

KfK 5243  
September 1993

**Der Einfluß von  
Wärmebehandlung und  
Neutronenbestrahlung auf die  
Kerbschlageigenschaften  
des martensitischen  
10,6 % Cr-Stahls MANET-I**

M. Rieth, B. Dafferner, C. Wassilew  
Institut für Materialforschung  
Projekt Kernfusion

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



**Kernforschungszentrum Karlsruhe  
Institut für Materialforschung**

Projekt Kernfusion

KfK 5243

**Der Einfluß von Wärmebehandlung und Neutronen-  
bestrahlung auf die Kerbschlageigenschaften des  
martensitischen 10,6% Cr-Stahls MANET-I**

*M. Rieth, B. Dafferner, C. Wassilew*

**Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe**

Als Manuskript gedruckt  
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

ISSN 0303-4003

## **KURZFASSUNG**

Der martensitische 10,6% Cr-Stahl MANET-I wurde im Rahmen des Projekts Kernfusion als potentieller Erste Wand- und Blanketstrukturwerkstoff konzipiert. Zur Studie des Bestrahlungseinflusses auf die Kerbschlageigenschaften wurde ein umfangreiches Bestrahlungsprogramm (FRUST/SIENA) ausgearbeitet.

Außer den unbestrahlten Vergleichsproben wurden 87 bestrahlte KLST-Proben (3 X 4 X 27mm) mit 8 verschiedenen Wärmebehandlungen bei Bestrahlungstemperaturen zwischen 287°C und 475°C und bei Bestrahlungsdosen von 5dpa bis 15dpa untersucht.

Für die Prüfungen wurde ein neu entwickeltes instrumentiertes Kerbschlagbiegeversuchs- und Auswertesystem verwendet. Die Kerbschlageigenschaften wurden durch die Schlagarbeit in der Hochlage und die Übergangstemperatur vom duktilen zum spröden Werkstoffverhalten charakterisiert und dargestellt.

Für die bestrahlungsinduzierte Materialversprödung, und damit Verschlechterung der Kerbschlageigenschaften, konnte ein Modell erstellt werden.

## **SCHLÜSSELWÖRTER**

instrumentierter Kerbschlagbiegeversuch, Bestrahlungstemperatur, Bestrahlungsdosis, Übergangstemperatur (DBTT), Hochlage, Hochlagenenergie (USE), Schlagarbeit, Wärmebehandlung, 10,6% Cr-Stahl, MANET-I, bestrahlungsinduzierte Versprödung, dpa

Die Arbeiten für diesen Bericht wurden im Rahmen des Projekts Kernfusion im Kernforschungszentrum Karlsruhe durchgeführt. Das Projekt wird von der Europäischen Gemeinschaft über das Europäische Kernfusions-Technologie-Programm gefördert.

## **ABSTRACT**

### **Effect of heat treatment and neutron irradiation on the Charpy impact properties of the martensitic 10.6% Cr steel MANET-I**

The martensitic 10.6% Cr steel MANET-I was conceived within the frame of the Nuclear Fusion Project to serve as potential First-Wall and Blanket-Structural-Material. An extensive irradiation program (FRUST/SIENA) had been worked out to study the influence of neutron irradiation on the Charpy impact properties.

Apart from specimens in the unirradiated condition 87 irradiated subsized Charpy specimens (3 X 4 X 27mm, notch depth 1mm) with 8 different heat treatments were investigated at irradiation temperatures in the range of 287°C to 475°C and at irradiation doses of 5dpa to 15 dpa.

The tests were prosecuted using a newly developed instrumented Charpy impact testing and evaluation system. Impact properties like ductile-to-brittle transition temperature (DBTT) and upper-shelf energy (USE) were determined and discussed.

A model could be developed to describe the irradiation induced embrittlement of the MANET-I-steel.

## **KEY WORDS**

instrumented impact test, irradiation temperature, irradiation dose, dpa, ductile-to-brittle transition temperature (DBTT), upper-shelf, upper-shelf energy, impact energy, heat treatment, 10.6% Cr alloy, MANET-I, irradiation induced embrittlement

This work has been performed within the frame of the Nuclear Fusion Project of the Kernforschungszentrum Karlsruhe. It is supported by the European Communities within the European Fusion Technology Programm.

## VORWORT

*Die in diesem Bericht veröffentlichten Kerbschlageigenschaften des MANET-I-Stahls basieren auf Versuchsergebnissen aus dem Bestrahlungsprojekt FRUST/SIENA. Die Planung, Vorbereitung und Festlegung der Versuchsmatrix wurde unter der Regie von Herrn Dr. C. Wassilew durchgeführt. Durch seinen unerwarteten, frühen Tod am 2. März 1993 konnte er den Abschluß und die Endauswertung der Experimente leider nicht mehr miterleben. Sein Engagement bei der Einführung und Weiterentwicklung des Kerbschlagbiegeversuchs an bestrahlten Proben ermöglichte die Fertigstellung eines einzigartigen Prüf- und Auswertesystems. Dadurch konnten viele präzise Ergebnisse aus zahlreichen Kerbschlagexperimenten erzielt werden.*

*Ein Großteil der Kerbschlagbiegeversuche wurde in der Hauptabteilung Versuchstechnik / Heiße Zellen von der Arbeitsgruppe für Nachbestrahlungsuntersuchungen II unter der Leitung von Dr. O. Romer durchgeführt. An dieser Stelle möchten wir uns bei Ihm und seinen Mitarbeitern A. Drasl, A. Kräuter, W. Kunisch und H. Ries für die vorbildliche Zusammenarbeit bei der Versuchsdurchführung und Unterstützung bei der Anlageninstallation bedanken.*

*Kernforschungszentrum Karlsruhe, August 1993.*

---

# INHALTSVERZEICHNIS

1. EINLEITUNG .....	1
2. VERSUCHSMATERIAL UND PROBENHERSTELLUNG .....	2
3. VERSUCHSTECHNIK .....	3
4. UNTERSUCHUNG DER UNBESTRAHLTEN PROBEN .....	5
4.1 DER EINFLUSS DER NORMALISIERUNGSWÄRMEBEHANDLUNG.....	5
4.2 DER EINFLUSS DER ANLASSWÄRMEBEHANDLUNG .....	8
5. DAS BESTRAHLUNGSEXPERIMENT .....	11
6. UNTERSUCHUNG DER BESTRAHLTEN PROBEN .....	12
6.1 DIE VERSUCHSMATRIX.....	12
6.2 DER EINFLUSS DER NORMALISIERUNGSWÄRMEBEHANDLUNG.....	14
6.3 DER EINFLUSS DER ANLASSWÄRMEBEHANDLUNG .....	15
6.4 DER EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSTEMPERATUR.....	19
6.5 DER EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSDOSIS .....	22
7. MODELLBILDUNG UND IDENTIFIKATION .....	24
7.1 DBTT-MODELL.....	24
7.1.1 Die Abhängigkeit der $\Delta$ DBTT-Funktion von der Bestrahlungsdosis.....	24
7.1.2 Die Abhängigkeit der $\Delta$ DBTT-Sättigungswert-Funktion von der Bestrahlungstemperatur.....	25
7.1.3 Das Vollständige $\Delta$ DBTT-Modell.....	25
7.1.4 Der unbestrahlte Ausgangszustand .....	27

---

7.2 USE-MODELL .....	27
7.2.1 Die Abhängigkeit der $\Delta$ USE-Funktion von der Bestrahlungsdosis .....	28
7.2.2 Die Abhängigkeit der $\Delta$ USE-Sättigungswert-Funktion von der Bestrahlungstemperatur .....	28
7.2.3 Das Vollständige $\Delta$ USE-Modell.....	28
7.2.4 Der unbestrahlte Ausgangszustand.....	29
ANHANG A: UNBESTRAHLTE EXPERIMENTE .....	31
A1. EINFLUSS DER NORMALISIERUNGSWÄRMEBEHANDLUNG .....	31
A2. BESTIMMUNG DER HOCHLAGE UND ÜBERGANGSTEMPERATUR .....	34
A2.1 Ohne Normalisierungswärmebehandlung.....	34
A2.2 Bei Normalisierungswärmebehandlung 950°C/2h .....	35
A2.3 Bei Normalisierungswärmebehandlung 980°C/2h .....	37
ANHANG B: BESTRAHLTE EXPERIMENTE .....	41
B1. VERSUCHSERGEBNISSE MIT PARAMETERANGABEN.....	41
B1.1 Bestrahlungstemperaturbereich 287°C-295°C .....	41
B1.2 Bestrahlungstemperaturbereich 369°C-389°C .....	44
B1.3 Bestrahlungstemperatur 420°C .....	45
B1.4 Bestrahlungstemperaturbereich 466°C-475°C .....	46
B2. EINFLUSS DER WÄRMEBEHANDLUNG.....	49
B3. EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSTEMPERATUR.....	52
B4. EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSDOSIS.....	55
B5. EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSTEMPERATUR UND BESTRAHLUNGSDOSIS .....	57
LITERATURVERZEICHNIS.....	58

---

## 1. EINLEITUNG

Der martensitische 10,6% Cr-Stahl MANET-I wurde 1984 im Rahmen des Projektes Kernfusion konzipiert. Er sollte im NET-Programm (Next European Torus) eventuell als Erste Wand- und Blanketstrukturmaterial eingesetzt werden.

Deshalb wurde 1986/87 ein umfangreiches Bestrahlungsprogramm ausgearbeitet. Das Ziel war eine Studie der Abhängigkeit wichtiger mechanischer Eigenschaften von den unterschiedlichen Bestrahlungsparametern.

Das Bestrahlungsexperiment wurde von 1987 bis 1990 in einem HFR des JRC in Petten (Niederlande) unter der Bezeichnung E198-FRUST (Fusion Reactor Use of Stainless STeel) durchgeführt. Für das Experiment wurden nur Kerbschlagbiegeproben und Zugproben verwendet. Diese wurden in einer neu konstruierten Bestrahlungskapsel mit der Bezeichnung SIENA (Steel Irradiation in an Enhanced Neutron Arrangement) eingesetzt.

Die Untersuchungsergebnisse der mechanischen Eigenschaften sowie des Umwandlungs- und Vergütungsverhaltens am unbestrahlten Werkstoff sind z.B. in [Schirra] zusammengefaßt. Die Zugproben aus dem Bestrahlungsexperiment wurden noch nicht geprüft. Deshalb werden im vorliegenden Bericht ausschließlich die Kerbschlageigenschaften des MANET-I-Stahls (vor und nach Bestrahlung) behandelt.

Erste Ergebnisse der Kerbschlaguntersuchungen wurden schon in [Wassilew1, Wassilew2, Wassilew3, Wassilew4, Wassilew5] veröffentlicht. Durch Anwendung modernerer Auswertemethoden und neuere Ergebnisse der Bestrahlungsparameterberechnungen wurden diese Veröffentlichungen jedoch neu überarbeitet. Außerdem wurden noch so viele weitere Kerbschlagexperimente durchgeführt, daß eine abschließende Auswertung sämtlicher mikrostruktureller und bestrahlungsinduzierter Einflüsse durchgeführt werden konnte.

Natürlich entspricht der MANET-I-Stahl heute nicht mehr dem aktuellen Materialentwicklungsstand. Einerseits haben sich im Bereich des NET-Programms viele grundlegende Änderungen ergeben, die zu etwas anderen Anforderungsprofilen für potentielle Erste Wand- und Strukturwerkstoffe führten. Andererseits wurden auf dem Gebiet der Materialentwicklung wesentliche Fortschritte erzielt, die z.T. zu einer erheblichen Qualitätssteigerung bei den unterschiedlichen Werkstoffen führte, wie z.B. die niedrige Aktivierbarkeit.

Trotzdem sind die hier vorgestellten Untersuchungen am MANET-I-Stahl von hoher Bedeutung, da sicherlich etliche Ergebnisse auf andere verwandte Stahltypen

übertragbar sind, wenn auch nur qualitativ. Außerdem dürfte die hierbei geführte Datenbank der Kerbschlageigenschaften in Abhängigkeit vieler Parameter, sowohl vor als auch nach Bestrahlung, eine der größten sein, die jemals für einen Werkstofftyp angelegt wurde.

## 2. VERSUCHSMATERIAL UND PROBENHERSTELLUNG

Der martensitische 10,6% Cr-Stahl MANET-I entstand aus dem Stahl-Typ 1.4914 durch leicht modifizierte Spezifikation. Die Herstellung der Charge 53645 erfolgte bei der Firma Saarstahl. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 1 angegeben.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Nb	Al	B	N	Co	Cu	Ti	Zr
0,14	0,37	0,76	0,003	0,005	10,6	0,97	0,79	0,2	0,15	0,05	0,009	0,02	0,01	0,015	0,007	0,05

*Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung der Charge 53645, MANET-I*

Das angelieferte Ausgangsmaterial für die Herstellung der Kerbschlagbiegeproben war ein Blech, das von der Firma VDN in Schwerte auf das Endmaß 3,5 mm warmgewalzt und anschließend in einem Durchlaufofen bei 800°C und 1,5 m/h Vorschub weichgeglüht wurde.

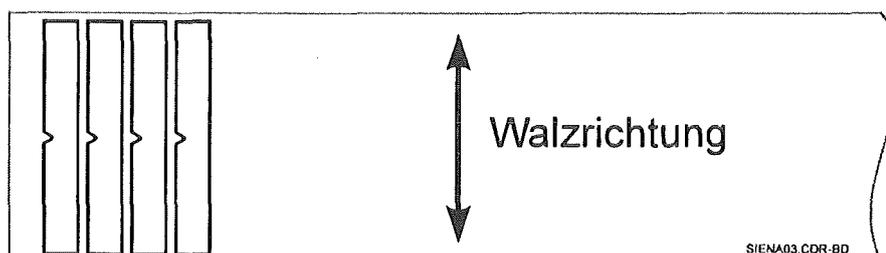
Zur weiteren Wärmebehandlung wurden aus dem angelieferten Blech 28 mm breite Blechstreifen senkrecht zur Walzrichtung entnommen.

Die Wärmebehandlung selbst bestand aus drei Temperierschritten:

- ① Normalisierung bei 950°C/2h oder 980°C/2h
- ② Austenitisierung bei 1075°C/0,5h
- ③ Anlassen bei verschiedenen Temperaturen zwischen 600°C und 780°C/2h

Eine detaillierte Darstellung des Einflusses der einzelnen Wärmebehandlungsschritte auf das Gefüge sowie zahlreiche metallographische Untersuchungen sind in [Schirra, Wassilew6, Wassilew7, Wassilew8] zusammengestellt.

Die Entnahme der Kerbschlagbiegeproben aus den Blechstreifen erfolgte längs zur Walzrichtung in L-T-Orientierung (s. Abb. 1).



*Abb. 1: Probenentnahme*

### 3. VERSUCHSTECHNIK

Die Kerbschlagbiegeversuche wurden mit einem im IMF-II entwickelten Prüfsystem durchgeführt [Rieth1, Rieth2, Rieth3]. Die technische Auslegung der Prüfanlagen entspricht den Angaben in [DIN 50115, DIN 51222, DVM 001, EN 10045] (s.a. Tabelle 2).

Der verwendete Probentyp ist in [DIN 50115] unter der Bezeichnung KLST spezifiziert (s. Abb. 2).

Zur Durchführung der Experimente standen zwei Anlagen zur Verfügung. Davon war eine in einer Heißen Zelle zur Prüfung bestrahlter Proben installiert.

#### Technische Daten

15 J Pendelschlagwerk  
 Hammerfinnenradius 2 mm  
 Widerlagerabstand 22 mm  
 Schlaggeschwindigkeit 3,85 m/s  
 Kraftmeßeinrichtung in der Hammerfinne  
 Meßwertaufnahmefrequenz 1 MHz  
 Meßverstärkerbandbreite 1 MHz (-3dB)  
 A/D-Wandlungsaufösung 1,2 mV  
 Halbautomatische Probenbeladevorrichtung  
 Beladeverzugszeit max. 2 sec  
 PC-gesteuerte Versuchsdurchführung  
 Prüftemperaturbereich -180°C bis +600°C

Tabelle 2: Technische Daten der Prüfeinrichtungen

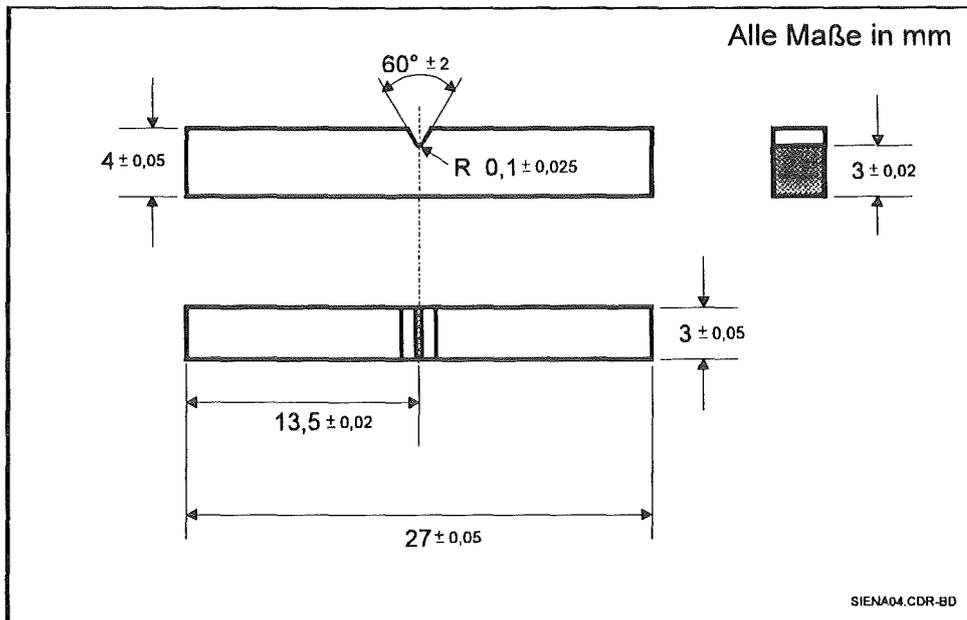


Abb. 2: Probengeometrie

Generell wurden die Kerbschlagbiegeversuche instrumentiert durchgeführt, d.h. zu jedem Versuch wurde eine Kraft-Durchbiegungs-Kurve der jeweiligen Probe aufgezeichnet. Dadurch war auch bei Versuchsserien mit weniger als 6 Proben eine sehr genaue Ermittlung der Schlagarbeit-Temperatur-Diagramme möglich. Der Zusammenhang zwischen dem Verlauf der Kraft-Durchbiegungs-Kurven und der jeweiligen

Lage der einzelnen Versuchspunkte im Schlagarbeit-Temperatur-Diagramm ist in den Abbildungen 3 und 4 dargestellt.

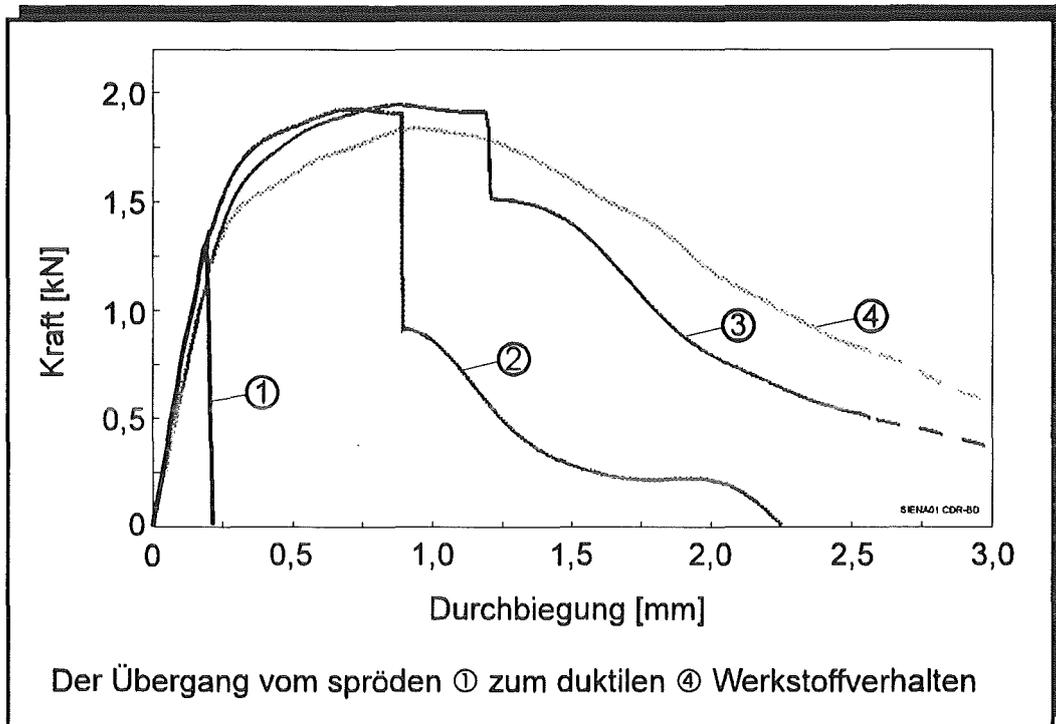


Abb. 3: Kraft-Durchbiegungs-Kurven nach [Rieth3]

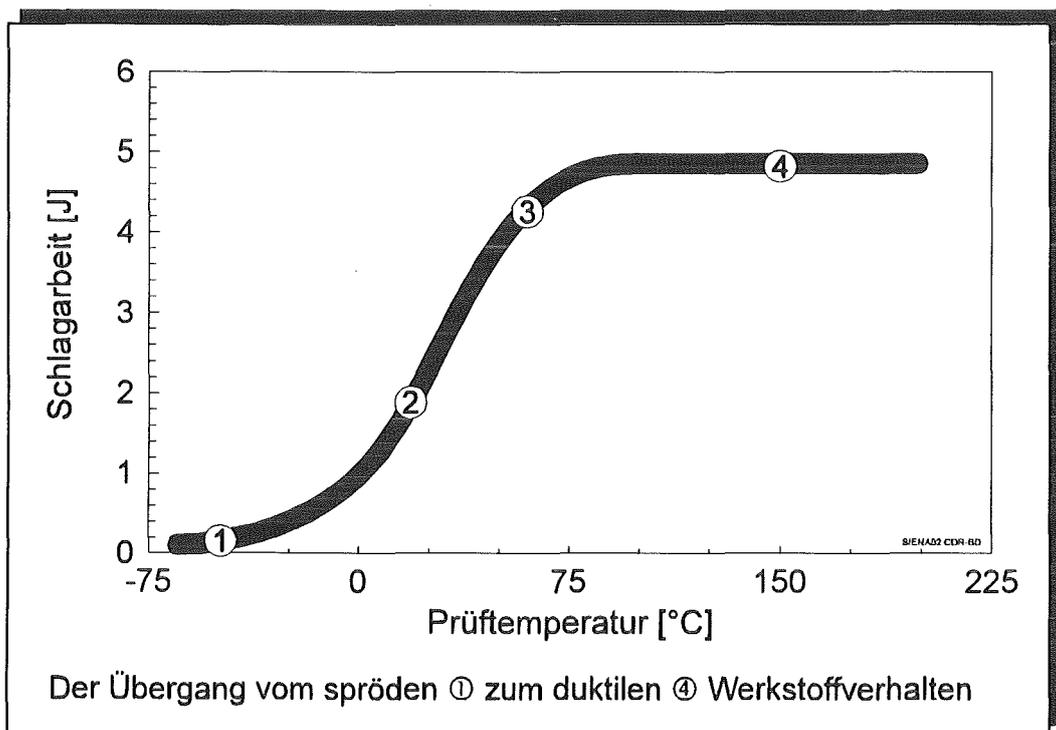


Abb. 4: Schlagarbeit-Temperatur-Diagramm

---

Im vorliegenden Bericht wurden nur die Schlagarbeit-Temperatur-Diagramme ausgewertet und analysiert. Eine ausführliche Zusammenstellung der dynamischen Kraft-Durchbiegungs-Verläufe und Bruchvorgänge wird an anderer Stelle erfolgen.

Die Ermittlung der Schlagarbeit erfolgte durch Integration der Kraft-Durchbiegungskurven.

Die Schlagarbeit bei Hochlage oder USE (Upper Shelf Energy) und die Übergangstemperatur bzw. DBTT (Ductile to Brittle Transition Temperature) sind die klassischen Kerbschlageigenschaften eines Werkstoffs. Die USE wurde als Maximalwert des Schlagarbeit-Temperatur-Diagramms definiert. Als DBTT wurde diejenige Temperatur gewählt, bei der die Schlagarbeit genau die Hälfte der Hochlage erreicht.

## 4. UNTERSUCHUNG DER UNBESTRAHLTEN PROBEN

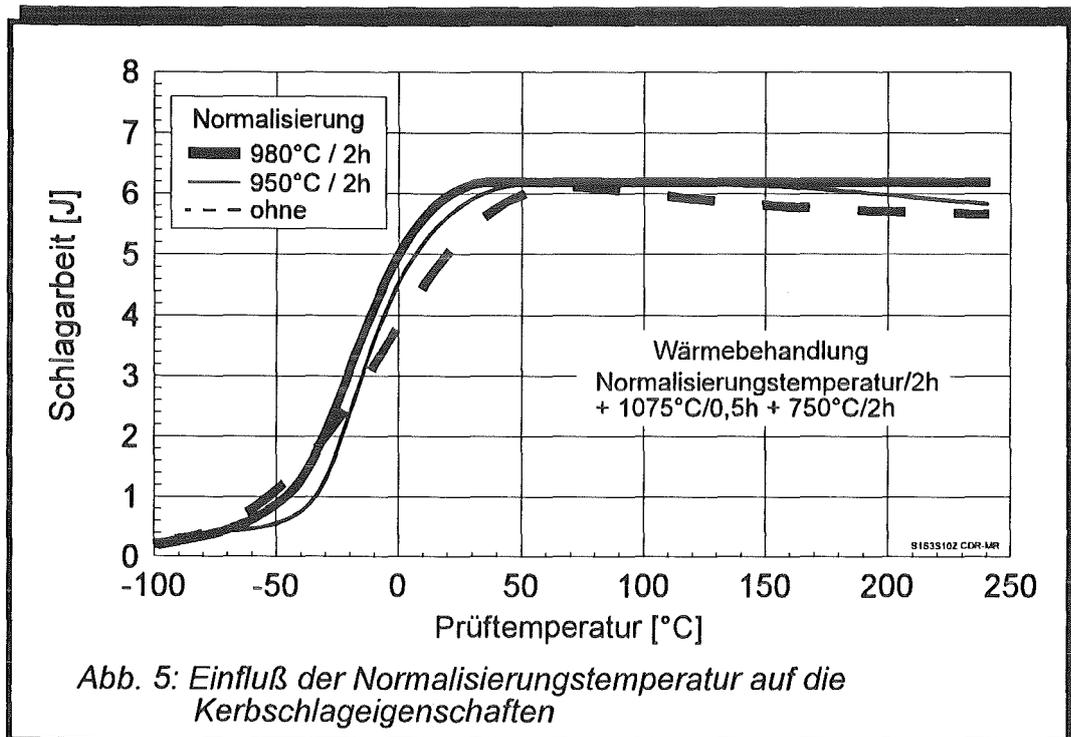
Wie schon in Kapitel 2 erwähnt, erfolgte die Gesamtwärmebehandlung des Versuchsmaterials in drei Schritten. Während bei der Normalisierungs- und Anlaßwärmebehandlung verschiedene Temperaturvarianten bei 2 Stunden Temperierdauer angewandt wurden, erfolgte die Austenitisierung einheitlich bei 1075°C/0,5h. Deshalb wurde die Wärmebehandlung bei den meisten Abbildungen nur mit den zwei Temperaturen für die Normalisierung und das Anlassen angegeben. So bezeichnet z.B. die Angabe "950°C/700°C" eine Gesamtwärmebehandlung von 950°C/2h + 1075°C/0,5h + 700°C/2h.

### 4.1 DER EINFLUSS DER NORMALISIERUNGSWÄRMEBEHANDLUNG

Ohne Normalisierungswärmebehandlung bildet sich beim MANET-I-Stahl ein hoher Anteil an  $\delta$ -Ferrit. Dies wirkt sich auf die mechanischen Eigenschaften negativ aus. Deshalb wurden umfangreiche experimentelle Studien betrieben um eine  $\delta$ -Ferritfreie, homogene Gefügestruktur beim MANET-I-Stahl zu erreichen (s. [Wassilew6, Wassilew7, Wassilew8]). Dabei wurde die optimale Normalisierungswärmebehandlung mit Temperaturen zwischen 950°C und 980°C bei einer Temperierdauer von zwei Stunden angegeben.

Der Einfluß der Normalisierungswärmebehandlung auf die Kerbschlageigenschaften wurde bei zwei Normalisierungstemperaturen (950°C und 980°C) in Verbindung mit drei verschiedenen Anlaßtemperaturen (700°C, 750°C und 780°C) untersucht. Eine detaillierte Aufstellung der hierzu durchgeführten Kerbschlagbiegeversuche befindet sich im Anhang A (s. *Abbildungen A1-10, A14, A16-17*).

