de la resistencia a la fluencia hechos sobre este acero en el campo de T de 550-750°C hasta 83 000 h, se realizaron ensayos de fluencia especiales con material de ensayo igual, que cobren experimentalmente dos cuestiones:

1. El comportamiento de fluencia a bajas tensiones constantes inferiores al campo de tensiones cubierto hasta ahora, a 550 y 600°C.
2. El comportamiento de fluencia con tensión creciente, en comparación a una tensión constante a 600°C.

Los ensayos de fluencia hechos a tensión constante, con tiempos de ensayo de hasta 85 000 h muestran que en el campo de tensiones importante para la concepción, de 120-60 MPa ( $< R_{p0,2}$ ), se observa una variación claramente cambiada de la velocidad de fluencia mínima  $\dot{\epsilon}_{pmin}$  en función de la tensión, con exponentes de tensión de  $n = 5$  y  $6$  respectivamente (550° y 600°C), frente a  $n = 12,8$  y  $10,5$  respectivamente en el campo de tensiones  $> 120$  MPa. Esto quiere decir que aparecen velocidades de fluencia claramente mayores que las que se extrapolan a partir del nivel de tensiones más elevado y que conocen hasta ahora en el ámbito internacional. El registro continuo de la fluencia también permitía determinar los límites de alargamiento en función de tiempo de 0,01% hasta 1% y de las fracciones de fluencia primaria y secundaria.

Frente a los ensayos con tensión constante, los ensayos con tensión creciente (10-150 MPa) presentan una fluencia considerablemente inferior cuando se alcanzan niveles de tensión comparables, de lo que resultan tensiones equivalentes más elevadas para alargamientos iguales.

---

Résumé

**Résultats expérimentaux sur le comportement de fluage du matériau de structure 316-L (N)-DIN 1.4909 dans la gamme des faibles contraintes à 550° et 600°C (Rapport final)**

On a effectué des essais de fluage sur le matériau de structure 316-L (N), dans la gamme des faibles contraintes (150-60 MPa) importante pour la conception. Les données peu nombreuses disponibles même au niveau international ne permettaient pas de tirer des conclusions bien fondées sur le comportement de fluage et les limites d'allongement-temps, importantes techniquement et qui sont nécessaires pour établir des formules de conception constitutives fiables sur le comportement du matériau.

En complétant des études de la résistance au fluage, faites sur cet acier dans le domaine de T de 550-750°C jusqu'à 83 000 h, on a réalisé des essais de fluage spéciaux avec le même matériau d'essai qui couvrent expérimentalement deux questions:

1. Le comportement de fluage à de faibles contraintes constantes, inférieures à la gamme des contraintes couvertes jusqu'à présent, à 550 et 600°C.
2. Le comportement de fluage en fonction de l'augmentation des contraintes, par rapport à une contrainte constante à 600°C.

Les essais de fluage réalisés à une contrainte constante et à des durées d'essais allant jusqu'à 85 000 h montrent que dans la gamme des contraintes importante pour la conception, 120-60 MPa ( $< R_{p0,2}$ ), on observe une variation clairement différente de la vitesse de fluage minimale  $\dot{\epsilon}_{pmin}$  en fonction de la contrainte, avec des exposants de tension de  $n = 5$  et  $6$  respectivement (550° et 600°C), par rapport à  $n = 12,8$  et respectivement  $10,5$  dans la gamme des contraintes  $> 120$  MPa. Cela signifie qu'on a affaire à des taux de fluage sensiblement plus élevés que les valeurs extrapolées à partir du niveau de contrainte plus élevé et qui correspondaient jusqu'à présent à l'état des connaissances internationales. L'enregistrement continu du fluage permettait aussi de déterminer les limites d'allongement-temps de 0,01% à 1% et les parts de fluage primaire et secondaire.

Par rapport aux essais à contrainte constante, les essais à contrainte croissante (10-150 MPa), dès qu'un niveau de contrainte comparable est atteint, présentent un fluage considérablement plus faible, d'où des contraintes équivalentes plus élevées pour des allongements égaux.





# INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung .....	1
2	Versuchsmaterial und -programm .....	1
3	Versuchsdurchführung .....	3
4	Versuchsergebnisse.....	4
4.1	Kriechverlauf .....	4
4.2	Kriechgeschwindigkeit .....	5
4.3	Aktivierungsenergie des Kriechens.....	8
4.4	Zeit-Dehngrenzen.....	9
4.5	Anteile der Kriechbereiche.....	9
5	Auslegungskennwerte.....	10
6	Versuche mit ansteigender Last (=Spannung).....	10
7	Zusammenfassung.....	13
8	Literatur.....	14



# 1 Einleitung

Der in der Reaktortechnik häufig eingesetzte austenitische 17/12/2-CrNiMo-Stahl 316-L(N)-DIN 1.4909 wurde auch für das im europäischen Rahmen geplante Brüterprojekt (EFR) als Anlagenstrukturwerkstoff gewählt. Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten dieses Stahles ist im üblichen Spannungs- und Temperaturbereich experimentell gut untersucht [1-7]. Im FZK-IMF sind 3 Chargen im T-Bereich 500-750°C bis zu 70 000 h Standzeit untersucht worden [8, 9]. Im auslegungsrelevanten niedrigen Spannungsbereich bei 550° und 600°C ist allerdings ein deutlicher Mangel an Daten festzustellen. In [1] wurden die von französischer, deutscher und englischer Seite erarbeiteten Daten zusammengestellt und ausgewertet (incl. [8, 9]). Von 571 Versuchen aus 128 Chargen liegen bei 550° und 600°C im Spannungsbereich <150 MPa nur einzelne Werte von verschiedenen Chargen vor, so dass z.B. keine Aussage zur Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit oder der technisch wichtigen Zeit-Dehngrenzen möglich ist. Die Bestimmung von Kriechdaten für die Aufstellung zuverlässiger konstitutiver Auslegungsformeln zum Werkstoffverhalten wurde für unbedingt notwendig erachtet, und das Forschungszentrum/IMF erklärte sich bereit, spezielle Langzeitversuche im Rahmen des messtechnisch Möglichen durchzuführen. Im Anschluss an die in [8] beschriebenen Versuche wurden mit gleichem Versuchsmaterial zwei Fragestellungen experimentell abgedeckt:

1. Das Kriechverhalten bei niedrigen, konstanten Spannungen unterhalb des bisher abgedeckten Spannungsbereiches.
2. Das Kriechverhalten bei ansteigender Spannung im Vergleich zu konstanter Spannung.

Dieser Punkt kam in die Diskussion, weil bei englischen Untersuchungen an dem 15/15-CrNi-Stahl 1.4970 in Hüllrohrproben mit ansteigendem Innendruck z.B. die 0,2-Dehngrenzen früher erreicht wurden als wenn über die gesamte Versuchszeit die volle Maximalspannung wirksam gewesen wäre [10].

Dabei ist für die Bauteilauslegung nicht so sehr das Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit erforderlich, vielmehr ist für die Rechnungen der Kriechverlauf bei niedrigen Spannungen wichtiger, auch wenn in dem realisierbaren Versuchszeitraum nur Primärkriechen auftritt. Bei Versuchen in diesem niedrigen Spannungsbereich und kleinen Dehnbeträgen spielen Schadensmechanismen wie Poren und Risse keine Rolle, sondern Leerstellen, Versetzungen und Ausscheidungen (Strukturgrößen).

## 2 Versuchsmaterial und -programm

Die Versuche werden an der CRM-Charge 11477 (Creusot-Marrell) durchgeführt. Die bisher an dieser Charge ermittelten Zeitstandwerte können als Mittelwerte für diesen Stahltyp angesehen werden [8, 9]. Die Ergebnisse der KSW-Charge (Krupp) liegen allgemein etwas niedriger und die der NET-Charge (Creusot-Marrell) liegen etwas höher. Die Proben wurden aus 40 mm-Plattenmaterial entnommen.

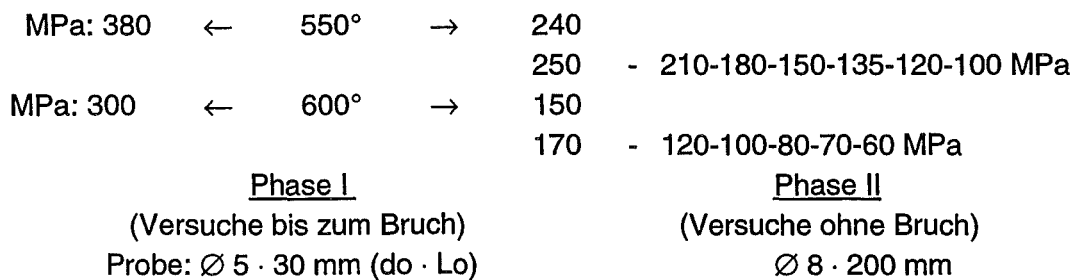
**Chemische Zusammensetzung**

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	N	Al	B
0.020	0.32	1.80	0.020	0.006	17.34	12.50	2.40	0.12	0.08	0.018	0.0014



Weitere Angaben zu diesem Stahltyp finden sich in [8, 19].

Für die Versuche mit konstanter Spannung wird bei 550°C der  $\sigma$ -Bereich 250 bis 100 MPa und bei 600°C der  $\sigma$ -Bereich 170 bis 60 MPa abgedeckt. Damit ist eine Anbindung und Überlappung zum bisher experimentell abgedeckten Spannungsbereich [8] gegeben, wie aus dem folgenden Versuchsschema hervorgeht.



Umfangreiche Zugversuche im T-Bereich RT-850°C an diesem Stahltyp zeigen, dass die Streckgrenze  $R_{p0,2}$  austenittypisch im T-Bereich 400-700°C zwischen 110-125 MPa liegt (Bild 1). D.h., alle in Phase I durchgeführten Zeitstandversuche bei 550° und 600°C im Spannungsbereich 380-150 MPa erfolgten bei Spannungen oberhalb der Streckgrenze, und somit erfolgt schon bei Versuchsbeginn eine mehr oder weniger starke plastische Verformung, die bei 150-380 MPa Versuchsspannung im Bereich 1-30% liegt (Bild 2). Der nachfolgende Kriechversuch bezieht sich also nicht auf den lösungsgeglühten Werkstoffzustand, sondern lösungsgeglüht + plastisch verformt. Da diese plastische Verformung unterhalb der Rekristallisationstemperatur erfolgt, wirkt sie genauso wie eine vorangegangene Kaltverformung auf das Kriechverhalten. Dies wurde am Stahl 1.4948 klar aufgezeigt [11].

Auf diesen Punkt wird bei der Betrachtung der Versuchsergebnisse nochmals besonders hingewiesen.

### 3 Versuchsdurchführung

Als Versuchsprobe wurde eine superlange  $\varnothing$  8 mm-Gewindekopfprobe mit 200 mm Messlänge gewählt, die die Genauigkeit bei der Erfassung des Kriechverlaufes gegenüber einer Normalprobe deutlich verbessert (Bild 3a). Denn das Hauptproblem der Versuche bei auslegungsrelevanten niedrigen Spannungen liegt in der Erfassung von sehr niedrigen Dehnbeiträgen (bei Kriechgeschwindigkeiten  $<10^{-6}$ /h-abs.) über Zeiträume von mehreren Jahren.

So bedeutet eine Kriechgeschwindigkeit von  $1 \cdot 10^{-8}$ /h-(abs.) bei Verwendung einer Probe mit 30 mm Messlänge, wie in Phase I, einen Dehnbeitrag von 0,002628 mm/Jahr(!), was jenseits der Messmöglichkeit in normalen Zeitstandanlagen liegt, aber mit 200 mm Messlänge bedeutet  $1 \cdot 10^{-8}$ /h eine Dehnung von 0,01752 mm/Jahr.

Zur kontinuierlichen Erfassung des Kriechverlaufes sind alle Anlagen mit Doppelspulenextensometern ausgerüstet, die an die 200 mm-Proben angepasst wurden (Bild 3b). Das gemittelte Messsignal wird auf einem Schreiber kontinuierlich registriert, das im 500 mV-Bereich (=250-fache Vergrößerung) zu einer Auflösung von 2  $\mu$ m (=0,2 Skalenteile) führt. Für die Versuche mit erwarteten Kriechgeschwindigkeiten  $\leq 10^{-8}$ /h wurde der Messbereich auf 100 mV (=1250-fach) gespreizt, so dass eine Auflösung von 0,4  $\mu$ m erreicht wird. Jeder Versuch ist mit einem separaten  $\epsilon$ -t-Schreiber ausgerüstet.

Die Versuche werden in Hebelarmanlagen (1:15) mit Gewichtsbelastung durchgeführt. Die Öfen habe 3 separat regelbare Heizzonen, deren Temperatur von PID-Reglern gesteuert und angezeigt wird. Die Temperaturmessung erfolgt über 3 Pt/Rh-Pt-Thermoelemente, die über die Probenlänge verteilt angeordnet sind. Die temperaturkonstante Zone beträgt rd. 280 mm. Dies wurde zuvor durch eine Anordnung von 10 Thermoelementen über die Ofenlänge ermittelt. Da es sich um reine Kriechversuche ohne Bruch handelt, war die zu erwartende gesamte Probendehnung max. 10 mm.

Ein Einfluss der Probenform auf Kriechdaten kann verneint werden, wie die Ausführungen in [9] zeigen. Lediglich beim Vergleich von Bruchdehnungswerten ist nach DIN 50118 und DIN 50145 das  $d_0 \times L_0$ -Verhältnis zu beachten.

## 4 Versuchsergebnisse

Zunächst ein Rückblick auf den Kenntnisstand zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten dieses Stahles. Wie schon eingangs erwähnt, wurden im IMF/FZK 3 Chargen im T-Bereich 500-750°C untersucht [8, 9]. Für die auslegungsrelevanten Temperaturen 550° und 600°C sind die experimentell abgedeckten Zeitstandfestigkeitsbereiche und die untere 1%-Zeit-Dehngrenzkurve im Teilbild 4a dargestellt, und im Teilbild 4b sind die Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen (Phase I). Links sind die vorgesehenen Versuche (Phase II) angegeben, welche zeigen, wie der experimentell abgedeckte Spannungsbereich bei 550°C bis 100 MPa und bei 600°C bis 60 MPa erweitert und die Ergebnisse aus Phase I überlappt werden. Für die Ausleger von Interesse ist, dass durch diese Langzeitkriechversuche die 1% Zeit-Dehngrenzkurve  $t_{\epsilon(1\%)}$  bis  $\geq 10^5$  std und Kriechraten bis  $\leq 10^{-9}/h$  experimentell abgesichert werden können.

Die von japanischer Seite veröffentlichten Zeitstandversuchsdaten [2] liegen noch innerhalb der schraffierten Bereiche und erweitern nicht den Kenntnisstand zu niedrigeren Spannungen hin.

Die von R. Lehmann [1] durchgeführte Auswertung europäischer Zeitstanddaten erweitert zwar für die 1% Zeit-Dehngrenzwerte und die minimale Kriechgeschwindigkeit etwas den Spannungsbereich zu tieferen Werten hin, jedoch entstammen diese Werte ( $\dot{\epsilon} < 10^{-6}/h$ ) verschiedenen Chargen und lassen wegen der Streubreite keine klare Aussage zur Spannungsabhängigkeit zu (Bild 4c).

Die geplanten Kriechversuche sind 1991 begonnen, über 10 Jahre planmäßig durchgeführt und 2001 bei max. 85 000 h Laufzeit beendet worden. Bei Versuchszeiten von 55 000 und 80 000 h ist in [12] jeweils über den Stand der lfd. Untersuchungen berichtet worden. Bei jedem Versuch wurden die minimale Kriechgeschwindigkeit erreicht bzw. konnte ausreichend sicher festgelegt werden sowie genügend technologisch wichtige Zeit-Dehngrenzwerte bestimmt werden. Eine Weiterführung der Versuche über 85 000 h hinaus hätte in den nächsten Jahren keine signifikanten neuen Materialkennwerte ergeben, wie aus den folgenden Darlegungen ersichtlich wird.

### 4.1 Kriechverlauf

In den Bildern 5 und 6 ist der Kriechverlauf in doppellogarithmischen  $\epsilon$ -t-Skalen dargestellt. Diese Darstellungsform vermittelt für jede Prüftemperatur einen guten Gesamtüberblick und erlaubt in den ersten Dekaden eine gute Bestimmung der Zeit-Dehngrenzwerte. Für jeden Versuch ist die bei Versuchsbeginn auftretende Belastungsdehnung  $\epsilon_{Bei}$  bzw.  $\epsilon_i$  angegeben. Auf Grund der für Austenite typischen niedrigen Streckgrenze kommt es bei den im üblichen Spannungsbereich ( $< 150$  MPa) durchgeführten Versuchen zu erheblichen Verformungen ( $\geq 3\%$ ), die in gleicher Weise wie vorangegangene Kaltverformung wirken. Die Aussagen zum Kriechverhalten dieser Versuche beziehen sich also per Definition nicht auf den vorliegenden Zustand lösungsgeglüht, sondern lösungsgeglüht + verformt. Mit den im  $\sigma$ -Bereich  $< 150$  MPa laufenden Versuchen können nun auch erstmals Aussage zum Kriechverhalten des auslegungsrelevanten lösungsgeglühten Zustandes gemacht werden.

Da bei 550°C Prüftemperatur ein deutlicher Abstand zwischen den Kurven mit hoher  $\epsilon_0$  (250-150 MPa = >1%) und kleiner  $\epsilon_0$  zu bemerken war, wurde nachträglich noch ein Versuch mit 135 MPa angesetzt, der bis zum Abschluss der Versuchsreihe 70 000 h erreicht hat. Dass sowohl bei 550° als auch bei 600°C in der ersten  $\epsilon$ -Dekade Streuungen auftreten, derart, dass der Dehnverlauf nicht spannungskonform ist, kann messtechnisch und werkstoffbedingt sein. Auch ist zu berücksichtigen, dass normalerweise in der  $\log \epsilon / \log t$ -Darstellung die  $\epsilon$ -Skala erst bei 0,1 mm beginnt.

Um sich ein Bild zu machen von den verschiedenen Kriechstadien (primärer-sekundärer-tertiärer Kriechbereich) und qualitativ über die abnehmende Kriechgeschwindigkeit, ist die  $\log \epsilon / \log t$ -Darstellung nicht geeignet. Deshalb sind in den Bildern 7 und 8 die Kriechkurven mit linearen  $\epsilon/t$ -Skalen dargestellt. Dabei sind wegen der unterschiedlichen absoluten Kriechbeträge die Versuche mit den höheren Versuchsspannungen (Bild 7) und den niedrigeren Spannungen (Bild 8) auch mit unterschiedlich gespreizten  $\epsilon$ -Skalen versehen. Die Diagramme zeigen, dass z.B. der Versuch 600°C-120 MPa bis in den tertiären Kriechbereich und die Versuche mit den jeweils niedrigen Versuchsspannungen bis in den sekundären (=stationären) Kriechbereich gefahren wurden.

## 4.2 Kriechgeschwindigkeit

Eine quantitative Aussage über die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit und das Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit erhält man, wenn man in regelmäßigen Zeitabständen die lineare Kriechgeschwindigkeit bestimmt und in Abhängigkeit von der Versuchszeit aufträgt. Im Bild 9a sind für die 550°C-Versuche und im Bild 9b für die 600°C-Versuche die Kriechgeschwindigkeiten für 500 bzw. 1000 bzw. 2000 h-Intervalle über den Versuchszeitraum bis 30 000 h aufgetragen. Für die Versuche mit höheren Spannungen und Kriechdaten bis  $10^{-7}/h$  lassen sich die Werte ohne größere Streuungen gut durch eine Mittelwertkurve beschreiben, aus der sich der zeitliche Anteil des primären Kriechens (= abnehmende Kriechgeschwindigkeit), die minimale Kriechgeschwindigkeit und gegebenenfalls ein quasi-stationärer Kriechbereich mit Übergang zum tertiären Kriechen (= zunehmende Kriechgeschwindigkeit) bestimmen lassen. Unterhalb von  $10^{-7}/h$  treten verstärkt periodische Schwankungen auf, die teilweise messtechnisch bedingt sind, denn Unterschiede von einigen  $\mu m$ /Zeitabschnitt führen in diesen Dekaden zu einer stärkeren Abweichung. Allerdings ist auch zu berücksichtigen, dass das Kriechen kein gleichförmig ablaufender Prozess ist, sondern eine dauernde Wechselwirkung von Verfestigung (durch Deformation) und Entfestigung (durch Temperatur), sowie überlagert durch mikrostrukturelle Änderungen (z.B. Ausscheidungen). Dass sich dieses Wechselspiel gerade bei sehr kleinen Kriechraten in stärkeren Schwankungen über längere Zeiträume auswirkt, ist verständlich, ebenso dass bei 600°C Prüftemperatur diese Schwankungen deutlich ausgeprägter sind.

