

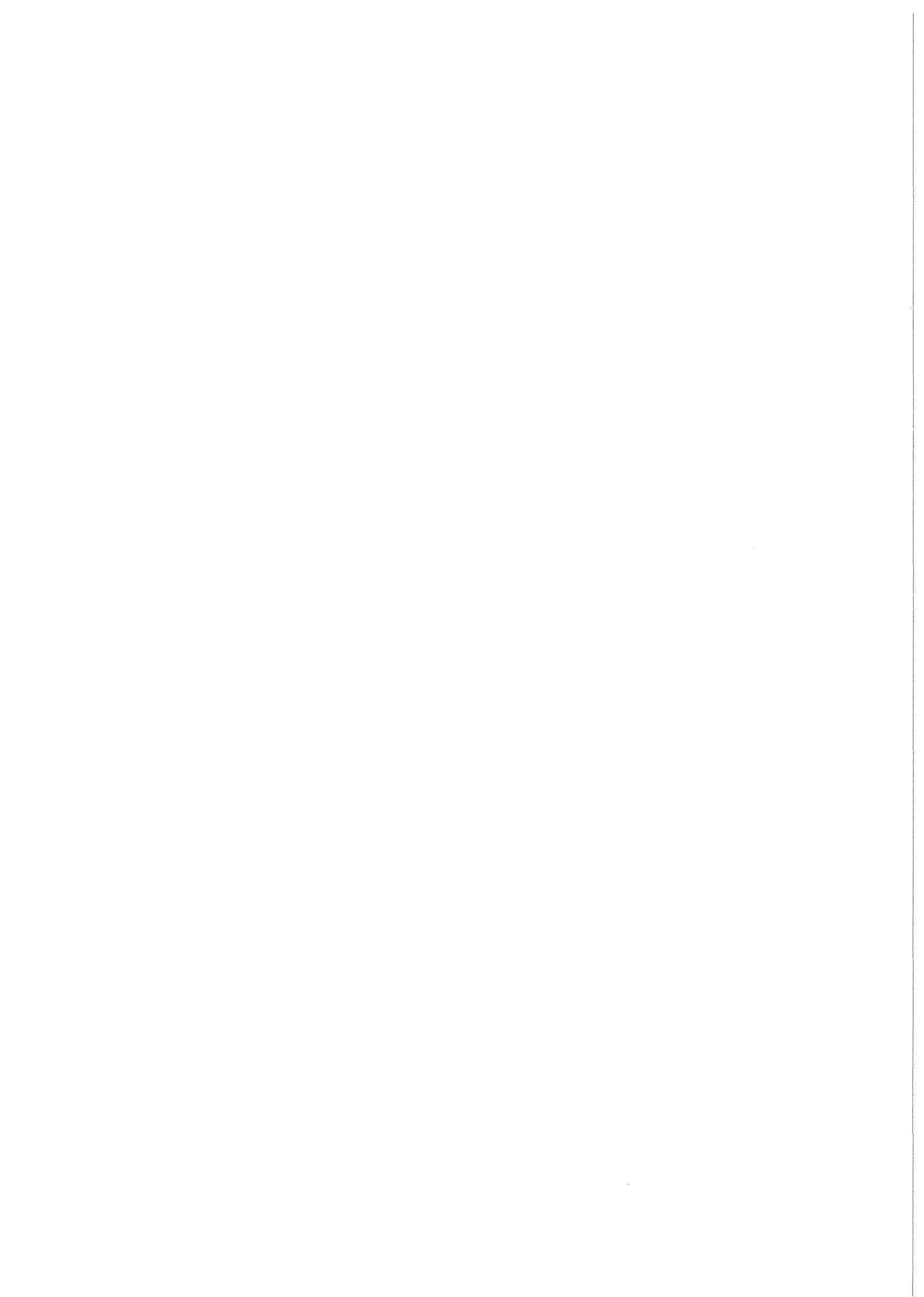
KfK 4861
August 1991

**Untersuchungen zum
Zeitstandfestigkeits- und
Kriechverhalten am
austenitischen Stahl
AISI 316-NET**

Abschlußbericht

M. Schirra, S. Heger, B. Ritter, M. de las Rivas, A. Chamero
Institut für Materialforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE
Institut für Materialforschung

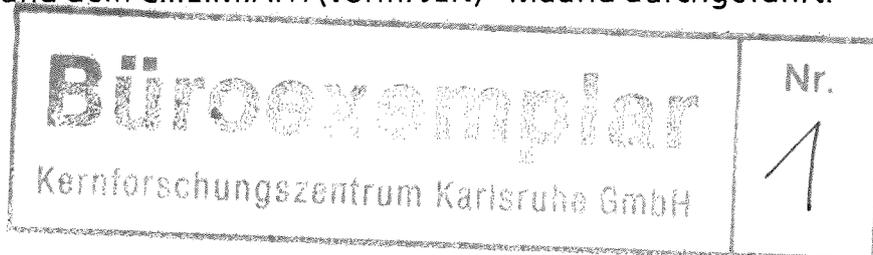
KfK 4861

Untersuchungen zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten am
austenitischen Stahl AISI 316 - NET