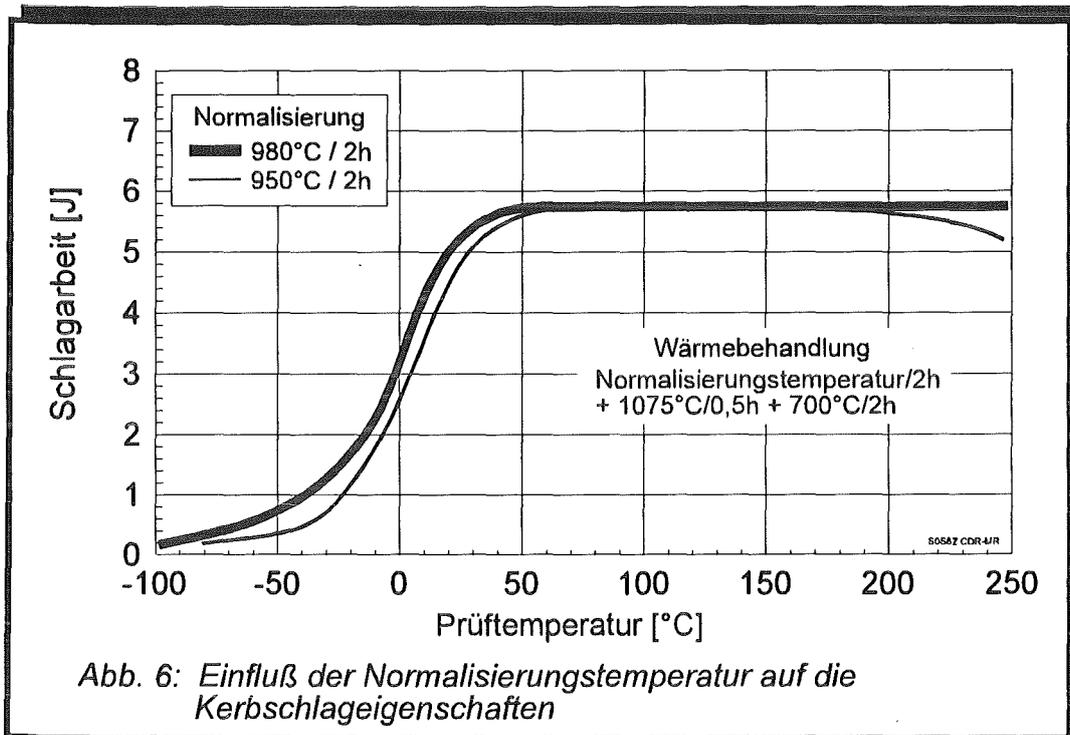
In Abb. 5 ist ein Ausschnitt aus den Schlagarbeit-Temperatur-Diagrammen bei einer Anlaßtemperatur von 750°C und bei den beiden Normalisierungstemperaturen dargestellt. Zum Vergleich wurde noch die entsprechende Schlagarbeit-Temperatur-Kurve von nicht normalisiertem Ausgangsmaterial hinzugefügt.



Bei der Betrachtung der drei Kurvenverläufe fällt folgendes auf:

1. Die USE nimmt bei allen Varianten denselben Wert an.
2. Der weitere Verlauf der Hochlage ist unterschiedlich. Bei einer Normalisierungstemperatur von 980°C bleibt die Schlagarbeit konstant. Bei einer Normalisierung von 950°C beginnt die Schlagarbeit ab einer Prüftemperatur von ca. 140°C zu sinken (s.a. Abb. A3 und A4). Beim nicht normalisierten Material beginnt der Abfall gleich nach dem Erreichen der USE bei einer Prüftemperatur von 70°C.
3. Der Übergang von der Tief- zur Hochlage verläuft beim normalisierten Material parallelverschoben um 6°C, d.h. die DBTT bei der Normalisierung mit 950°C ist um 6°C höher als bei der Normalisierung mit 980°C. Dagegen hat der Übergangsbereich beim nicht normalisierten Material eine etwas geringere Steigung und gegenüber dem mit 980°C normalisierten Material eine um 9°C höhere Übergangstemperatur.

Dasselbe gilt auch für eine Anlaßtemperatur von 700°C (s. Abb. 6). Der Abfall in der Hochlage beginnt erst bei ca. 160°C. Die Verschiebung im Übergangsbereich liegt auch hier bei 6°C (s.a. Abb. A1 und A2).



Bei einer Anlaßtemperatur von 780°C ist der Abfall in der Hochlage noch erkennbar. Ein unterschiedliches Übergangsverhalten von der Tief- zur Hochlage ist jedoch nicht festzustellen (s. Abb 7, A5 und A6).

#### Untersuchungsergebnis:

Durch eine Normalisierungswärmebehandlung werden die Kerbschlageigenschaften der MANET-I-Legierung vor allem im Übergangsbereich vom spröden zum duktilen Werkstoffverhalten verbessert.

Die besten Kerbschlageigenschaften, charakterisiert durch die niedrigste Übergangstemperatur und durch eine konstante Hochlage, werden durch eine zweistündige Normalisierung bei 980°C erreicht.

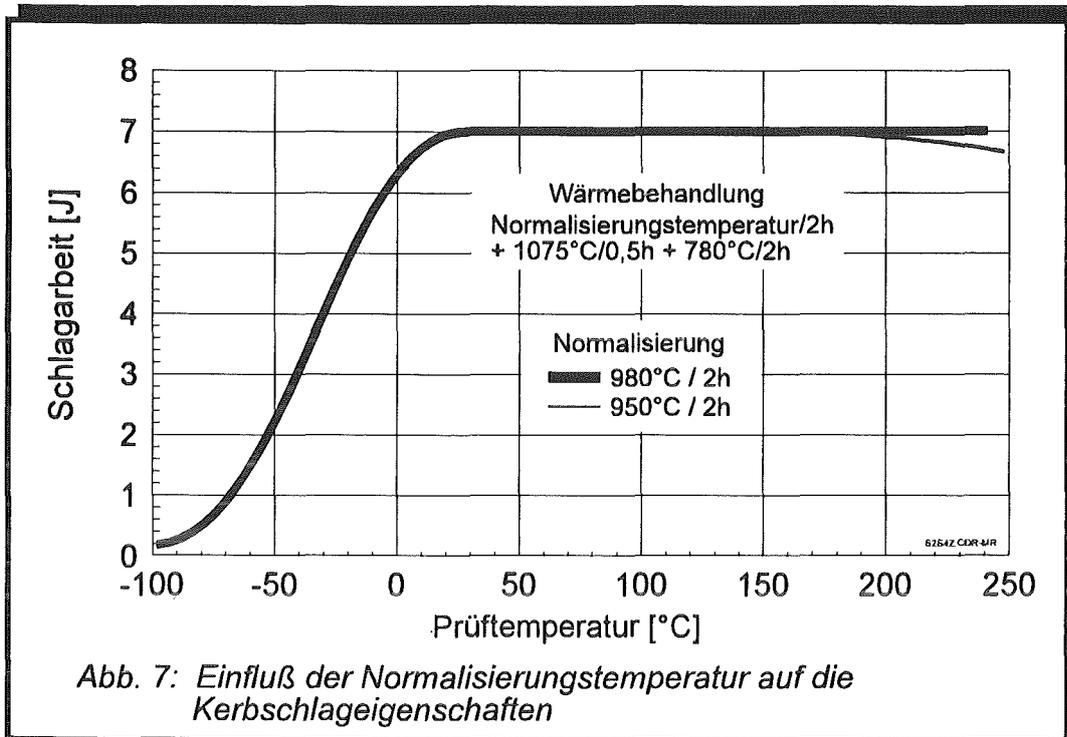


Abb. 7: Einfluß der Normalisierungstemperatur auf die Kerbschlageigenschaften

#### 4.2 DER EINFLUSS DER ANLASSWÄRMEBEHANDLUNG

Beim MANET-I-Stahl erstreckt sich der Bereich für die Anlaßtemperatur von 600°C bis 780°C, wobei die obere Grenze durch die  $\alpha$ - $\gamma$ -Umwandlungstemperatur  $A_{C1b}$  gegeben ist (s. [Schirra]).

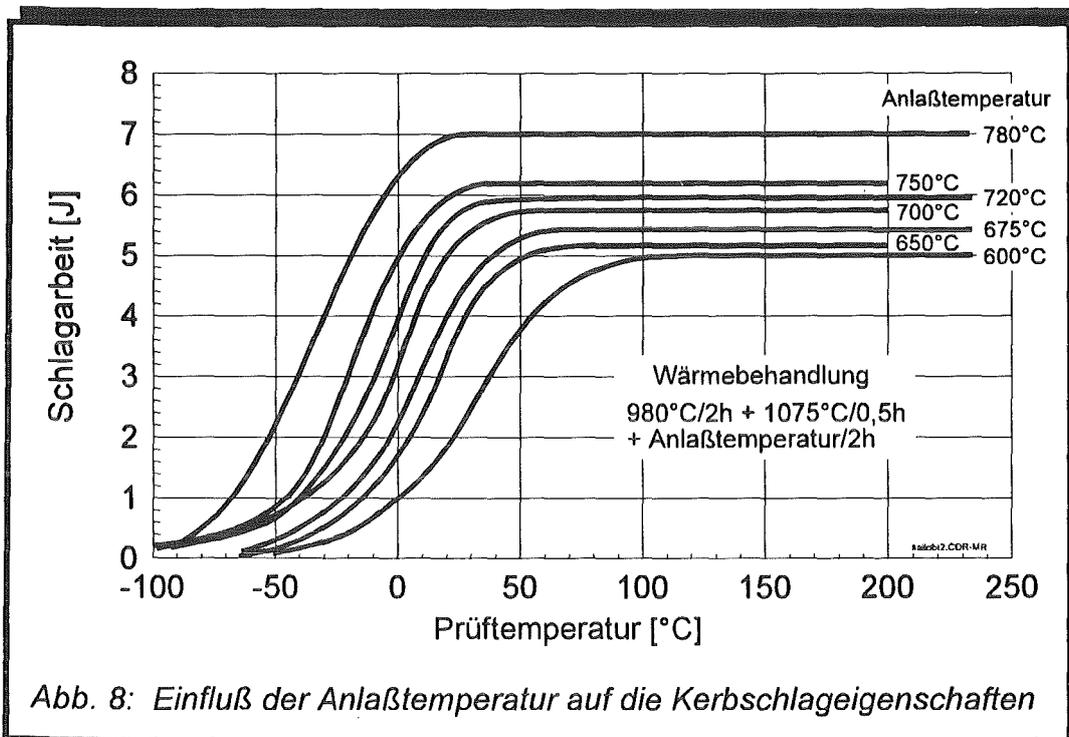
Untersucht wurde der Einfluß der Anlaßwärmebehandlung auf die Kerbschlageigenschaften bei Anlaßtemperaturen von 600°C, 650°C, 675°C, 700°C, 720°C, 750°C und 780°C bei einer Temperierdauer von zwei Stunden. Die vorhergehende Normalisierung wurde bei 980°C/2h und die Austenitisierung bei 1075°C/0,5h vorgenommen.

Die einzelnen Kerbschlagbiegeversuche sind ausführlich im Anhang A2.3 abgebildet (s. *Abbildung A11-A17*).

Ein Vergleich der Schlagarbeit-Temperatur-Diagramme ist in *Abbildung 8* dargestellt.

Dabei heben sich zwei Kurven besonders hervor. Die unterste Schlagarbeit-Temperatur-Kurve (Anlaßtemperatur 600°C) unterscheidet sich deutlich von allen anderen Kurven durch eine geringere Steigung im Übergangsbereich von der Tief- zur Hochlage. Die Schlagarbeit-Temperatur-Kurve für eine Anlaßtemperatur von 780°C weist sowohl eine deutlich niedrigere Übergangstemperatur als auch eine auffallend

höhere USE auf. Die anderen fünf Kurven liegen in relativ gleichmäßigem Abstand zueinander in der Reihenfolge ihrer Anlaßtemperatur dazwischen.

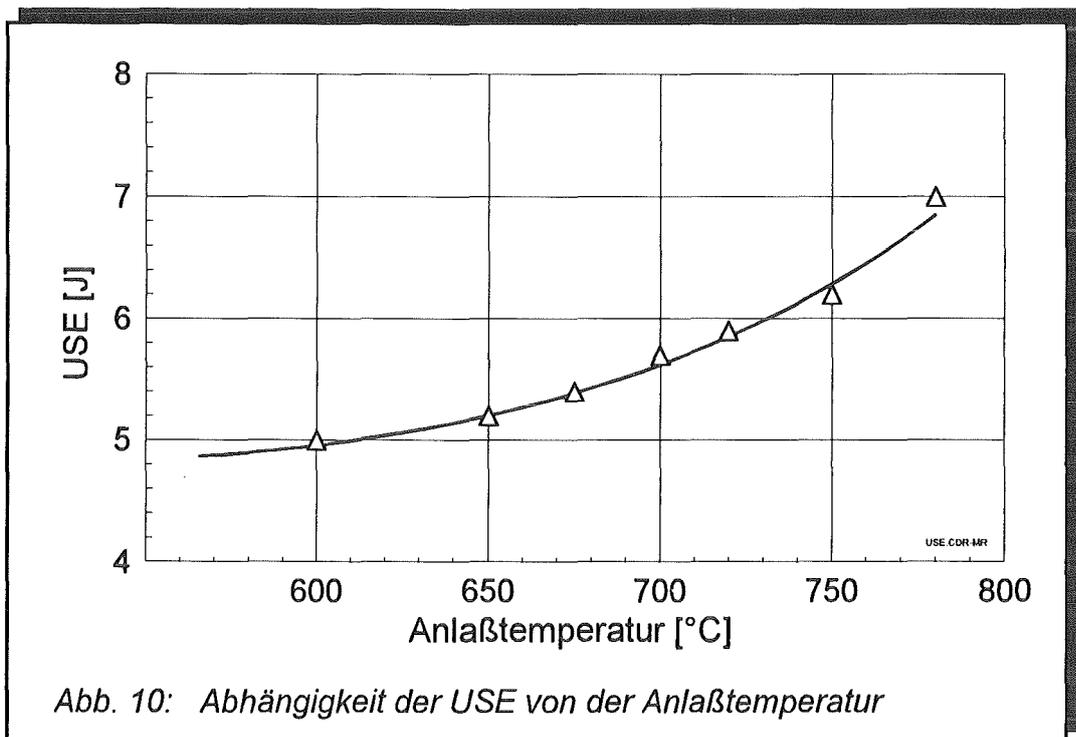
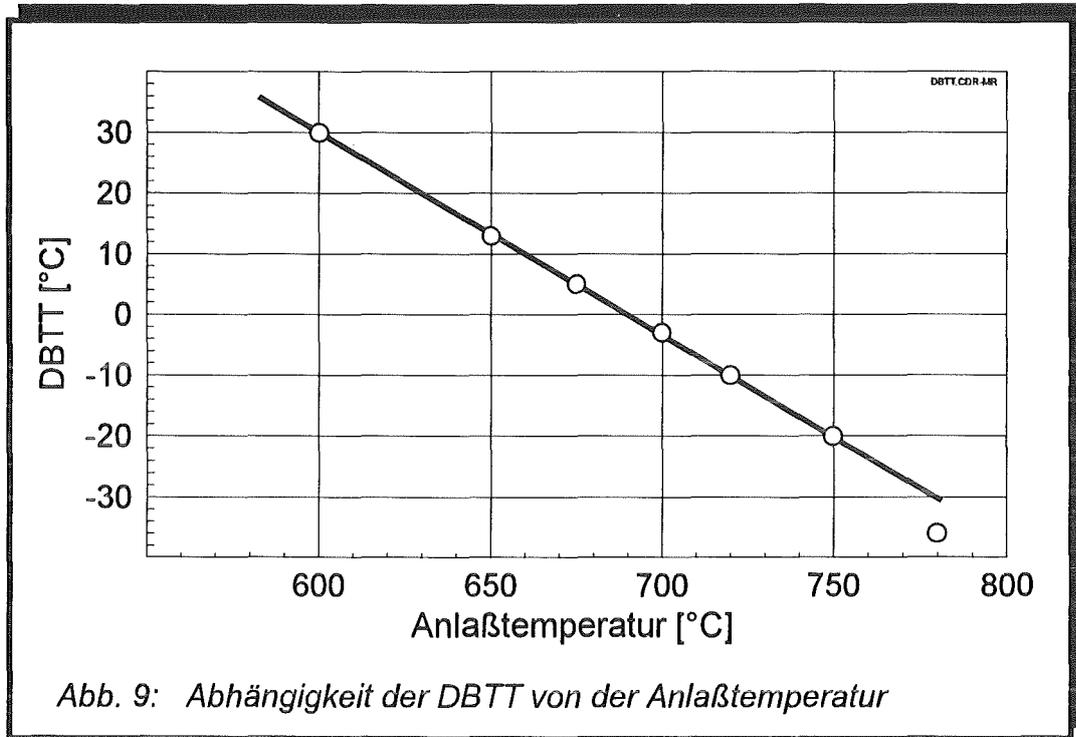


Auf den ersten Blick würde man sagen, daß der MANET-I-Stahl eindeutig bei einer Anlaßtemperatur von 780°C die mit Abstand besten Kerbschlageigenschaften aufweist. Genaugenommen ist jedoch die hier als dünne Linie dargestellte Schlagarbeit-Temperatur-Kurve so nicht gültig. Bei 780°C setzt teilweise schon die Martensitbildung ein. Dadurch wird die Gefügestruktur inhomogen und es treten starke Streuungen im Materialverhalten auf. Dies zeigt sich besonders deutlich bei der Lage der einzelnen Versuchsergebnisse in der *Abbildung A17*. Üblicherweise zeichnet sich die Schlagarbeit gerade in der Hochlage durch sehr geringe Streuungen aus. Nach einer Anlaßwärmebehandlung bei 780°C schwanken die einzelnen Werte jedoch zwischen 6,5 J und 7,4 J. Deshalb müßte diese Schlagarbeit-Temperatur-Kurve von einem breiten Streuband umgeben sein.

Bei der Charakterisierung eines Werkstoffs nimmt die Homogenität einen hohen Stellenwert ein. Daher liegt die im Hinblick auf die Kerbschlageigenschaften ideale Anlaßtemperatur für den MANET-I-Stahl auf jeden Fall unterhalb 780°C.

*Abbildung 9* zeigt die Abhängigkeit der Übergangstemperatur von der Anlaßtemperatur. Hierbei ist deutlich zu sehen, daß im Bereich von 600°C bis 750°C ein linearer

Zusammenhang besteht. Im Bereich von 750°C bis zur Anlaßgrenze bei 780°C ergibt sich eine geringe Abweichung von dieser Linearität.



Zwischen der USE und der Anlaßtemperatur besteht dagegen ein exponentieller Zusammenhang (s. *Abb. 10*).

#### Untersuchungsergebnis:

Die Übergangstemperatur (DBTT) nimmt linear mit der Anlaßtemperatur ab. Die Schlagarbeit in der Hochlage (USE) nimmt exponentiell mit der Anlaßtemperatur zu.

Die optimale Anlaßwärmebehandlung bezüglich der Kerbschlageigenschaften des MANET-I-Stahls besteht aus einer zweistündigen Temperierung bei ca. 750-765°C. Bei höheren Temperaturen wird das Gefüge inhomogen.

## 5. DAS BESTRAHLUNGSEXPERIMENT

Die Bestrahlung der Proben erfolgte im Zeitraum vom Dezember 1988 bis Juli 1990 in einem HFR in Petten (Niederlande), unter der Bezeichnung E198-FRUST/SIENA.

Die vorgegebenen Bestrahlungsparameter waren Bestrahlungstemperaturen von 250°C, 300°C, 350°C, 400°C, 450°C und 475°C sowie Bestrahlungsdosen von 5dpa, 10dpa und 15dpa.

Eine ausführliche Beschreibung des Experiments und der Bestrahlungstechnik befindet sich in [JRC1-6].

Die Proben wurden in vertikaler Ausrichtung zusammen mit einigen Dosimetern in Probenhalter bestrahlt. Die Verteilungskurven der Neutronenflüsse wurde aus den Dosimetrieergebnissen ermittelt (s. [ECN1-4]). Damit konnte für jede Probe die entsprechende Bestrahlungsdosis ermittelt werden.

Bestrahlungsdosis [dpa]		N <sub>He</sub> / NDPA [appm]
Sollwerte	Istwerte	Istwerte
5	3,4-6,2	15-21
10	7,7-11,5	10
15	11,9-17,8	6,3-6,8

Table 3: Dosiswerte

In der *Table 3* sind die berechneten Dosiswerte in dpa-Einheiten und die Heliumproduktion im Verhältnis zur Bestrahlungsdosis angegeben.

Jeder Probenhalter wurde mit einem Temperaturregelmechanismus, der auf der Wärmeleitfähigkeit eines strömenden Gasgemisches basiert, versehen. Die Temperatur wurde mit jeweils fünf Temperaturfühlern registriert.

In der *Tabelle 4* sind die für den vorliegenden Bericht relevanten Bestrahlungstemperaturen aufgelistet.

Dabei wurden die Istwerte über den Mittelwert aus den Durchschnittswerten der Temperaturfühler über die gesamte Versuchszeit berechnet.

Während die Vorgabewerte für die Bestrahlungsdosis im Mittel mit hoher Genauigkeit erreicht wurden, lagen die tatsächlichen Bestrahlungstemperaturen z.T. um ca. 20-30°C zu niedrig.

Bestrahlungstemperatur [°C]	
Sollwerte	Istwerte
300	287-295
400	369-389
450	420
475	466-475

*Tabelle 4: Bestrahlungstemperaturen*

## 6. UNTERSUCHUNG DER BESTRAHLTEN PROBEN

### 6.1 DIE VERSUCHSMATRIX

Insgesamt wurden im Bestrahlungsexperiment FRUST/SIENA 138 Kerbschlagbiegeproben bestrahlt. Davon wurden für den vorliegenden Bericht 87 Stück getestet.

Die Aufstellung der Versuchsmatrix ist aus *Tabelle 5* ersichtlich. Hierbei ist wieder auf die Nomenklatur der Wärmebehandlung zu achten. Bei allen Proben erfolgte nach der Normalisierung eine 30-minütige Austenitisierung bei 1075°C. Dies wurde nicht explizit angegeben.

Aufgrund der hohen Anzahl der Untersuchungsparameter (8 Wärmebehandlungen, 3 Bestrahlungsdosen, 4 Bestrahlungstemperaturbereiche) und der geringen Probenanzahl stand man der Versuchsmatrix zunächst etwas kritisch gegenüber.

Das primäre Ziel der Untersuchungen war jedoch neben einer Erfahrungssammlung bei Bestrahlungsexperimenten mit dem MANET-I-Stahl eine qualitative Studie der verschiedenen Einflußgrößen. Die Ergebnisse dieser Studie sind in den folgenden Kapiteln dargestellt.

Eine Übersicht über die durchgeführten Experimente ist im Anhang B1 (s. *Abb. B1-B15*) enthalten. Dabei bezeichnet die Zahl neben einem Experimentensymbol die zugehörige Bestrahlungsdosis in dpa-Einheiten. Die mittlere Bestrahlungstemperaturen stehen rechts neben der zugehörigen Schlagarbeit-Temperatur-Kurven.

Wärmebehandlung: Normalisierung (2h) / Anlassen (2h) [°C]	Bestrahlungsdosis, Sollwert [dpa]	Bestrahlungstemperatur, Istwert [°C]	Anzahl der geprüften Proben
--- / 750	5	294	4
980 / 600	5	288	4
980 / 600	10	295	3
950 / 700	10	287	4
950 / 750	5	294	3
950 / 750	10	287	5
950 / 750	15	293	3
980 / 750	5	288	4
980 / 750	10	295	4
950 / 780	5	288	1
950 / 780	10	295	1
950 / 780	15	293	1
950 / 700	10	389	4
980 / 720	15	369	5
950 / 750	5	371	5
950 / 750	10	389	6
980 / 675	15	420	5
980 / 600	5	466	1
950 / 700	10	475	4
950 / 750	10	466	6
950 / 750	15	475	4
980 / 750	5	466	5
980 / 750	15	475	5

Tabelle 5: Versuchsmatrix

Die durchgezogenen Linien für die Schlagarbeit-Temperatur-Kurven wurden mit einem Spline-Verfahren empirisch unter Zuhilfenahme der dynamischen Meßwerte (s. Kapitel 3) ermittelt.

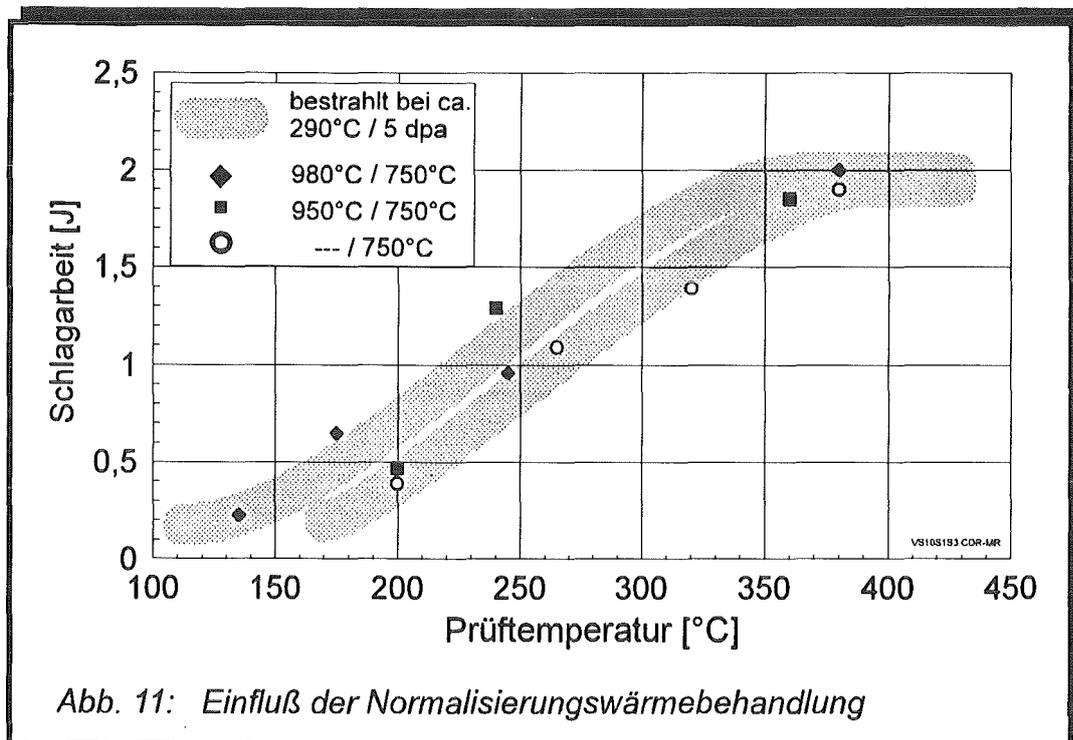
## 6.2 DER EINFLUSS DER NORMALISIERUNGSWÄRMEBEHANDLUNG

In *Abbildung 11* ist der Einfluß der Normalisierungswärmebehandlung auf die Schlagarbeit-Temperatur-Kurven nach Bestrahlung dargestellt.

Ein unterschiedliches Verhalten zwischen dem bei 980°C und 950°C normalisierten Versuchsmaterial ist hier aufgrund einer höheren Streuung der Versuchsergebnisse nicht erkennbar.

Das nicht normalisierte Material weist nach Bestrahlung analog zu den unbestrahlten Versuchen eine unveränderte Hochlagenenergie auf. Die Übergangstemperatur erhöht sich dagegen leicht gegenüber dem normalisierten Versuchsmaterial.

Auch anhand der *Abbildung B13* erkennt man deutlich, daß nach Bestrahlung zwischen den beiden Varianten für die Normalisierungswärmebehandlung kein Unterschied festzustellen ist.



### Untersuchungsergebnis:

Deutlich bessere Kerbschlageigenschaften des MANET-I-Stahls durch Anwendung einer Normalisierungswärmebehandlung bleiben auch nach Bestrahlung bestehen. |||

Unterschiede zwischen den beiden Normalisierungsvarianten sind dagegen nicht festzustellen.

Deshalb wird im Folgenden bei der Untersuchung des bestrahlten Materials keine Unterscheidung bei der Normalisierungswärmebehandlung vorgenommen. Die Bezeichnung der gesamten Wärmebehandlung reduziert sich auf die Angabe der Anlaßtemperatur.

### 6.3 DER EINFLUSS DER ANLASSWÄRMEBEHANDLUNG

Im Anhang B2 (*Abb. B16-B21*) wurden in den einzelnen Diagrammen jeweils die Experimente einander gegenübergestellt, bei denen das Versuchsmaterial denselben Bestrahlungsbedingungen ausgesetzt war. Soweit es der Maßstab zuließ wurden zum Vergleich die äquivalenten Versuchsergebnisse der unbestrahlten Proben eingezeichnet. Als Referenzzustand wurde aus allen vorliegenden unbestrahlten Experimenten derjenige gewählt, der die besten Kerbschlageigenschaften aufwies. Das entsprach der Wärmebehandlung  $980^{\circ}\text{C}/2\text{h} + 1075^{\circ}\text{C}/0,5\text{h} + 750^{\circ}\text{C}/2\text{h}$  (s. Kapitel 4).

Die Schlagarbeit-Temperatur-Kurven wurden bei den bestrahlten Experimenten mit dicken Linien eingezeichnet um den stärkeren Streuungen der Ergebnisse gerecht zu werden. Die etwas dünner angedeuteten Kurven durch nur einen Punkt sind empirische Abschätzungen. Für die Endauswertungen wurden aus diesen Experimenten lediglich die USE-Werte verwendet, falls das jeweilige Experiment eindeutig im Bereich der Hochlage lag (s. z.B. *Abb. B20*).

Bei Untersuchungen des Bestrahlungseinflusses auf die Kerbschlageigenschaften werden üblicherweise die Abweichungen der Eigenschaften im bestrahlten Materialzustand vom unbestrahlten Ausgangszustand angegeben. Der bestrahlungsinduzierte Anstieg der Übergangstemperatur und der Abfall der Hochlagenenergie wird jeweils mit  $\Delta\text{DBTT}$  und  $\Delta\text{USE}$  bezeichnet.

In *Abbildung 12* sind die  $\Delta\text{DBTT}$ -Werte für drei verschiedene Bestrahlungszustände in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur dargestellt.

Dabei erkennt man zunächst deutlich, daß die Bestrahlungstemperatur im Vergleich zur Bestrahlungsdosis einen wesentlich stärkeren Einfluß auf die Übergangstemperatur ausübt:

Bei einer Verdopplung der Bestrahlungsdosis von 5dpa auf 10dpa ist bei einer Bestrahlungstemperatur von 290°C lediglich ein tendenzieller Anstieg der Übergangstemperatur um ca. 20°C zu beobachten. Dagegen erhöht sich die Übergangstemperatur um ca. 200°C, wenn die Bestrahlungstemperatur von 390°C auf 290°C abgesenkt wird.