Für diesen Bereich der sehr kleinen Kriechraten muss über größere Zeitabschnitte gemittelt werden, um zu einer besseren Aussage bezüglich des Wertes für die minimale Kriechge-

schwindigkeit  $\dot{\epsilon}_{p\min}$  zu kommen. In den Bildern 10 und 11 ist die jeweilige Kriechrate in 5000 h bzw. 10 000 h Schritten über der Versuchszeit aufgetragen. Aus diesen Kurvenverläufen lässt sich ein Wert für die minimale Kriechgeschwindigkeit festlegen bzw. die Schwankungsbreite um einen festzulegenden Minimalwert.

In der Literatur wird vielfach die Kriechgeschwindigkeit in Intervallen der jeweiligen wahren Dehnung aufgetragen, um den Umkehrpunkt bei Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit und wieder ansteigender Kriechrate deutlicher zu machen. Diese Darstellung eignet sich gut bei Kriechverformungen bis weit in den tertiären Kriechbereich, weil sich über die Querschnittsverminderung bei konstanter Last die Versuchsspannung erhöht und sich dadurch ein ausgeprägter Umkehrpunkt ergibt. Dagegen liegt die Kriechverformung im vorliegenden Versuchsprogramm bei der Mehrzahl der Versuche unter 1% und die Streuung im Bereich der minimalen Kriechgeschwindigkeit ist deutlich größer als bei der Auftragung  $\dot{\epsilon} \rightarrow t$  wie in den Bildern 10 und 11.

Die Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit aller Versuche im T-Bereich 550-750°C sind im Bild 12 in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen. Im Kriechgeschwindigkeitsbereich  $10^{-2}$  bis  $10^{-6}$ /h lässt sich die Spannungsabhängigkeit für jede Prüftemperatur jeweils durch eine Gerade beschreiben, deren Neigung ( $\frac{\Delta \dot{\epsilon}}{\Delta \sigma}$ ) den Spannungsexponenten  $n$  nach der Norton'schen Kriechbeziehung  $\dot{\epsilon} = K \cdot \sigma^n$  [13] ergibt. Die Versuche bei 550° und 600°C bei niedrigen Spannungen und daraus resultierenden Kriechraten  $\leq 10^{-7}$ /h zeigen dagegen eine deutlich geänderte Spannungsabhängigkeit mit kleineren  $n$ -Werten. In der Tabelle 1 sind die  $n$ -Werte mit  $k$ -Werten zusammengestellt und mit den in [8, 9] mitgeteilten Werten für 2 weitere Chargen von 316 L(N) verglichen. Die sich im Kriechverhalten ähnlich verhaltende KSW-Charge weist auch fast gleiche  $n$ - und  $k$ -Werte auf. Die NET-Charge hat dagegen ein deutlich besseres Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten und demzufolge auch höhere  $n$ -Werte und kleinere  $k$ -Werte.

Die Abknickung in der  $\dot{\epsilon} - \sigma$ -Abhängigkeit ergibt sich in dieser Schärfe in erster Linie durch die doppellogarithmische Auftragung. Aus metallkundlicher Sicht ist eher ein allmählicher Übergang von hoher zu niedriger Spannungsabhängigkeit anzunehmen. Auch ließe sich für den jeweils mittleren Bereich zwischen  $5 \cdot 10^{-6}$  bis  $5 \cdot 10^{-8}$  ein eigener  $n$ -Wert angeben, wie durch die gestrichelten Linien angedeutet ist. Eine solche Dreiteilung über den gesamten untersuchten Spannungsbereich mit 3 kleiner werdenden  $n$ -Werten ist auch schon früher bei dem austenitischen 15/15CrNiTi-Stahl 1.4970 und dem martensitischen 12% Cr-Stahl 1.4914 festgestellt worden [14, Bild 10] [15, Bild 44]. Allerdings gibt es zwischen diesen beiden Werkstoffen und dem 316-L(N) einen ganz wesentlichen Unterschied aus metallkundlicher Sicht in bezug auf die experimentelle Erfassung des Kriechverhaltens:

Der austenitische Stahl 1.4970 hat in dem Referenzzustand lösungsgeglüht + 15% kaltverformt + 800°C2h [14] bei 700°C eine Streckgrenze von  $R_{p0,2} = 330$  MPa, d.h., bei allen bei 700°C mit  $\sigma = 260-70$  MPa durchgeführten Zeitstandversuchen liegt die Versuchsspannung unter der Warmstreckgrenze und bei Versuchsbeginn tritt als Belastungsdehnung  $\epsilon_0$  nur eine elastische Verformung auf. In gleicher Weise hat der martensitische 12% Cr-Stahl 1.4914 im vergüteten Zustand bei 600°/650°C Streckgrenzwerte von 308 bzw. 230 MPa, und die Versuchsspannungen lagen im Bereich 220-40 MPa, also ebenfalls unterhalb der Warmstreckgrenze [15].



Dagegen treten beim Stahl 316 L(N) mit seiner niedrigen Streckgrenze im lösungsgeglühten Zustand z.B. bei 550°C im oberen Spannungsbereich (240-380 MPa) plastische Verformungswerte zwischen 7,5-26% auf. D.h., das anschließende Kriechverhalten und der Einfluss von Temperatur und Zeit bezieht sich also auf den Gefügestand lösungsgeglüht + kaltverformt, wie schon im Kapitel 1 und 4.1 angesprochen. Lediglich im Spannungsbereich unterhalb 120 MPa bezieht sich das Kriechverhalten und der Einfluss von  $T/t$  auf den spezifizierten lösungsgeglühten Zustand. Im Zwischenbereich von 130-240 MPa treten ansteigende Verformungen von 1-8% auf (s. Bild 2). Ebenfalls in einer früheren Untersuchung [16] wurde gezeigt, dass der optimale Kaltverformungsgrad zur Verbesserung des Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhaltens bei 8-15% liegt, worauf sich ja der Referenzzustand beim Stahl 1.4970 [14] gründet. Daraus folgt, dass bei allen Versuchen am 316 L(N) oberhalb 120 MPa kein einheitlicher und definierter Zustand vorliegt. So ist bei Spannungen von 130-200 MPa und Verformungen von  $\approx$  1-5% kein signifikanter Einfluss der plastischen Verformung anzunehmen und die Spannungen von 200-340 MPa ergäben optimale Verformungsgrade.

Deshalb ist es auch verständlich, dass im Bild 12 sich die bei 550° und 600°C im Spannungsbereich 150-60 MPa gemessenen Werte jeweils gut auf einer Geraden einordnen, deren Neigung einen  $n$ -Wert von 6 bzw. 5 ergibt. Diese Werte passen gut zu den für 700° und 750°C bestimmten Werten, die sich ja auch auf den Spannungsbereich  $<150$  MPa stützen. Einige Werte sind mit Toleranzbalken versehen, weil der wellenförmige Verlauf in der Auftragung der Kriechraten (s. Bilder 9-11) nur bedingt die Angabe eines Minimalwertes erlaubt.

Für die praktische Handhabung bzw. Auslegung ist es daher wenig sinnvoll, für den Zwischenspannungsbereich 150-200 MPa einen eigenen Spannungsexponenten anzugeben. Meines Erachtens ist es ausreichend, jeweils nur zu unterscheiden, ob entsprechende Kennwerte für den Spannungsbereich  $<150$  MPa ( $\hat{=}$   $R_{p0,2}$ ), also für den lösungsgeglühten Zustand und für den Spannungsbereich  $>200$  MPa für einen Gefügestand lösungsgeglüht +  $>5\%$  plastisch verformt, anzugeben.

Diese Unterteilung ist auch zu berücksichtigen, wenn später mikrostrukturelle Nachuntersuchungen an diesen Proben durchgeführt werden und diese Ergebnisse mit den mikrostrukturellen Untersuchungsergebnissen von Proben mit langen Standzeiten aus den oberen Spannungsbereichen verglichen werden [7, 17].

Durch die strichpunktierte Linie im Bild 12 ist auch angedeutet, welche Abweichung zur ungünstigen Seite auftritt, wenn von Versuchen vom bisher abgedeckten Spannungsbereich auf den Bereich  $<150$  MPa extrapoliert wird. Die experimentellen Daten im  $\sigma$ -Bereich 150-60 MPa ergeben deutlich höhere Kriechraten als eine Extrapolation.

Im Bild 4c war der Datensatz der europäischen Kriechdaten für 550° und 600°C dargestellt (s.Kap. 4). Die große Streubreite der Versuche von 128 Chargen lässt keine eindeutige Aussage über die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit zu. Eher einen Trend oder ein extreme Abknickung, wenn man die Werte bei 600°C mit 80 und 50 MPa ( $x$ ) betrachtet. Überträgt man nun noch die Werte von der CRM-Charge aus Phase II in dieses Diagramm (Bild 13), so wird aus dem Trend eine klare Abhängigkeit, wie die schraffierten Bänder zeigen. Erst mit diesen Werten wird weltweit erstmals für diesen Stahltyp ein Kriechgeschwindigkeitsbereich über fast 7 Dekaden von  $10^{-2}$  -  $10^{-9}$ /h mit Proben gleichen Materials

aus 1 Charge abgedeckt, wohingegen die Werte der CEA-Studie von Proben aus 128 Chargen stammen.

Auch die x-Werte bei 80 und 50 MPa relativieren sich bzw. können erklärt werden. Diese beiden Versuche mit rd. 14 000 bzw. 10 000 h-Versuchszeit haben noch lange nicht den Bereich der minimalen Kriechgeschwindigkeit erreicht, wie eindeutig aus den Bildern 9b und 11 hervorgeht. Insbesondere der Versuch mit 50 MPa müsste mindestens 50 000 h Versuchszeit aufweisen.

Auch in der Literatur schon geäußerte Vermutungen, dass im unteren Spannungsbereich eine extreme Änderung der Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit mit einem Spannungsexponent  $n=1$  auftreten könnte, kann als unbegründet abgetan werden.

Desweiteren ist auch in dieser Darstellung der Extrapolationsfehler erkennbar, wie als Beispiel für 550°C und die untere Begrenzung der Versuchswerte durch die strickpunktierte Linie kenntlich gemacht ist.

### 4.3 Aktivierungsenergie des Kriechens

Die vorliegenden umfangreichen Daten zum Kriechverhalten erlauben auch die Bestimmung der effektiven Aktivierungsenergie des Kriechens. Wenn man in den Darstellungen  $\dot{\epsilon}_{p\min} \rightarrow \sigma$  bei einer oder mehreren Spannungen einen Schnitt legt, erhält man Kriechgeschwindigkeitswerte mehrerer Prüftemperaturen. Durch die Auftragung  $\dot{\epsilon}_{p\min}$  gegen  $1/T$  ergibt sich aus der Neigung der jeweiligen Geraden die effektive Aktivierungsenergie des Kriechens über  $Q_K = 4,56 \log \dot{\epsilon} / \Delta 1/T$  [18].

Als Mittelwert aus mehreren Spannungsschnitten ergaben sich die folgenden Werte für  $Q_K$ . Dabei ist für 550/600°C für den Spannungsbereich der extrem niedrigen Kriechraten ( $<10^{-8}/h$ ) ein eigener Wert unter b) angegeben.

CRM-Charge a)  $T = 550^\circ\text{-}750^\circ\text{C}$ ,  $\sigma = 380\text{-}40\text{MPa}$ ,  $\dot{\epsilon}_{p\min}/h = 10^{-2}\text{-}10^{-6}$

$Q_K = 125 \text{ kcal/mol}$ ,  $524 \text{ kJ/mol}$

b)  $T = 550^\circ\text{-}600^\circ\text{C}$ ,  $\sigma = 100\text{-}60 \text{ MPa}$ ,  $\dot{\epsilon}_{p\min}/h = 10^{-7}\text{-}10^{-10}$

$Q_K = 77 \text{ kcal/mol}$ ,  $323 \text{ kJ/mol}$

KSW-Charge a)  $T = 550^\circ\text{-}750^\circ\text{C}$ ,  $\sigma = 380\text{-}40 \text{ MPa}$ ,  $\dot{\epsilon}_{p\min}/h = 10^{-2}\text{-}10^{-6}$

$Q_K = 124 \text{ kcal/mol}$   $520 \text{ kJ/mol}$

NET-Charge a)  $T = 500^\circ\text{-}750^\circ\text{C}$ ,  $\sigma = 435 - 50 \text{ MPa}$ ,  $\dot{\epsilon}_{p\min}/h = 10^{-1}\text{-}10^{-7}$

$Q_K = 130 \text{ kcal/mol}$   $545 \text{ kJ/mol}$

Der Vergleich von a) mit den für die KSW- und NET-Charge ermittelten Werte für den gleichen  $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ -Bereich zeigt eine sehr gute Übereinstimmung.

#### 4.4 Zeit-Dehngrenzen

Wie schon erwähnt, werden bei Verwendung normaler Zeitstandproben üblicherweise Dehngrenzen ab 0,1% bestimmt, wobei aus messtechnischen Gründen bei den 0,1% und 0,2% Zeit-Dehngrenzen z.T. mit erheblichen Streuungen gerechnet werden muss. Durch die Verwendung der überlangen Probe mit 200 mm Messlänge lassen sich schon Dehngrenzen ab 0,01% bestimmen, und auch die Streuungen verschieben sich um 1 Größenordnung tiefer, so dass sich ab 0,1% Kriechdehnung ein spannungskonformer Kriechverlauf einstellt, wie aus den Bildern 5+6 hervorging.

Für alle Versuche der Phase II liegen bisher die Zeit-Dehngrenzen bis mindestens 0,05% und teilweise bis 2% vor. Alle bisher bestimmbaren technologisch wichtigen Zeit-Dehngrenzen aus der kontinuierlichen Dehnungsaufzeichnung sind im Zeitstand-Schaubild 14 (n. DIN 50118) zusammengestellt. In jedem Teilschaubild, für die beiden Prüftemperaturen 550 und 600°C, ist im oberen Spannungsbereich die Kurvenschar für 0,1-2% bzw. 5% Dehnung und die Bruchkurve für die Versuche der Phase I [8] dargestellt. Die entsprechenden Werte der spannungsüberlappenden Versuche mit 250 bzw. 170 MPa aus der Phase II fügen sich gut ein.

Deutlich erkennbar ist allerdings, dass bei 550°C Prüftemperatur mit abnehmender Versuchsspannung (bis 150 MPa) die verschiedenen Zeit-Dehngrenzen wesentlich früher erreicht werden, als man aus dem jeweiligen Kurvenverlauf im oberen Spannungsbereich erwartet hätte; also im Bereich, in dem der verfestigende Einfluss der Verformung durch die auf < 1% abnehmende Belastungsdehnung entfällt. Bei Versuchsspannungen  $\leq 120$  MPa liegt wiederum eine deutlich geänderte, nämlich stärkere Spannungsabhängigkeit der Zeit-Dehngrenzwerte vor. Bestätigt wird diese Tendenz, wenn man die aus den Bildern 5+6 abgeschätzten Werte ( ) mitbetrachtet. Auch in dieser Darstellung ergibt sich eine klare Zweiteilung bei der qualitativen Bewertung der Ergebnisse, nämlich für Werte, die bei Versuchsspannungen deutlich oberhalb der Warmstreckgrenze oder unterhalb der Warmstreckgrenze ermittelt wurden. Auch ist dieses Bild ein weiteres gutes Anschauungsbeispiel, dass man von einem mit kurzen Versuchszeiten abgedeckten Spannungsbereich nicht ohne weiteres auf einen niedrigeren Spannungsbereich schließen kann.

#### 4.5 Anteile der Kriechbereiche

Bei der Darstellung des linearen Zeit-Dehnschaubildes (s. DIN 50118) wird, stark verallgemeinert, die Zeit bis zum Bruch in einen 1., 2. und 3. Kriech- und Zeitabschnitt eingeteilt. Dabei ist der erste (primäre) Bereich gekennzeichnet durch abnehmende Kriechgeschwindigkeit bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ , der zweite (sekundäre oder stationäre) durch einen linearen Kurvenanteil und der dritte Bereich (tertiäre) durch zunehmende Kriechgeschwindigkeit bis zum Bruch. Ist der stationäre Teil nicht stark ausgeprägt oder der Übergang zum tertiären Kriechbereich nicht klar bestimmbar (wie teilweise bei dem vorliegenden Stahl), wird eine um 0,2% nach oben verschobene Parallele

zum 2. Kriechbereich und deren Schnittpunkt mit dem 3. Kriechbereich als Ende des Sekundärkriechens festgelegt (0,2% offset-Methode).

Im Bild 15 sind die so ermittelten zeitlichen Anteile von allen Versuchen der Phasen I und II in Abhängigkeit von der Versuchsspannung für 550° und 600°C Prüftemperatur dargestellt. Mit Sicherheit lässt sich beim jetzigen Stand der Untersuchungen aus den beiden Teildia-grammen ableiten, dass bei 550°C bis 150 MPa und 85 000 std und bei 600°C bis 100 MPa und 35 000 std nur Primärkriechen vorliegt, wie aus den Bildern 10 und 11 hervorging. Bei niedrigeren Spannungen ist durch den wellenförmigen Verlauf der Intervalle das minimale Plateau nicht eindeutig zu bestimmen, zumal die Zeit-Dehngrenzen-Werte (Bild 14) sich in diesen Spannungsbereichen wieder zu längeren Zeiten hin verschieben.

## 5 Auslegungskennwerte

Für die Auslegung von Komponenten bei höheren Temperaturen wird allgemein ein so-geanntes Auslegungsdiagramm mit den Zugfestigkeitskennwerten ( $R_m$ ,  $R_{p0,2}$ ) und den Zeitstandfestigkeitskennwerten ( $R_m$ ,  $R_{p1\%}(h)$ ) in Abhängigkeit von der Beanspruchungstempera-tur erstellt, wie es im Bild 16 für die CRM-Charge dargestellt ist. Daraus ist zu erkennen, dass bis ~580°C die Streckgrenze als der niedrigere auslegungsbestimmende Wert maßge-bend ist, um unzulässige plastische Verformung zu vermeiden. Erst oberhalb 580° bzw. 630°C ist das Kriechverhalten auslegungsbestimmend, wenn z.B.  $R_{p1\%}$  bei  $10^5$ h bzw.  $R_{p1\%}$  bei  $10^4$ h maßgebend ist.

## 6 Versuche mit ansteigender Last (=Spannung)

Versuche mit ansteigender Last als Simulation eines stetigen Spannungsanstieges wurden bei 600°C durchgeführt. Der Kriechverlauf als Folge dieser Lastrampen wird mit den Kriechkurven der Versuche mit konstanter Last, wie sie im Kapitel zuvor beschrieben wurden, ver-glichen (Bild 17).