(Abschlußbericht)

M. Schirra - S. Heger - B. Ritter
M. de las Rivas* - A. Chamero*

Diese Arbeit wurde im Rahmen der Zusammenarbeit
auf dem Gebiet der friedlichen Nutzung der Kernenergie
zwischen dem Kernforschungszentrum Karlsruhe (KfK)
und dem C.I.E.M.A.T. (vorm. JEN) - Madrid durchgeführt.



*Centro de Investigaciones Energeticas Medio Ambientales y
Tecnologicas - Madrid (Spanien)
Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH., Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Kurzfassung

Der Bericht beschreibt Zug- und Zeitstandversuche an einem austenitischen 17Cr-13Ni-2Mo-Stahl, die im Rahmen der deutsch-spanischen Zusammenarbeit (KfK-CIEMAT) durchgeführt wurden. Bei dem Werkstoff handelt es sich um den Stahl AISI 316(L), der als 1. Wand-Werkstoff für NET (Next European Torus) zur Diskussion steht. Das Versuchsprogramm am Grundwerkstoff einer NET-spezifizierten Charge deckt im Temperaturbereich 500-750°C den Standzeitbereich bis rd. 40 000 std ab. Die vorliegenden Ergebnisse erlauben klare Aussagen zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten sowie über die Duktilitätskennwerte. Metallografische Untersuchungen geben Aufschluß über das Bruchverhalten und veranschaulichen das komplexe Ausscheidungsverhalten. Verglichen werden die Ergebnisse mit Literaturdaten und zwei vergleichbaren Schmelzen aus dem Schnell-Brüter-Programm.

Abstract

Investigations on the creep-rupture behaviour of the austenitic stainless steel AISI 316 NET (Final report)

The report describes the creep-rupture tests carried out with a 17Cr-13Ni-2Mo-steel in the frame of the German-Spanish collaboration (KfK-CIEMAT). The material studied is the austenitic steel AISI 316(L) selected as potential first-wall material for NET (Next European Torus). The test program on base material with a NET specified batch comprises in the temperature range 500-750°C the rupture-time-range till 40 000 h. The results permit statements on the creep- and creep-rupture behaviour and ductility. Metallographic examinations give informations about the fracture behaviour and demonstrate the complex precipitation behaviour. The results are compared with literature data and own results from two batches of the European Fast-Breeder-Program.

Resumen

Investigaciones sobre el comportamiento bajo traccion y fluencia lenta del acero austenitico AISI 316 NET (Informe final)

El informe describe ensayos de fluencia lenta de un acero austenitico con 17Cr-13Ni-2Mo (AISI 316L). Este material es uno de los materiales seleccionados como primera pared en el NET (Next European Torus).

Los ensayos realizados con probetas de una carga especificada por NET, cubren un rango de temperaturas de 500-750°C con tiempos de rotura de hasta 40 000 h. Los resultados permiten afirmar el comportamiento de resistencia, fluencia en función de tiempo y ductilidad. Las investigaciones metalograficas dan información sobre el comportamiento de fractura y muestran la formación de precipitados complejos. Se comparan los resultados con datos de la literatura y con aquellos de los cargas comparables del programa de reactores rapidos.

Gliederung

	<u>Seite</u>
1. Einleitung	4
2. Versuchsmaterial und Versuchsprogramm	4
3. Versuchsdurchführung	5
4. Versuchsergebnisse	6
4.1 Zugversuche	6
4.2 Zeitstandversuche	6
4.2.1 Belastungsdehnung	
4.2.2 Zeitstandfestigkeit und Zeit-Dehngrenzen	7
4.2.3 Kriechverhalten	10
4.2.4 Aktivierungsenergie des Kriechens	11
4.2.5 Bruchdehnung und Brucheinschnürung	11
4.2.6 Metallografische Untersuchungen und Härtemessungen	12
5. Diskussion der Versuchsergebnisse	14
6. Literatur	18

1. Einleitung

Für NET (Next European Torus) sind als Erste-Wand-Werkstoffe ein austenitischer 17/13 CrNi-Stahl (ähnlich DIN 1.4919) bzw. AISI 316) und alternativ ein martensitischer 12% Cr-Stahl (ähnlich 1.4914) ausgewählt worden. Während die Probleme der ersten Wand in ihrer allgemeinen Form schon vielfach dargelegt wurden [1,2,3], werden in der Arbeit von Ehrlich, Munz, Anderko [4] speziell die Belastungen, wie sie für NET zu erwarten sind, behandelt.