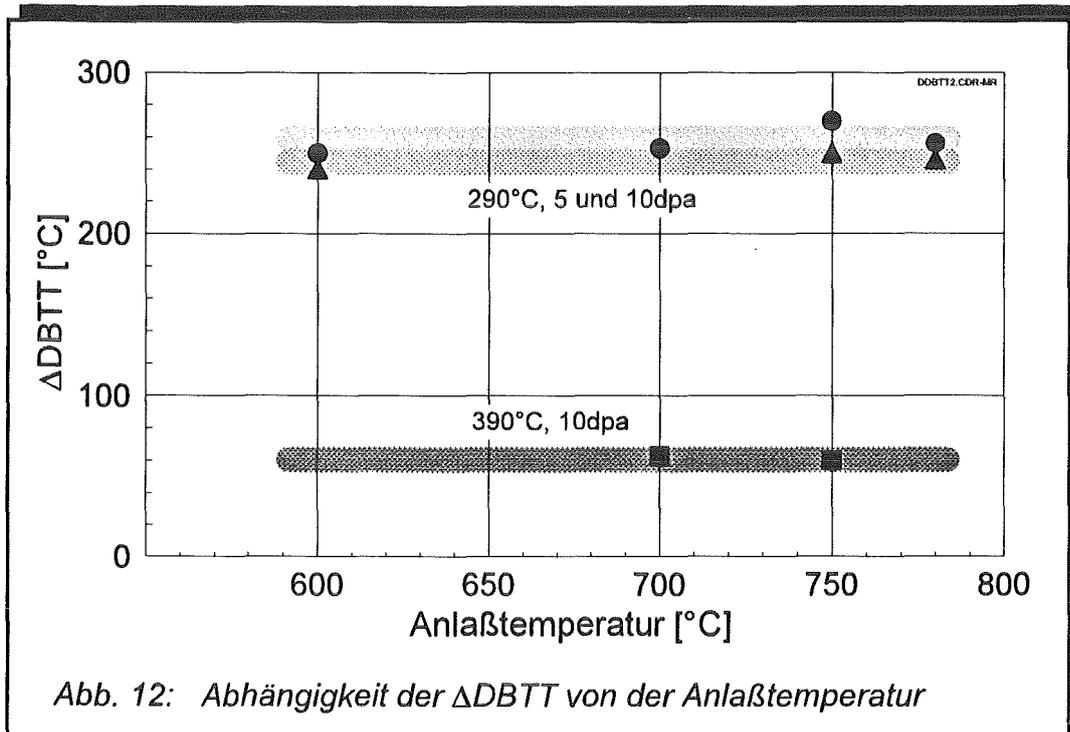


Abb. 12: Abhängigkeit der  $\Delta DBTT$  von der Anlaßtemperatur

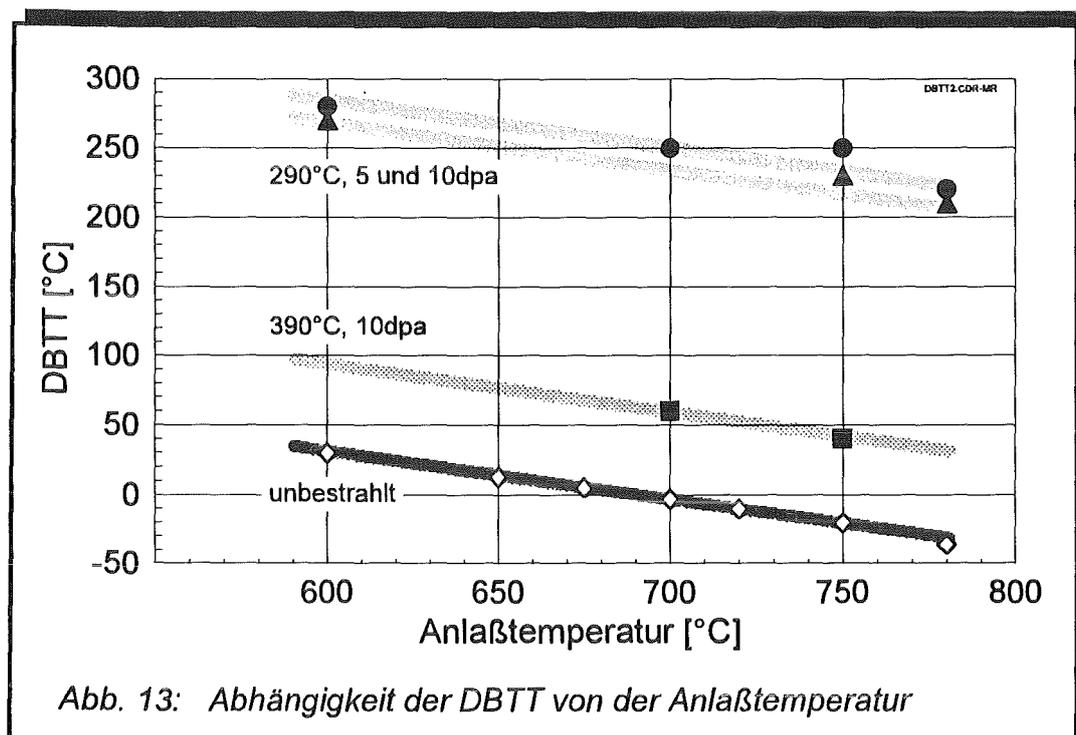
Eine Abhängigkeit der Verschiebung der Übergangstemperaturen von der Anlaßwärmebehandlung kann aus den vorliegenden Meßdaten nicht entnommen werden.

Betrachtet man die einzelnen Versuchsergebnisse im Anhang B2, so stellt man fest, daß besonders bei tiefen Bestrahlungstemperaturen hohe Streuungen in den Schlagarbeitswerten auftreten. Das führt bei der Bestimmung der Übergangstemperaturen zu Unsicherheiten bis zu ca.  $\pm 20^\circ\text{C}$ .

Unter diesen Voraussetzungen können die Übergangstemperaturverschiebungen nur als waagerechte Geraden über der Anlaßtemperatur interpretiert werden. Das bedeutet, daß sich für einen bestimmten Bestrahlungszustand, definiert durch Bestrahlungsdosis und Bestrahlungstemperatur, gegenüber dem unbestrahlten Zustand eine Verschiebung der Übergangstemperatur einstellt, die nicht von der Anlaßwärmebehandlung abhängt.

Dem entsprechend bleibt die lineare Abhängigkeit der Übergangstemperatur von der Anlaßwärmebehandlung, wie sie in Kapitel 4.2 beim unbestrahlten Ausgangsmaterial gefunden wurde, auch bei bestrahlten Proben erhalten. Die entsprechenden Geraden werden lediglich um einen konstanten Betrag, der nur von den Bestrahlungsparametern abhängt, zu höheren Übergangstemperaturen hin parallel verschoben.

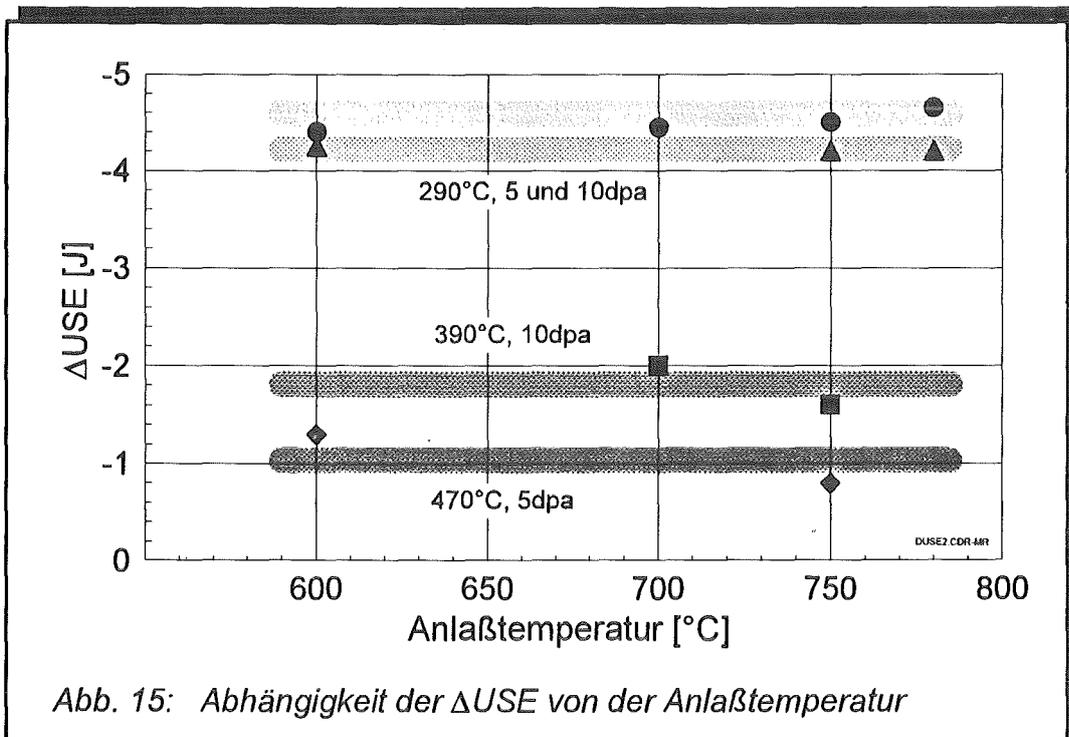
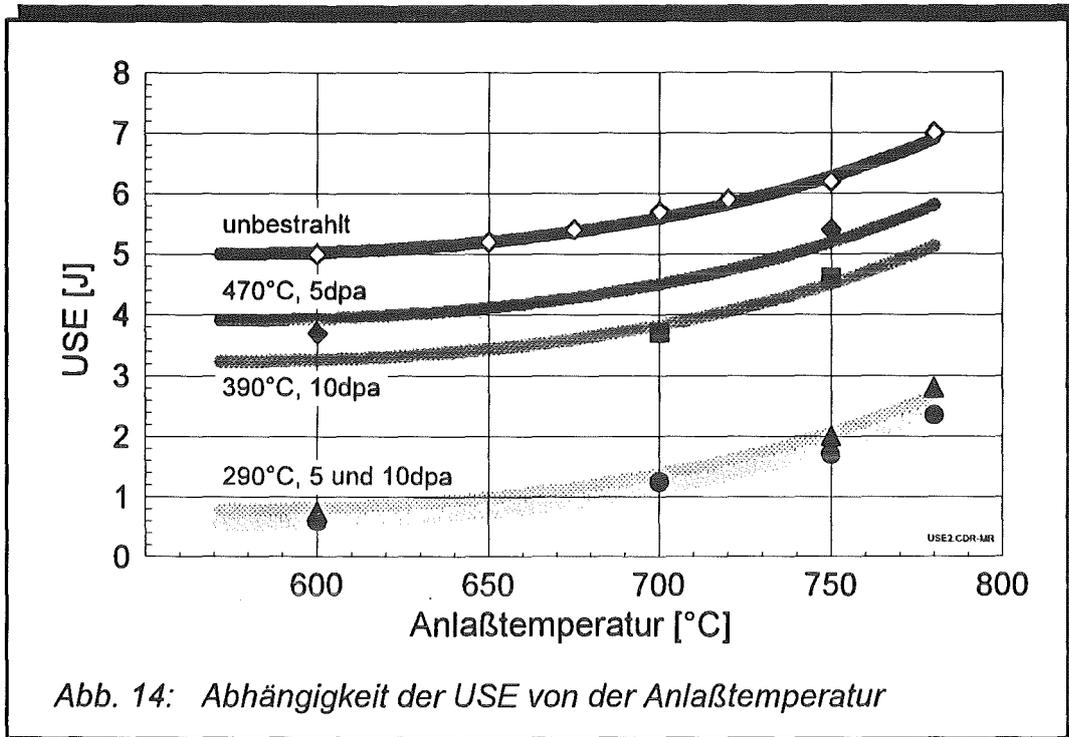
Dieser Zusammenhang ist in *Abbildung 13* dargestellt.



Vergleicht man in *Abbildung 14* zunächst den Verlauf der USE-Werte des unbestrahlten Materials mit dem der bei 290°C bestrahlten Proben, so kann man auch hier auf eine Parallelverschiebung in Abhängigkeit vom Bestrahlungszustand schließen. Das würde bedeuten, daß der bestrahlungsbedingte Abfall der Hochlagenenergie nicht von der Anlaßtemperatur des Ausgangsmaterials abhängt.

Bei den Bestrahlungstemperaturen 390°C und 470°C liegen jeweils nur zwei Meßwerte vor. Die Unsicherheit bei der Bestimmung der Hochlagenenergie von bestrahlten Proben beträgt bis zu ca.  $\pm 0,4$ J. Unter diesen Voraussetzungen passen auch diese Meßwerte in das o.g. Modell der Parallelverschiebung der Ergebnisse des unbestrahlten Ausgangszustands.

In *Abbildung 15* sind die  $\Delta$ USE-Werte dargestellt. Auch hier erkennt man deutlich, daß der Einfluß der Bestrahlungstemperatur auf die USE wesentlich stärker ausgeprägt ist als der Einfluß der Bestrahlungsdosis.



**Untersuchungsergebnis:**

Anhand der vorliegenden Versuchsergebnisse kann ein einfaches Modell für die Beschreibung der Abhängigkeit der Kerbschlageigenschaften von der Anlaßwärmebehandlung nach Neutronenbestrahlung aufgestellt werden:

$$USE_{irr} = USE_{unirr} + \Delta USE$$

$$DBTT_{irr} = DBTT_{unirr} + \Delta DBTT$$

$$USE_{unirr} = f_U(T_A)$$

$$DBTT_{unirr} = f_D(T_A)$$

$$\Delta USE = f_{dU}(T_{irr}, N_{dpa})$$

$$\Delta DBTT = f_{dD}(T_{irr}, N_{dpa})$$

Anlaßtemperatur:  $T_A$

Bestrahlungstemperatur:  $T_{irr}$

Bestrahlungsdosis:  $N_{dpa}$

Die Indizes "unirr" bzw. "irr" kennzeichnen das unbestrahlte bzw. bestrahlte Material.

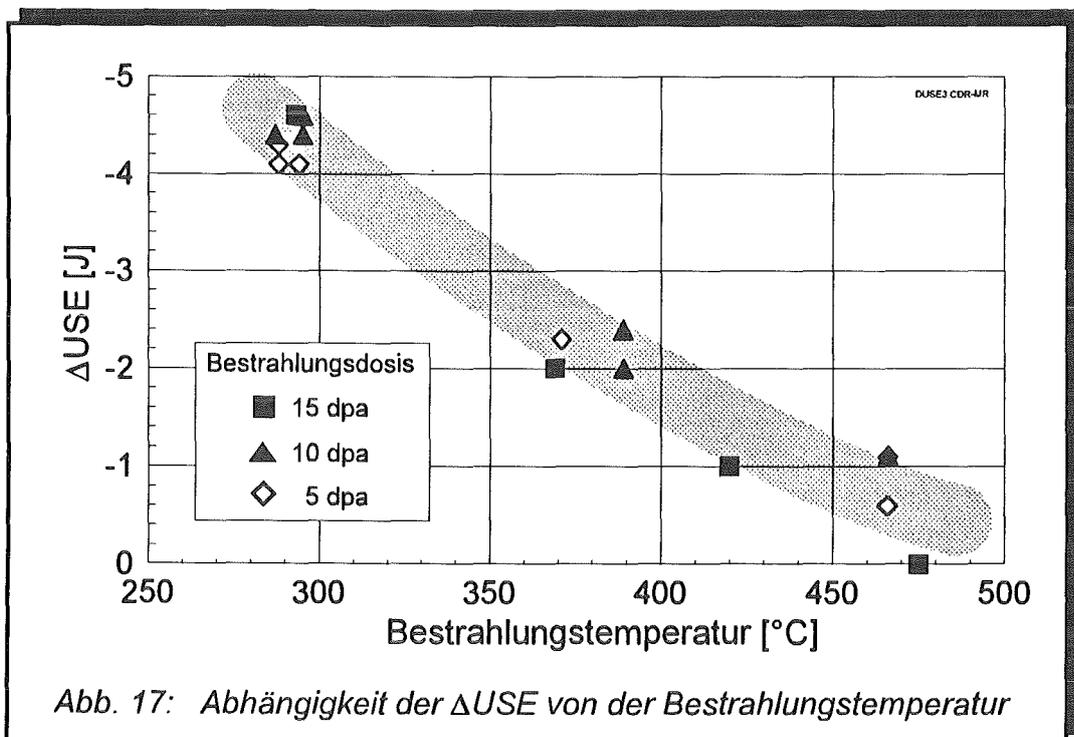
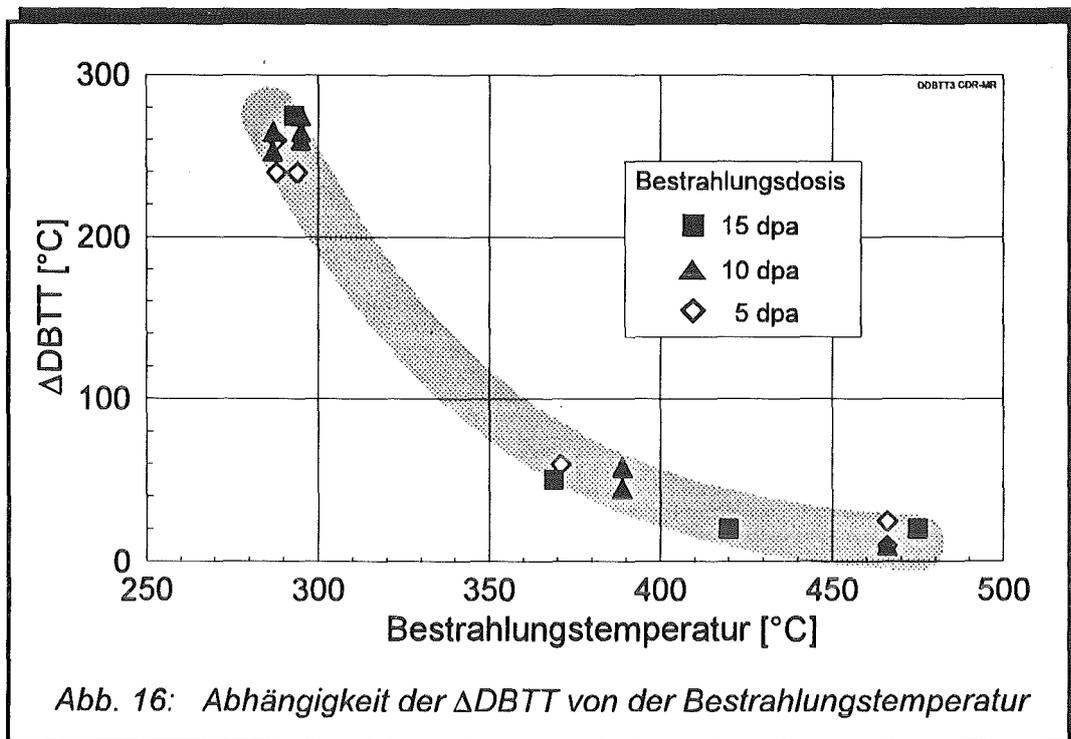
Im unbestrahlten Materialzustand sind die Kerbschlageigenschaften (USE und DBTT) durch Funktionen in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur gegeben. Die Kerbschlageigenschaften nach Bestrahlung ergeben sich aus den Eigenschaften des unbestrahlten Materials durch Addition einer weiteren Funktion ( $\Delta USE$  oder  $\Delta DBTT$ ), die lediglich von den Bestrahlungsparametern abhängt, jedoch nicht von der Anlaßwärmebehandlung.

Oder anschaulicher ausgedrückt: Der Betrag der Verschlechterung der Kerbschlageigenschaften beim MANET-I-Stahl durch die Neutronenbestrahlung gegenüber dem unbestrahlten Ausgangsmaterial ist für alle Gefügestände, die sich durch Anlaßwärmebehandlungen bei Temperaturen zwischen 600°C und 780°C bei zwei-stündiger Temperierdauer einstellen, gleich und hängt sehr stark von der Bestrahlungstemperatur und geringfügig von der Bestrahlungsdosis ab (zumindest im Bereich von 5-15dpa).

**6.4 DER EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSTEMPERATUR**

Im Anhang B3 (s. Abb. B22-B26) befindet sich eine Zusammen- und Gegenüberstellung der Versuchsergebnisse, die für die Untersuchung des Einflusses der Bestrahlungstemperatur auf die Kerbschlageigenschaften herangezogen wurden.

Auf Grund der Untersuchungsergebnisse im vorhergehenden Kapitel wurden für alle Versuche, unabhängig von den verschiedenen Anlaßtemperaturen, die  $\Delta DBTT$ - und  $\Delta USE$ -Werte berechnet. Das Ergebnis ist in den Abbildungen 16 und 17 dargestellt.



Die  $\Delta$ DBTT-Meßwerte liegen in einem Streuband von  $\pm 20^\circ\text{C}$ . Bei den  $\Delta$ USE-Werten beträgt die Streubandbreite  $\pm 0,4\text{J}$ .

Beide Kurvenverläufe nehmen mit steigender Bestrahlungstemperatur exponentiell ab, wobei die  $\Delta$ DBTT-Kurve ab einer Bestrahlungstemperatur von ca.  $500^\circ\text{C}$  und die  $\Delta$ USE-Kurve ab ca.  $520^\circ\text{C}$  bei extrapoliertem Kurvenverlauf annähernd die Nulllinie erreicht. Das bedeutet, daß bei Bestrahlungstemperaturen oberhalb von ca.  $520^\circ\text{C}$  praktisch keine bestrahlungsinduzierte Verschlechterung der Kerbschlageigenschaften auftritt.

Bisher wurde nur der Bestrahlungseinfluß auf die Kerbschlageigenschaften (DBTT und USE) betrachtet. Die Bestimmung der Übergangstemperatur bei Kerbschlagbiegeversuchen dient im wesentlichen der Abschätzung der unteren Einsatztemperatur (d.h. diejenige Temperatur, bei der die Schlagarbeit den Wert der Hochlagenenergie bis auf einen bestimmten Prozentsatz erreicht hat) eines Werkstoffs. Dabei wird implizit von gleichen Steigungen im Übergangsbereich der Schlagarbeit-Temperatur-Kurven der zu vergleichenden Werkstoffe bzw. Werkstoffzustände ausgegangen. Tatsächlich wird aber die Hochlage bei einem Werkstoff mit geringerer Steigung im Übergangsbereich erst bei höheren Temperaturen erreicht. Damit verschiebt sich die untere Einsatztemperatur des Werkstoffs nach oben. Das bedeutet für die Praxis, daß von zwei Werkstoffen mit denselben Übergangstemperaturen derjenige mit der höheren Steigung im Übergangsbereich qualitativ hochwertiger ist, da er bei niedrigeren Temperaturen eingesetzt werden kann.

Zur korrekten Beurteilung von verschiedenen Werkstoffen oder Werkstoffzuständen sollte deshalb zusätzlich zur Übergangstemperatur entweder die Steigung des Übergangsbereichs der Schlagarbeit-Temperatur-Kurve oder die Differenz zu einer definierten unteren Einsatztemperatur angegeben werden. Wie schon erwähnt werden jedoch im vorliegenden Bericht lediglich die traditionellen Kerbschlageigenschaften (DBTT und USE) quantitativ untersucht.

Die Steigungen im Übergangsbereich sind für alle unbestrahlten Materialzustände in etwa gleich (mit geringer Abweichung bei einer Anlaßtemperatur von  $600^\circ\text{C}$ , s. *Abb. 8*). Bei einer Betrachtung der Versuchsergebnisse im Anhang B2 und B3 fällt auf, daß die Steigungen mit abnehmender Bestrahlungstemperatur überproportional geringer werden. In *Abbildung B26* ist dieser Effekt besonders deutlich zu erkennen.

#### **Untersuchungsergebnis:**

Mit abnehmender Bestrahlungstemperatur steigen beim MANET-I-Stahl sowohl die  $\Delta$ DBTT- als auch die  $\Delta$ USE-Werte exponentiell an. Bei Bestrahlungstemperaturen oberhalb von  $500\text{-}520^\circ\text{C}$  ist eine fast vollständige Kompensation des Bestrahlungs-

---

einflusses zu erwarten, d.h. die  $\Delta DBTT$ - und  $\Delta USE$ -Werte gehen annähernd auf Null zurück.

Zusätzlich zu der Verschiebung der Übergangstemperatur ist ein überproportionaler Rückgang der Steigung im Übergangsbereich der Schlagarbeit-Temperatur-Kurven bei geringeren Bestrahlungstemperaturen zu beobachten.

### 6.5 DER EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSDOSIS

In den vorhergehenden Kapiteln wurde gezeigt, daß die Bestrahlungstemperatur (im Bereich von 290-480°C) gegenüber der Bestrahlungsdosis (im Bereich von 5-15dpa) einen erheblich höheren Einfluß auf die Kerbschlageigenschaften hat. Deshalb ist es aufgrund der Streuungen bei den vorliegenden Versuchsergebnisse etwas schwieriger die Abhängigkeit der Kerbschlageigenschaften von der Bestrahlungsdosis zu bestimmen.

Im Anhang B4 sind einige Meßergebnisse, geordnet nach Anlaßwärmebehandlung, zusammengestellt. Die *Abbildungen B27 - B30* bestätigen dabei das Ergebnis aus Kapitel 6.3: Der Einfluß der Bestrahlungsdosis auf die Kerbschlageigenschaften ist nicht von der Anlaßwärmebehandlung abhängig.

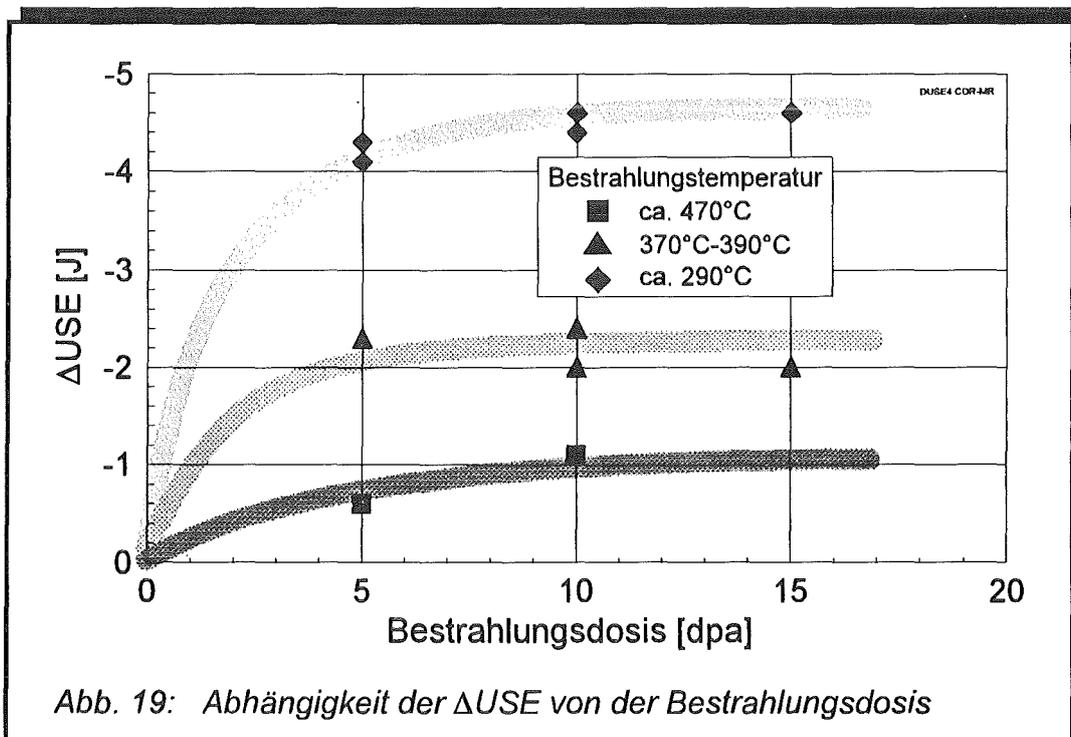
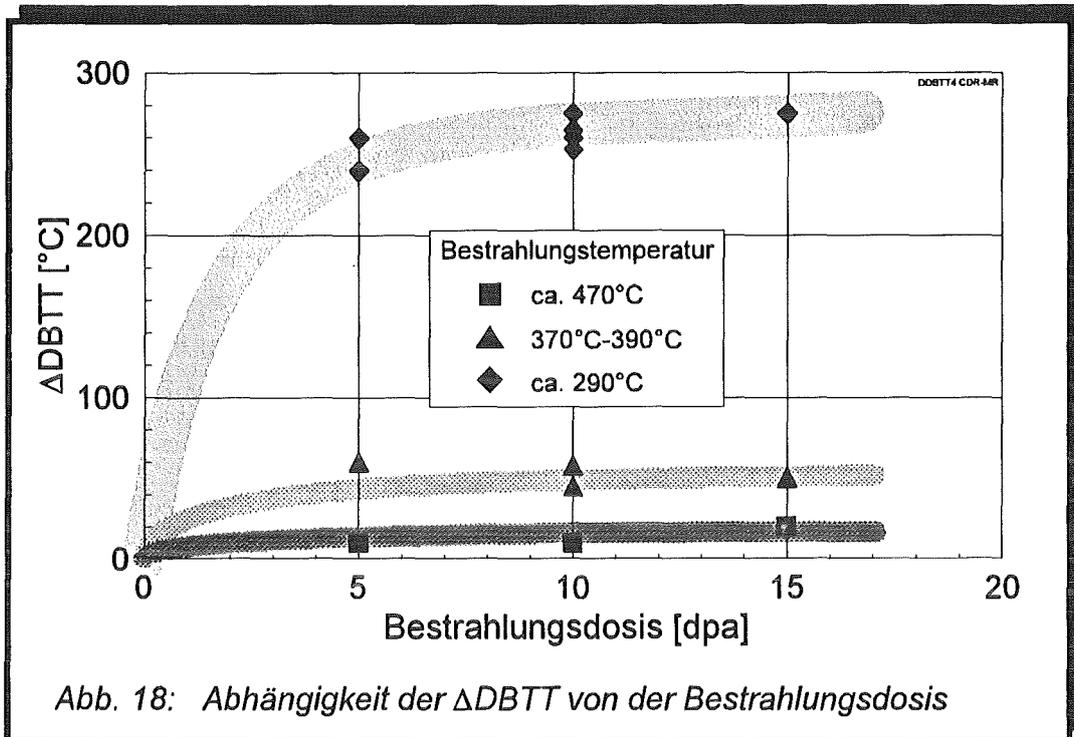
Die *Abbildungen 18 und 19* zeigen die Ergebnisse für die Übergangstemperatur und Hochlagenenergie in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdosis für drei verschiedene Bestrahlungstemperaturbereiche.