Der erste Versuch (⊙) startete mit einer Versuchsspannung von 2,5 MPa, die wöchentlich (= 168 h) um 2,5 MPa erhöht wurde, was einer Spannungsrampe von 0,015 MPa/h entspricht. Die Kriechbeträge aus jeder Laststufe (ohne Belastungsdehnung) ergeben einen Kriechver-lauf, der z.B. bei Erreichen von 60 MPa deutlich unter der Kurve des Versuchs mit 60 MPa konstanter Spannung liegt. Auch bei weiterer stufenweiser Erhöhung bis 150 MPa liegt die Kriechkurve des Rampenversuches immer deutlich unter der jeweils vergleichbaren Kurve mit konstanter Spannung (x). In einem zweiten Versuch (●) wurde eine 4-fach höhere Span-nungsrampe und eine 4-fach längere Versuchszeit (= 10 MPa/Monat = 672 h) gewählt, was aber ebenfalls einer Rampe von 0,015 MPa/h entspricht. Im Bereich sehr kleiner Dehnbeträ-ge liegt die Kriechkurve dieses Versuches zunächst noch unter der des ersten Versuches, aber ab 0,02% Dehnung sind sie praktisch deckungsgleich. Für diese beiden Versuche er-geben sich bei gleichem Dehnbetrag folgende äquivalente Endspannungen im Vergleich zum iso-stress-Versuch:

iso-stress			stufenweise Belastung	
60 MPa	~ 7000 h	= 0,037 %	äquiv.	107 MPa
80 MPa	~ 7700 h	= 0,078 %	äquiv.	118 MPa
100 MPa	~ 8500 h	= 0,2 %	äquiv.	131 MPa
120	~ 9600 h	= 0,6 %	äquiv.	151 MPa

In einem dritten Versuch (▲) betrug die Spannungsrampe 10 MPa/Woche, also mit 0,06 MPa/h das 4-fache der beiden vorangegangenen Versuche. Im vierten und letzten Versuch (▼) wurde eine Rampe von 20 MPa/Woche ( $\hat{=}$  0,12 MPa/h) und somit der Lastanstieg nochmals verdoppelt. Auch diese beiden Kriechkurven liegen bei den jeweiligen Spannungsniveaus von 60-150 MPa deutlich unter den Kurven A-F für konstante Last. Wenn man die Rampentests mit den iso-stress-Versuchen bis zum Erreichen von 0,2% Kriechdehnung vergleicht, so ergeben sich folgende Versuchszeiten und Spannungsniveaus:

0,2% Kriechdehnung bei:

<u>iso-stress-Versuche</u>	60	-	80	-	100	-	120	150 MPa
	>10 <sup>5</sup>		>10 <sup>5</sup>		9000		1750	640 h
<u>Rampe</u>	2,5 MPa/Woche		8480 h in 130 MPa-Stufe					
	10 MPa/Monat		8330 h in 120 MPa-Stufe					
	10 MPa/Woche		2187 h in 140 MPa-Stufe					
	20 MPa/Woche		1301 h in 150 MPa-Stufe					

Die im Bild 17 dargestellten Kurven umfassen immer den Kriechbetrag  $\epsilon_{Kr}$  ohne die Belastungsdehnung  $\epsilon_{Bel}$  (bzw.  $\epsilon_o$ ) (Tabelle 2).

Die in dieser Tabelle angegebenen Kriechbeträge für die Spannungsstufen bis 70 MPa sind für die 4 verschiedenen Rampen ziemlich unterschiedlich. Dies hat z.T. messtechnische Gründe, insbesondere bei Versuch 1 mit der vierfachen Anzahl kleinerer Belastungsschritte wird der Additionsfehler in der grafischen Aufzeichnung größer. Bis 100 MPa sind die absoluten Kriechbeträge fast gleich. Oberhalb 100 MPa wird die Warmstreckgrenze erreicht bzw. in unterschiedlichen Stufen überschritten. Daraus resultieren unterschiedliche plastische Verformungsbeträge, die die deutlichen Unterschiede in den Dehnbeträgen bei 150 MPa ausmachen.

Bei den Versuchen mit konstanter Last ist die jeweilige Belastungsdehnung separat angegeben (Bilder 5 + 6) und ebenfalls nicht im Kriechverlauf enthalten. Ist die Anfangsspannung niedriger als die Streckgrenze für die jeweilige Prüftemperatur, so ist die Belastungsdehnung elastisch und ergibt sich nach dem Hook'schen Gesetz  $\epsilon = \sigma : E$ , wobei für 600°C der E-Modul mit 150 kN/mm<sup>2</sup> eingesetzt ist. Für Lastrampen von 2,5 MPa beträgt der theoretische Wert 0,0033 mm und für 10 MPa = 0,0132 mm bei  $L_0 = 200$  mm. Die im praktischen Versuch gemessenen Werte streuten, messtechnisch bedingt, ganz erheblich, so dass für die folgenden Betrachtungen auf die theoretischen Werte zurückgegriffen wird.

Im Bild 18 sind im Vergleich zum Versuch mit konstanter Spannung von 80 MPa (B), für den sowohl die Kriechkurve (○) als auch die Kriechkurve unter Einfluss der Belastungsdehnung von 0,12 mm (X) dargestellt ist, die Kriechverläufe der beiden Rampenversuche mit 2,5 MPa/Woche (a) bzw. 10 MPa/Monat (b) gegenübergestellt. Und zwar jeweils auch mit dem Kriechverlauf, wenn je Lastrampe 0,0033 mm bzw. 0,0132 mm mitgerechnet werden (X). Der Vergleich bestätigt die zum Bild 17 gemachte Aussage, dass der Kriechverlauf der Rampenversuche, auch unter Einschluss der Belastungsdehnung, deutlich unter dem Kriechverlauf eines Versuches mit konstanter Spannung liegt. Als weiteres Beispiel wird im Bild 19 für 120 MPa in gleicher Weise der Vergleich angestellt unter Einschluss des Rampenversuches mit 10 MPa/Woche (c) bis zu einer Endspannung von 120 MPa bei 2016 h. Ebenso sehen die Darstellungen aus für die Vergleiche bei 60-100 und 150 MPa, der max. Endspannung der Rampenversuche, wie beispielhaft aus Bild 20 für den Versuch mit 20 MPa/Woche hervorgeht.

Einige Anmerkungen zur Ausbildung eines primären Kriechbereiches: Eine angelegte Spannung mit daraus resultierendem Kriechen führt zu einer Verfestigung des Werkstoffes und einer stetigen Abnahme der Kriechgeschwindigkeit im primären Kriechstadium, wie aus den Bildern 7 + 8 hervorgeht. Bei dem Rampenversuch mit 2,5 MPa/Woche ist die Spannung bzw. die jeweilige Spannungserhöhung und der gesamte Kriechbetrag innerhalb einer Rampe so gering, dass unter den praktischen Gegebenheiten von einem linearen Kriechverlauf ausgegangen wird. Erst wenn nach mehreren Spannungsstufen kurzzeitig entlastet wird, um Gewichte größerer Stückelung aufzulegen, bildet sich in den ersten Stunden ein kleiner Primärbereich in der Größenordnung von 1-2  $\mu\text{m}$  aus. Dies ist in den Bildern 18 + 19 für die a-Kurve ab ~2600 h separat ausgewiesen und verändert den Kriechverlauf nicht signifikant. Beim Versuch 2 mit 10 MPa/Monat betragen die Dehnwerte bis zur 8. Stufe (= 80 MPa) max. 3,5  $\mu\text{m}$ /Stufe, erst ab der 9. Stufe nimmt die Dehnung deutlich zu und ist auch messtechnisch gut erfassbar. Wie aus Bild 21a mit extrem gespreizter  $\epsilon$ -Ordinate ersichtlich, ist der Kriechverlauf über 672 h linear. Beim Versuch 3 mit 10 MPa/Woche liegen die Dehnbeträge der Stufen 1-9 im Bereich bis 6  $\mu\text{m}$  und linear über 168 h. Ab der 10. Stufe (= 100 MPa) ist jedoch ein deutlich ausgeprägter primärer Kriechbereich erkennbar (Bild 21b), der in der 11. und 12. Stufe noch stärker ausgeformt ist. Dies ist im Bild 22, in dem die Versuche 2+3 über einer Zeitachse und größerer Dehnungsordinate vergleichend dargestellt sind, gut erkennbar.

Die Schlussfolgerung könnte sein, dass die Verformung beim Versuch 2 über 672 h den Werkstoff soweit verfestigt, dass in der jeweils folgenden Laststufe der Kriechverlauf linear erfolgt, was auch bis 130 MPa der Fall ist, wohingegen beim Versuch 3 über 168 h die Verfestigung deutlich geringer ist, so dass die weichere Matrix in den folgenden Stufen (ab 100

MPa deutlich messbar) einen primären Kriechbereich ausbildet. Nachdem sich nun bis Ende der 120 MPa-Stufe ein Gesamtkriechbetrag von 0,224 mm summierte (dies entspricht dem Betrag bei Versuch 2 in der 120 MPa-Stufe bis 400 h), ist der Werkstoff soweit verfestigt, dass in der 130 MPa-Stufe der primäre Kriechanteil deutlich kleiner geworden ist.

Bei der 140 MPa-Stufe bildet sich nun wieder ein größerer primärer Kriechbereich aus mit einem Enddehnbetrag von 0,235 mm. Diese Deformation, sowie 0,9 mm Belastungsdehnung beim Übergang auf 150 MPa (durch Überschreiten der Warmstreckgrenze) führen in dieser letzten Stufe zunächst bis 50 h wieder zu einem geringeren Kriechbetrag.

Dieser nicht spannungskonforme Verlauf im ersten Kriechabschnitt wird auch beim Versuch 4 mit 20 MPa/Woche beobachtet (Bild 23), bei dem in der 120 MPa Stufe ein verzögertes Primärkriechen auftritt.

Abschließend wird im Bild 24 in räumlicher Darstellung der Kriechverlauf der 4 Rampenversuche mit den Versuchen mit konstanter Last (60-150 MPa) gezeigt, in dem die Pfeile ↓ den kleineren Kriechbetrag der Rampenversuche (•) im Vergleich zu den iso-stress-Versuchen (⊙) anzeigen.

## 7 Zusammenfassung

Am Strukturwerkstoff 316-L (N)-DIN 1.4909 wurden Kriechversuche im auslegungsrelevanten niedrigen Spannungsbereich (150-60 MPa) bei 550° und 600°C durchgeführt. Die auch international an diesem vielfach verwendeten Stahltyp nur spärlich vorliegenden Daten liefern keine Aussage zum Kriechverhalten und den technisch wichtigen Zeit-Dehngrenzen zu. Der Grund waren notwendige, extrem lange Versuchszeiten (>50000 h) ohne Bruch und die messtechnische Erfassung der zu erwartenden niedrigen Kriechraten von  $\leq 10^{-8}/h$  (abs.). Das messtechnische Problem wurde u.a. dadurch gelöst, dass Zeitstandproben mit 200 mm Messlänge in Verbindung mit einem hochauflösenden Messsystem (1250-fache Vergrößerung) verwendet wurden, wodurch eine kontinuierliche Registrierung des Kriechverlaufes möglich war.

Diese Versuche mit konstanter Last bildeten auch die Vergleichsgrundlage für eine zweite Fragestellung: Ist das Kriechverhalten bei ansteigender Last (z.B. ansteigender Innendruck in Rohren) ausgeprägter, als wenn die max. Last über den gesamten Zeitraum wirkt? Zur Beantwortung dieser Frage wurden 4 Versuche mit verschiedenen Lastrampen ( $\hat{=}$  0,015 MPa/h bis 0,12 MPa/h) bis 150 MPa gefahren und das Kriechverhalten mit dem der Versuche mit konstanter Last verglichen.

Die Kriechversuche mit konstanter Last bei 550° und 600°C mit Versuchszeiten bis 85 000 h (rd. 10 Jahre ohne Bruch) zeigen im Spannungsbereich < 150 MPa eine deutliche geänderte Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit, derart, dass höhere Kriechraten gemessen werden als eine Extrapolation vom bisher experimentell abgedeckten (auch international) Spannungsbereich 400-150 MPa hätte erwarten lassen. Damit verbunden ist auch eine Erniedrigung des Spannungsexponenten  $n$  (nach Norton) von 12 auf 6. Auch die Zeit-Dehngrenzen (0,01 bis 2%) zeigen eine deutliche geänderte Spannungsabhängigkeit für

den Spannungsbereich bis 150 MPa (Spannungen oberhalb der Warmstreckgrenze), für den Zwischenbereich bis ~100 MPa (Übergang von plastischer Verformung zu elastischer Verformung bei Versuchsbeginn) und für den Spannungsbereich <100 MPa, in dem bei Versuchsbeginn nur ein elastischer Anteil der Belastungsdehnung auftritt. D.h., nur in diesem Spannungsbereich (auch Auslegungsbereich) wird das Kriechverhalten des spezifizierten lösungsgeglühten Zustandes auch experimentell korrekt erfasst.

Durch die kontinuierliche Erfassung des Kriechverlaufs bei allen Zeitstandversuchen kann auch über den gesamten Spannungsbereich angegeben werden, bis in welche Zeitbereiche primäres, sekundäres oder tertiäres Kriechen vorherrscht.

Aus dem aufgestellten Zeitstandschaubild ist ersichtlich, dass in den nächsten Jahren keine signifikanten neuen Daten anfallen würden (z.B. Zeit-Dehngrenzen). Deshalb wurden die Versuche bei 85 000 h Laufzeit abgebrochen.

Die Versuche mit verschiedenen Lastrampen bis 150 MPa zeigen eindeutig, dass das Kriechverhalten bei ansteigender Last, unabhängig von den gewählten Lastrampen (0,015-0,12 MPa(h), bei den Spannungsstufen 60-80-100-120-150 MPa deutlich unter den Werten der iso-stress-Versuche liegt.

Die Untersuchungen wurden im Programm NUKLEAR (Nachfolger der Projekte Schneller Brüter und Nukleare Sicherheitsforschung) durchgeführt.

## 8 Literatur

- [1] D. Lehmann  
Evaluation of stress to rupture and creep properties of type 316L (N) steel for design use.  
Final report EUR 16168 EN, 1995
  
- [2] NRIM-Creep Data Sheet No. 42, 1996  
National Research Institute for Metals, 2-2-54, Nakameguro, Tokyo 153, Japan
  
- [3] M.D. Mathew et al.  
Influence of carbon and nitrogen on the creep properties of type 316 stainless steel at 873 K.  
Mat. Sc. Eng. A 148, 253-260, 1991
  
- [4] A.A. Tavassoli  
Assessment of austenitic stainless steels  
Fusion Engineering and Design 29 (1995) p. 371-390
  
- [5] A.A. Tavassoli, F. Touboul  
Austenitic stainless steels, status of the properties data-base and design rule development.  
Journal of Nuclear Materials 233-237, 1996, Part A, p. 52-61



- [6] T. Nakazawa, H. Abo, M. Tanino, H. Komatsu, T. Nishida, M. Tashimo  
Effect of Nitrogen and Carbon on creep properties of type 316 stainless steels.  
Intern. Conf. "HNS 88", Lille, F, May 1988
- [7] T. Nakazawa et al.  
Long term creep-rupture properties and precipitation in type 316 stainless steels. The  
Minerals, Metals and Material Society, Proc. Conf. San Diego, 1.-4.3.99, p. 181-189
- [8] M. Schirra, S. Heger  
Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche am EFR-Strukturwerkstoff 316 L (N), DIN  
1.4909.  
KfK-Bericht 4767, Sept. 1990
- [9] M. Schirra, S. Heger, B. Ritter, M. de las Rivas, A. Chamero  
Untersuchungen zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten am austenitischen  
Stahl AISI 316 NET.  
KfK-Bericht 4861, August 1991
- [10] W. Schneider, M. Schirra, H.J. Bergmann  
Untersuchungen am Werkstoff 316 L(N).  
Jahrestagung Kerntechnik 93, Köln, 25.-27. Mai 1993, INFORUM 1993, S. 311-14  
M. Schirra, W. Schneider  
Kriechversuche am Strukturwerkstoff 316 L(N).  
Jahrestagung Kerntechnik 95, Nürnberg, 16.-19. Mai 1995, INFORUM 1995, S. 325-28
- [11] M. Schirra  
Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des SNR-300-Strukturwerkstoffes  
X6CrNi 1811 (1.4948).  
KfK-Bericht 4273, Februar 1988
- [12] M. Schirra  
Nuclear Engineering and Design 188 (1999) 381-384 Technical note.  
9<sup>th</sup> Int. Swansea Conf., April 2001, Proc. 669-678
- [13] F.H. Norton  
The creep of steel at high temperatures.  
Mc Graw Hill Publishing Co.Ltd. 1929
- [14] M. Schirra, B. Ritter  
Zeitstand- und Kriechversuche am SNR-Hüllrohrwerkstoff X10NiCrMoTiB 1515 (DIN  
1.4970) im Referenzzustand (lsg + k.v. + geglüht).  
KfK-Bericht 4217, Juni 1987

- [15] M. Schirra  
Charakterisierende thermische und mechanische Untersuchungen an einem Nb-  
legierten martensitischen 12% Cr-Stahl (W.-Nr. 1.4914) mit abgesenktem Stickstoffge-  
halt.  
KfK-Bericht 3640, August 1984
- [16] H. Böhm, M. Schirra  
Vortrag VDEh-Düsseldorf, 1972; Archiv f.d. Eisenhüttenwesen 44/73, Nr. 10.  
KfK-Bericht 1892, Okt. 1973
- [17] T. Nakazawa, H. Kimura, K. Kimura, H. Kaguchi  
Advanced type stainless steel 316 FR for Fast-Breeder-Reactor structures.  
In Proceedings of the International Conference on Advanced Materials Processing  
Technologies (AMPT'01), September 18-21, 2001, Madrid, Spain, Vol. 1, pp. 95-101
- [18] F. Garofalo  
Fundamentals of Creep and Creep-Rupture in Metals.  
Macmillan Series in Materials Science, New York, 1965
- [19] Choong S. Kim  
Thermophysical properties of stainless steels.  
ANL-Report-75-55, Sept. 1975
- [20] J. Granacher, T. Preußler, M. Oehl  
Vergleichende Betrachtung des unterbrochenen und des nicht unterbrochenen Zeit-  
standversuches.  
12. Vortragsveranstaltung VDEh, 1. Dez. 1989, Düsseldorf

**Tabelle 1: 316 L (N)**

**n- und k-Werte (nach Norton  $\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^n$ )**

<b>CRM-Charge 11477</b>			
550°	(380-240 MPa)	n = 12,8	k = 5 · 10 <sup>-37</sup>
550°	(< 120 MPa)	n = 6	k = 3 · 10 <sup>-14</sup>
600°	(300-150 MPa)	n = 10,5	k = 2 · 10 <sup>-29</sup>
600°	(< 120 MPa)	n = 5	k = 4 · 10 <sup>-12</sup>
650°	(240-100 MPa)	n = 8,1	k = 2 · 10 <sup>-22</sup>
700°	(170-60 MPa)	n = 6,9	k = 2 · 10 <sup>-18</sup>
750°	(100-40 MPa)	n = 5,4	k = 2 · 10 <sup>-14</sup>

<b>KSW-Charge 013824 [8]</b>			
550°	(380-220 MPa)	n = 11,7	k = 3 · 10 <sup>-34</sup>
600°	(300-130 MPa)	n = 9,0	k = 9 · 10 <sup>-26</sup>
650°	(240-80)	n = 7,0	k = 9 · 10 <sup>-16</sup>
700°	(170-60)	n = 6,1	k = 1 · 10 <sup>-16</sup>
750°	(100-40)	n = 5,4	k = 5 · 10 <sup>-14</sup>

<b>NET-Charge 12247 [9]</b>			
500°	(435-370 MPa)	n = 28,5	k = 2 · 10 <sup>-80</sup>
550°	(420-280 MPa)	n = 13,5	k = 7 · 10 <sup>-39</sup>
600°	(330-160 MPa)	n = 10,3	k = 9 · 10 <sup>-30</sup>
650°	(260-120 MPa)	n = 9,5	k = 6 · 10 <sup>-26</sup>
700°	(200-60 MPa)	n = 7,8	k = 1 · 10 <sup>-20</sup>
750°	180-50 MPa)	n = 7,0	k = 1 · 10 <sup>-17</sup>

**Tabelle 2: Kriechversuche mit ansteigender Last**

316 L (N) 1.4909 Chg. CRM 11477 T = 600°C

Versuch 1 ☉ 2,5 MPa/Woche <sup>*)</sup>		Versuch 2 ● 10 MPa/Monat <sup>*)</sup>		Versuch 3 ▲ 10 MPa/Woche		Versuch 4 ▼ 20 MPa/Woche	
Stufe MPa	Dehnung <sup>**)</sup> mm	Stufe MPa	Dehnung mm	Stufe MPa	Dehnung mm	Stufe MPa	Dehnung mm
4 = 10	0,0077	1 = 10	0,0004	1 = 10	-		
8 = 20	0,0090	2 = 20	0,0040	2 = 20	0,0008	1 = 20	0,0008
12 = 30	0,0101	3 = 30	0,0045	3 = 30	0,0024		
16 = 40	0,0117	4 = 40	0,0049	4 = 40	0,0032	2 = 40	0,0028
20 = 50	0,0137	5 = 50	0,0063	5 = 50	0,0060		
24 = 60	0,0165	6 = 60	0,0067	6 = 60	0,0086	3 = 60	0,006
28 = 70	0,0185	7 = 70	0,0091	7 = 70	0,0146		
32 = 80	0,0259	8 = 80	0,0117	8 = 80	0,0190	4 = 80	0,022
36 = 90	0,0303	9 = 90	0,0273	9 = 90	0,027		
40 = 100	0,0531	10 = 100	0,0527	10 = 100	0,049	5 = 100	0,0532
44 = 110	0,0860	11 = 110	0,1287	11 = 110	0,096		
48 = 120	0,1704	12 = 120	0,2957	12 = 120	0,224	6 = 120	0,1122
52 = 130	0,3650	13 = 130	0,5857	13 = 130	0,324		
56 = 140	0,690	14 = 140	1,0257	14 = 140	0,559	7 = 140	0,2822
60 = 150	1,161	15 = 150	1,6457	15 = 150	0,844	8 = 150	0,5402
△ 0,015 MPa/h		△ 0,015 MPa/h		△ 0,06 MPa/h		△ 0,12 MPa/h	
Versuchszeit 9744 h		10081 h		2520 h		1344 h	

<sup>\*)</sup> Woche = 168 h  
Monat = 672 h

Versuche ohne Bruch beendet

<sup>\*\*)</sup> Kriechdehnung ohne Belastungsdehnung  $\epsilon_0$

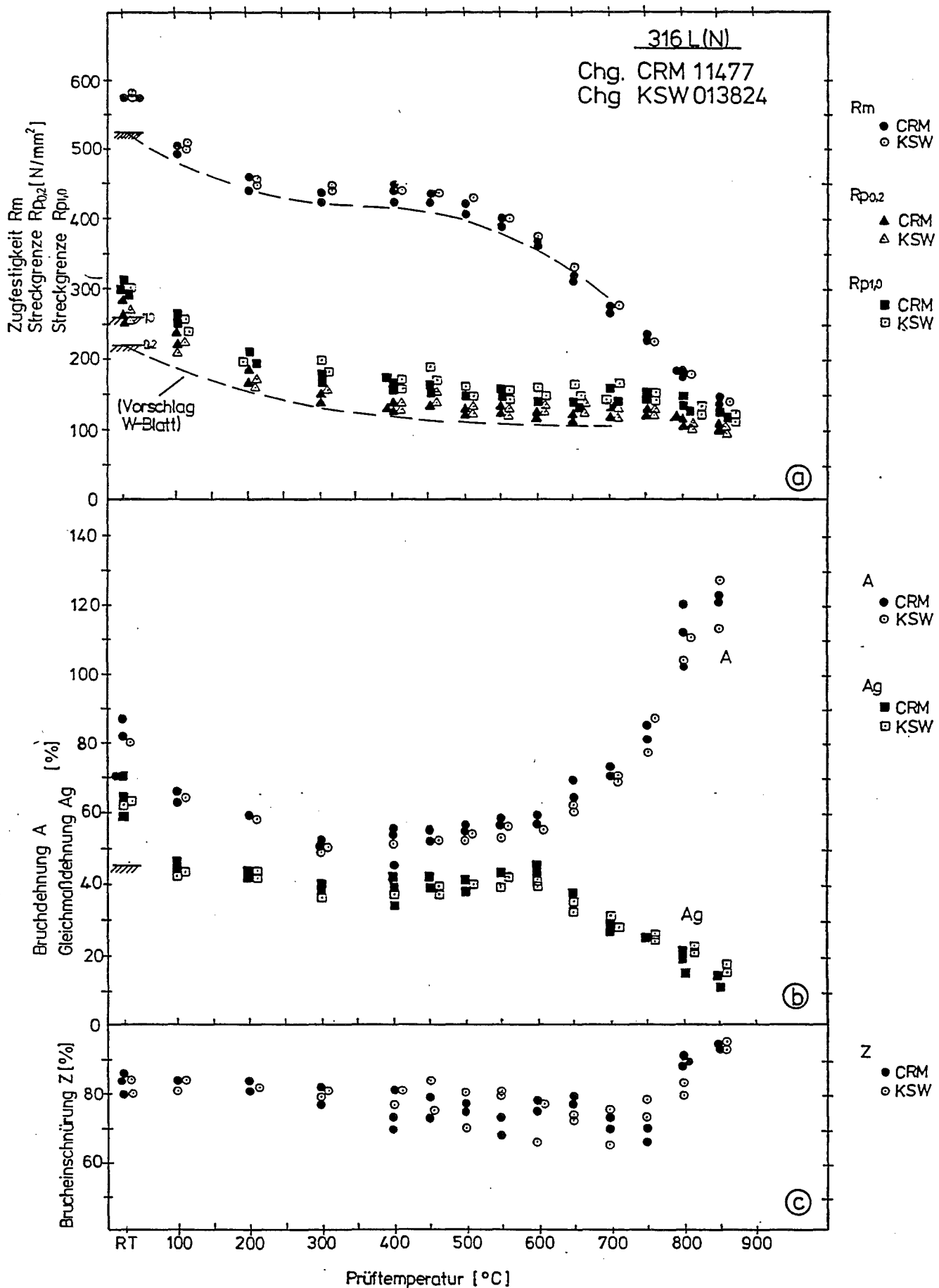
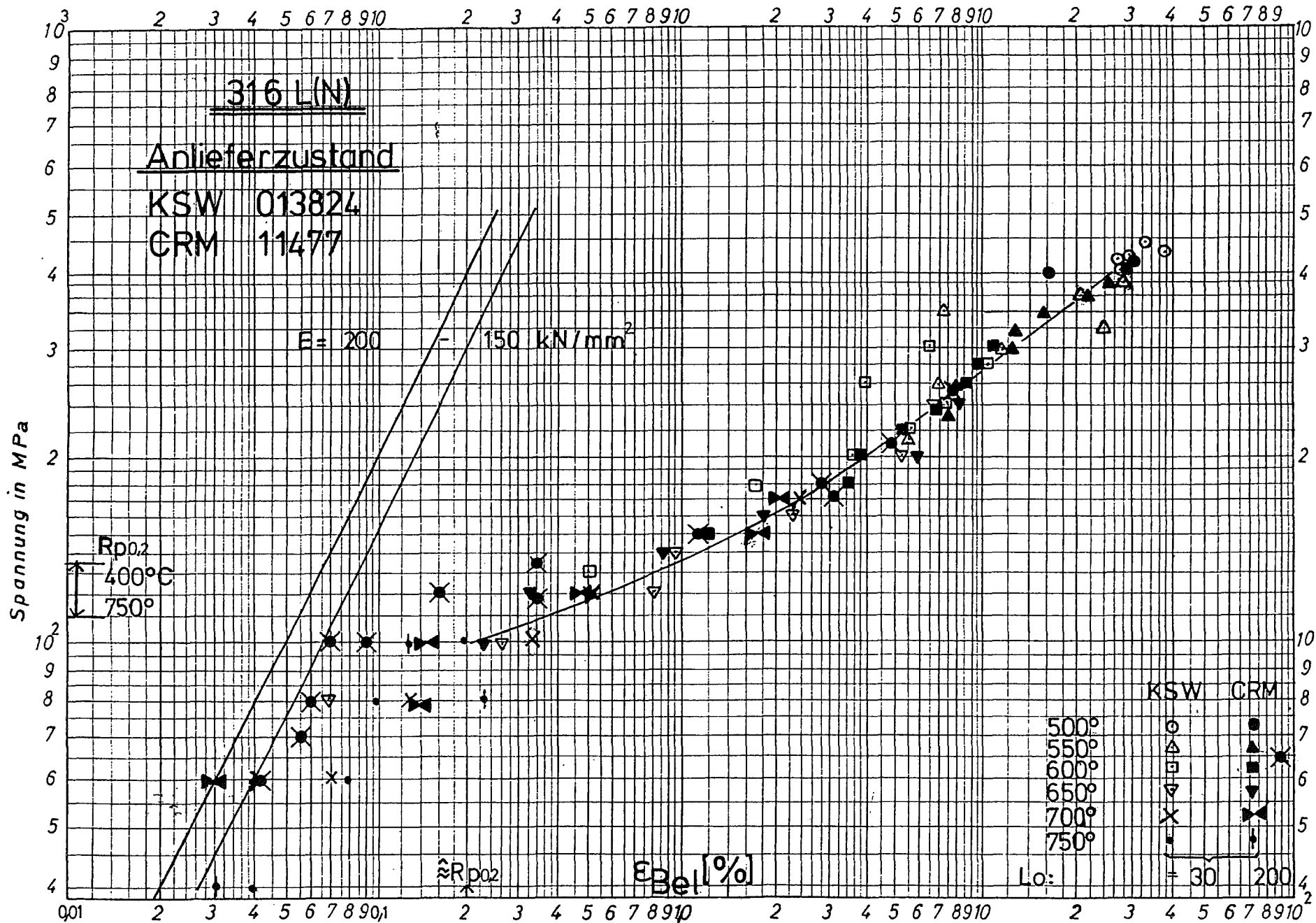
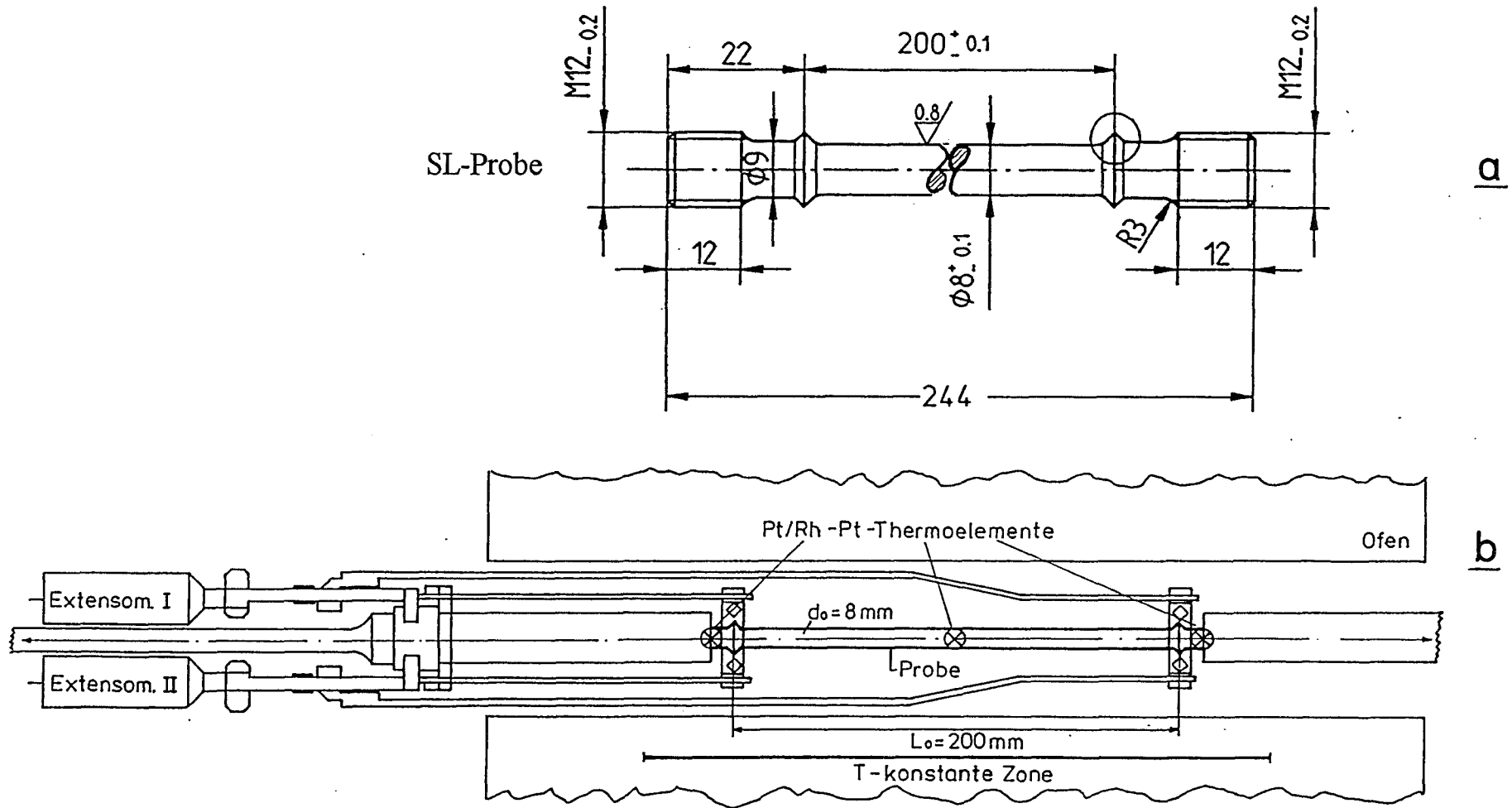


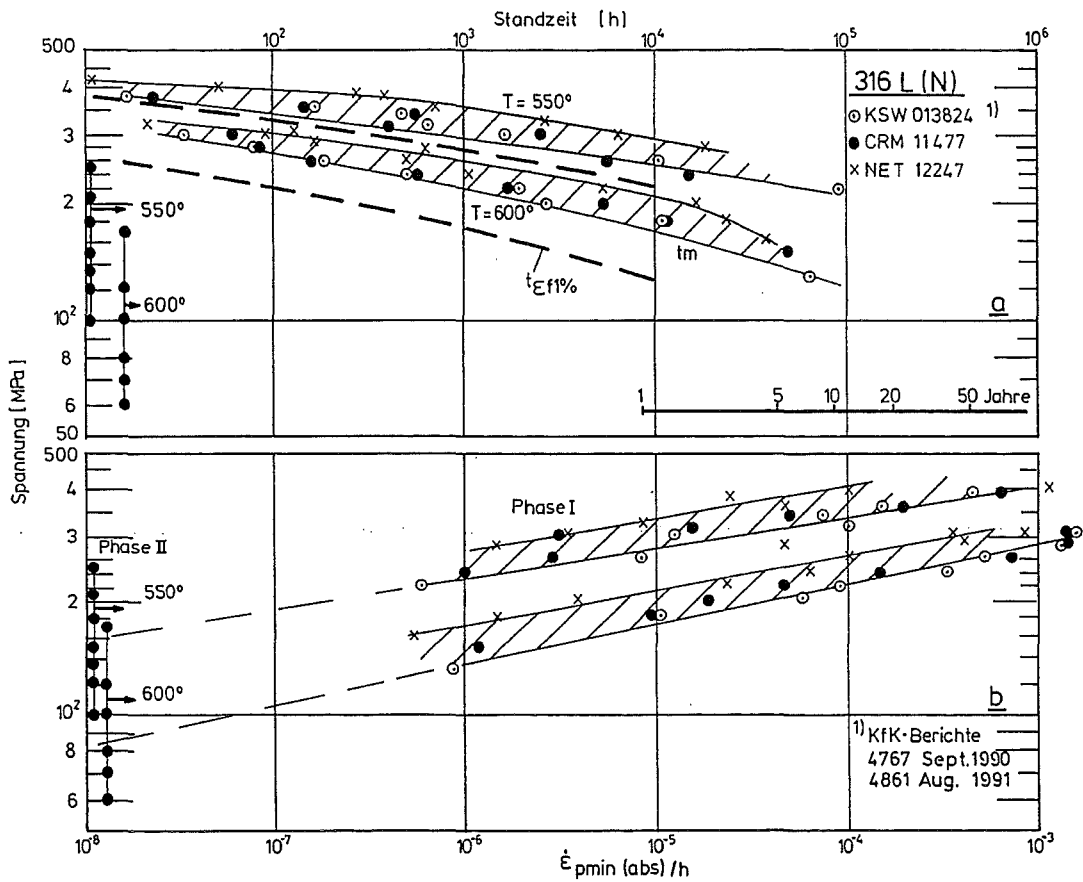
Bild 1: Zugfestigkeitseigenschaften



**Bild 2:** Belastungsdehnung in Abhängigkeit von der Versuchsspannung



**Bild 3:** Probe und Teststrecke für Langzeitkriechversuche bei niedrigen Spannungen



[1] D.Lehmann-CEA, EUR 16168EN (1995)