In dieser Darstellung wird deutlich, daß der Einfluß der Bestrahlungsdosis einen Sättigungscharakter aufweist. Zwischen den Dosiswerten von 10dpa und 15dpa sind praktisch keine Unterschiede bei den  $\Delta DBTT$ - und  $\Delta USE$ -Werten zu erkennen.

Für die genaue Bestimmung der Dosisabhängigkeit der Kerbschlageigenschaften sind noch Experimente mit Bestrahlungsdosen unterhalb von 5dpa notwendig. Die hier trotzdem eingezeichneten Kurvenverläufe sind daher im Bereich von 0-5dpa spekulativ.

#### **Untersuchungsergebnis:**

Beim MANET-I-Stahl tritt bei der durch die Bestrahlungsdosis bedingten Abnahme der Kerbschlageigenschaften bei Dosiswerten oberhalb von ca. 10-15dpa eine deutliche Sättigung auf.



## 7. MODELLBILDUNG UND IDENTIFIKATION

Basierend auf den in Kapitel 4 und 6 dargestellten Versuchsergebnissen und deren Interpretation kann für die Kerbschlageigenschaften ein Modell aufgestellt werden, das sowohl den Bestrahlungseinfluß als auch den Einfluß der Anlaßwärmebehandlung beim MANET-I-Stahl beschreibt.

Die Grenzen des Modells sind zum einen durch die Streuungen der Versuchsergebnisse und zum anderen durch die Lücken der Versuchsmatrix gegeben. So sind z.B. Angaben über den Einfluß von Bestrahlungsdosen unter 5dpa und von Bestrahlungstemperaturen unterhalb von 290°C als spekulativ zu betrachten.

Die Modellbildung wurde anhand von Kurvenfits und Plausibilitätsbetrachtungen durchgeführt. Das Fitting selbst erfolgte dabei mit dem Verfahren der kleinsten Quadrate.

### 7.1 DBTT-MODELL

Grundlagen des DBTT-Modells sind die Ergebnisse aus Kapitel 6.3. Danach setzt sich die DBTT-Funktion für den bestrahlten Zustand ( $DBTT_{irr}$ ) additiv aus zwei Teilfunktionen ( $f_D(T_A)$  und  $f_{dD}(T_{irr}, N_{dpa})$ ) zusammen:

$$DBTT_{irr} = DBTT_{unirr} + \Delta DBTT$$

Anlaßtemperatur:  $T_A$

$$DBTT_{unirr} = f_D(T_A)$$

Bestrahlungstemperatur:  $T_{irr}$

$$\Delta DBTT = f_{dD}(T_{irr}, N_{dpa})$$

Bestrahlungsdosis:  $N_{dpa}$

#### 7.1.1 Die Abhängigkeit der $\Delta DBTT$ -Funktion von der Bestrahlungsdosis

Der Verlauf der  $\Delta DBTT$ -Kurven in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdosis (s. Abb. 18) läßt sich am besten mit dem folgenden, für Sättigungsverhalten üblichen Ansatz modellieren:

$$\Delta DBTT = T_s (1 - e^{-A N_{dpa}})$$

Bestrahlungsdosis:  $N_{dpa}$

$\Delta DBTT$ -Sättigungswert:  $T_s$

Dosiskonstante:  $A$

(Bei  $N_{dpa} = 1/A$  ist der Sättigungswert zu 63,2% erreicht)

Die Identifikation von A ist aufgrund fehlender Experimente bei Dosiswerten unterhalb von 5dpa etwas ungenau. Abschätzungen und Kurvenfits ergeben Werte um ca. 1/2,5dpa.

Der  $\Delta$ DBTT-Sättigungswert  $T_s$  ist eine Funktion der Bestrahlungstemperatur.

### 7.1.2 Die Abhängigkeit der $\Delta$ DBTT-Sättigungswert-Funktion von der Bestrahlungstemperatur

Der Kurvenverlauf ist in *Abbildung 16* dargestellt. Die  $\Delta$ DBTT-Sättigungswerte  $T_s$  liegen in etwa auf der oberen Kante des eingezeichneten Streubands.

Für die Modellierung der  $\Delta$ DBTT-Sättigungswerte in Abhängigkeit von der Bestrahlungstemperatur wurde folgender Exponentialansatz gewählt:

$$T_s = T_0 e^{-(B T_{\text{irr}})^m}$$

Sättigungswertkonstante:  $T_0$

Temperaturkonstante:  $B$

Exponentialkonstante:  $m$

Die Identifikation von  $B$  und  $T_0$  erfolgte über Kurvenfits. Die Konstante  $m$  wurde empirisch bestimmt. Dabei war folgende Abschätzung maßgebend:

Für  $m=1$  ergibt sich bei einer Bestrahlungstemperatur von 250°C ein  $\Delta$ DBTT-Wert von ca. 600°C. Verschiebungen der Übergangstemperatur in dieser Größenordnung sind unrealistisch. Dagegen sind Werte um ca. 400°C sehr viel wahrscheinlicher. Deshalb wurde  $m>1$  gesetzt.

Die Kurvenfits ergaben folgende Werte für die einzelnen Konstanten:

$$T_0 = 4900 \text{ K} \quad B = 1/370 \text{ K} \quad m = 2,5$$

### 7.1.3 Das Vollständige $\Delta$ DBTT-Modell

Die Modellierung der Dosisabhängigkeit ist aufgrund des Sättigungscharakters sehr realistisch. Eine genaue Identifikation der Dosiskonstanten ist jedoch anhand der vorliegenden Experimente nicht möglich. Hierzu wären Versuche bei Bestrahlungsdosen  $<5$ dpa notwendig.

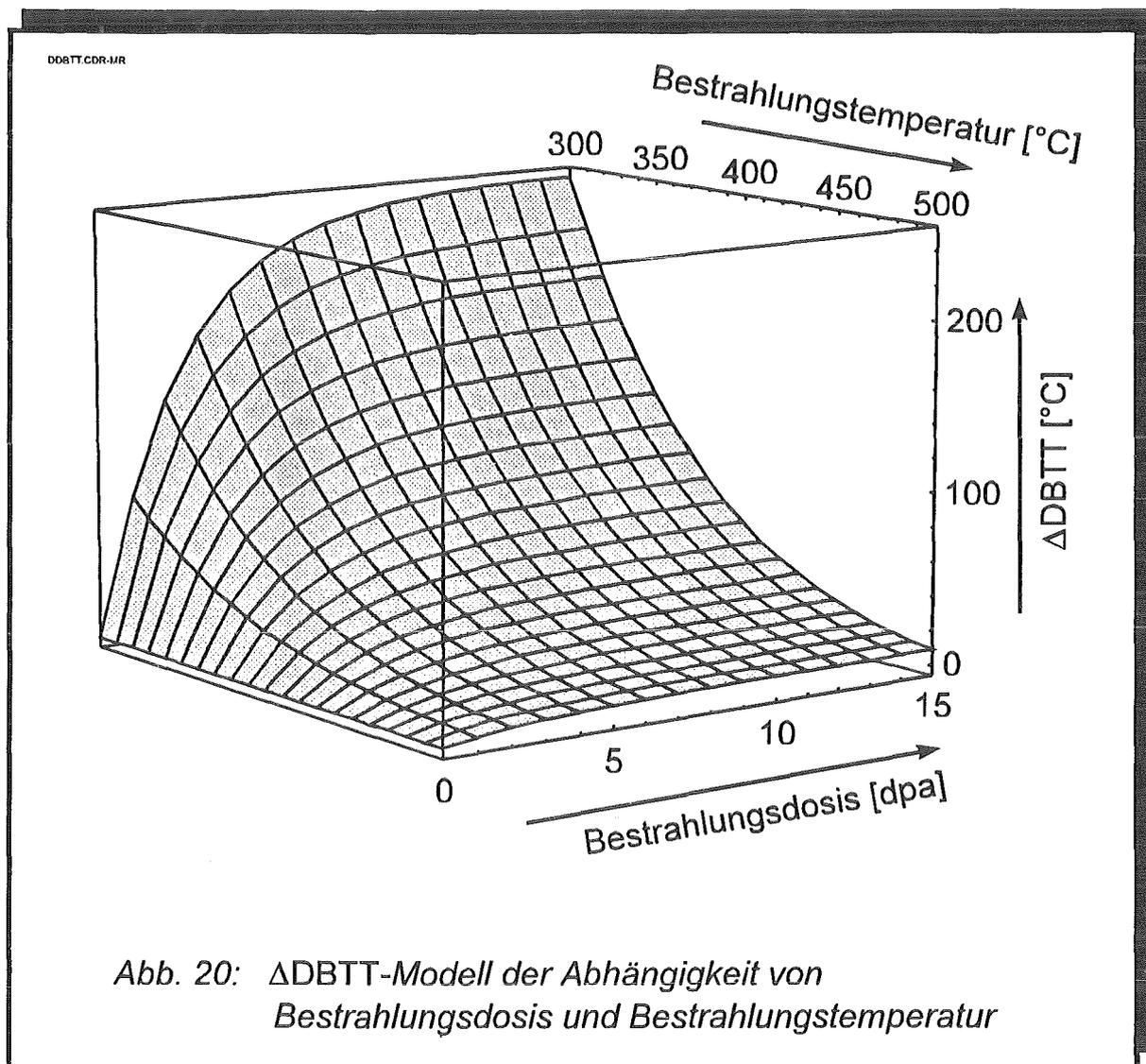
Die Gültigkeit des Modells der Bestrahlungstemperaturabhängigkeit ist nach unten hin auf eine Bestrahlungstemperatur von 290°C begrenzt, da für niedrigere Temperaturen keine Experimente vorliegen und weil es durchaus möglich ist, daß in dem Niedrigtemperaturbereich völlig andere Gesetzmäßigkeiten vorliegen. Die

Parameteridentifikation wird in ihrer Genauigkeit lediglich durch Versuchsstreuungen beeinträchtigt.

Das vollständige  $\Delta$ DBTT-Modell lautet somit:

$$\Delta\text{DBTT}(T_{\text{irr}}, N_{\text{dpa}}) = 4900\text{K} e^{-\left(\frac{T_{\text{irr}}}{370\text{K}}\right)^{2,5}} \left(1 - e^{-N_{\text{dpa}}/2,5\text{dpa}}\right)$$

In *Abbildung 20* ist die  $\Delta$ DBTT-Funktion dargestellt.



### 7.1.4 Der unbestrahlte Ausgangszustand

Wie schon in Kapitel 4 erläutert, ist der Zusammenhang zwischen der Anlaßtemperatur und der Übergangstemperatur zumindest im Bereich von 600°C bis 750°C linear (s. Abb. 9). Für diesen Anlaßtemperaturbereich gilt mit hoher Genauigkeit folgendes Modell:

$$\text{DBTT}_{\text{unirr}} = 30^\circ\text{C} - (T_A - 600^\circ\text{C}) / 3$$

Anlaßtemperatur:  $T_A$

Damit ist die Übergangstemperatur in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur, Bestrahlungstemperatur und Bestrahlungsdosis mit gegebener Genauigkeit und innerhalb des Gültigkeitsbereichs vollständig charakterisiert.

## 7.2 USE-MODELL

Für das USE-Modell gelten prinzipiell dieselben Annahmen und Voraussetzungen wie beim DBTT-Modell. Deshalb werden im folgenden die Resultate der Modellbildung und Identifikation ohne lange Ausführungen und Schilderungen der einzelnen Beweggründe und Gedankengänge angegeben.

Das USE-Modell hat dabei folgende Form:

$$\text{USE}_{\text{irr}} = \text{USE}_{\text{unirr}} + \Delta\text{USE}$$

Anlaßtemperatur:  $T_A$

$$\text{USE}_{\text{unirr}} = f_U(T_A)$$

Bestrahlungstemperatur:  $T_{\text{irr}}$

$$\Delta\text{USE} = f_{dU}(T_{\text{irr}}, N_{\text{dpa}})$$

Bestrahlungsdosis:  $N_{\text{dpa}}$

### 7.2.1 Die Abhängigkeit der $\Delta$ USE-Funktion von der Bestrahlungsdosis

Der Verlauf der  $\Delta$ USE-Kurven in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdosis (s. *Abb. 19*) läßt sich am besten mit dem folgenden, für Sättigungsverhalten üblichen Ansatz modellieren:

$$\Delta\text{USE} = E_s (1 - e^{-A N_{\text{dpa}}})$$

Bestrahlungsdosis:  $N_{\text{dpa}}$

$\Delta$ USE-Sättigungswert:  $E_s$

Dosiskonstante:  $A = 1/2,5\text{dpa}$

(Bei  $N_{\text{dpa}} = 1/A$  ist der Sättigungswert zu 63,2% erreicht)

### 7.2.2 Die Abhängigkeit der $\Delta$ USE-Sättigungswert-Funktion von der Bestrahlungstemperatur

Der Kurvenverlauf ist in *Abbildung 17* dargestellt. Die  $\Delta$ USE-Sättigungswerte  $E_s$  liegen in etwa auf der oberen Kante des eingezeichneten Streubands.

Für die Modellierung der  $\Delta$ USE-Sättigungswerte in Abhängigkeit von der Bestrahlungstemperatur wurde folgender Exponentialansatz gewählt:

$$E_s = E_0 e^{-(B T_{\text{irr}})^m}$$

Sättigungswertkonstante:  $E_0 = 23\text{J}$

Temperaturkonstante:  $B = 1/470\text{K}$

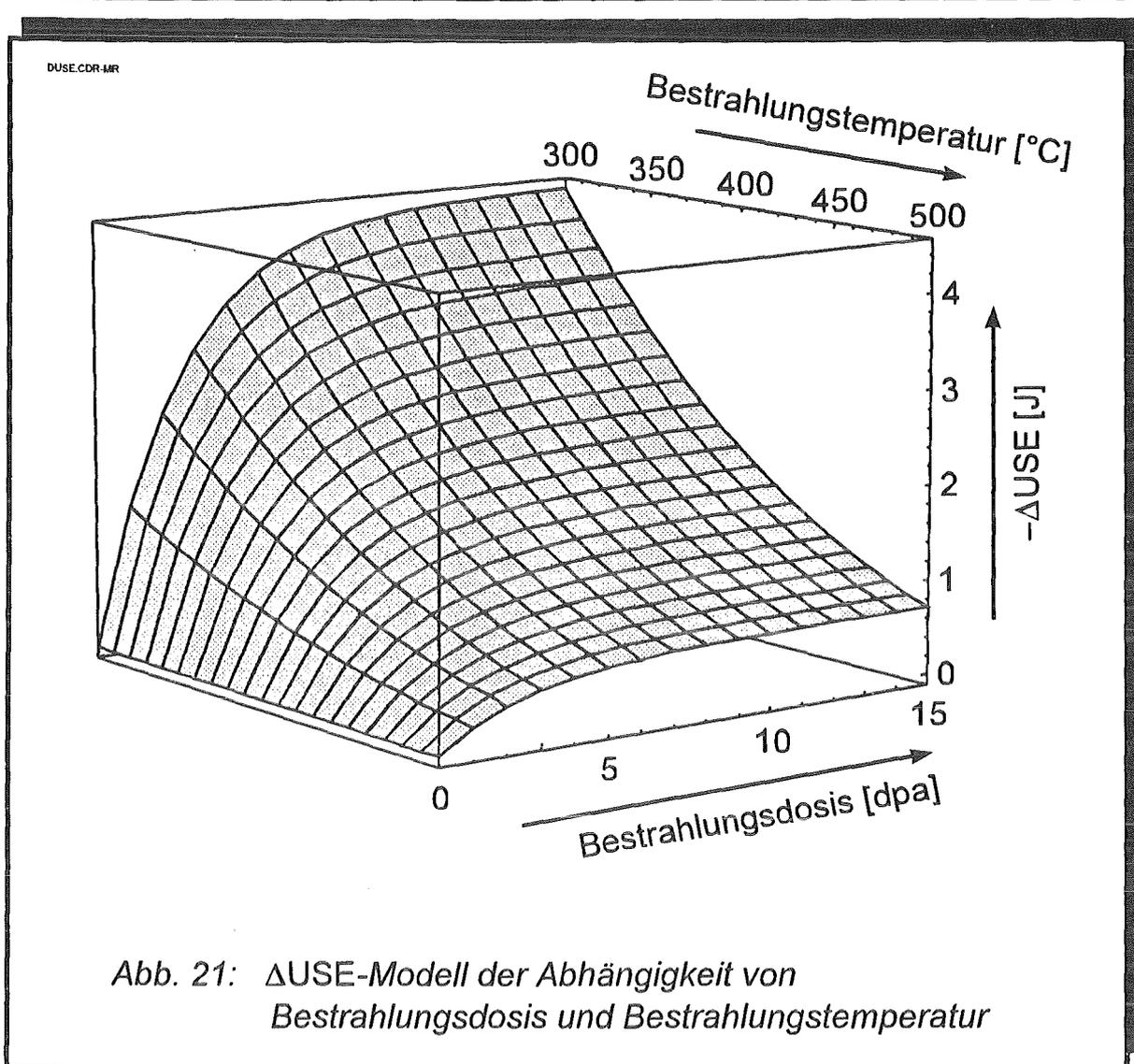
Exponentialkonstante:  $m = 2,5$

### 7.2.3 Das Vollständige $\Delta$ USE-Modell

Das vollständige  $\Delta$ DBTT-Modell lautet:

$$\Delta\text{USE}(T_{\text{irr}}, N_{\text{dpa}}) = 23\text{J} e^{-(T_{\text{irr}}/470\text{K})^{2,5}} (1 - e^{-N_{\text{dpa}}/2,5\text{dpa}})$$

In *Abbildung 21* ist die  $\Delta$ USE-Funktion dargestellt.



#### 7.2.4 Der unbestrahlte Ausgangszustand

Der Zusammenhang zwischen der Anlaßtemperatur und der Hochlagenenergie ist von exponentieller Form (s. Kapitel 4, Abb. 10). Der folgende Modellansatz gilt mit hoher Genauigkeit für den gesamten Anlaßtemperaturbereich:

$$USE_{unirr} = E_{0a} - E_z e^{C(T_A - 600^\circ\text{C})}$$

Anlaßtemperatur:  $T_A$

Hochlagenenergie bei nicht angelassenem Material:  $E_{0a} = 4,77 \text{ J}$

Hochlagenenergiezuwachs bei  $T_A = 600^\circ\text{C}$ :  $E_z = 0,23 \text{ J}$

Anlaßtemperaturkonstante:  $C = 1/80 \text{ K}$

**Zusammenfassung der Modellbildung:**

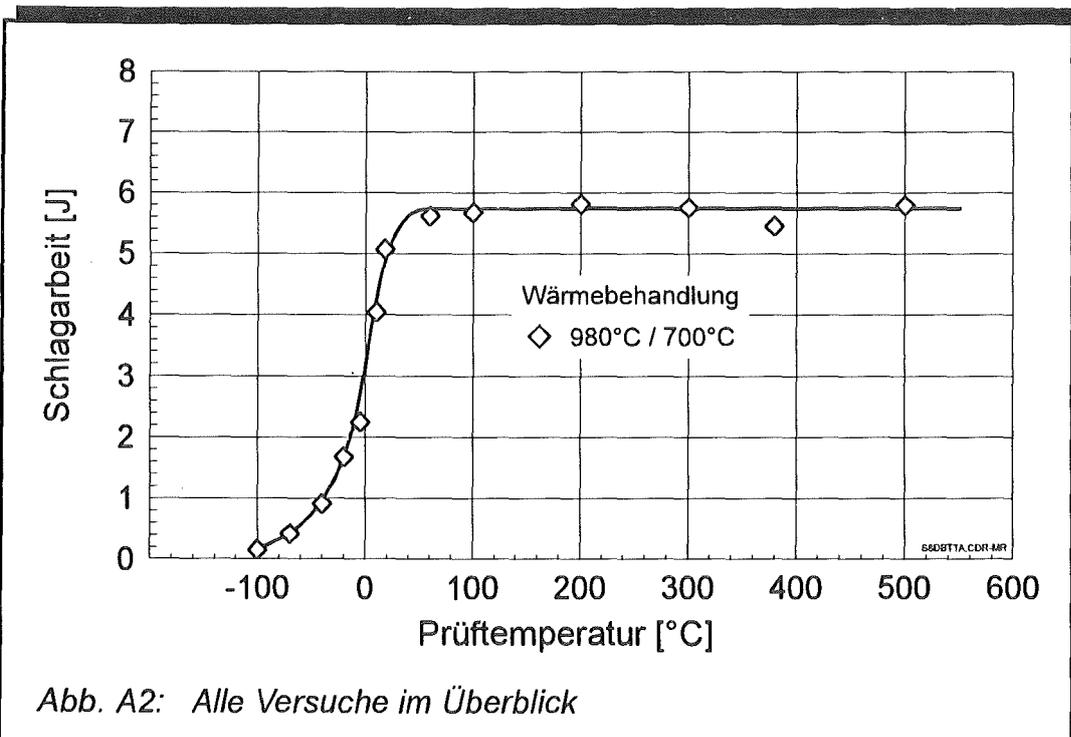
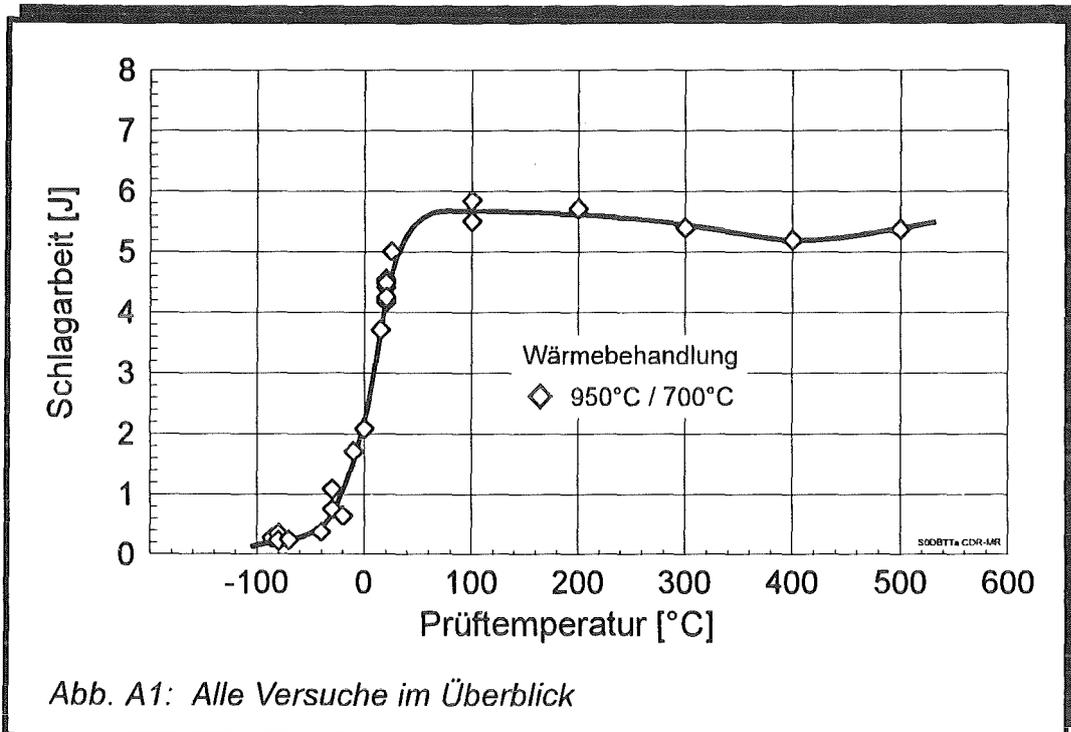
Aufgrund der zahlreichen durchgeführten Parameterstudien konnte für den MANET-I-Stahl ein Modell erstellt werden, das die Kerbschlageigenschaften in Abhängigkeit von der Anlaßwärmebehandlung und von den Bestrahlungsparametern beschreibt.

Die Gültigkeit des Modells wird durch Lücken in der Versuchsmatrix eingeschränkt. Eine gewisse Ungenauigkeit entsteht durch die Streuungen der Versuchsergebnisse.

Ob und in wie weit das Modell auch auf andere Stahltypen angewandt werden kann, werden zukünftige Untersuchungen zeigen müssen.