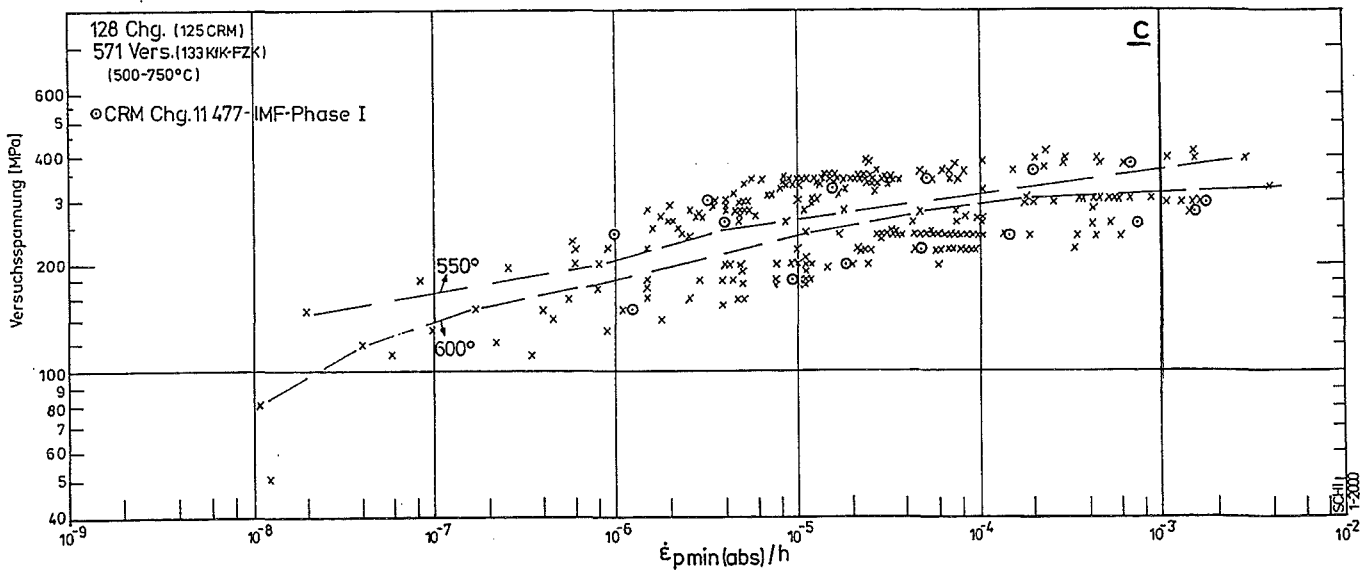
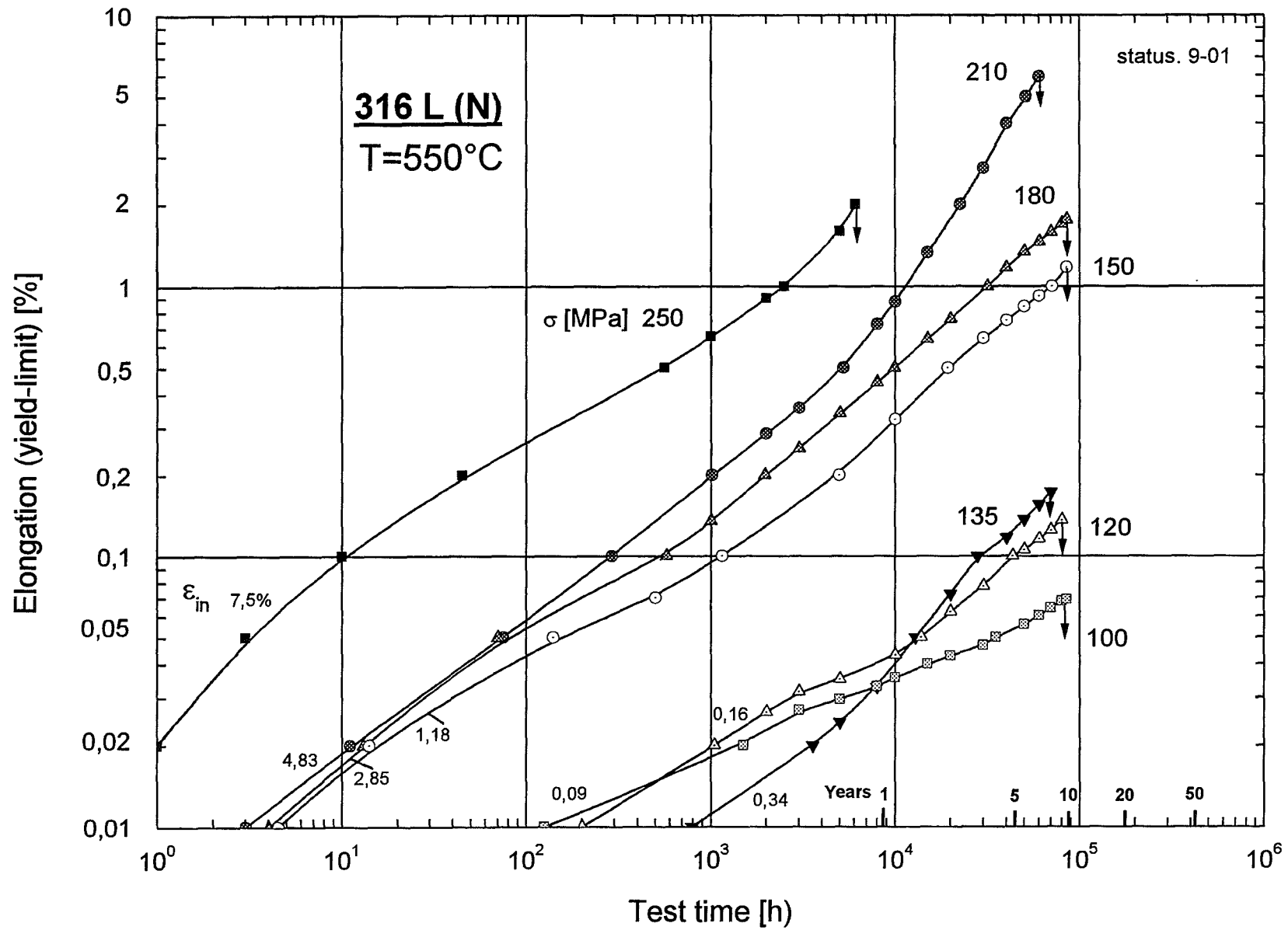


Bild 4: Kenntnisstand nach Phase I





**Bild 5: Kriechkurven**

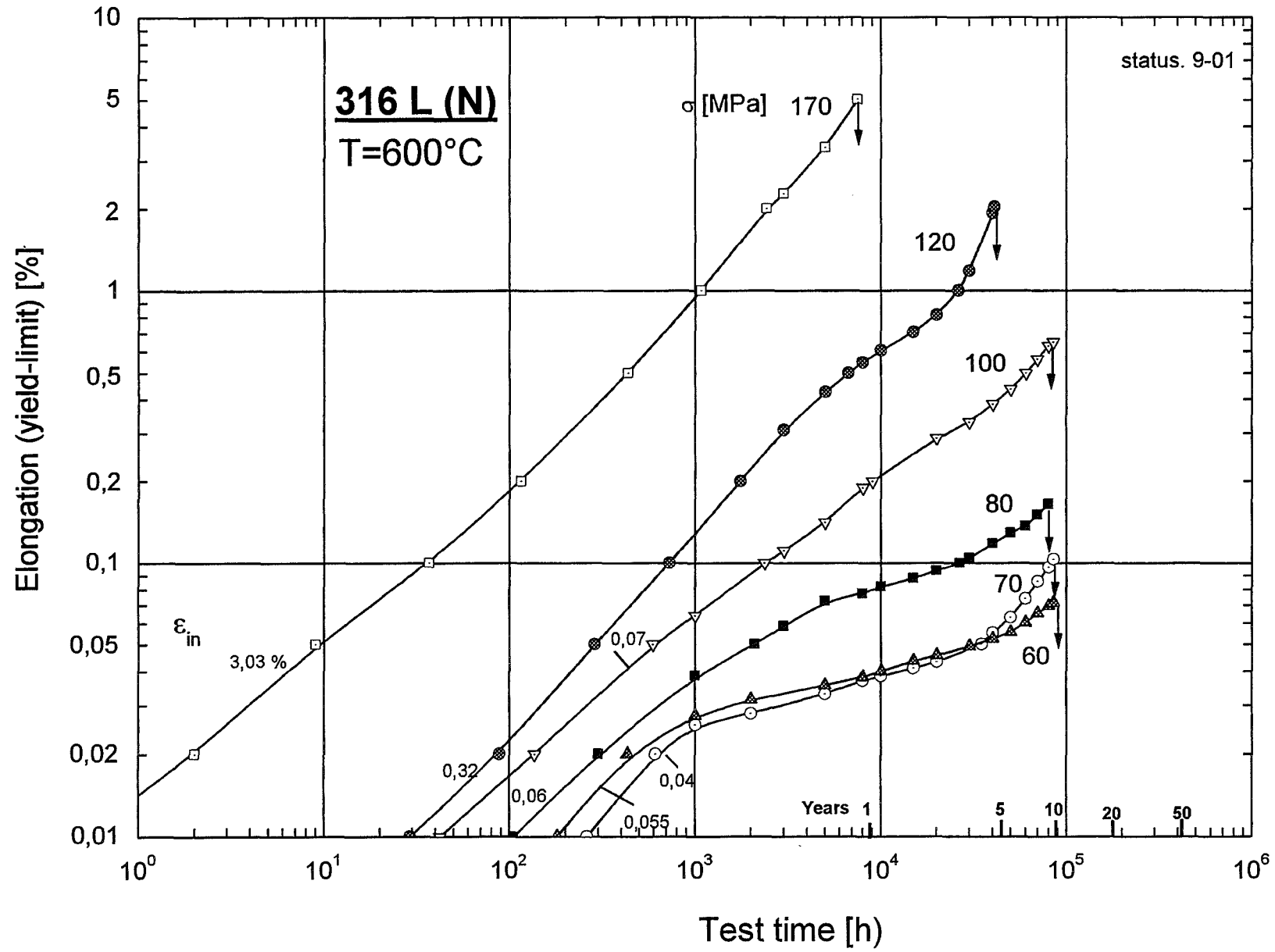
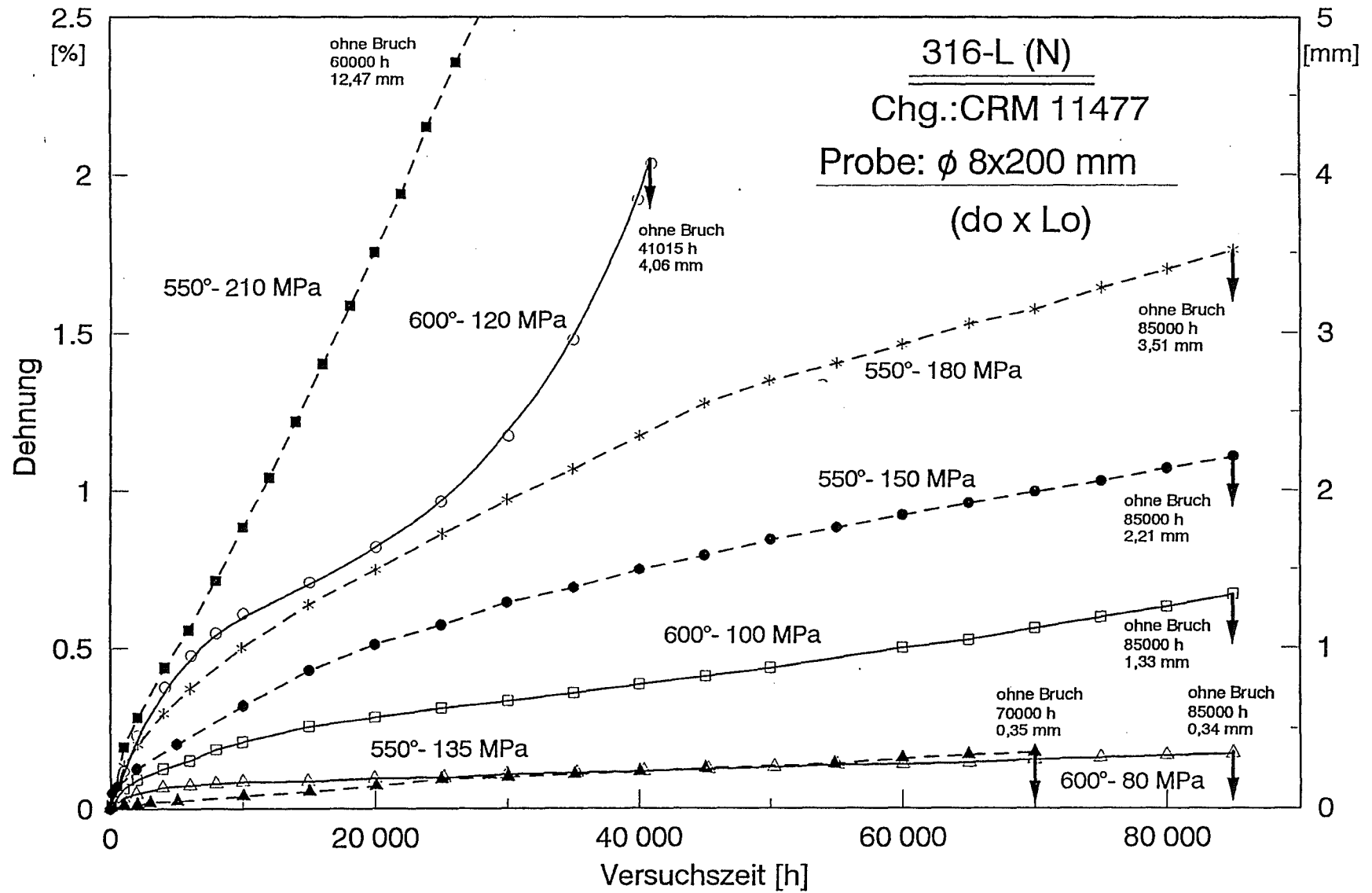


Bild 6: Kriechkurven



**Bild 7: Kriechkurven (linear)**

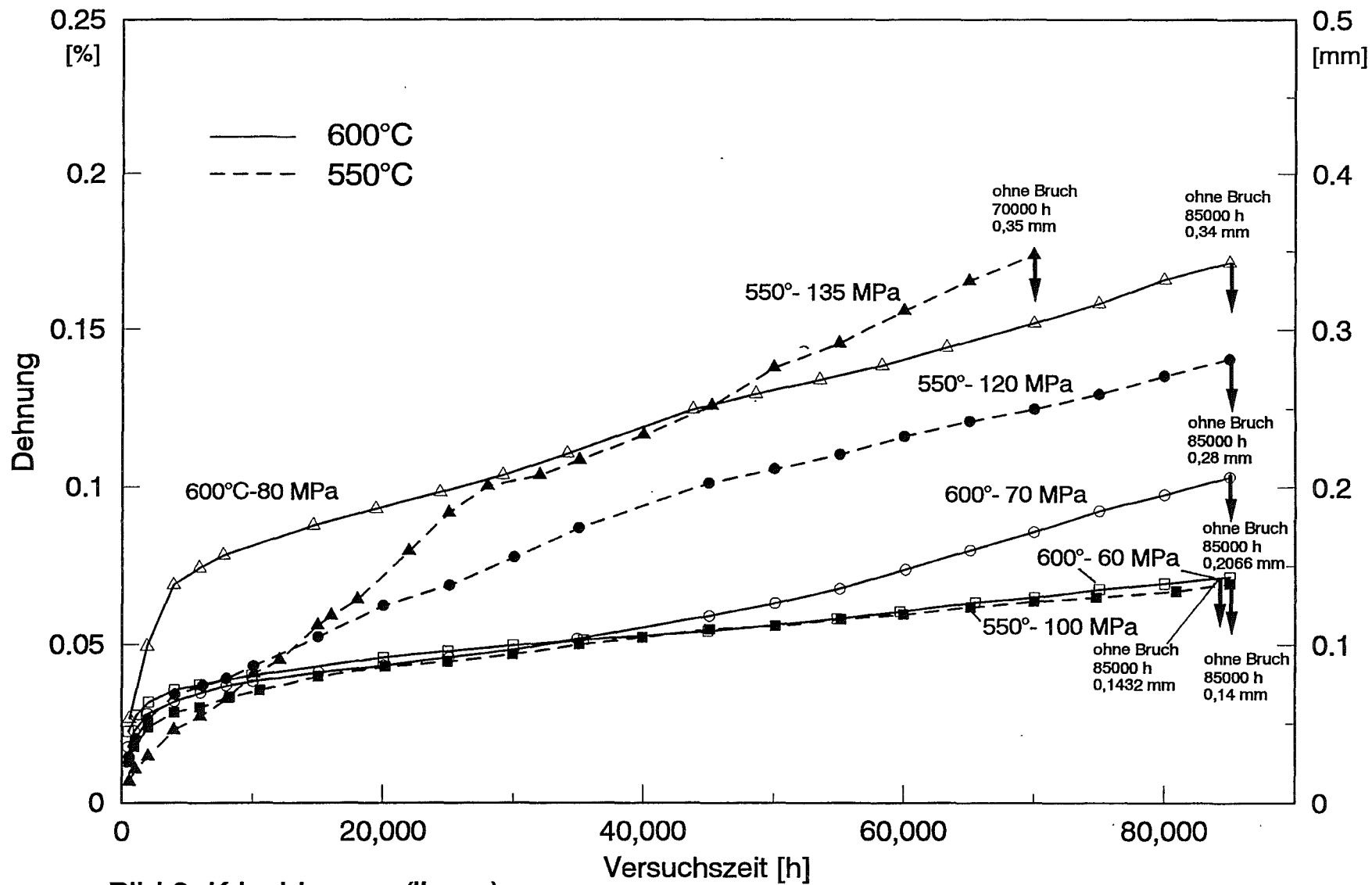


Bild 8: Kriechkurven (linear)

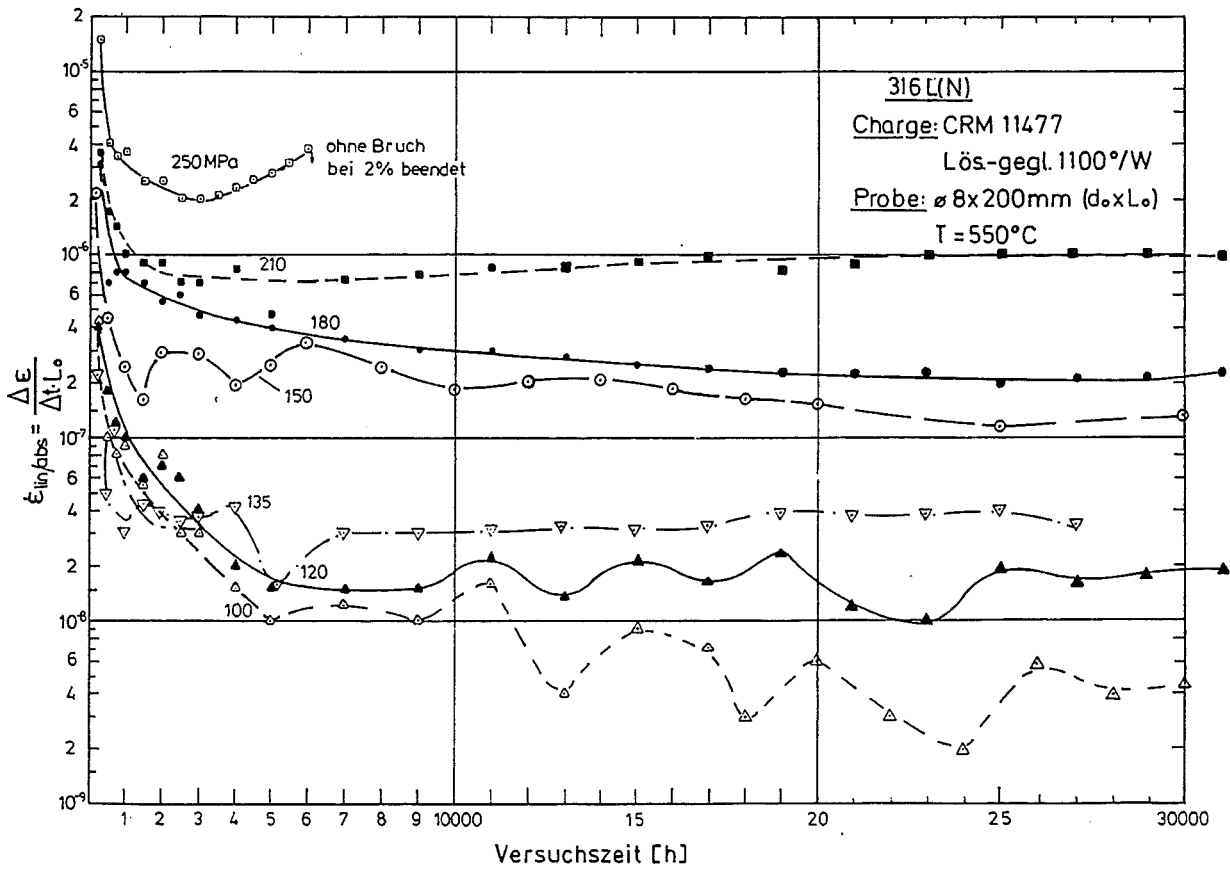


Bild 9a:

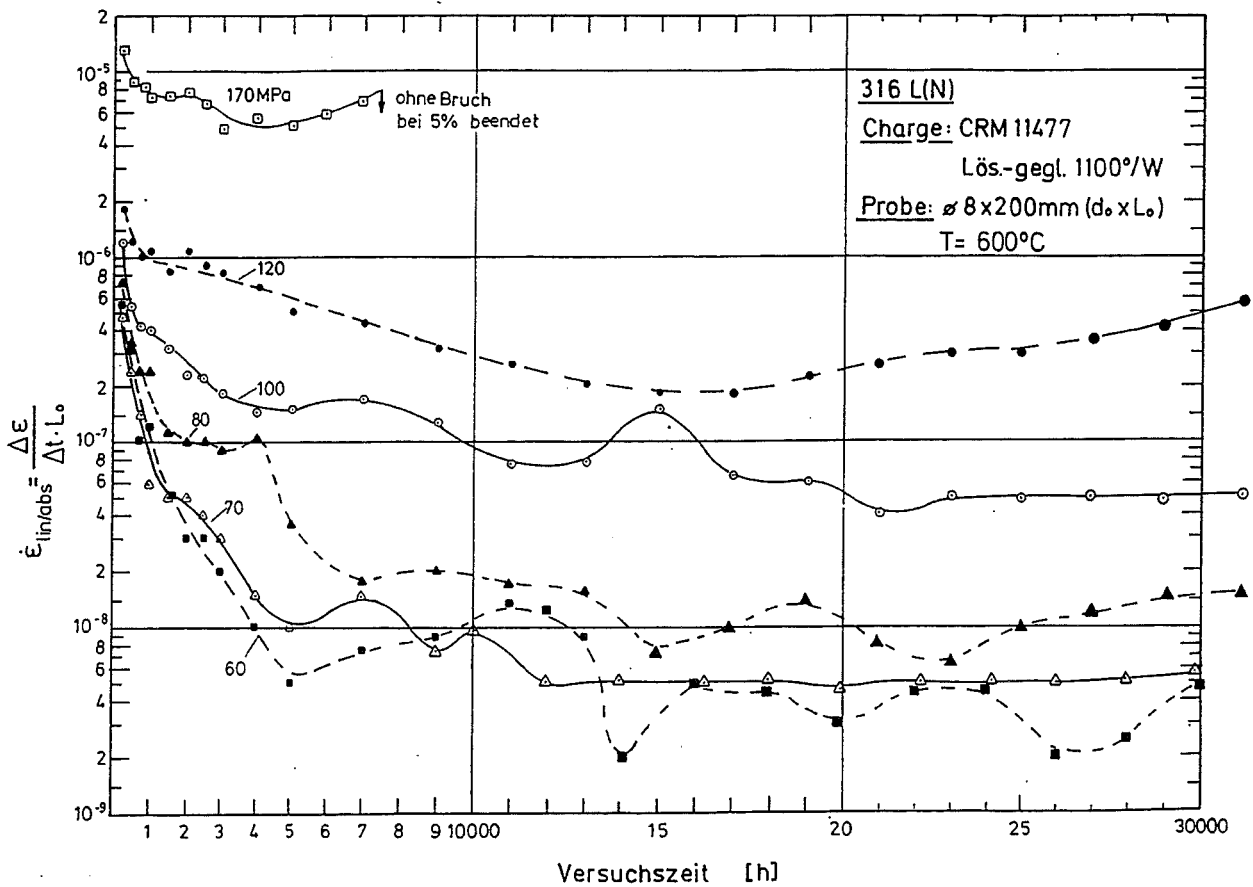


Bild 9b: Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchszeit

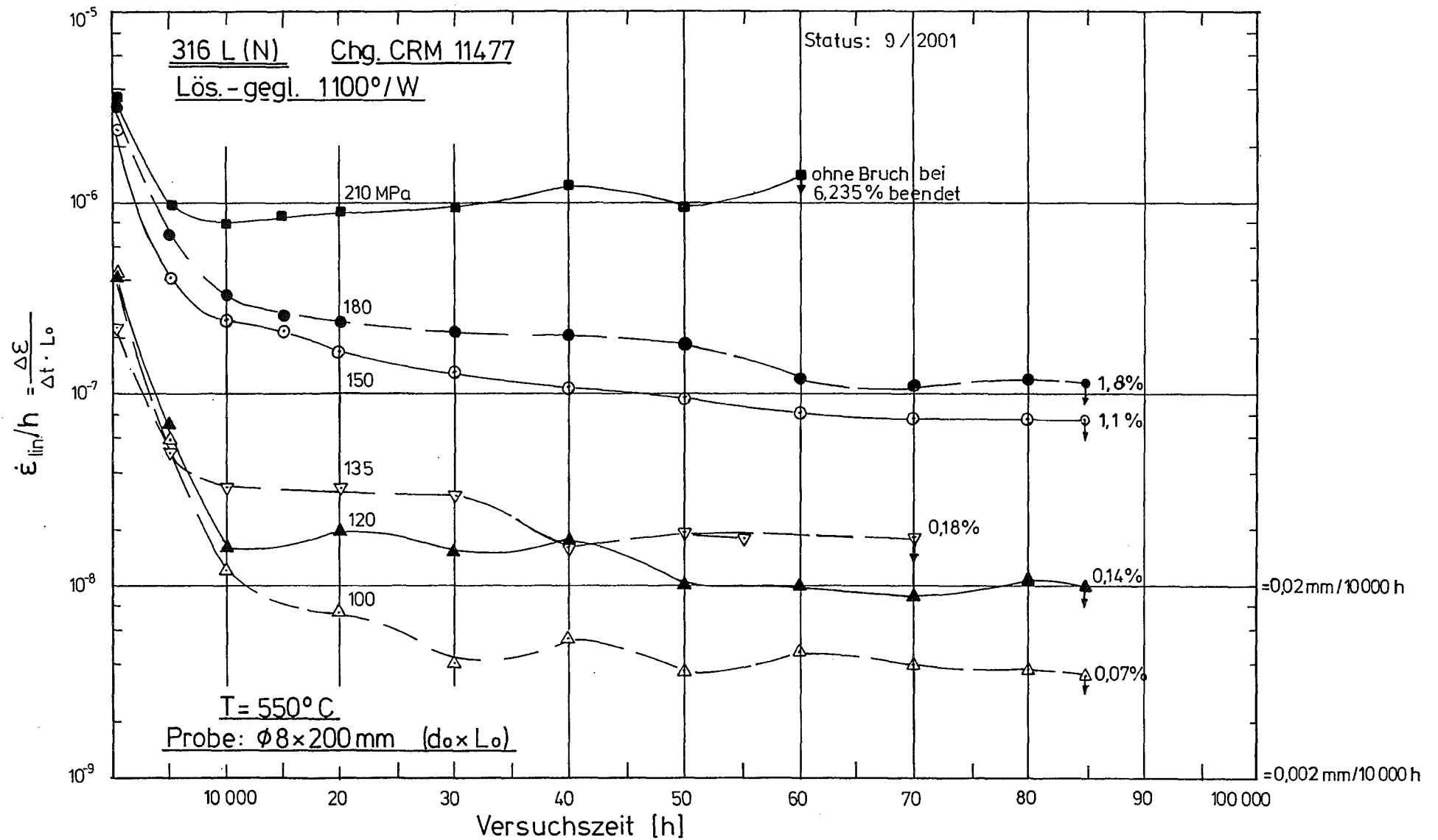


Bild 10: Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchszeit

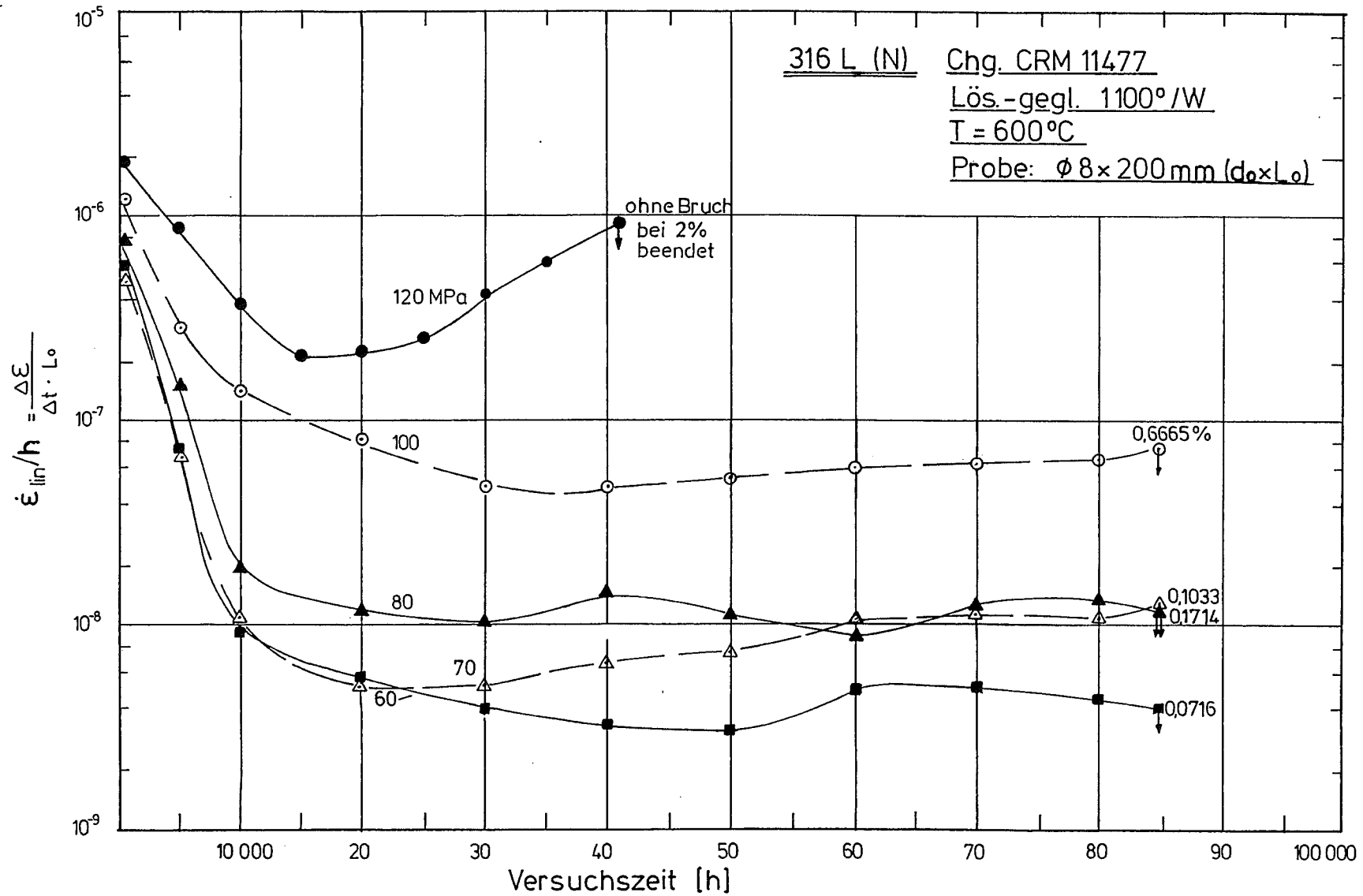


Bild 11: Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchszeit

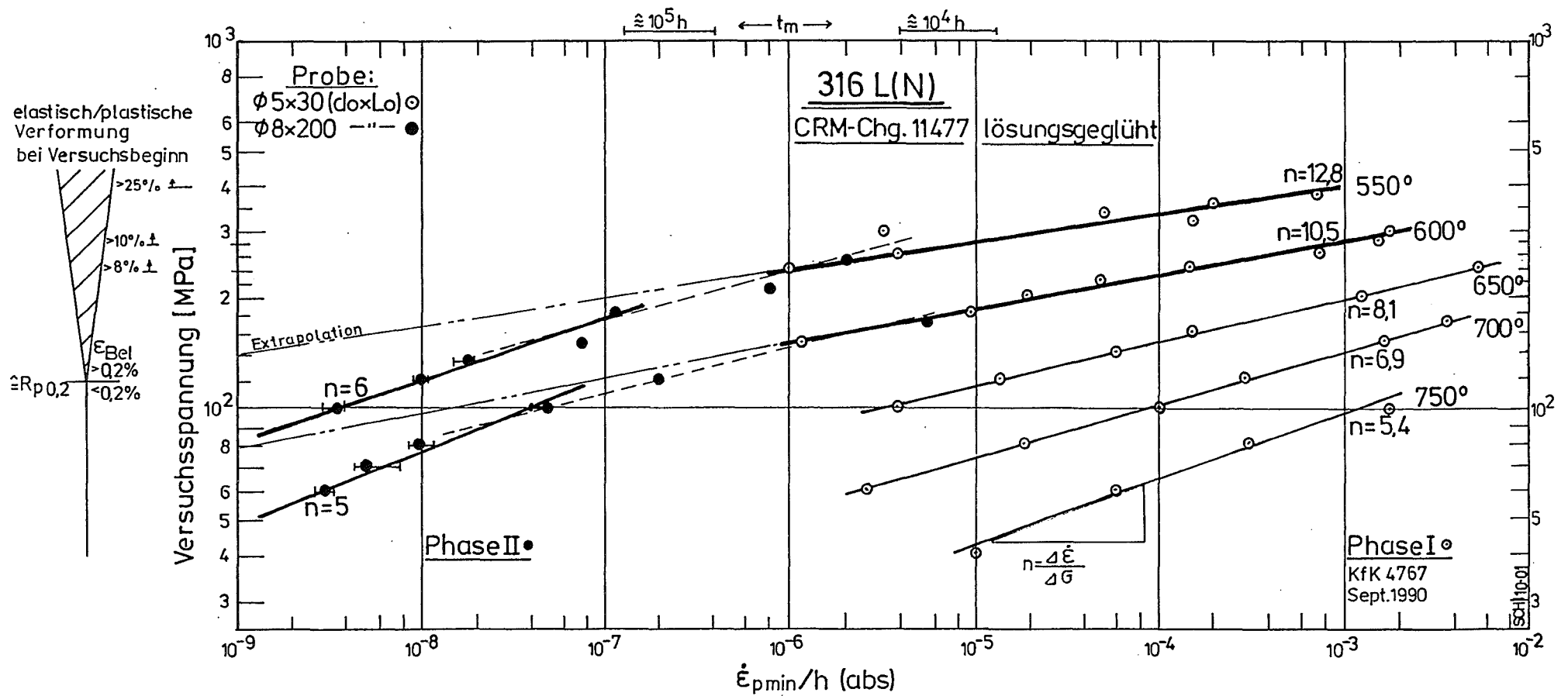
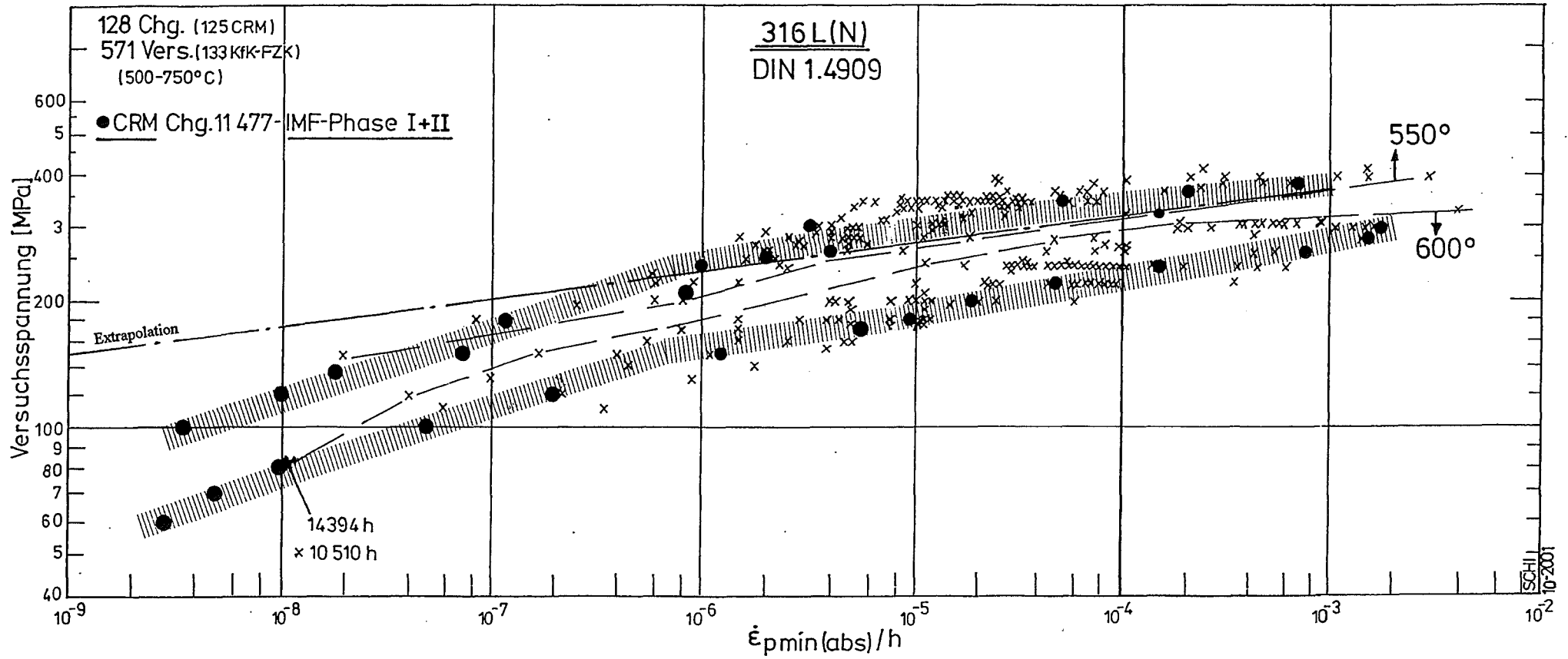


Bild 12: Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsdruck



[1] D.Lehmann-CEA, EUR 16168EN (1995)



**Bild 13:** Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

Vergleich der FZK-IMF-Daten von einer Charge mit den europäischen Daten von 128 Chargen

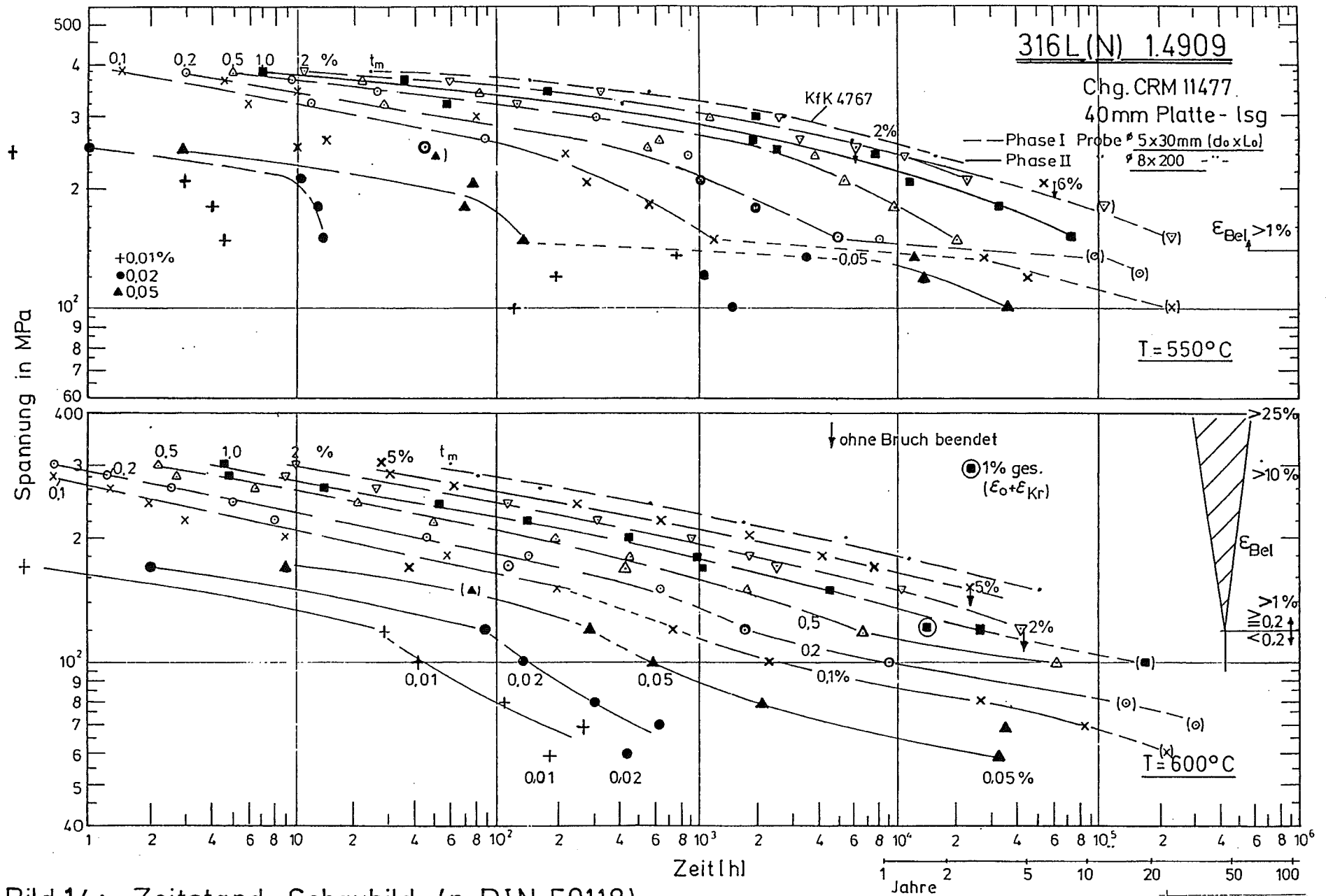


Bild 14: Zeitstand-Schaubild (n. DIN 50118)