ANHANG A: UNBESTRAHLTE EXPERIMENTE

A1. EINFLUSS DER NORMALISIERUNGSWÄRMEBEHANDLUNG



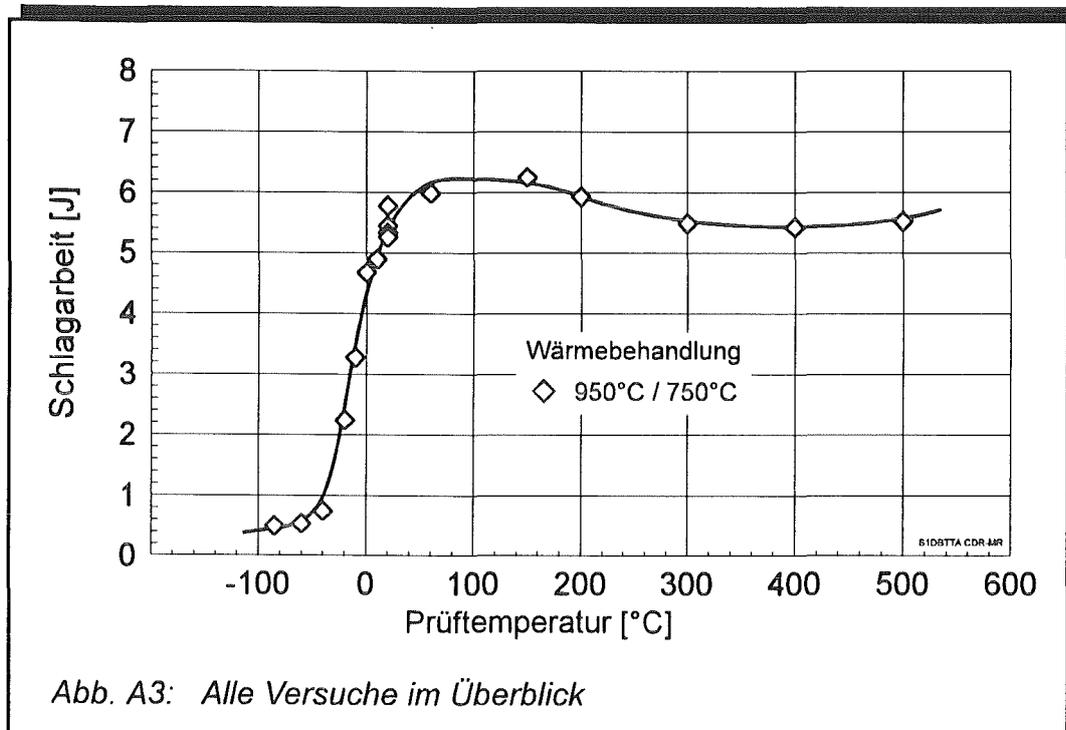


Abb. A3: Alle Versuche im Überblick

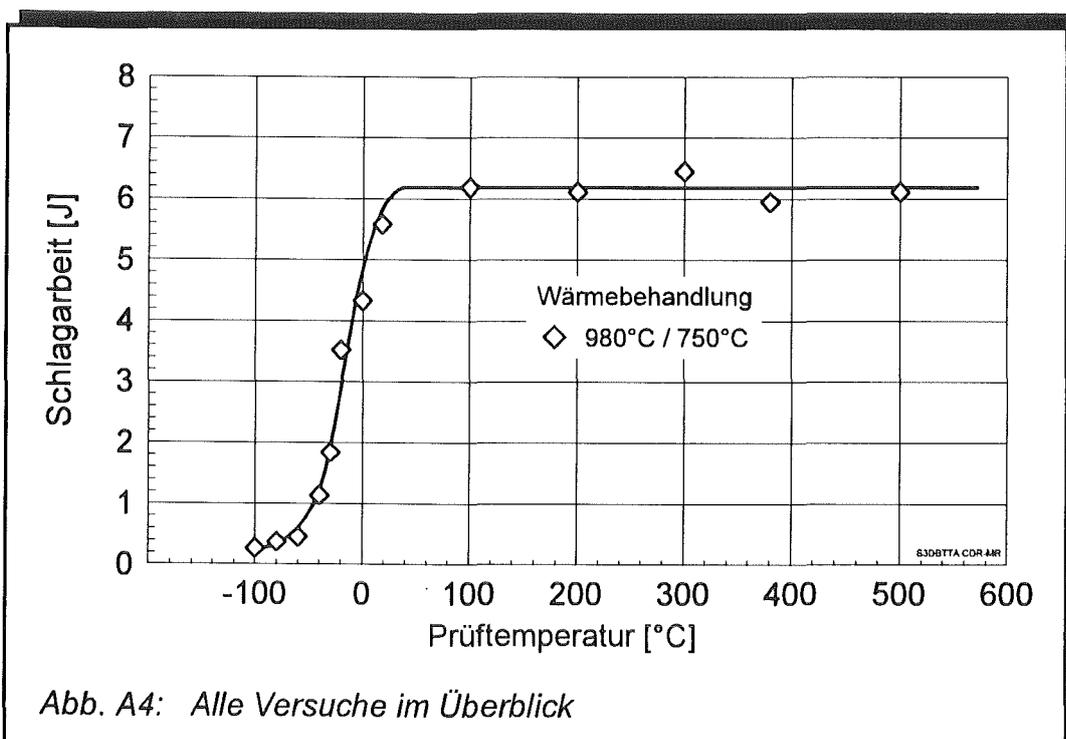
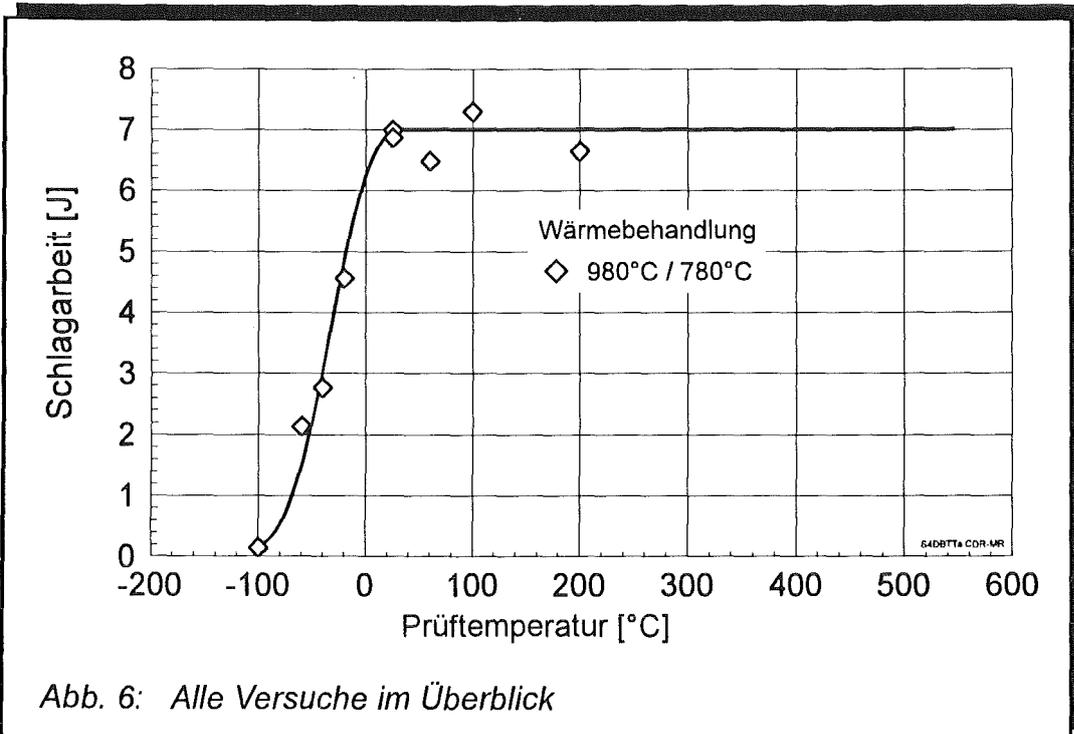
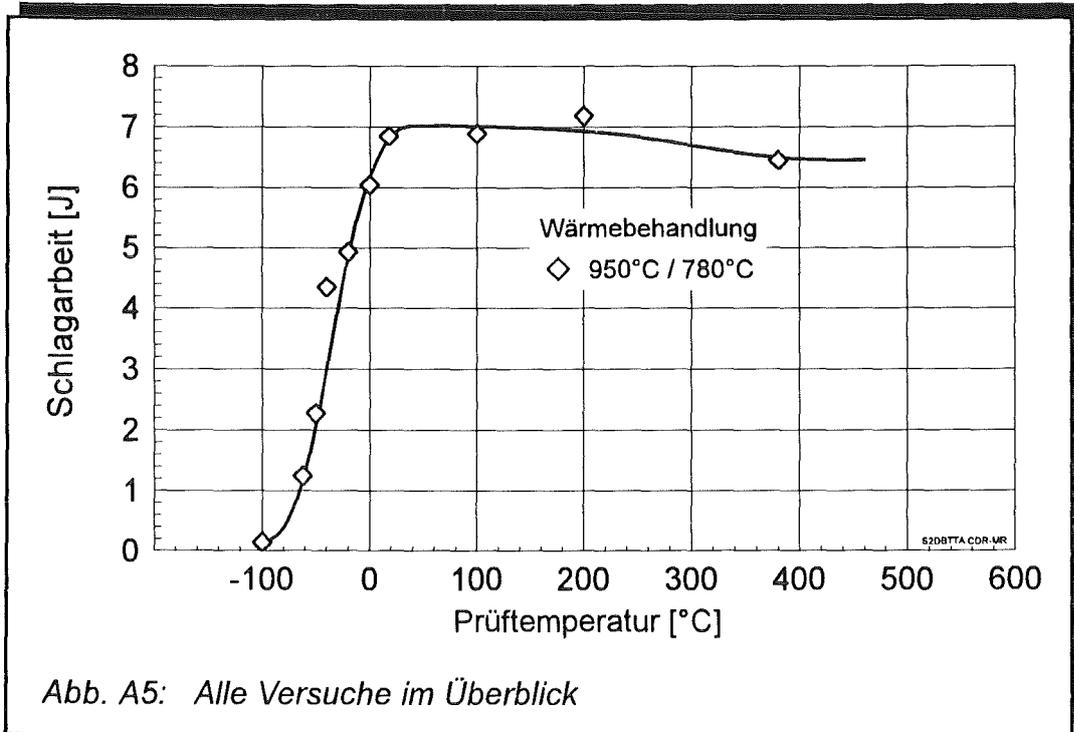


Abb. A4: Alle Versuche im Überblick



## A2. BESTIMMUNG DER HOCHLAGE UND ÜBERGANGSTEMPERATUR

### A2.1 Ohne Normalisierungswärmebehandlung

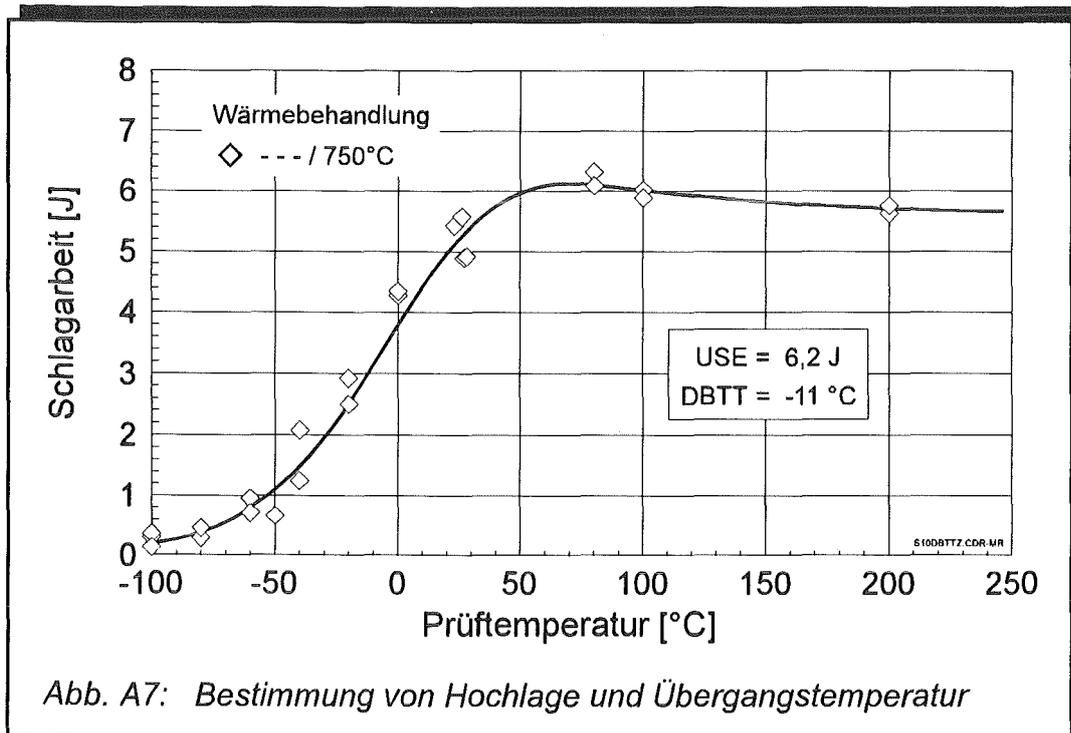
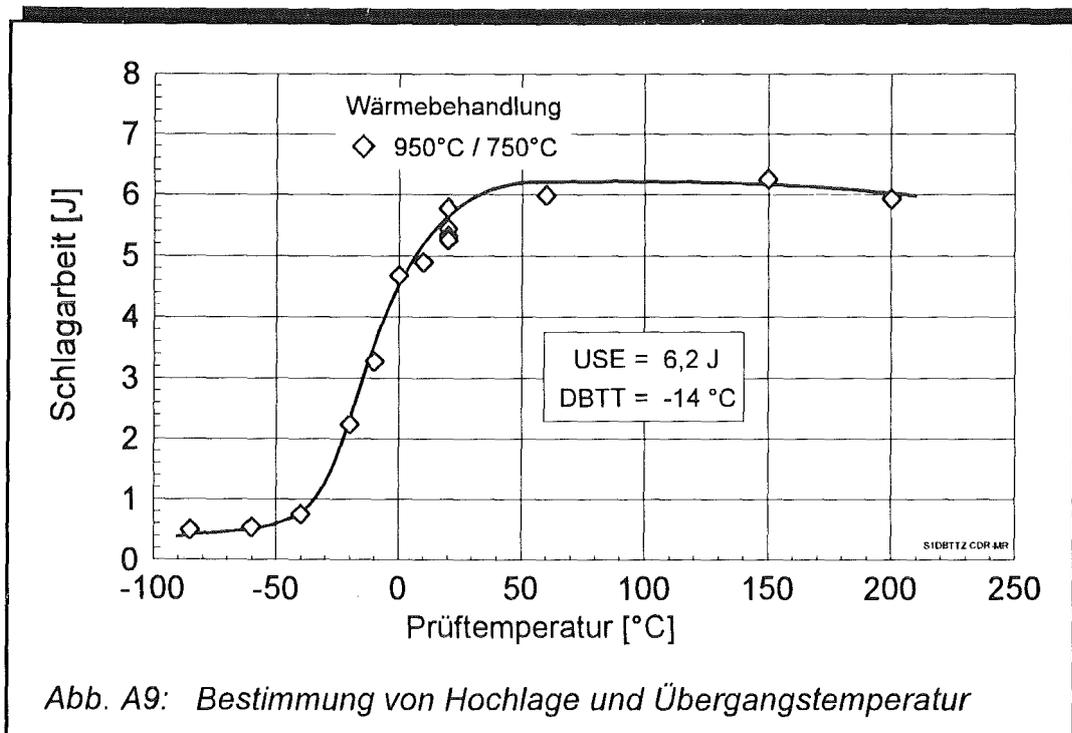
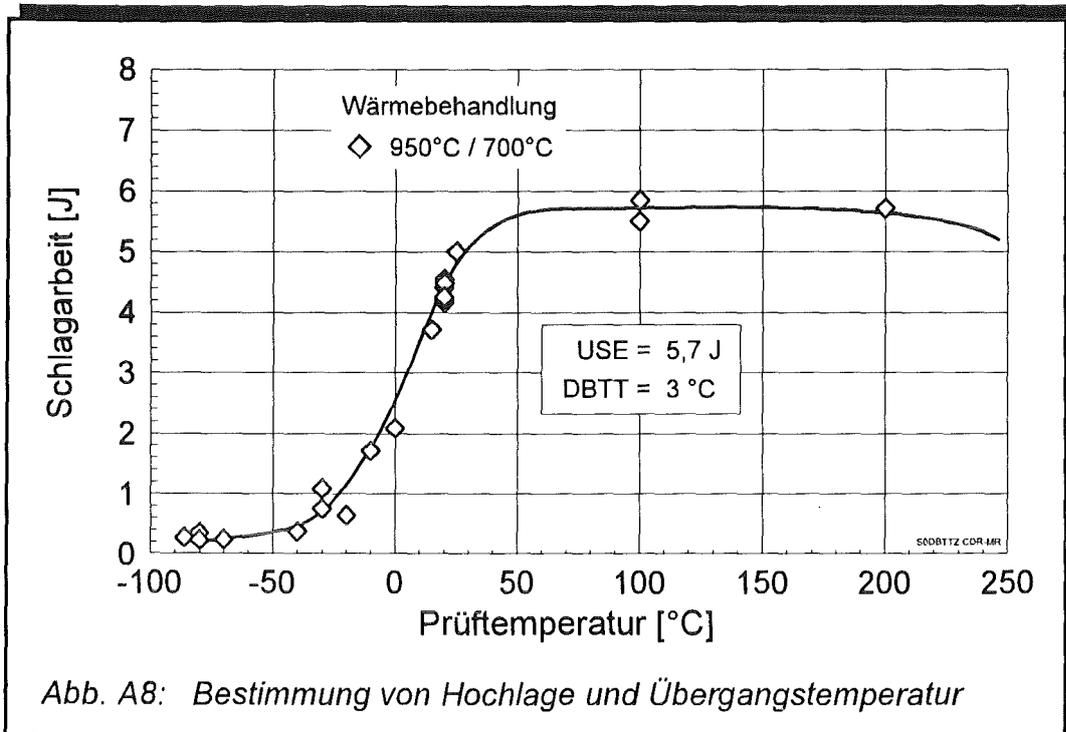
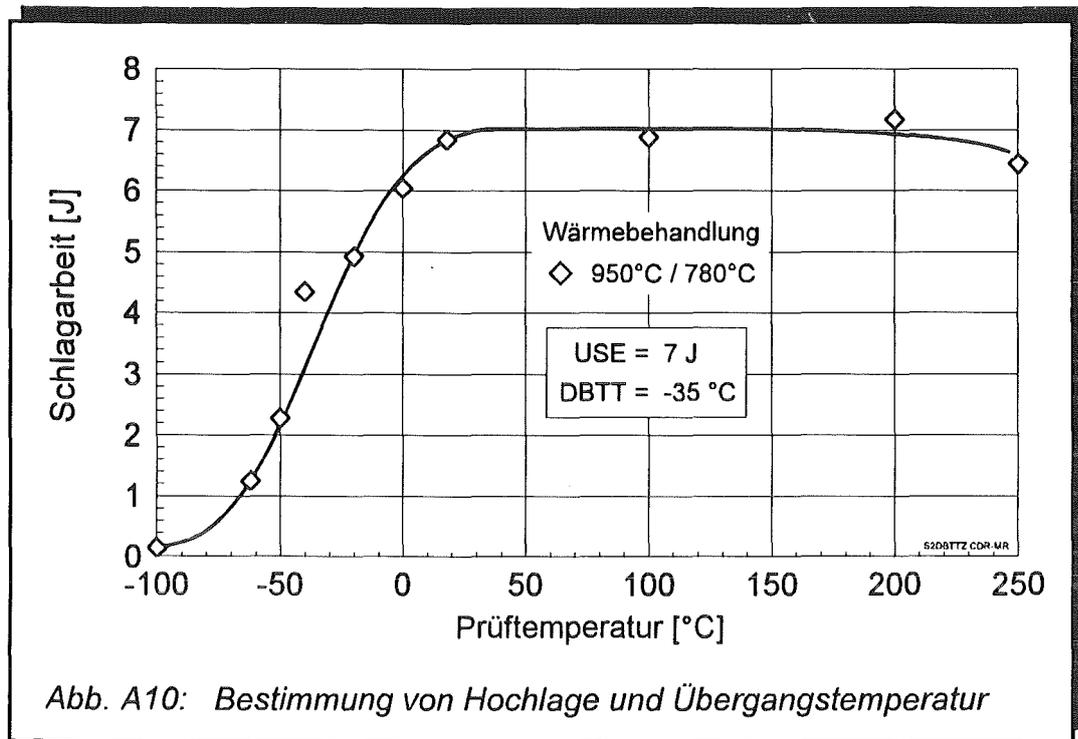


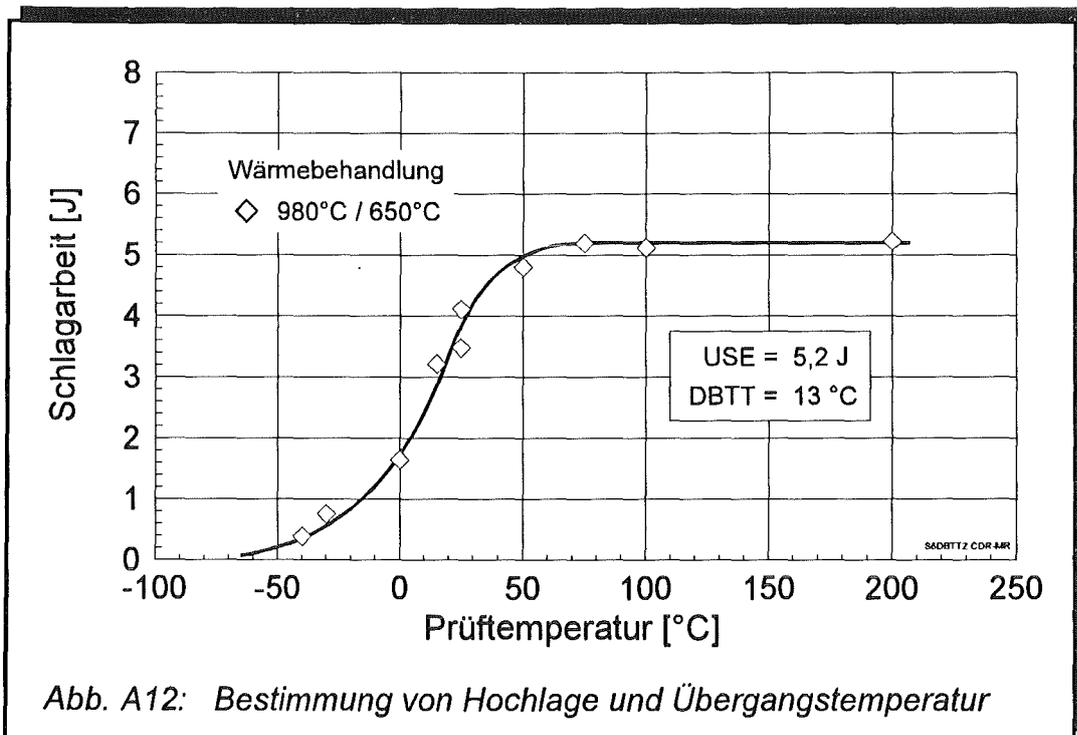
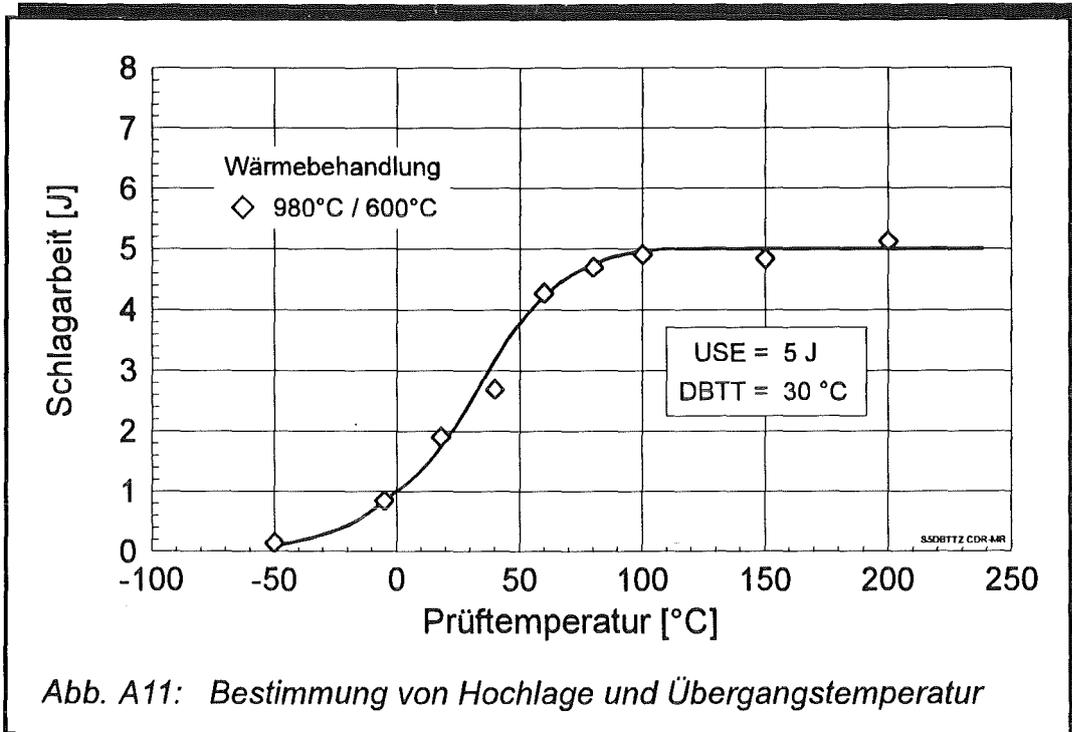
Abb. A7: Bestimmung von Hochlage und Übergangstemperatur

A2.2 Bei Normalisierungswärmebehandlung 950°C/2h





A2.3 Bei Normalisierungswärmebehandlung 980°C/2h



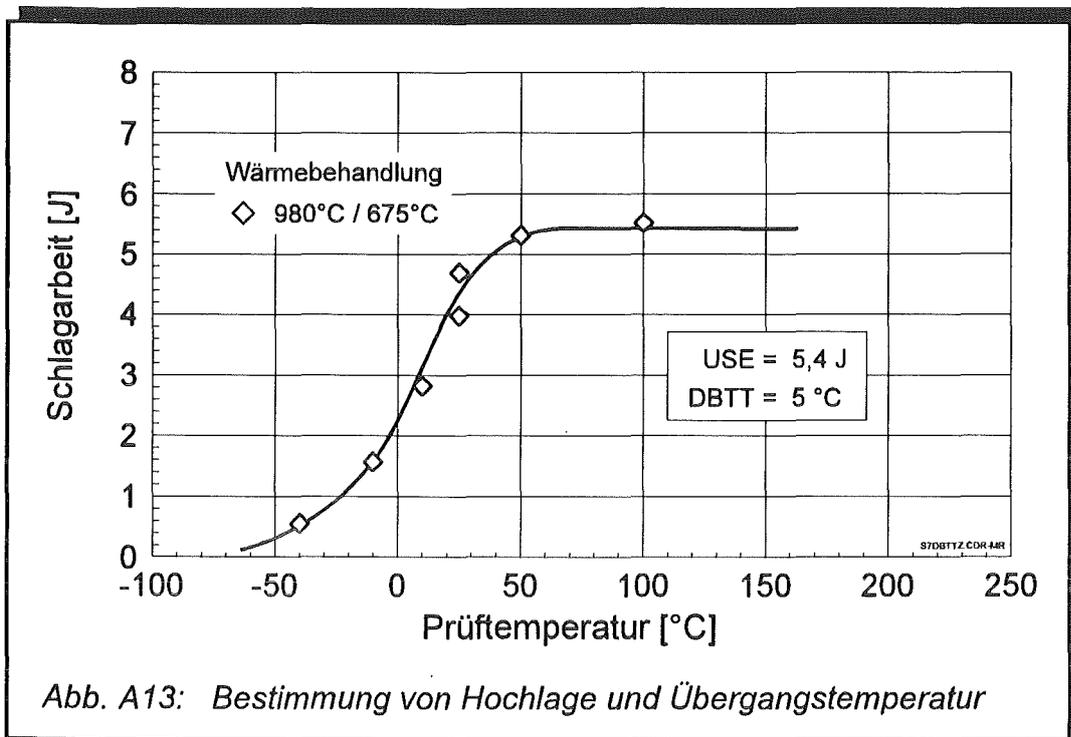


Abb. A13: Bestimmung von Hochlage und Übergangstemperatur

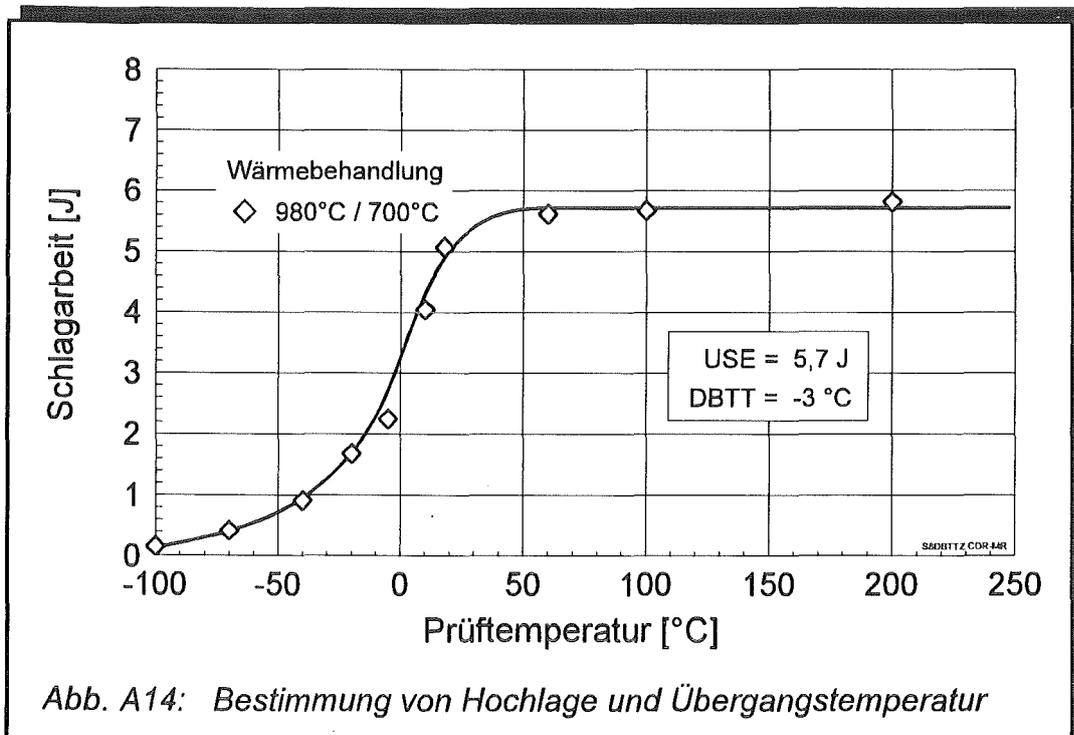
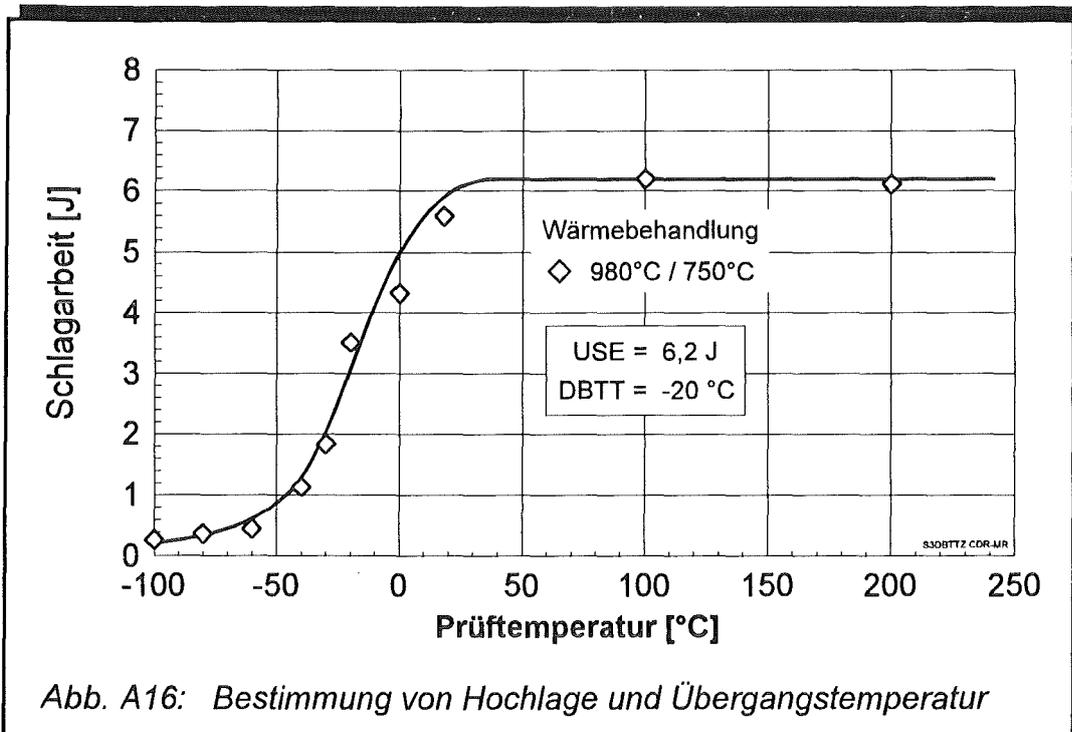
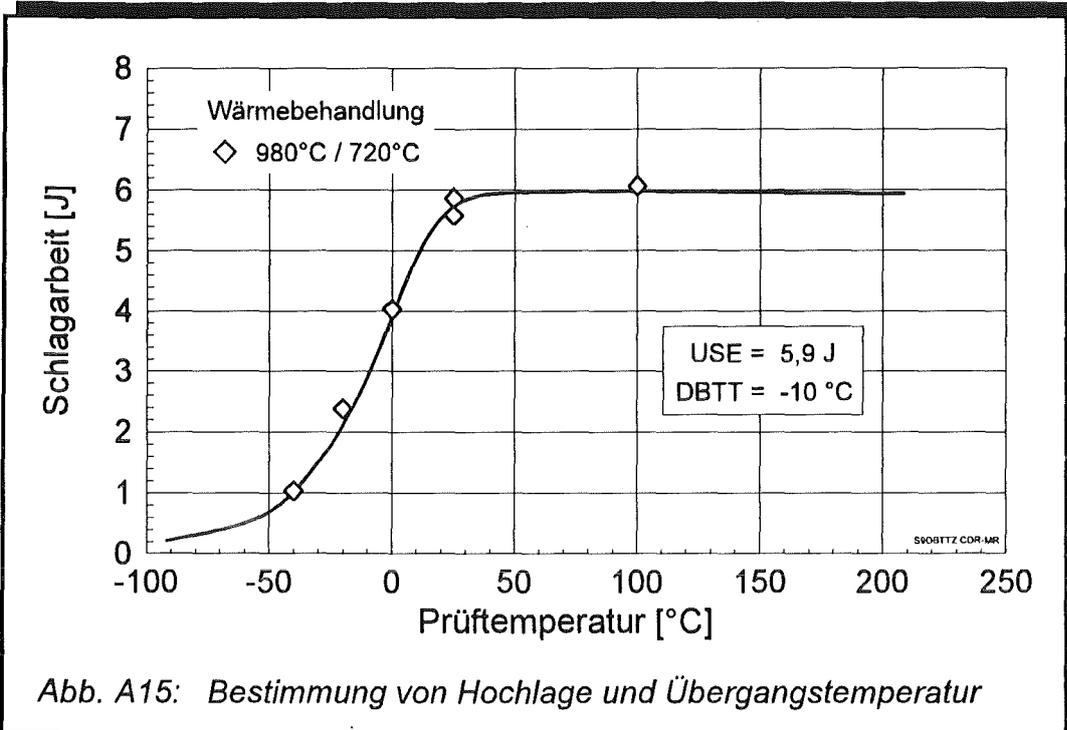