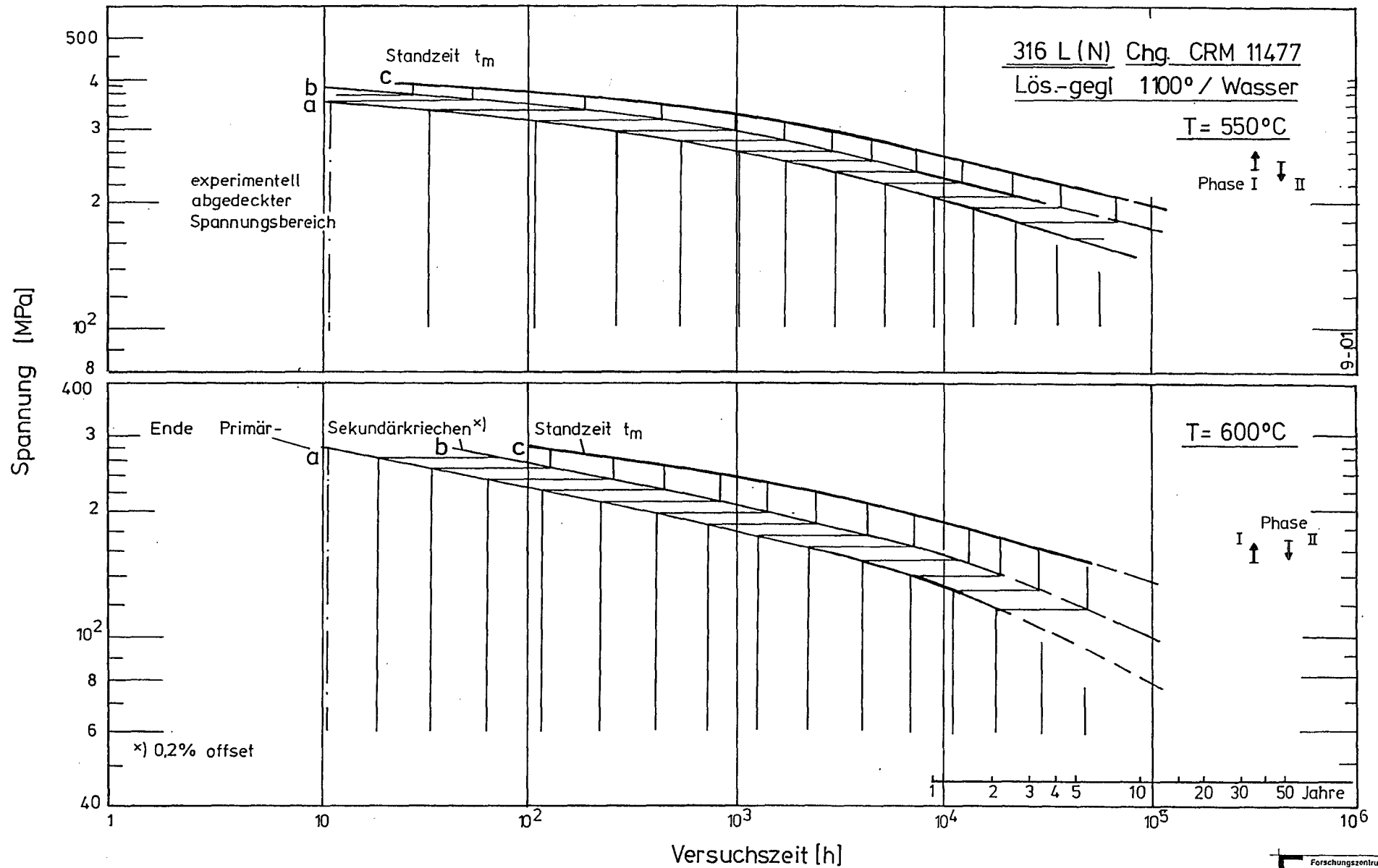
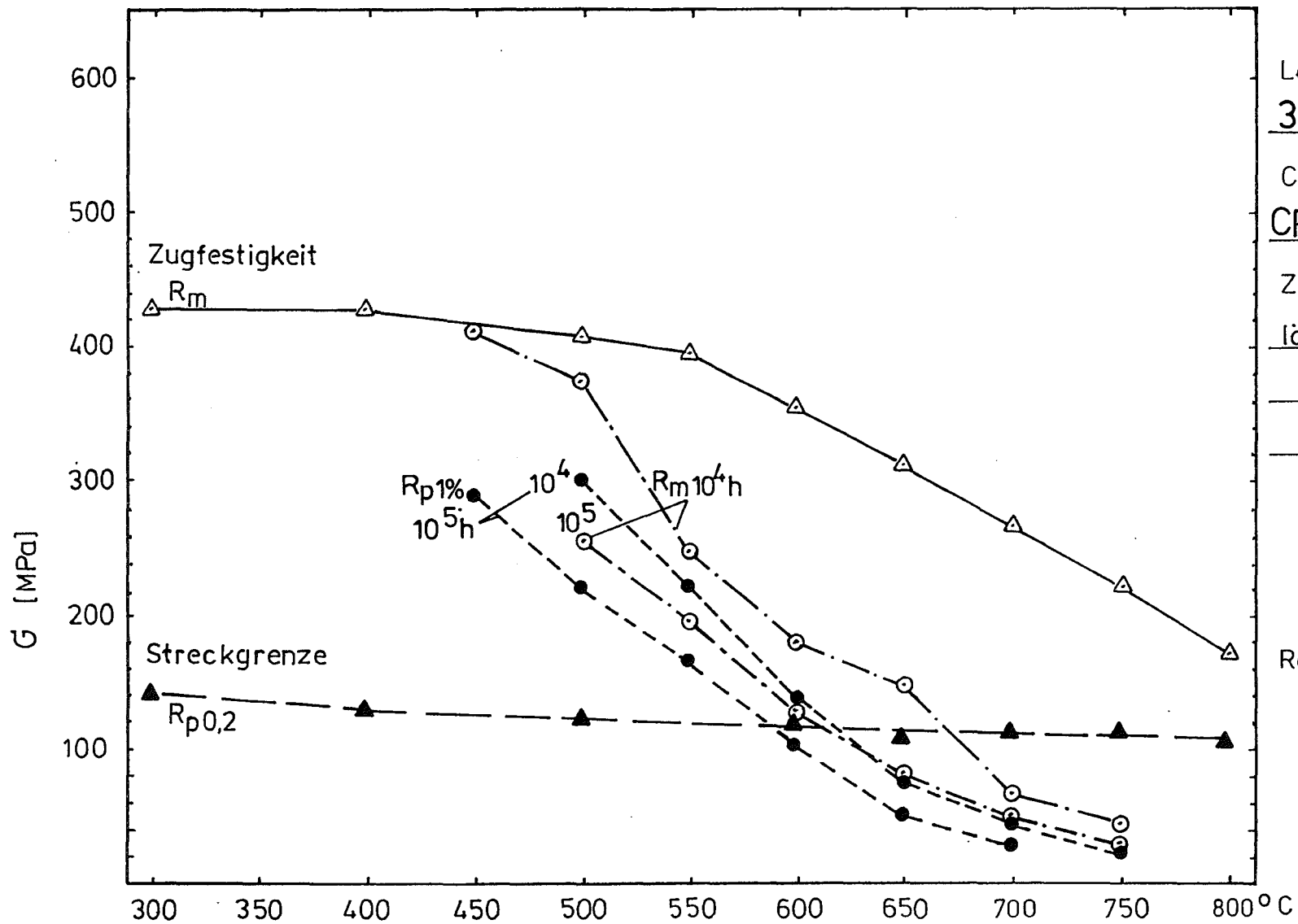


Bild 15 Anteil des primären-, sekundären- und tertiären Kriechens an der Standzeit



Legierung:  
**316 L(N)**

Charge:  
**CRM 11 477**

Zustand:  
**lösungsgeglüht**  
**1100°/W**

Ref.: KfK 4767  
Sept. 1990  
FZKA 6699  
2002

Bild 16: Temperaturabhängigkeit der Zugfestigkeit, 0,2 Grenze und Zeitstandfestigkeit

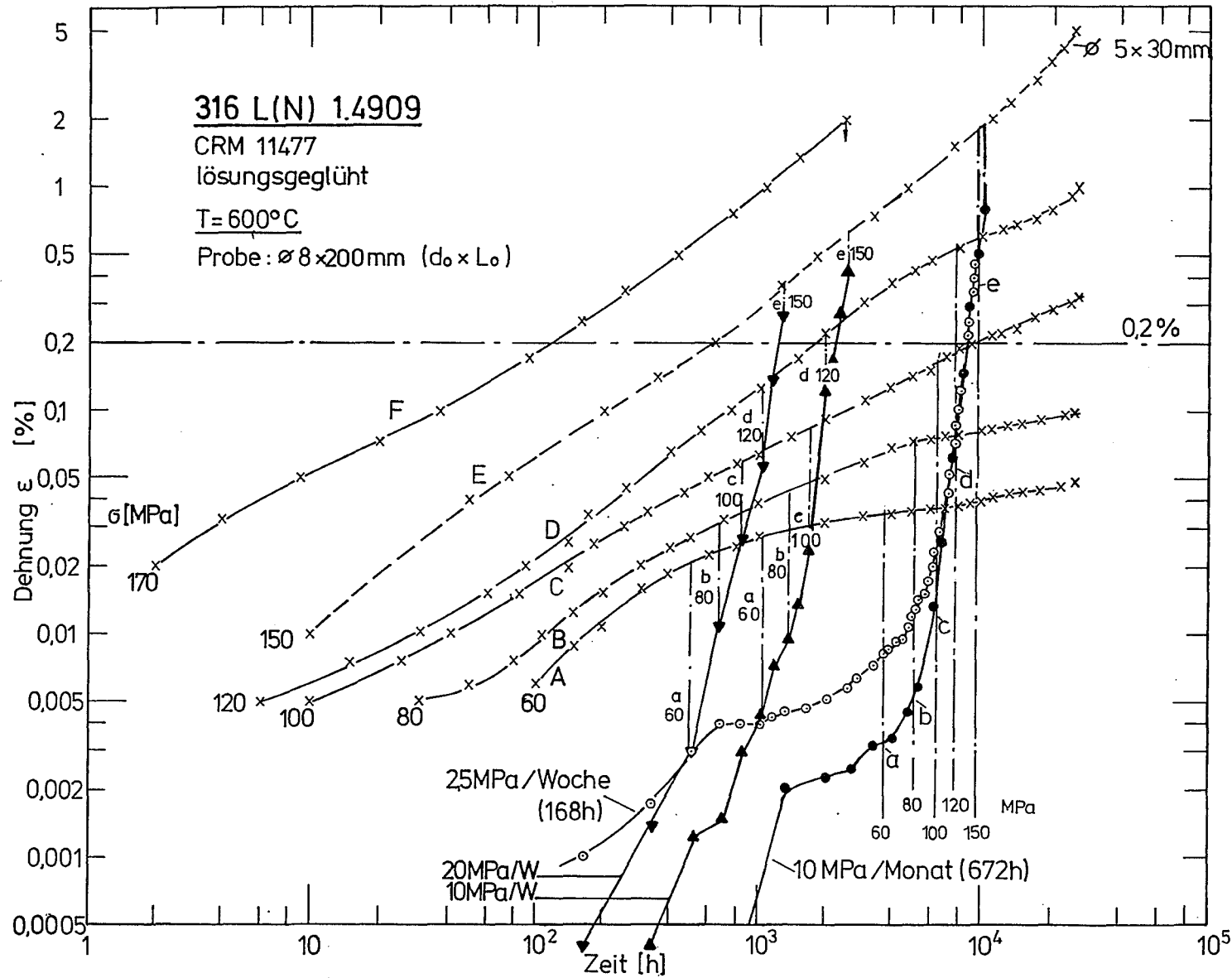


Bild 17 : Kriechverlauf von Versuchen mit konstanter Last (A - F) und stufenweiser Belastung (a - e)

●● Kriechverlauf ohne Belastungsdehnung (wie Tabelle 4)

X -"- incl. -"-  
 ( bei 2,5 MPa=0,0033mm/Stufe  
 10 " =0,0132 " / "

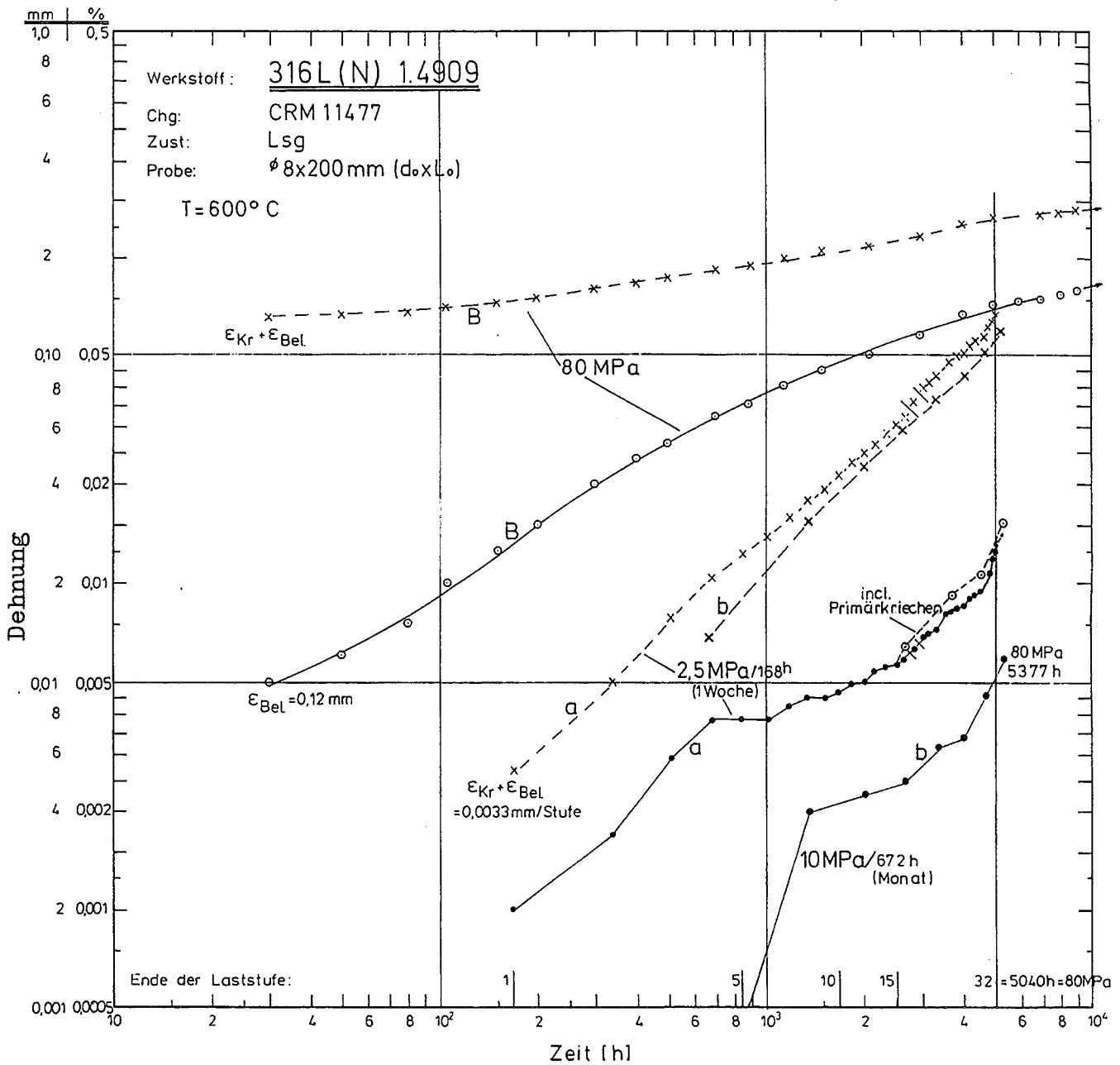


Bild 18: Kriechverlauf bei stufenweiser Belastung bis 80 MPa (a+b) im Vergleich zu konstanter Belastung (B)

● Kriechverlauf ohne Belastungsdehnung (wie Tabelle 4)

x -"- incl. -"-  
 ( bei 2,5 MPa=0,0033mm/Stufe  
 10 " =0,0132 "/ "

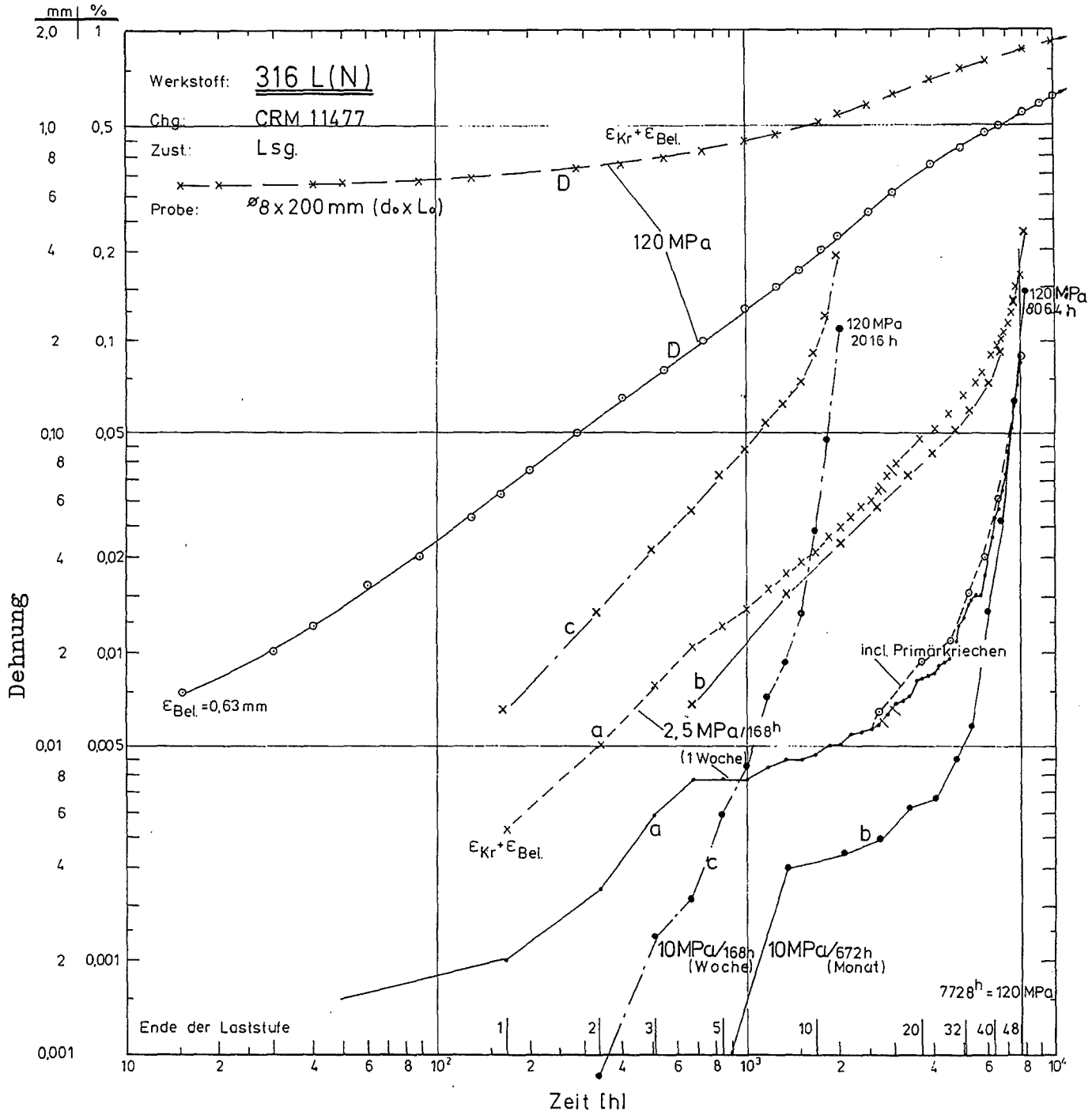


Bild 19: Kriechverlauf bei stufenweiser Belastung bis 120 MPa (a-c) im Vergleich zu konstanter Belastung (D)

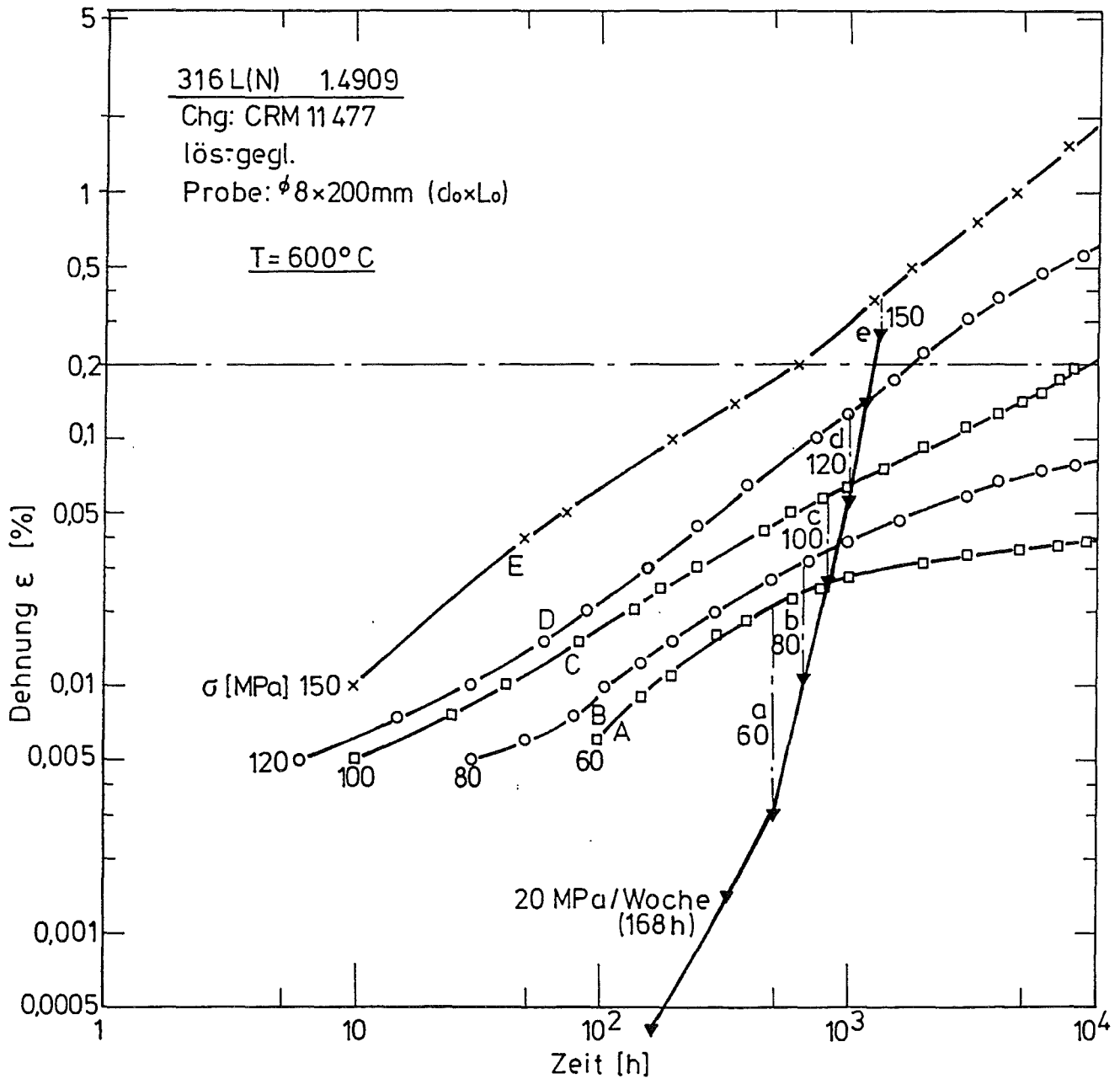


Bild 20 Kriechverlauf von Versuchen mit konstanter Last (A-E) im Vergleich zu stufenweiser Belastung (a-e)



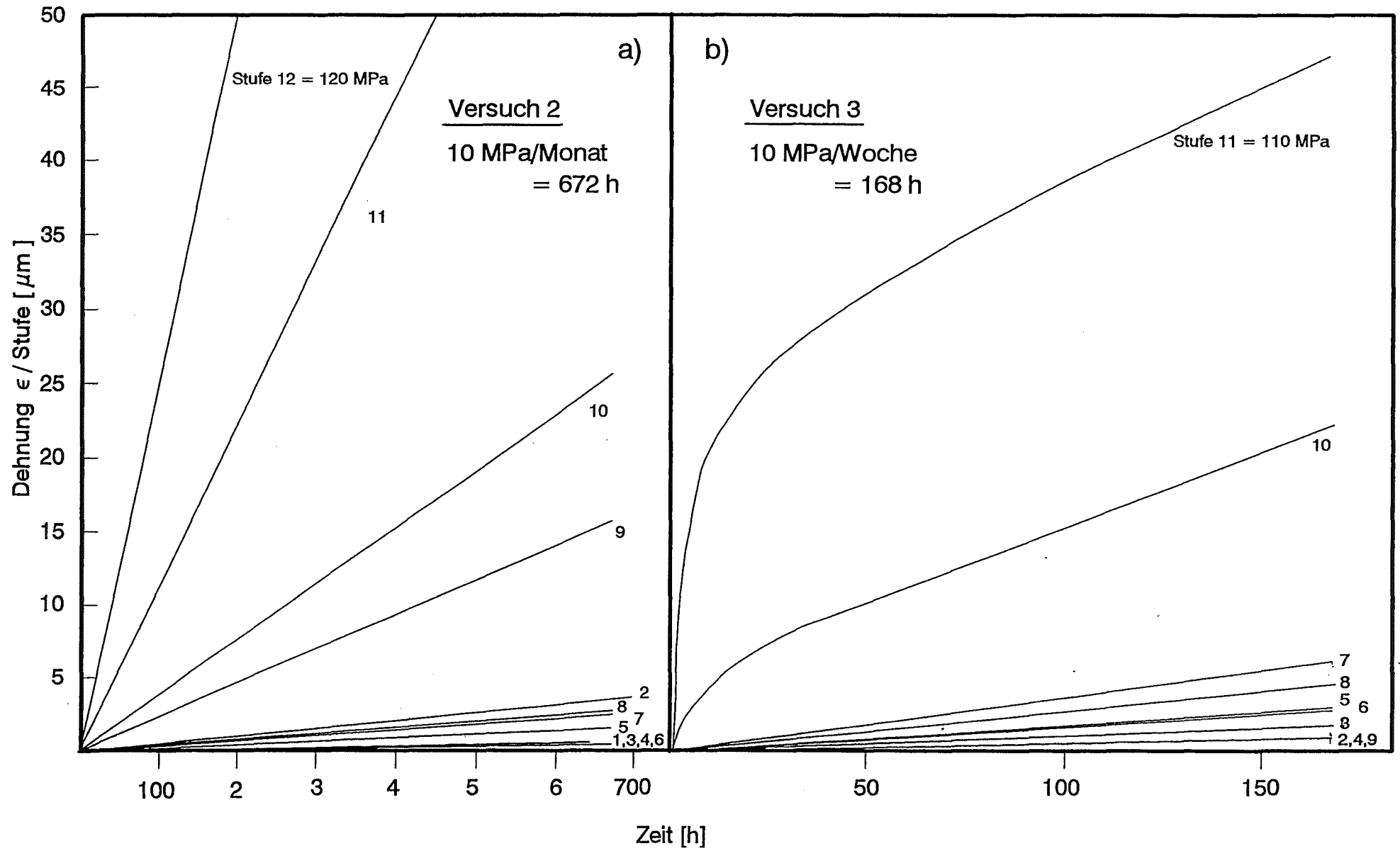


Bild 21: Kriechverlauf innerhalb einer Lastrampe

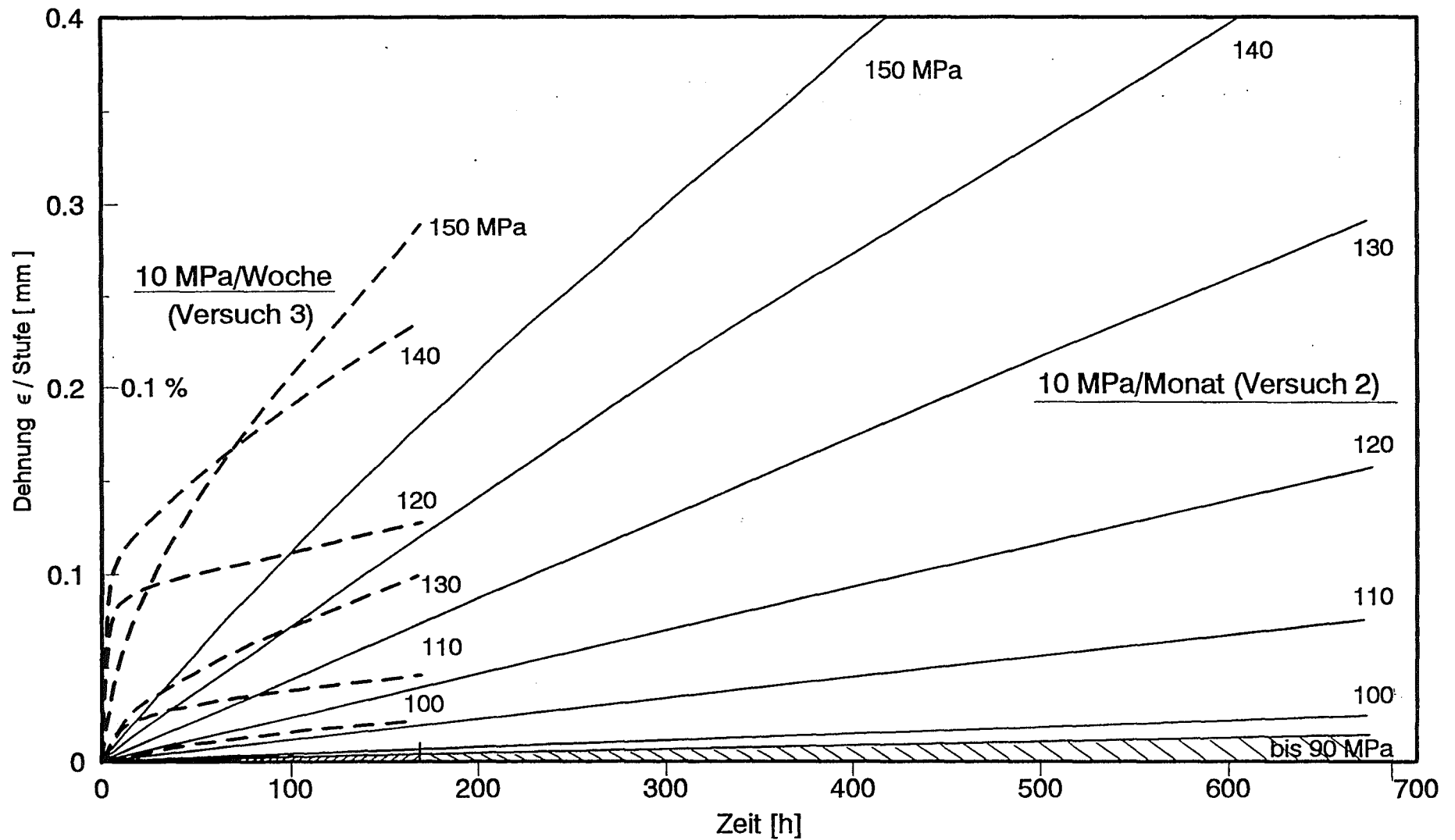


Bild 22: Kriechverlauf innerhalb der Lastrampen

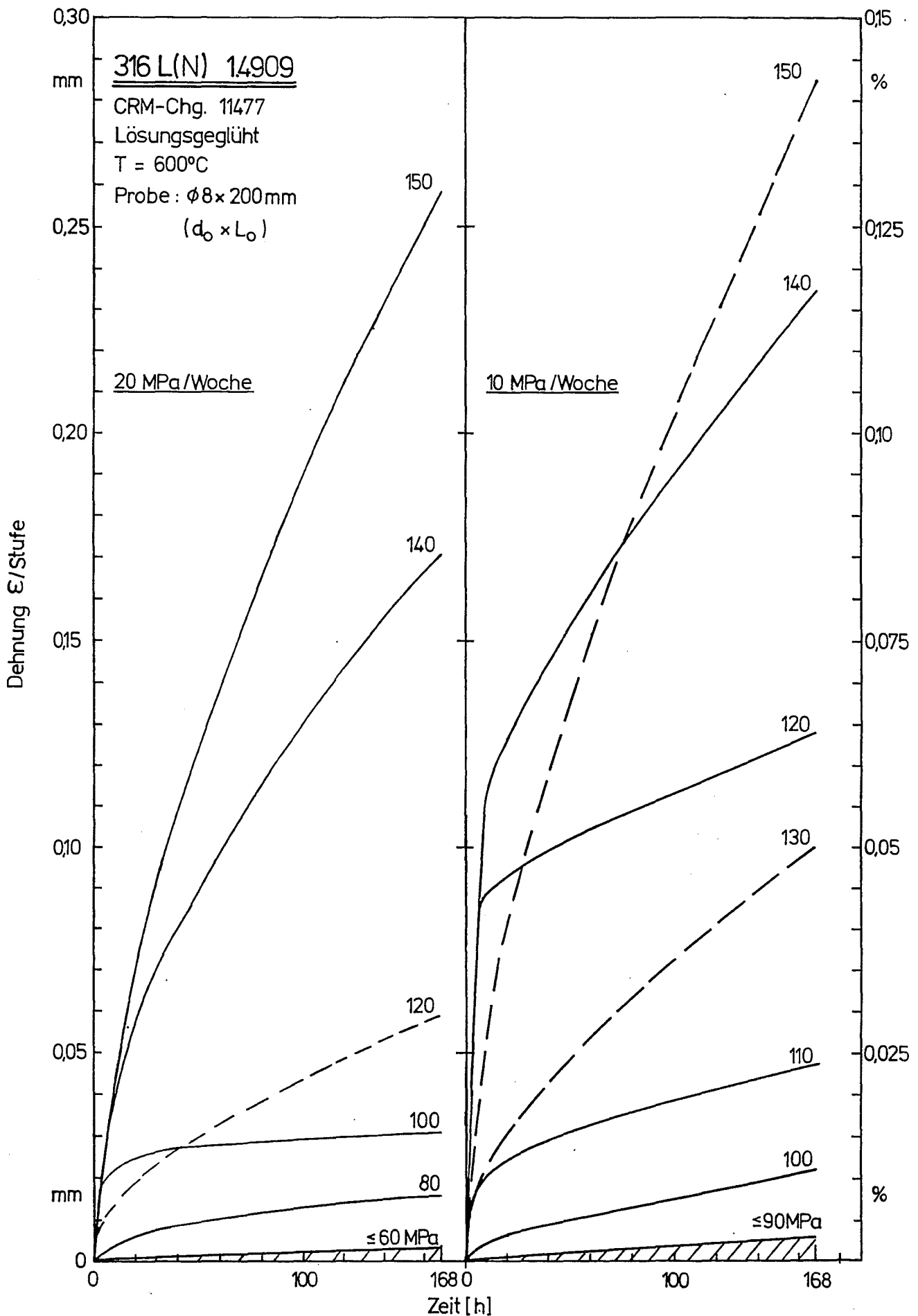


Bild 23 : Kriechverlauf innerhalb einer Lastrampe

316L(N) DIN 1.4909

Charge: CRM 11477

Zustand: lösungsgeglüht

Probe:  $\phi 8 \times 200 \text{ mm}$  ( $d_0 \times L_0$ )

T = 600°C

Vergleich der Kriechkurven von  
Versuchen mit konstanter Last  
und ansteigender Last

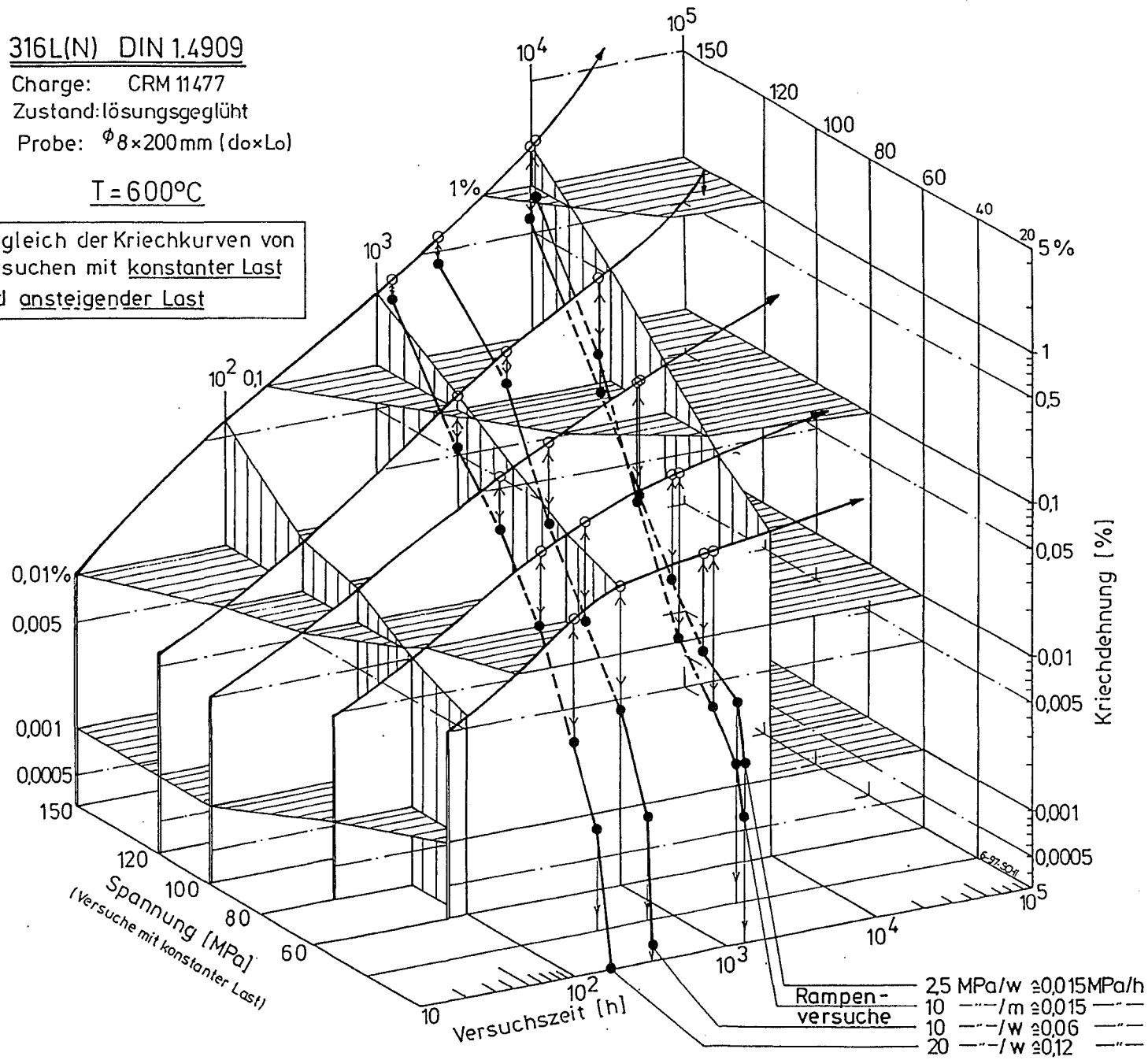


Bild 24