Abb. A14: Bestimmung von Hochlage und Übergangstemperatur



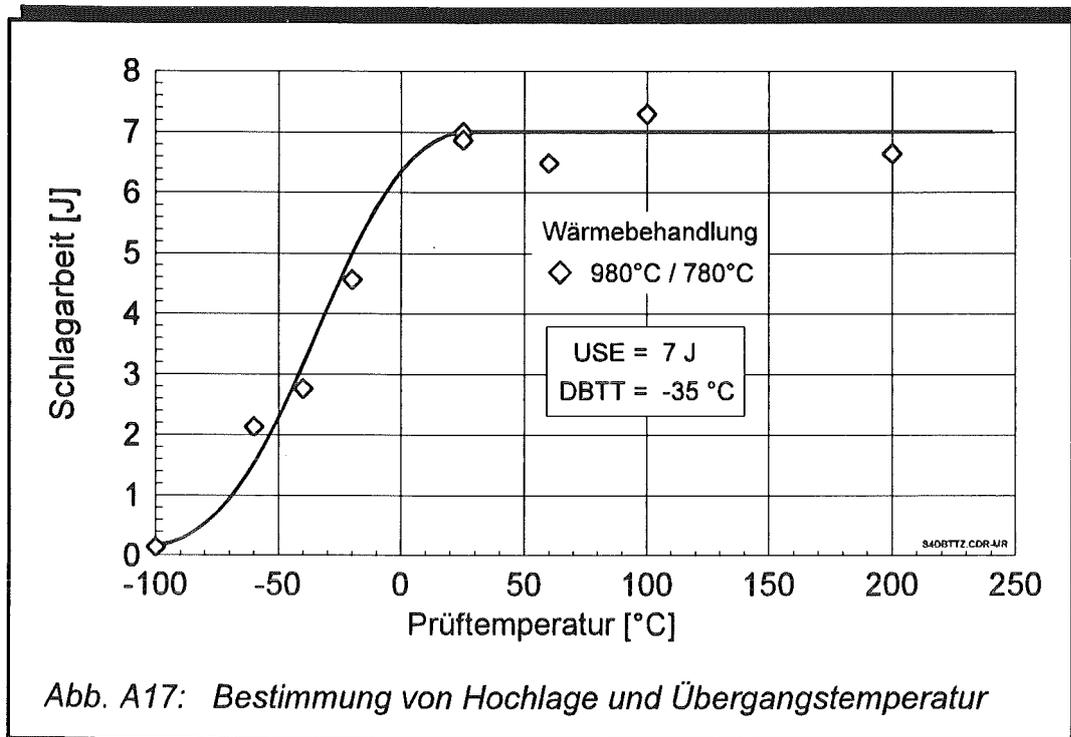
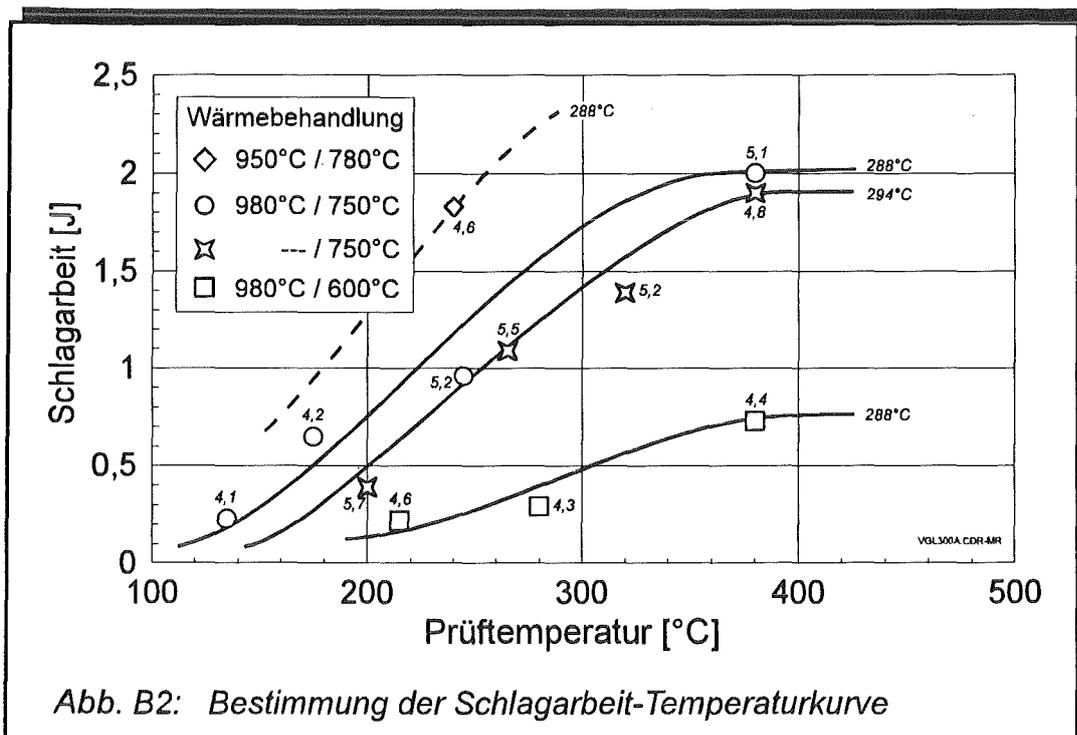
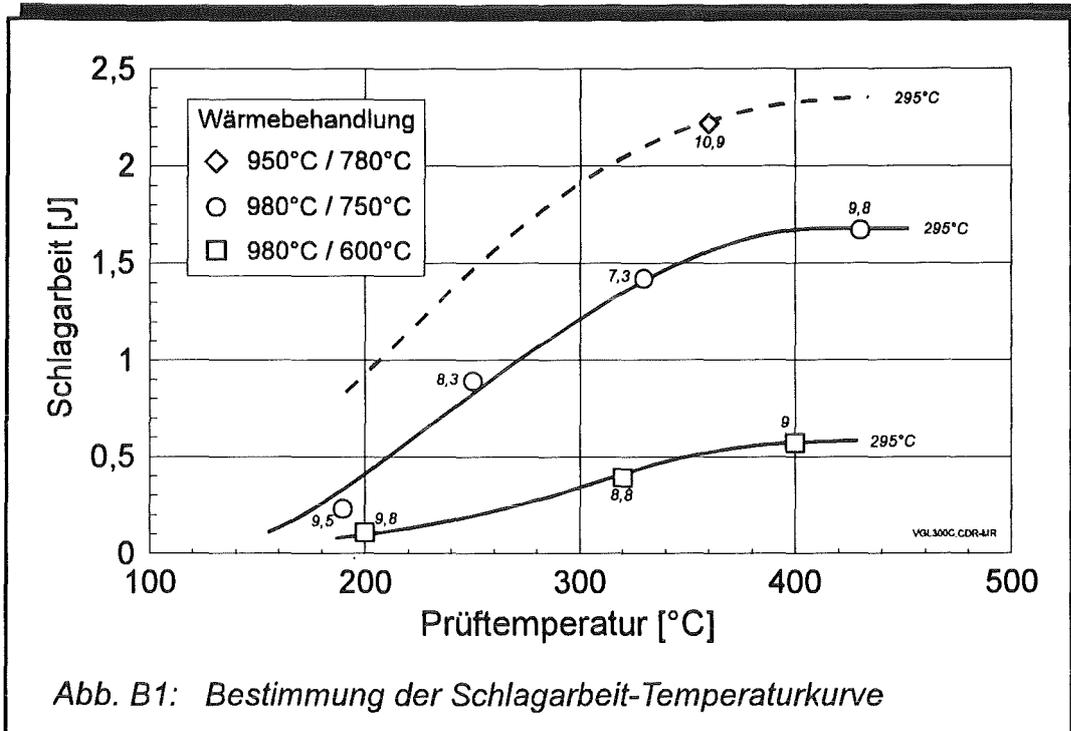


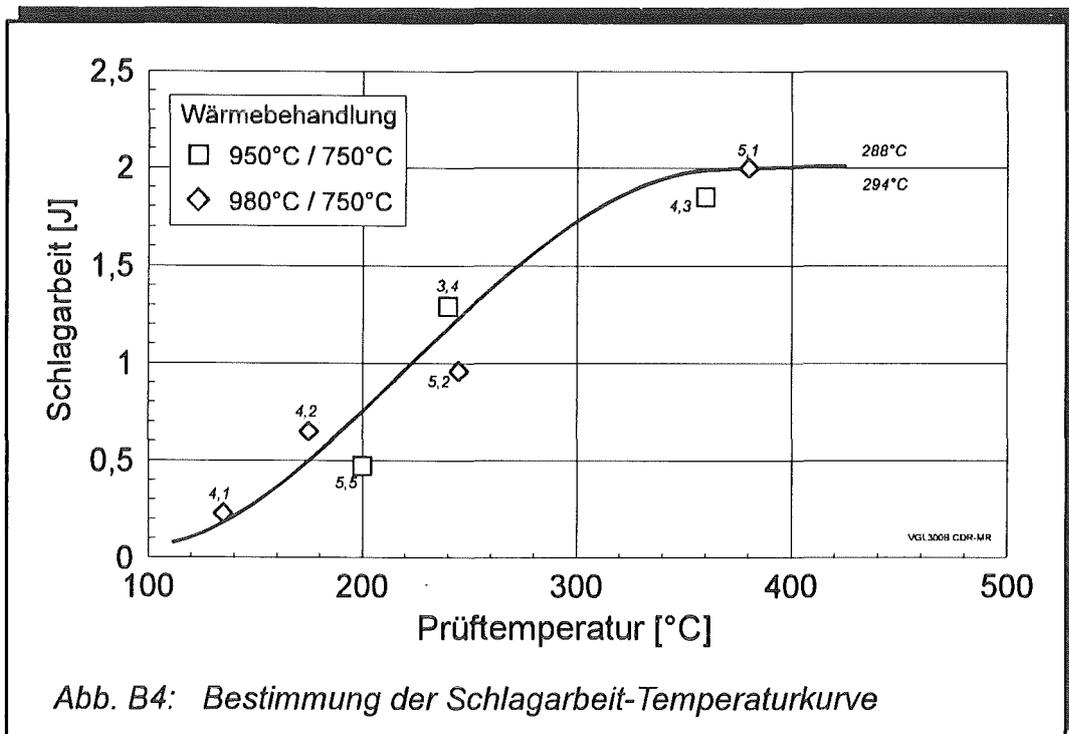
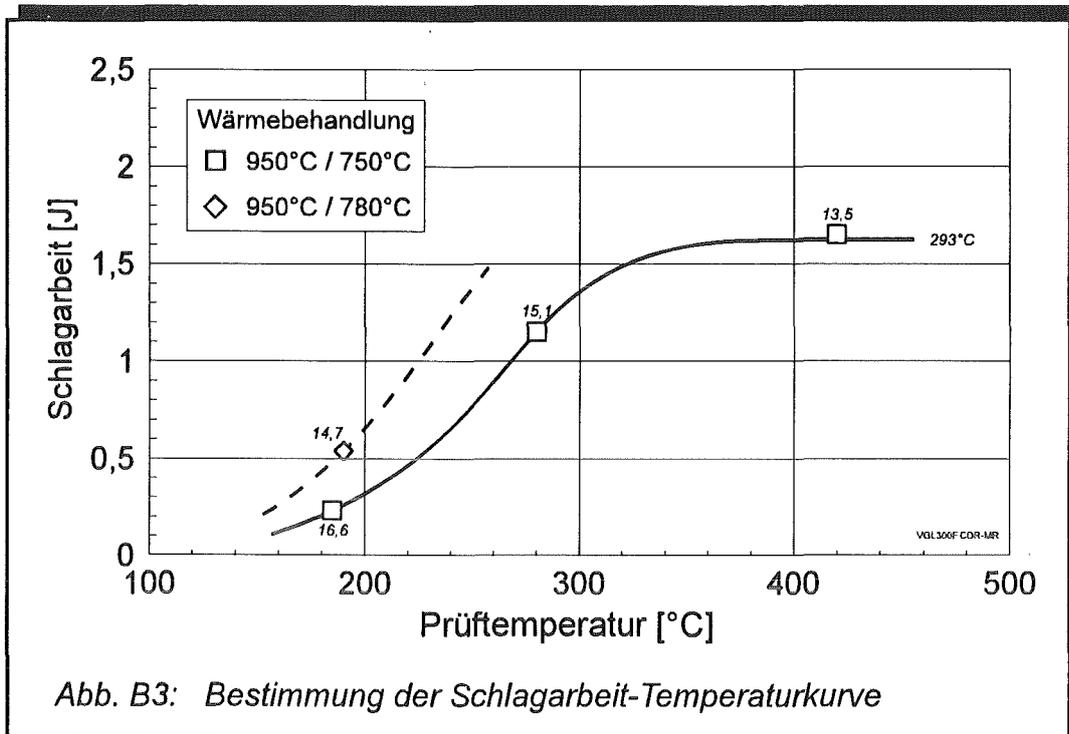
Abb. A17: Bestimmung von Hochlage und Übergangstemperatur

**ANHANG B: BESTRAHLTE EXPERIMENTE**

**B1. VERSUCHSERGEBNISSE MIT PARAMETERANGABEN**

**B1.1 Bestrahlungstemperaturbereich 287°C-295°C**





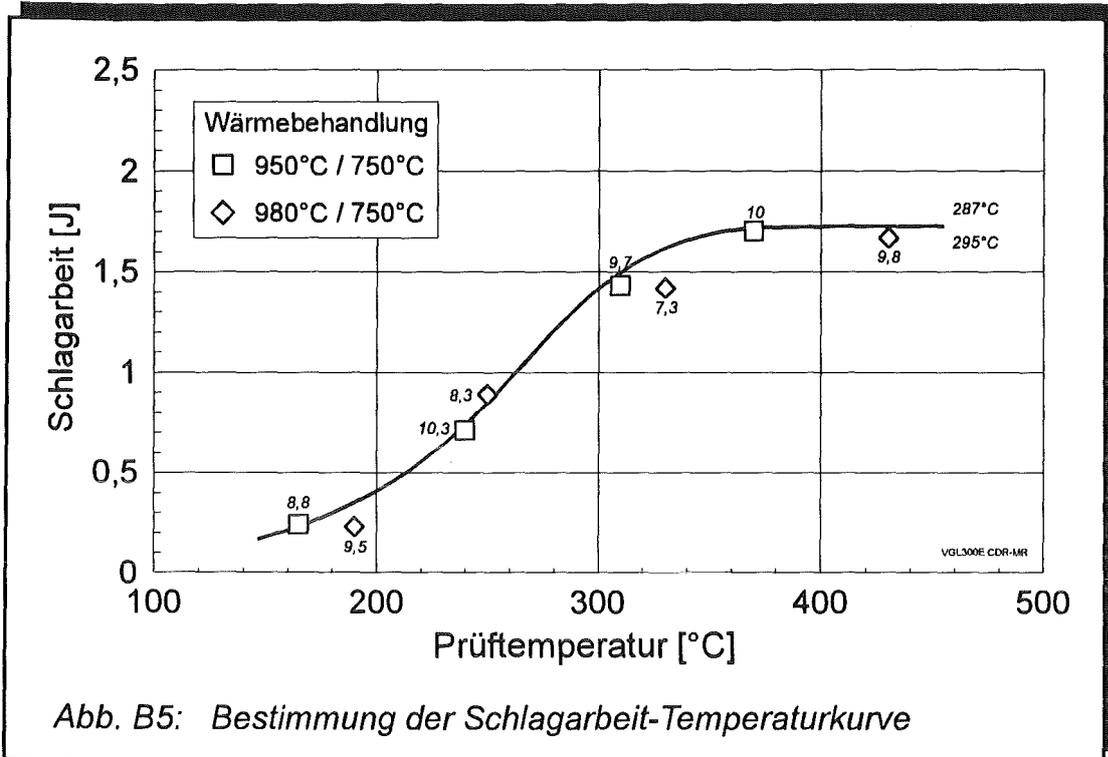


Abb. B5: Bestimmung der Schlagarbeit-Temperaturkurve

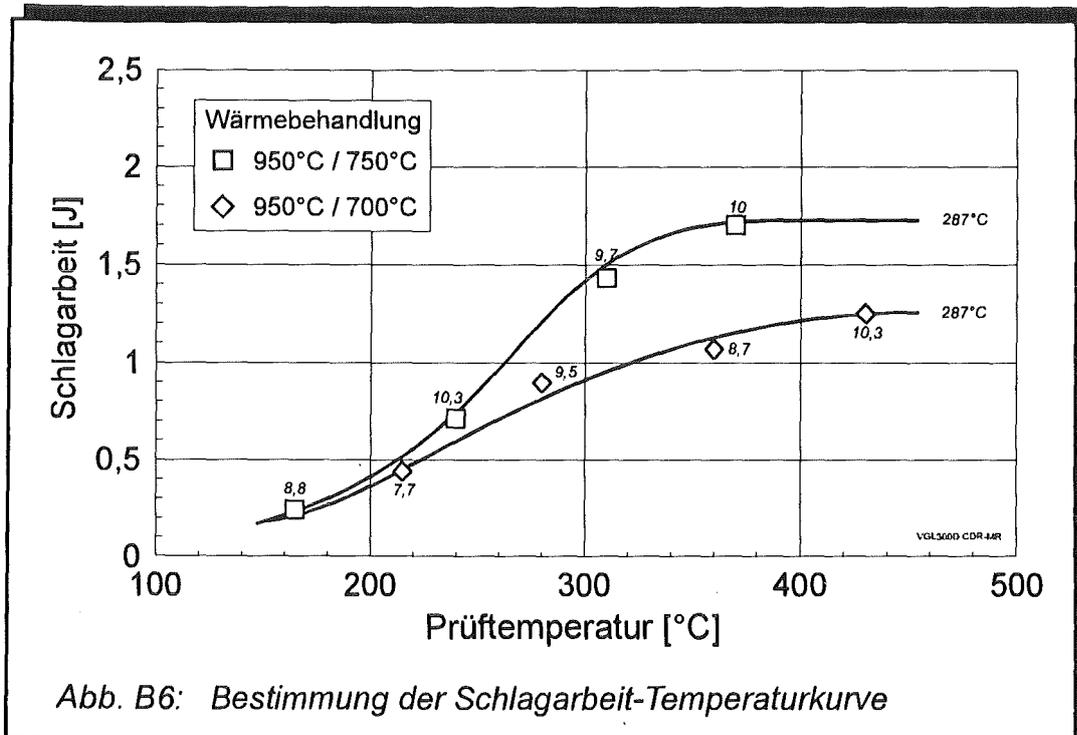
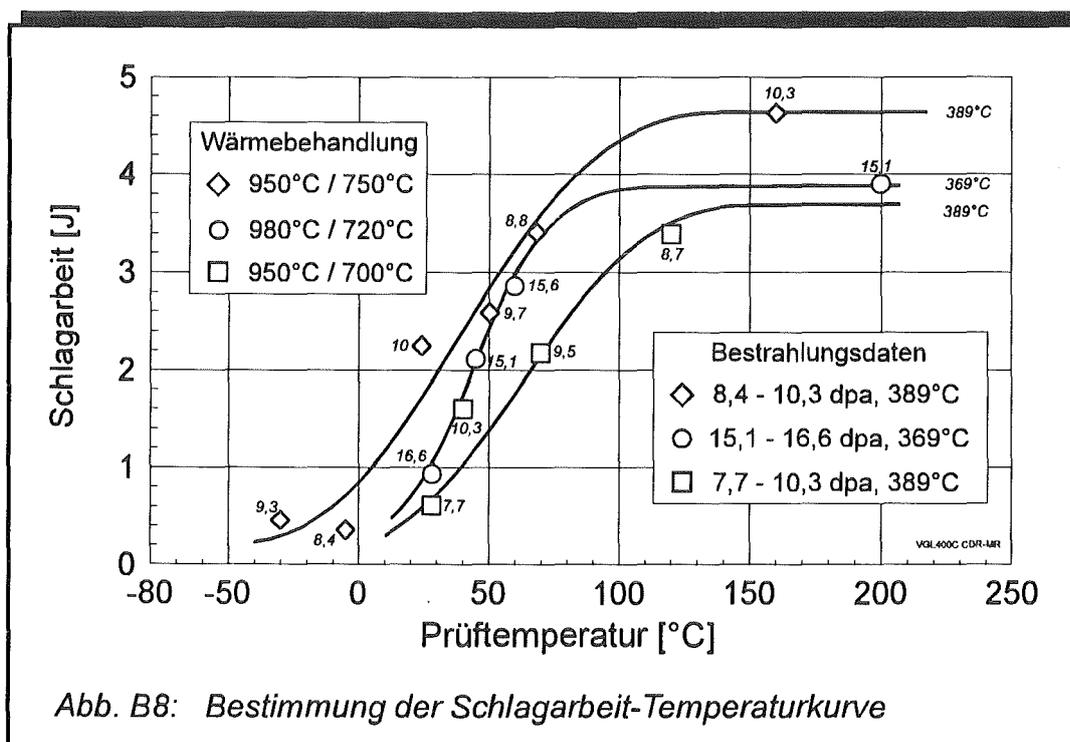
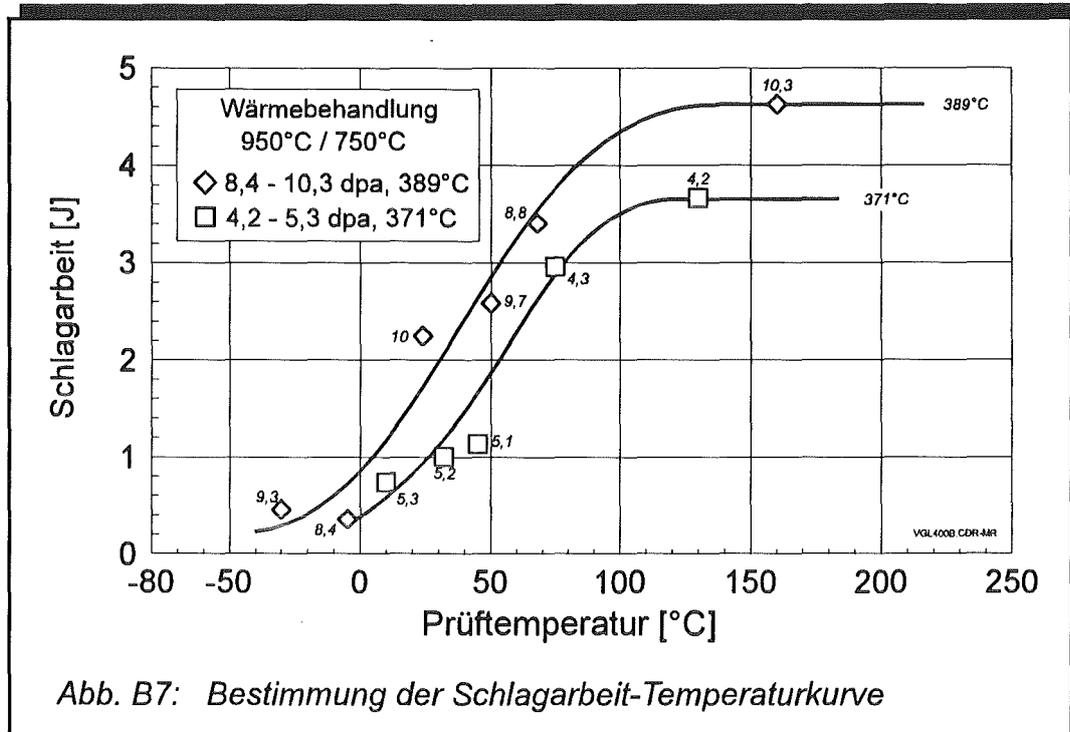


Abb. B6: Bestimmung der Schlagarbeit-Temperaturkurve

## B1.2 Bestrahlungstemperaturbereich 369°C-389°C



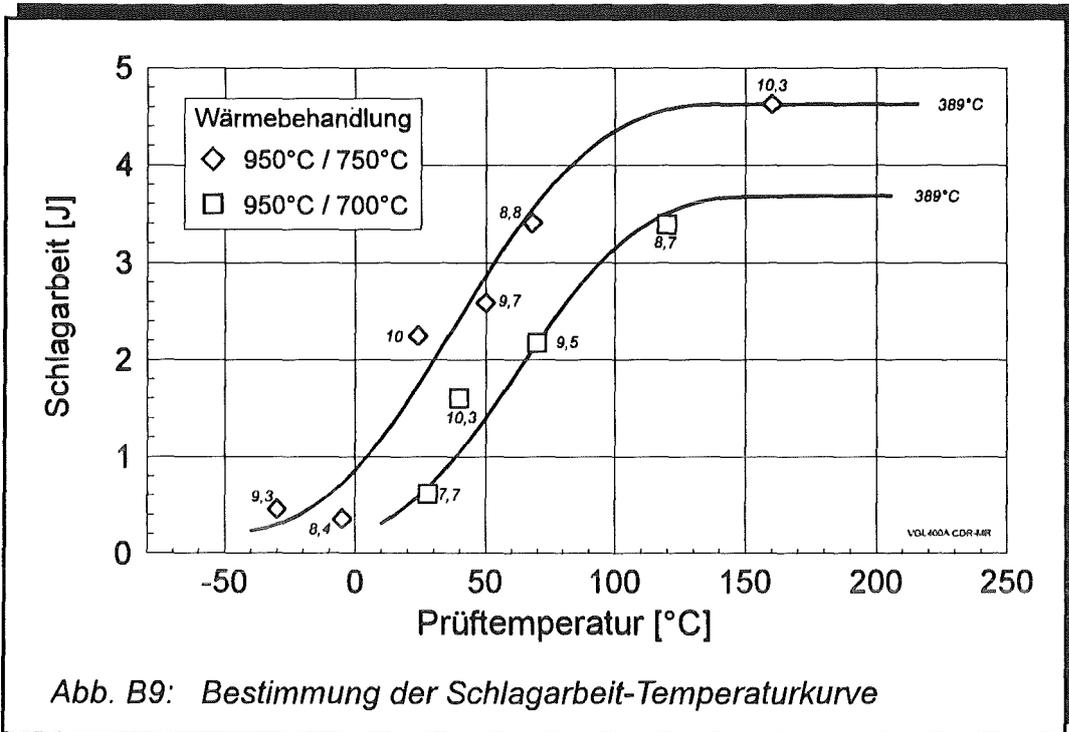


Abb. B9: Bestimmung der Schlagarbeit-Temperaturkurve

B1.3 Bestrahlungstemperatur 420°C

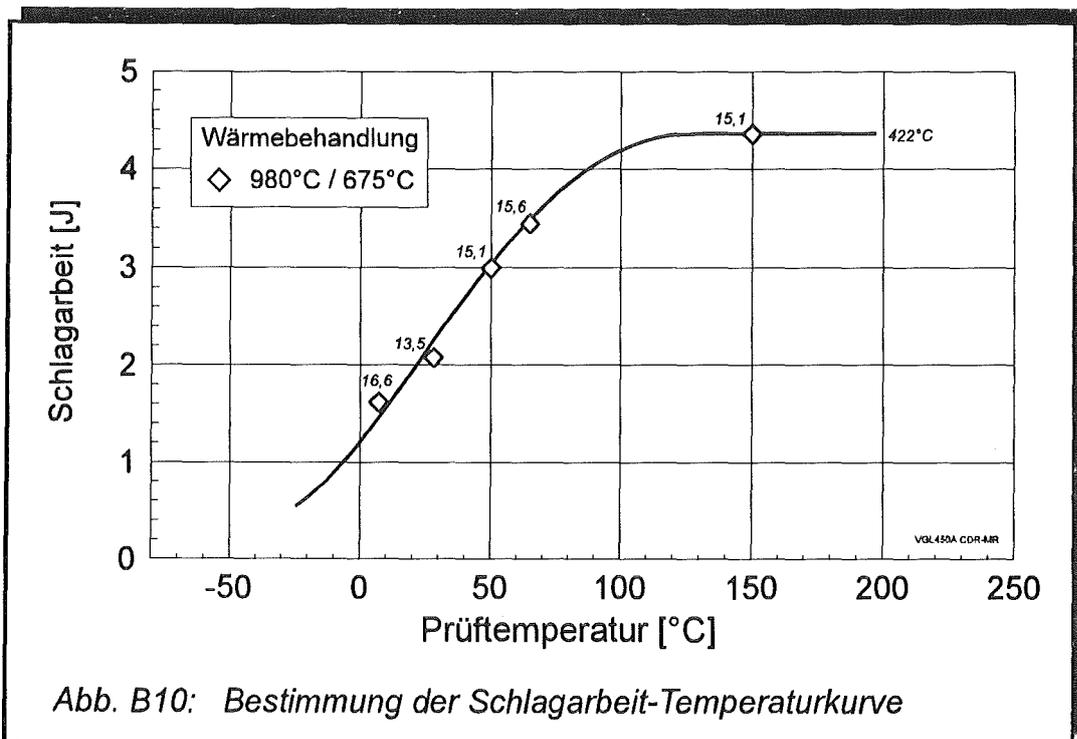
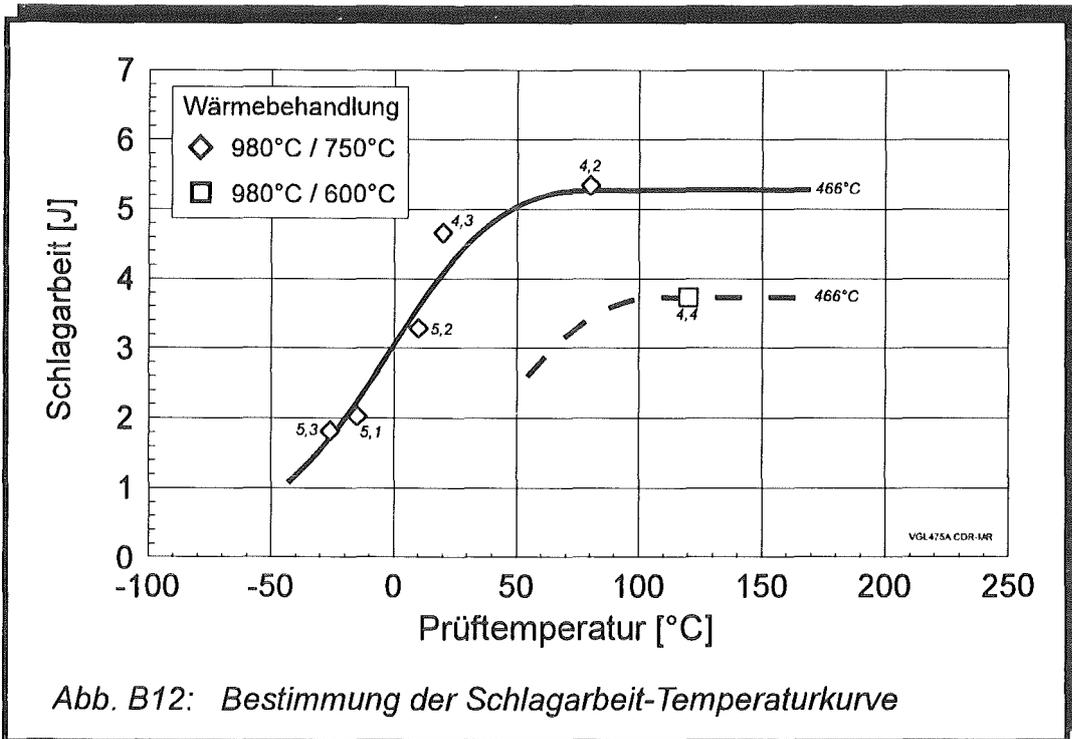
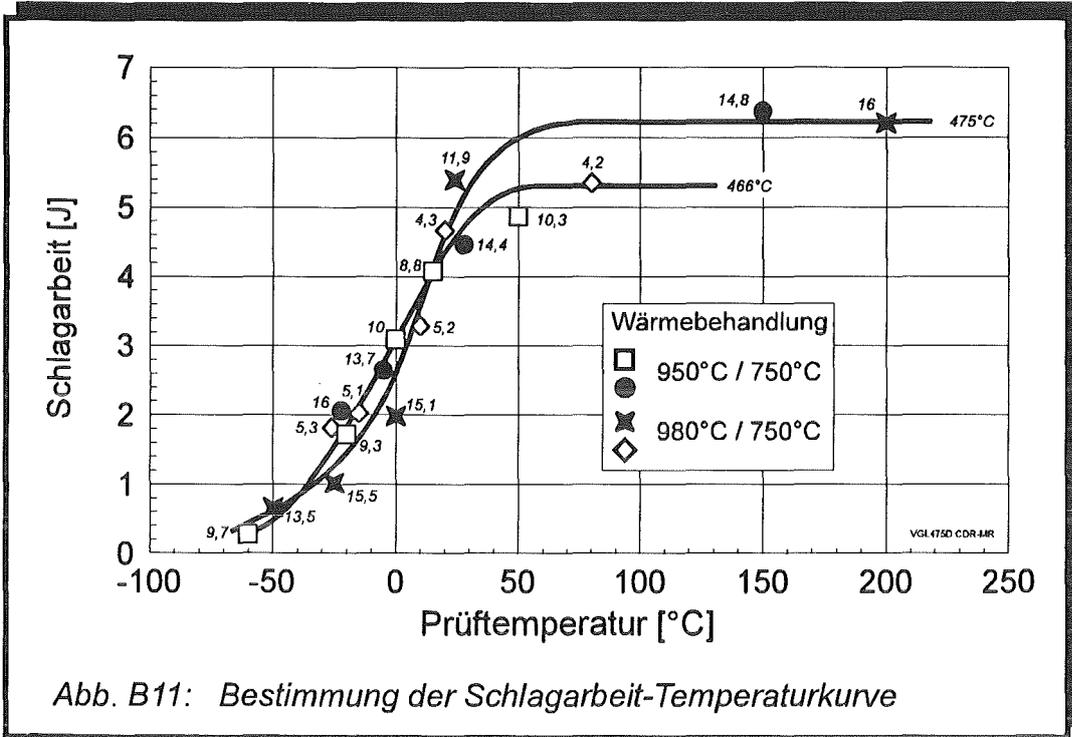


Abb. B10: Bestimmung der Schlagarbeit-Temperaturkurve

B1.4 Bestrahlungstemperaturbereich 466°C-475°C



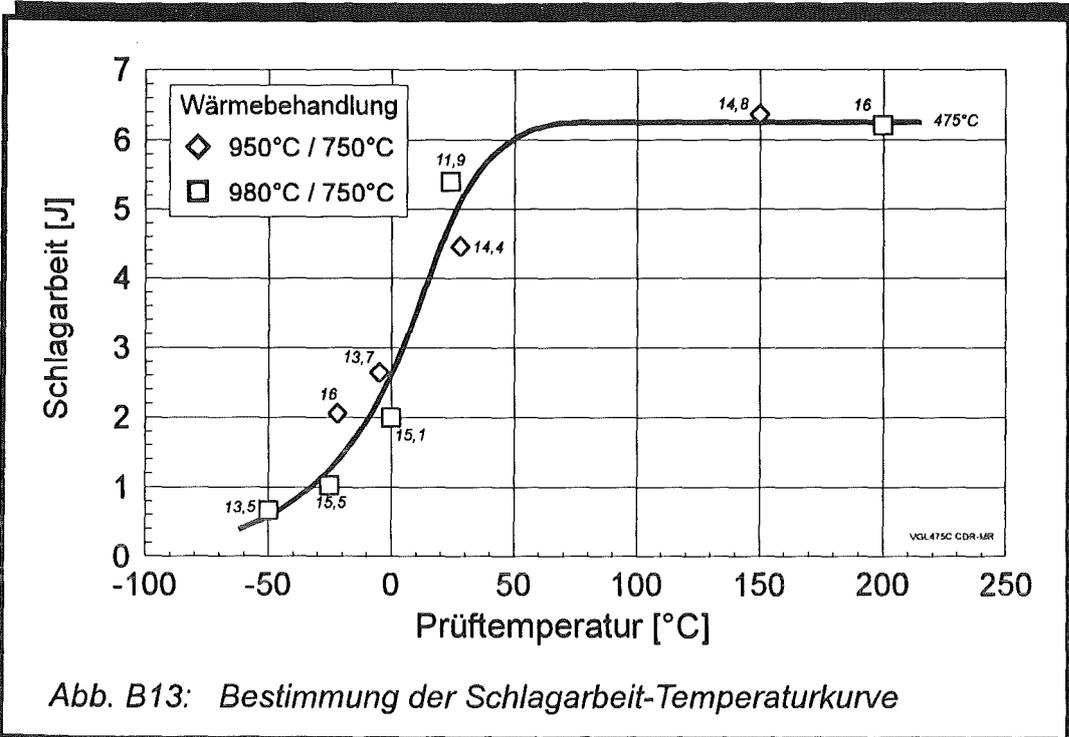


Abb. B13: Bestimmung der Schlagarbeit-Temperaturkurve

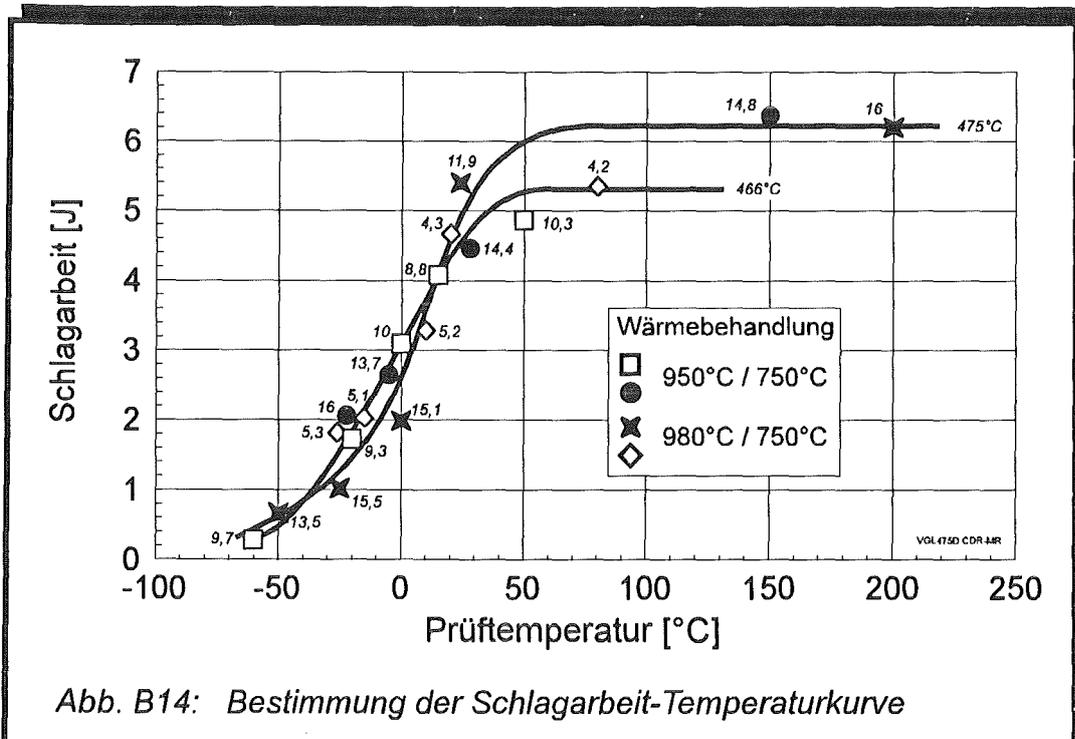
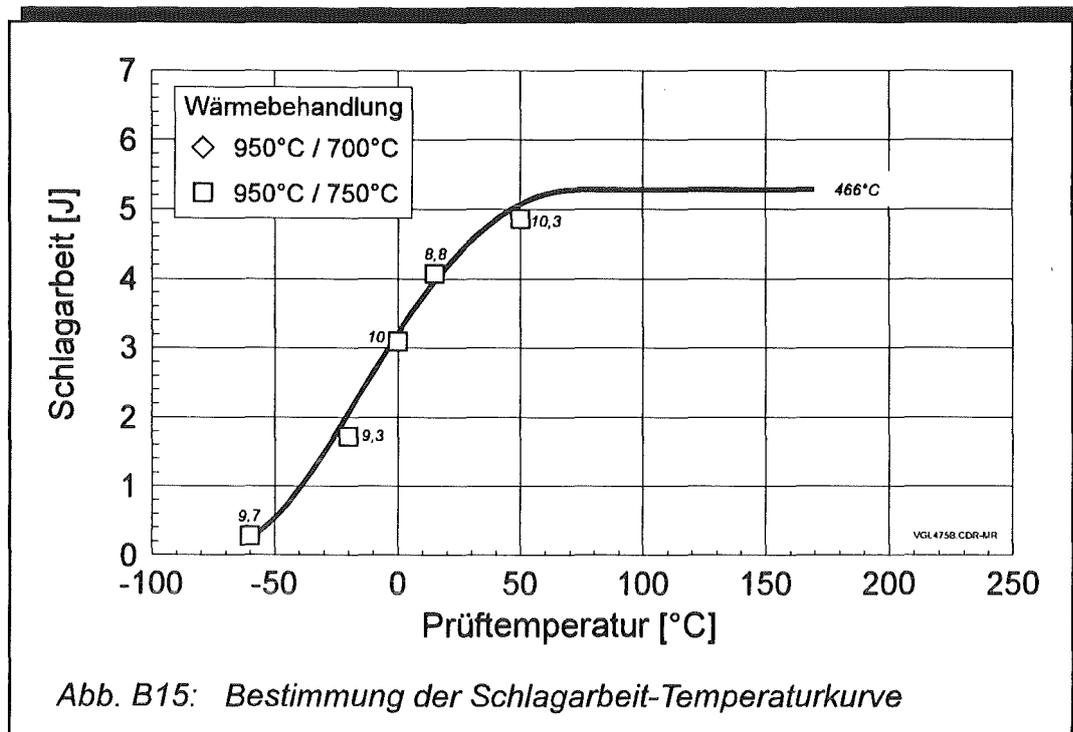
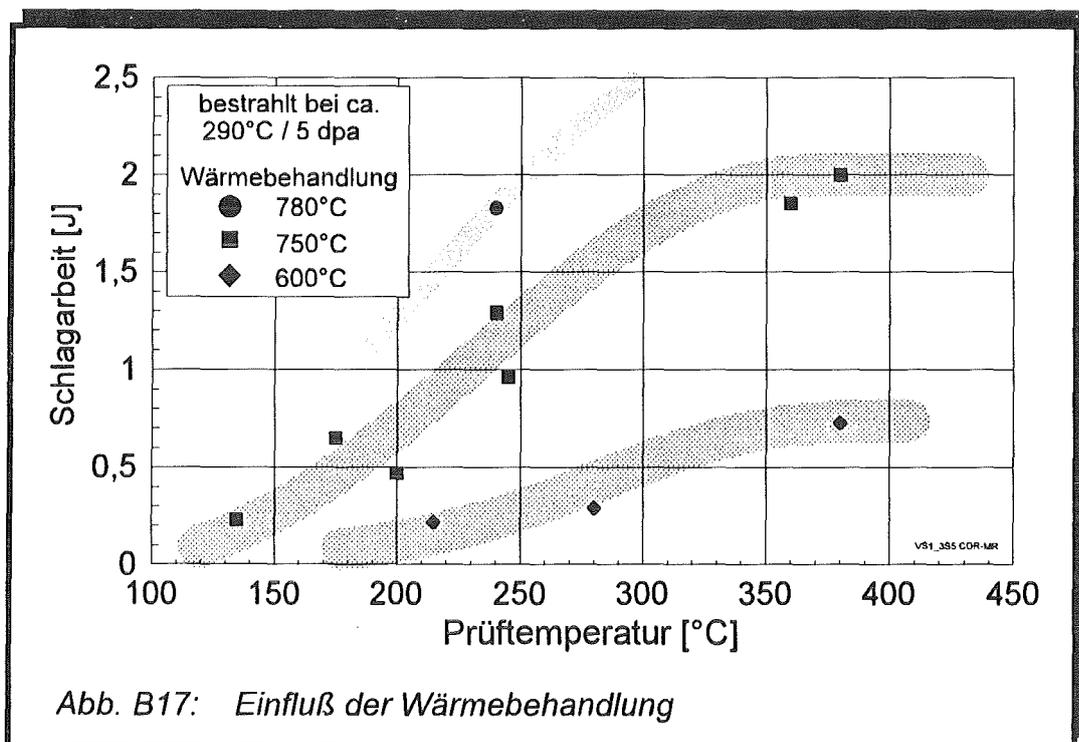
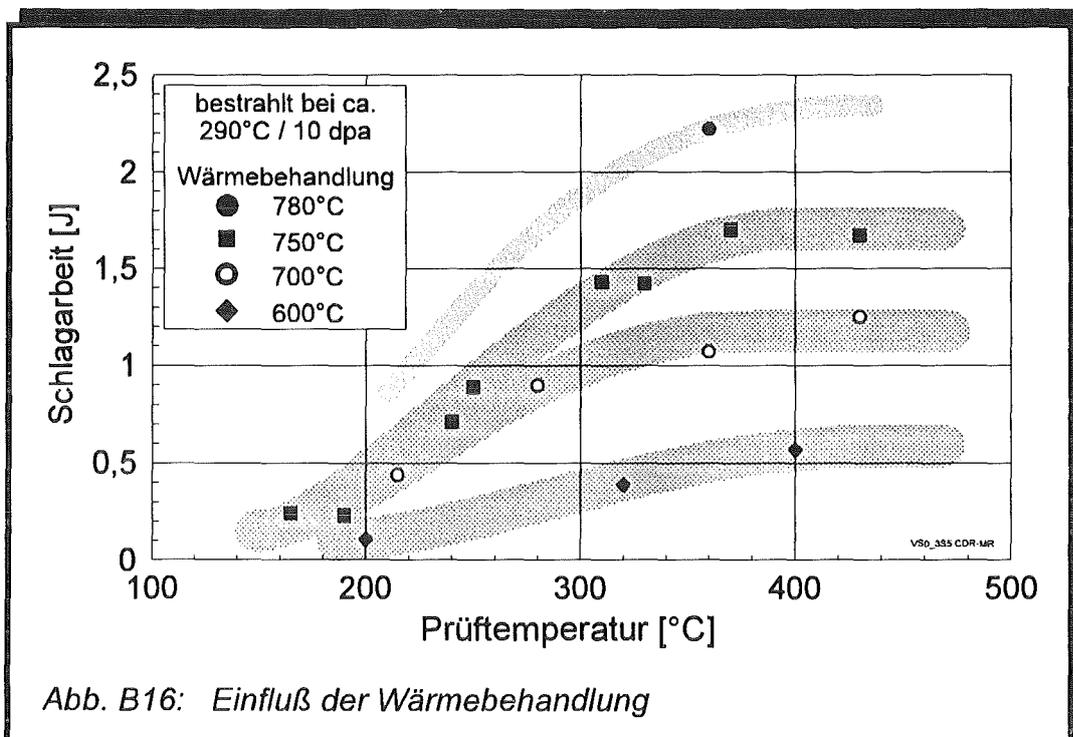


Abb. B14: Bestimmung der Schlagarbeit-Temperaturkurve



B2. EINFLUSS DER WÄRMEBEHANDLUNG



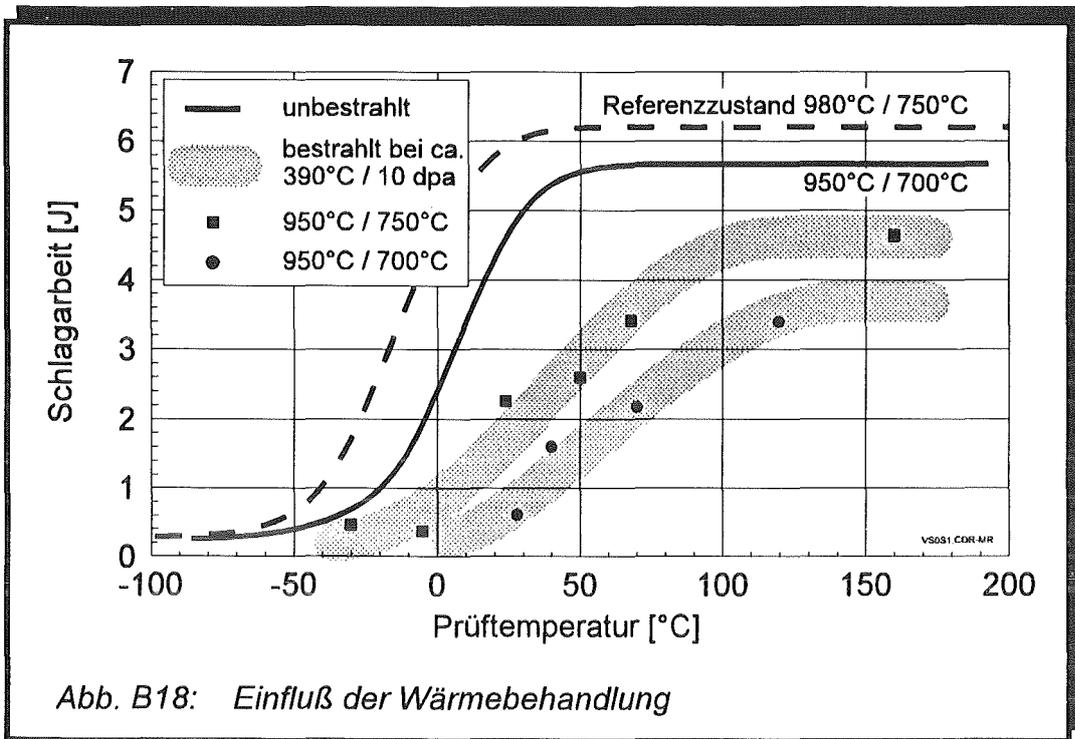


Abb. B18: Einfluß der Wärmebehandlung

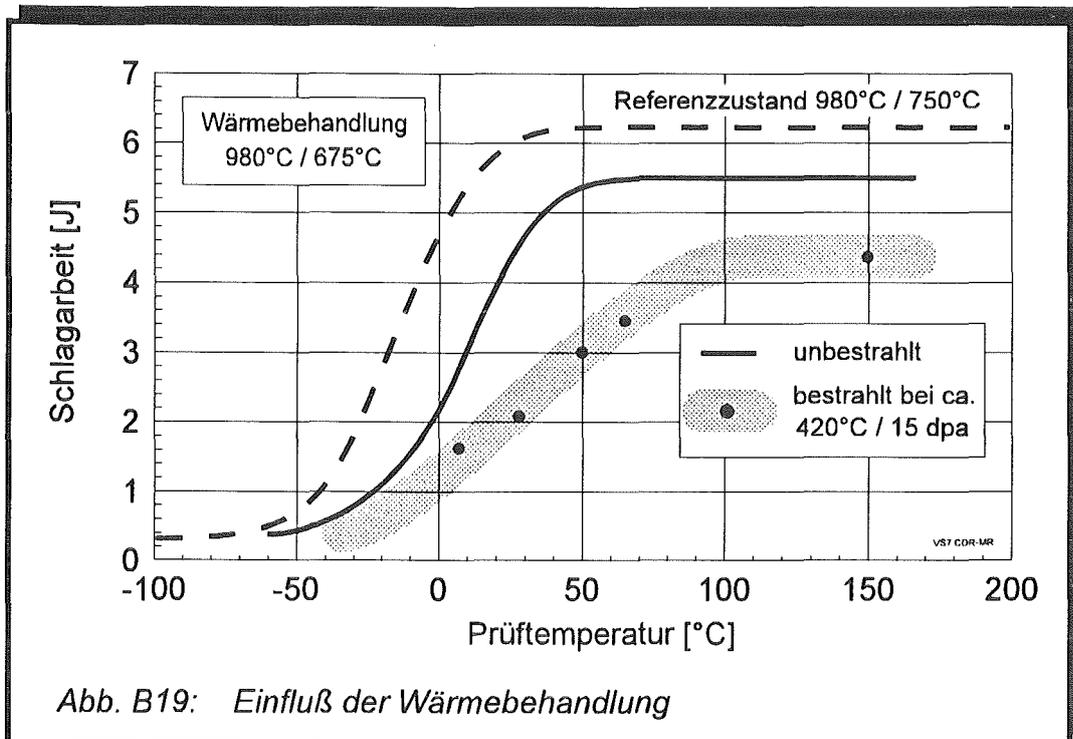
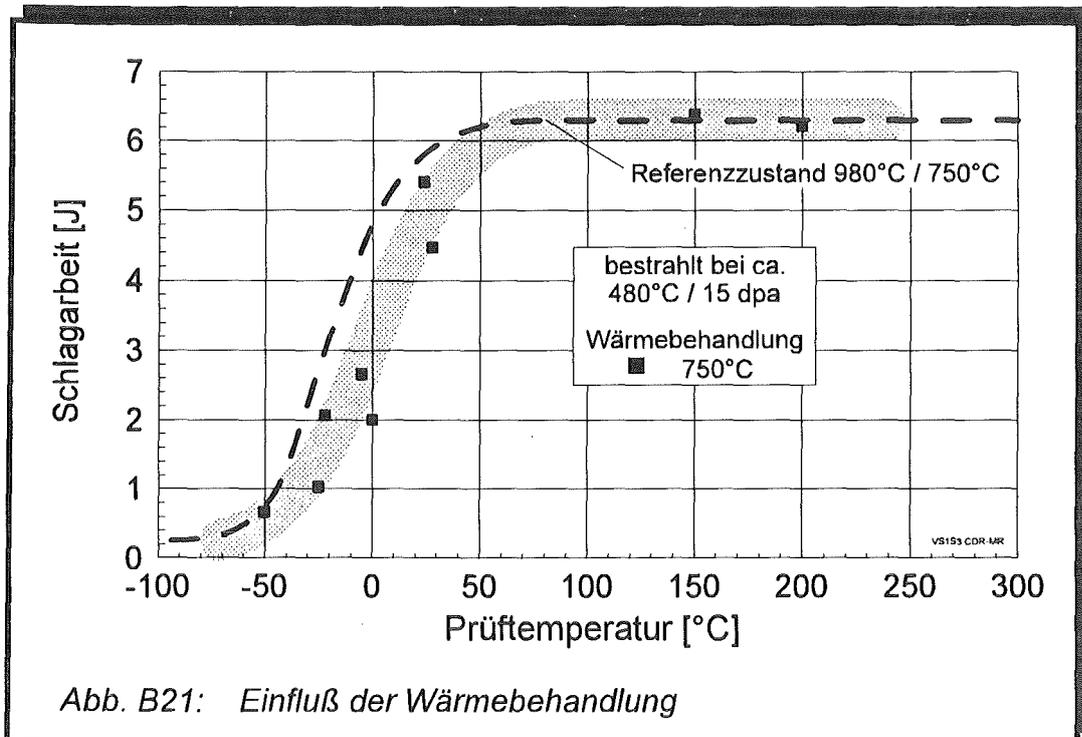
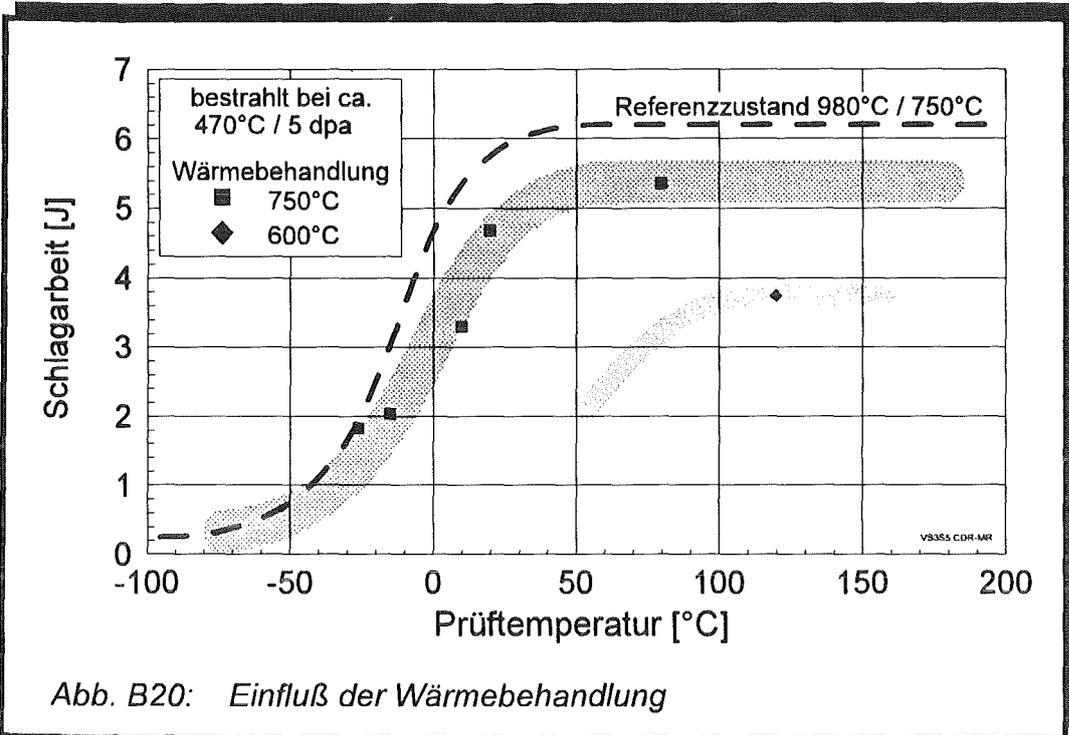
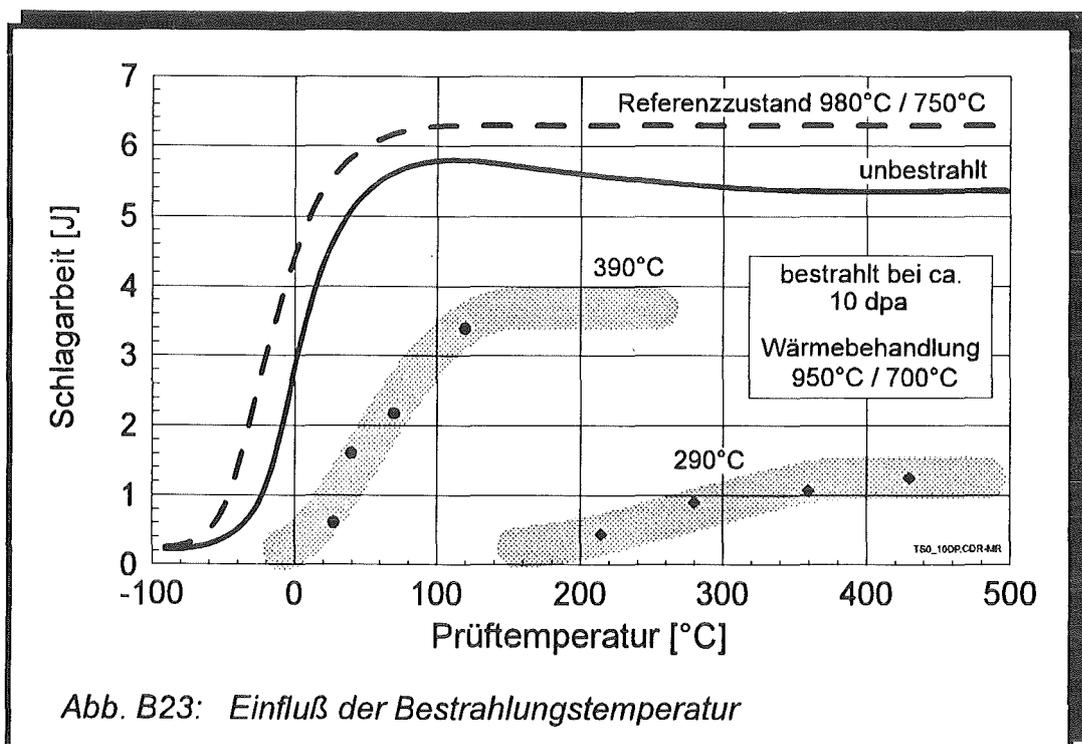
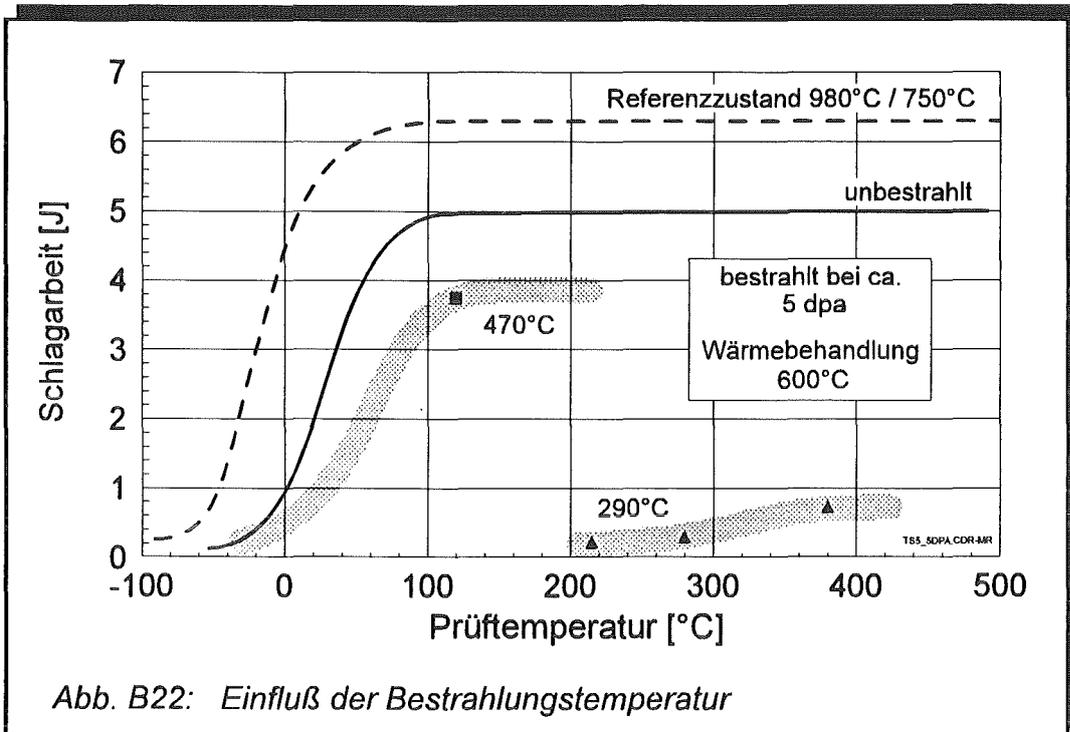


Abb. B19: Einfluß der Wärmebehandlung



## B3. EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSTEMPERATUR



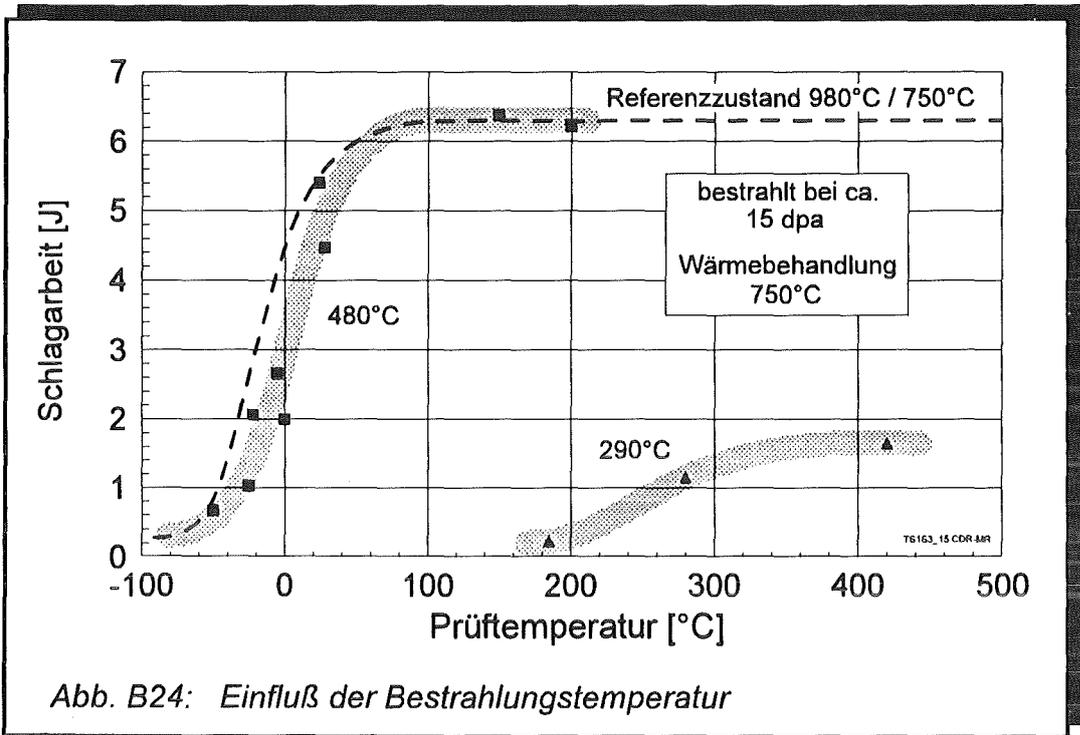


Abb. B24: Einfluß der Bestrahlungstemperatur

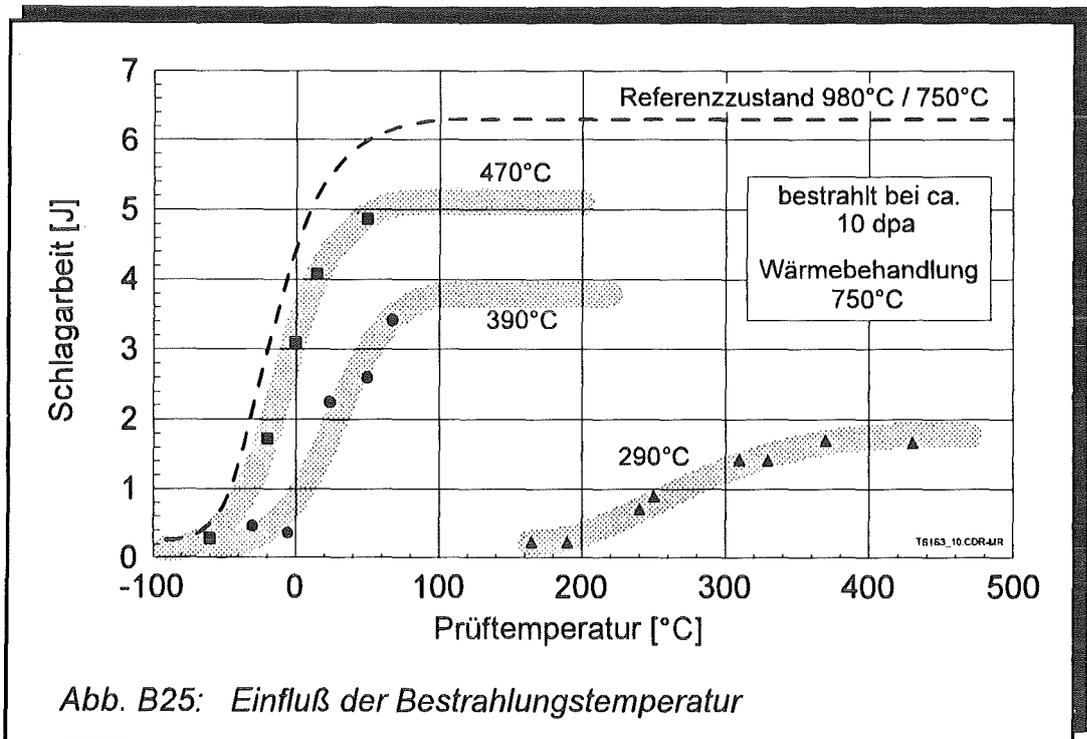
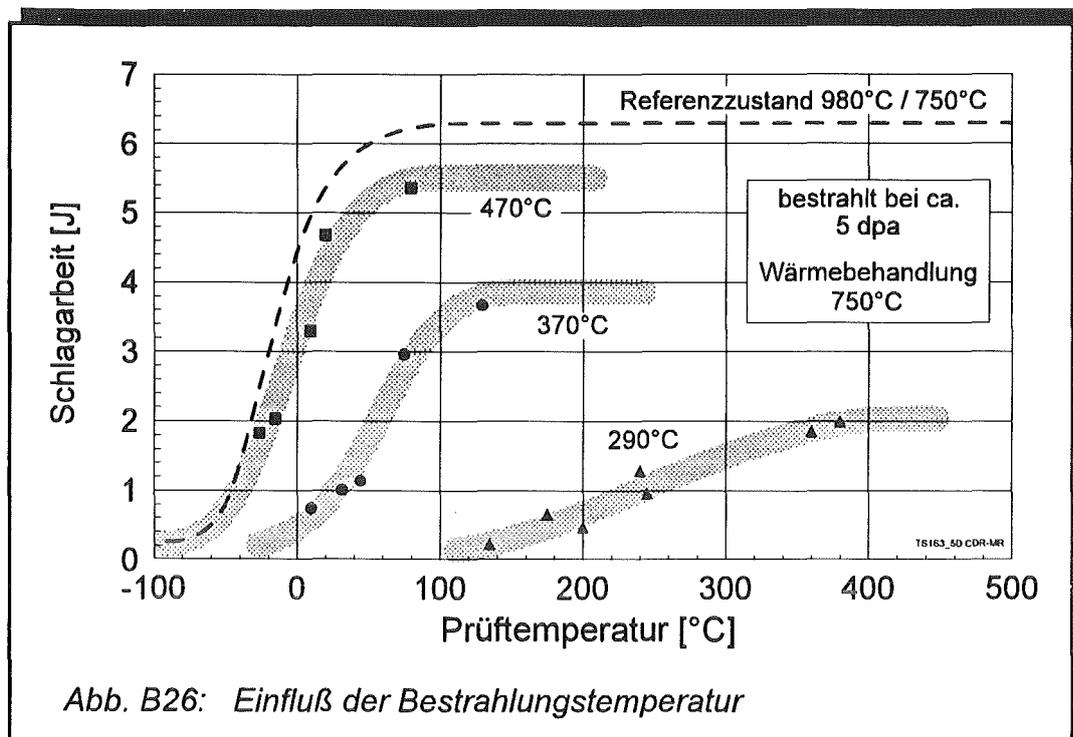
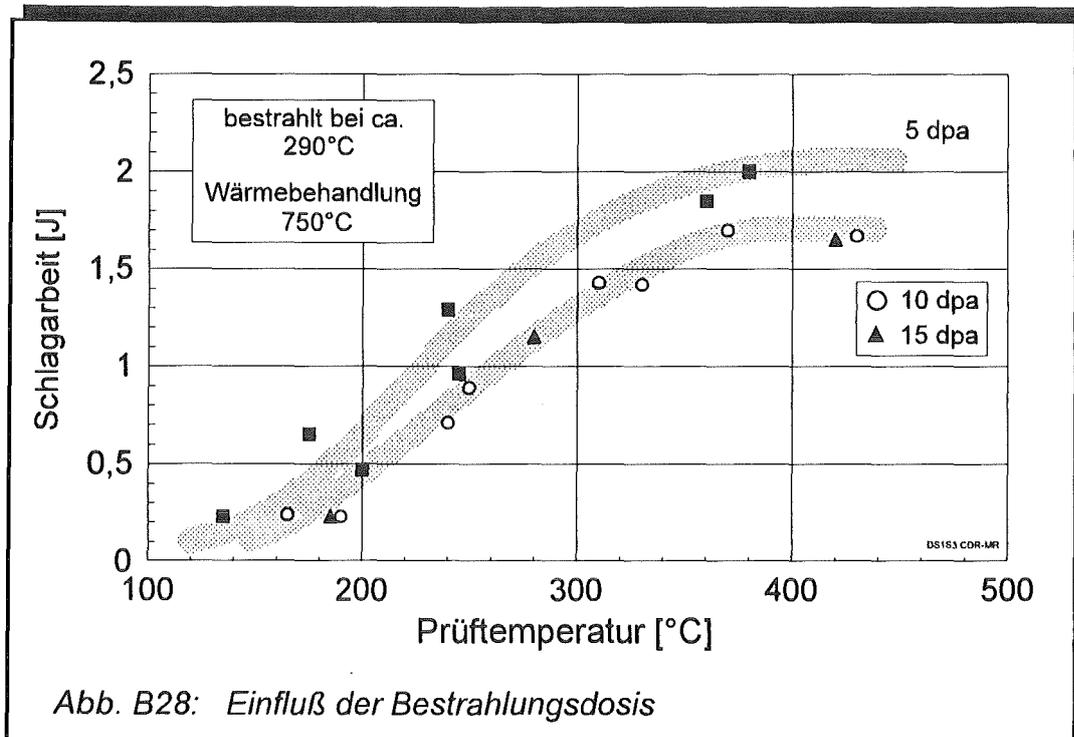
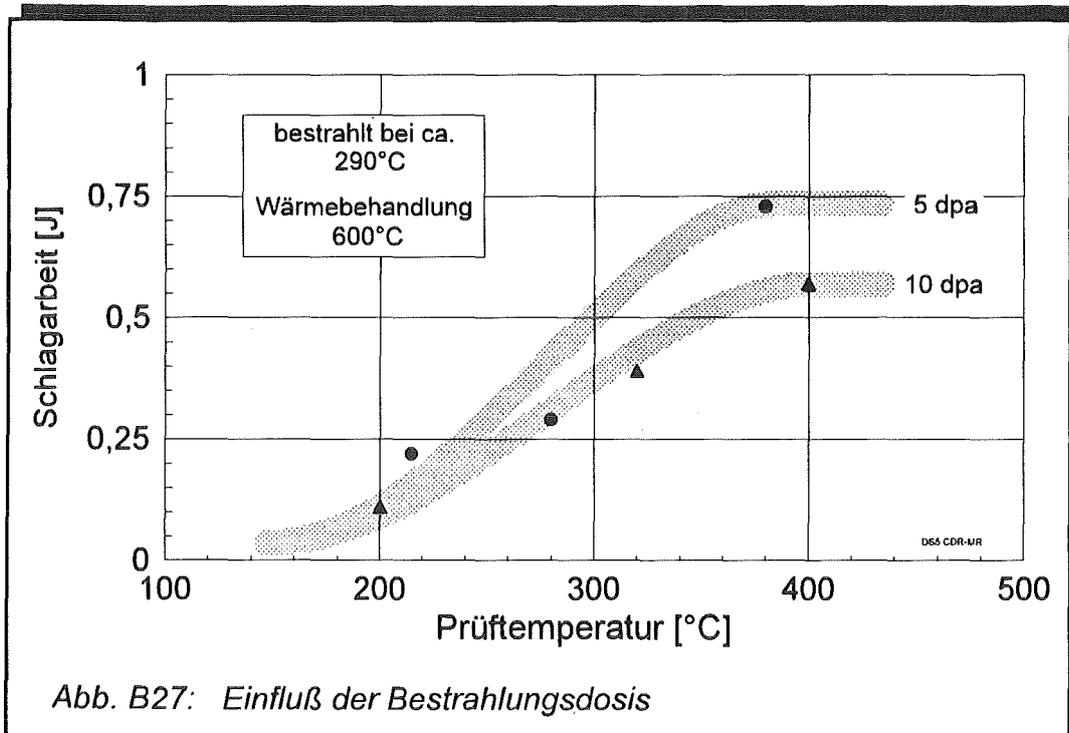
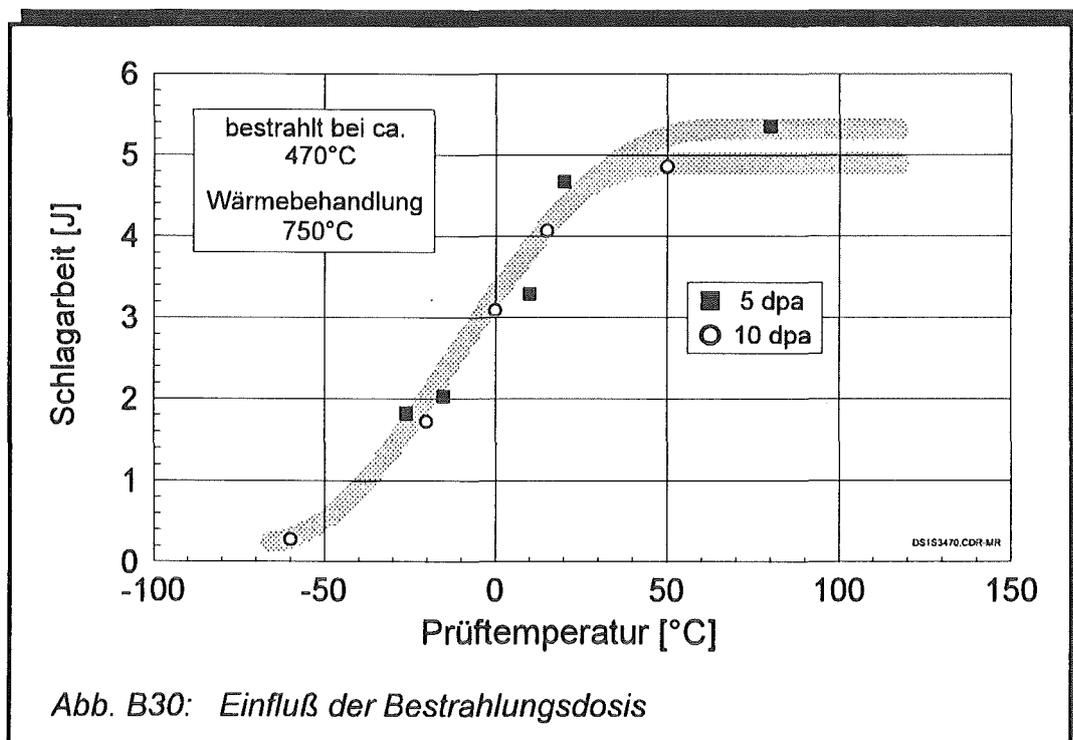
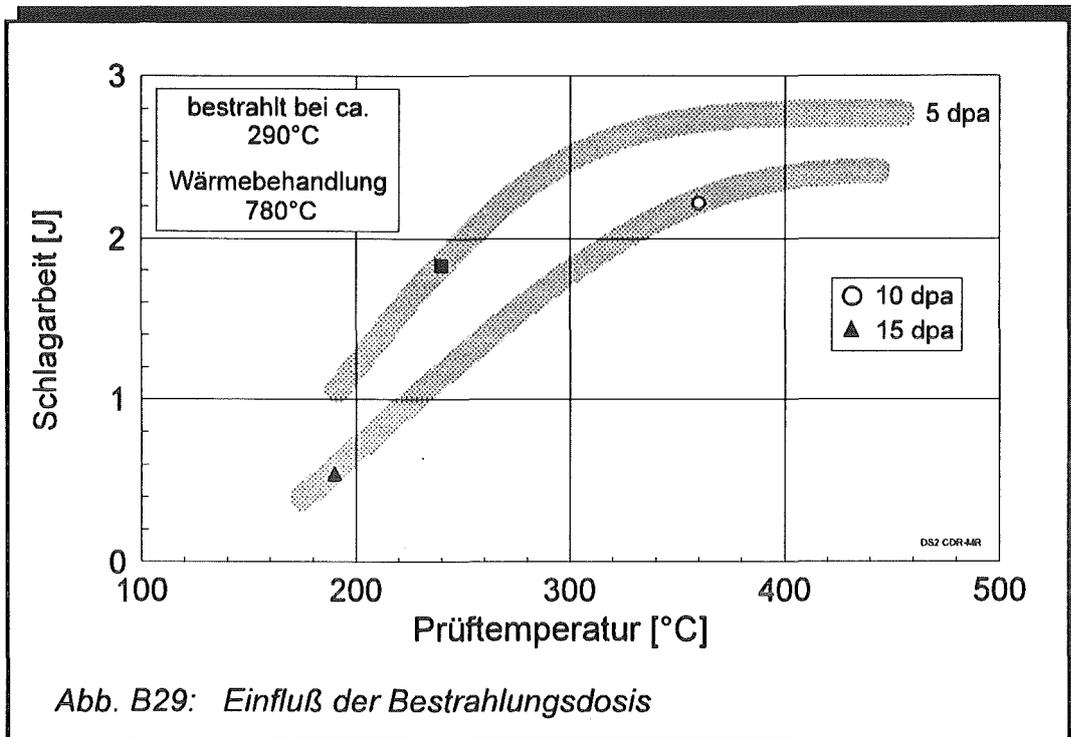


Abb. B25: Einfluß der Bestrahlungstemperatur



B4. EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSDOSIS





B5. EINFLUSS DER BESTRAHLUNGSTEMPERATUR UND BESTRAHLUNGSDOSIS

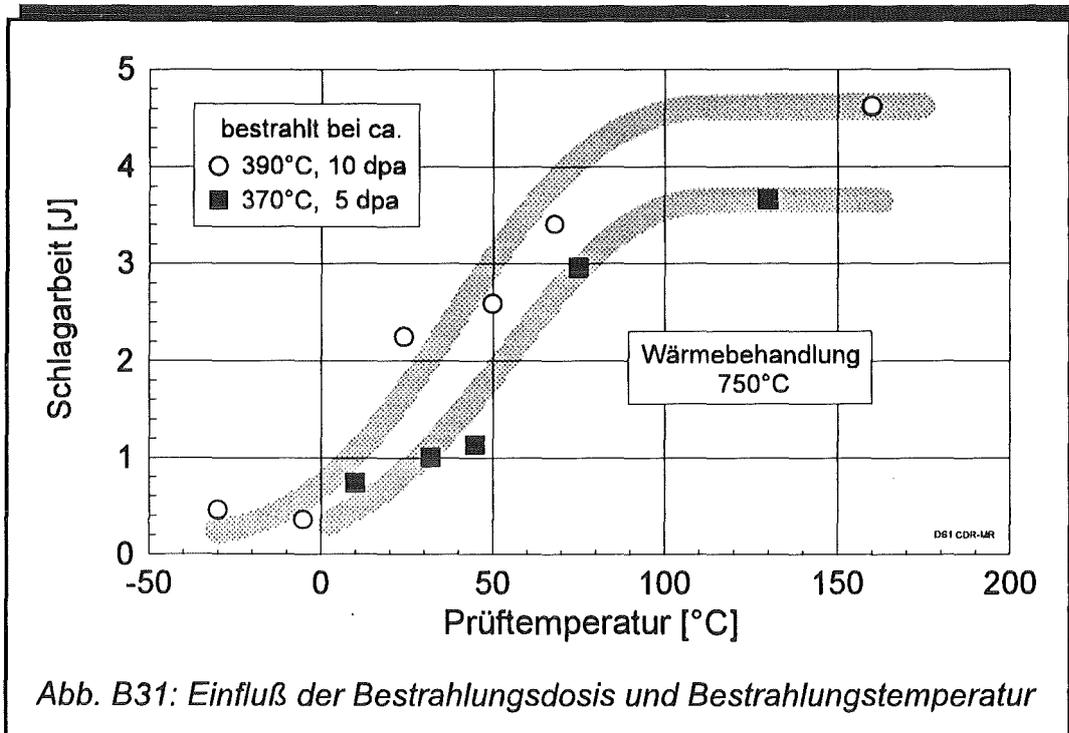


Abb. B31: Einfluß der Bestrahlungsdosis und Bestrahlungstemperatur

---

**LITERATURVERZEICHNIS**

- [DIN 50115] Prüfung metallischer Werkstoffe, Kerbschlagbiegeversuch, Februar 1975
- [DIN 51222] Pendelschlagwerke
- [DVM 001] Meßtechnische Anforderungen beim instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch, Deutscher Verband für Materialprüfung e.V., Berlin, September 1986
- [ECN1] **A.H. Hoving, W.P. Voorbraak:** "Neutron Metrology in the HFR: Steel Irradiation E198-14 (FRUST) (5dpa Irradiation)", ECN, Petten, October 1991
- [ECN2] **A.H. Hoving, W.P. Voorbraak:** "Neutron Metrology in the HFR: Steel Irradiation E198-14 (FRUST) (10dpa Irradiation)", ECN, Petten, December 1991
- [ECN3] **K.H. Appelman, W.P. Voorbraak:** "Neutron Metrology in the HFR: Experiment E198-15, sample holder 18 (5dpa Irradiation)", ECN, Petten, April 1993
- [ECN4] **J.H. Baard, W.P. Voorbraak:** "Neutron Metrology in the HFR: Steel Irradiation E198-14 (FRUST) (15dpa Irradiation)", ECN, Petten, April 1993
- [EN 10045] Metallische Werkstoffe, Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy, Teil 1: Prüfverfahren, Teil 2: Prüfung der Prüfmaschine, Entwurf vom Januar 1991
- [JRC1] **P. Fraipont, H. Scheurer:** "E198-14/SIENA: Steel Irradiation in an Enhanced Neutron Arrangement, 5dpa Irradiation", Final Report, Thermonuclear Fusion Technology, Joint Research Centre, P/F1/89/1, Petten Establishment
- [JRC2] **P. Fraipont, G.P. Tartaglia:** "E198-14/SIENA: Steel Irradiation in an Enhanced Neutron Arrangement, 10dpa Irradiation", Irradiation Report, Thermonuclear Fusion Technology, Joint Research Centre, P/F1/90/6, Petten Establishment
- [JRC3] **P. Fraipont, G.P. Tartaglia:** "E198-14/SIENA: Steel Irradiation in an Enhanced Neutron Arrangement, 15dpa Irradiation", Irradiation Report, Thermonuclear Fusion Technology, Joint Research Centre, P/F1/90/21, Petten Establishment
- [JRC4] **P. Fraipont, G.P. Tartaglia:** "E198-14/SIENA: Steel Irradiation in an Enhanced Neutron Arrangement, 15dpa Irradiation", Irradiation Report, Thermonuclear Fusion Technology, Joint Research Centre, P/F1/90/21, Petten Establishment
- [JRC5] **G. Tartaglia, P. Fraipont:** "Experiment E198-15: 5dpa Irradiation for KfK", Technical Note, Joint Research Centre, P/F1/91/6, Institute for Advanced Materials/Petten Site, March 1991

- 
- [JRC6] **G.P. Tartaglia, P. Fraipont:** "The SIENA capsule: reloadable device for irradiation of fusion reactor materials", Design and Safety Report, Technical Note, Joint Research Centre, P/F1/91/21, Institute for Advanced Materials/Petten Site
- [Rieth1] **M. Rieth, B. Dafferner, C. Wassilew:** "Ein flexibles System zur Durchführung, Auswertung, und Analyse von instrumentierten Kerbschlagbiegeversuchen", Jahrestagung Kerntechnik 1993, 25.-27. Mai, S. 409-412, Köln
- [Rieth2] **M. Rieth, B. Dafferner, C. Wassilew:** "Ein modulares Softwarepaket für die Analyse, Auswertung, und Verwaltung von instrumentierten Kerbschlagbiegeversuchsdaten", Jahrestagung Kerntechnik 1993, 25.-27. Mai, S. 413-416, Köln
- [Rieth3] **C. Wassilew, M. Rieth, B. Dafferner:** "Verfahren zur Störgrößenkompensation bei instrumentierten Kerbschlagbiegeversuchen", Institut für Materialforschung-II, Projekt Kernfusion, Kernforschungszentrum Karlsruhe, KfK 4796, Oktober 1990
- [Schirra] **M. Schirra, S. Heger, H. Meinzer, B. Ritter, W. Schweiger:** "Untersuchungen zum Vergütungsverhalten, Umwandlungsverhalten und der mechanischen Eigenschaften am martensitischen Stahl 1.4914 (NET-Charge MANET-I)", Institut für Materialforschung, Projekt Kernfusion, Kernforschungszentrum Karlsruhe, KfK 4561, Juni 1989
- [Wassilew1] **C. Wassilew, B. Dafferner, M. Rieth, A. Kräutter:** "Effect of Neutron Irradiation on the Dynamic Fracture Toughness Behaviour of the 12% Chromium Steel MANET-I Investigated Using Subsize V-Notch Specimens", Presentation on the Fifth International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-5), Clearwater, Florida, USA, 17-22 Nov. 1991
- [Wassilew2] **C. Wassilew, K. Ehrlich:** "Effect of Neutron Irradiation on the Dynamic Fracture Toughness Behaviour of the 12% Chromium Steel MANET-I Investigated Using Subsize V-Notch Specimens", Journal of Nuclear Materials (Sept. 1992) 191-194, 850-854
- [Wassilew3] **C. Wassilew, B. Dafferner, M. Rieth, A. Kräutter:** unveröffentlichter Bericht, Institut für Materialforschung-II, Projekt Kernfusion, Kernforschungszentrum Karlsruhe, April 1992
- [Wassilew4] **C. Wassilew, M. Rieth, B. Dafferner, A. Kräutter, O. Romer:** "Pre- and Post-Irradiation Fracture Toughness", Nuclear Fusion Project, Annual Report of the Association KfK/EURATOM, October 1991 - September 1992, compiled by G. Kast, KfK 5099, EUR 14795 EN, Oktober 1992
- [Wassilew5] **C. Wassilew, M. Rieth, B. Dafferner:** "Effect of Neutron Irradiation on the Dynamic Fracture Toughness of the 12% Cr Steel MANET-I", IEA Workshop on Ferritic/Martensitic Alloys, JAERI TOKYO, Japan, 26-28 October, p. 295-310, 1992

- [Wassilew6]      **C. Wassilew, B. Dafferner:** unveröffentlichter Bericht, Institut für Materialforschung-II, Kernforschungszentrum Karlsruhe, September 1985
- [Wassilew7]      **C. Wassilew, B. Dafferner, P. Graf und H. Zimmermann:** unveröffentlichter Bericht, Institut für Materialforschung-II, Kernforschungszentrum Karlsruhe, , Februar 1987
- [Wassilew8]      **C. Wassilew, B. Dafferner:** "Verfahren zur Herstellung eines Halbzeugs oder Endprodukts aus einphasigem hochlegiertem, martensitischem Chromstahl durch Warm- und/oder Kaltverformung", Institut für Materialforschung-II, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Patent Nr. 37 30 379, 10.09.1987