Der vorliegende Bericht beschreibt Untersuchungen zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des austenitischen Stahls AISI 316L (NET) anhand von Versuchen an einer Charge nach NET-Spezifikation. Bei der derzeitigen Auslegung mit einer maximalen Beanspruchungstemperatur von 500°C spielt das Zeitstandfestigkeitsverhalten nicht die dominierende Rolle, jedoch ist auch bei kurzzeitiger höherer Temperaturbelastung und evtl. hoher Spannungsspitzen das elastisch/plastische Verhalten von besonderer Bedeutung; zumal die austenitischen Stähle im Temperaturbereich 300-800°C eine relativ niedrige und weitgehend temperaturunabhängige Streckgrenze aufweisen ($R_{p0.2} \approx 150$ MPa).

Die Untersuchungen wurden im Rahmen der deutsch-spanischen Zusammenarbeit in Arbeitsteilung in den Zeitstandlabors des CIEMAT (Madrid) und des KfK/IMF-II durchgeführt.

2. Versuchsmaterial und Versuchsprogramm

Als Versuchsmaterial stand 30 mm Platten-Material (250x2000x30 mm) aus einer Großcharge zur Verfügung, die für verschiedene Versuchsprogramme im Rahmen des Europäischen Fusionstechnologieprogrammes Arbeiten von Ispra bestellt worden war. Die chemische Zusammensetzung geht aus Tabelle 1 hervor (Charge 12 247-NET). In der Tabelle mitaufgeführt sind zwei vergleichbare Chargen aus dem Schnell-Brüter-Programm und die Spezifikation bzw. Streubreite der chemischen Zusammensetzung kommerzieller Chargen des VDEh (Verein Deutscher Eisenhüttenleute) und japanischer Stahlhersteller (NRIM = National Research Institute for Metals) [5,6]. Die Chargen des VDEh und NRIM entsprechen dem amerikanischen Stahl AISI 316 und decken einen etwas breiteren Bereich in der chemischen Zusammensetzung ab. Gegenüber AISI 316 und den VDEh- und NRIM-Chargen hat die NET-Charge einen niedrigeren Kohlenstoffgehalt und höheren Stickstoffgehalt. In dieser Richtung liegen auch die Chargen der Nippon-

Steel, die einen noch weiter erniedrigten C-Gehalt aufweisen [7,8]. Auf diese Versuchsergebnisse wird vergleichend Bezug genommen.

Das Plattenmaterial der NET-Charge lag im lösungsgeglühten Zustand vor (Bild 1). Die Korngröße liegt zwischen 30-60 μm (= ASTM 5-7) mit einzelnen Körnern $<30 \mu\text{m}$ und $>60 \mu\text{m}$. Die Härte im Anlieferzustand wurde mit HV30 = 134-149 bestimmt. An diesem Ausgangsmaterial wurden Zugversuche bei RT und im T-Bereich von 300-800°C durchgeführt.

Das Zeitstandversuchsprogramm umfaßte den Prüftemperaturbereich von 500-750°C und deckt experimentell den Standzeitbereich bis $\approx 40\ 000$ std ab. Die Ausweitung auf Prüftemperaturen $\geq 600^\circ\text{C}$ erlaubt den Vergleich mit Literaturdaten und insbesondere mit den vergleichbaren Stählen aus dem Schnell-Brüter-Programm. Diese Abstützung auf mehrere Chargen und eine breitere Datenbasis macht eine Extrapolation zu langen Einsatzzeiten sicherer und verbessert auch eine Abschätzung des möglichen Einflusses von Unterschieden in der chemischen Zusammensetzung auf die mechanischen Kennwerte. Ergänzend zu den Zeitstandversuchen wurden die gefahrenen Proben metallografisch untersucht, um erste Aufschlüsse über das Bruchverhalten zu bekommen.

3. Versuchsdurchführung

Die Zugversuche wurden auf einer Maschine mit mechanisch gesteuertem Querhaupt durchgeführt, bei der das F-t-Diagramm über die Querhauptbewegung aufgezeichnet wird (V = 25-fach).

Die Zeitstandversuche wurden mit Gewindekopfproben verschiedener Abmessungen durchgeführt (Bild 2), die in Längsrichtung aus dem Plattenmaterial herausgearbeitet wurden. Für die Versuche im CIEMAT und teilweise beim KfK/IMF wurden die Proben $\varnothing 8 \times 50$ mm ($d_0 \times L_0$) mit M12 Gewindekopf verwendet. Im IMF wurde zusätzlich noch die Probe $\varnothing 5 \times 25$ mm mit M8 Gewindekopf verwendet, teilweise für Versuche in Vakuum-Prüfanlagen aus Kapazitätsgründen. Die Probe $\varnothing 3 \times 35$ mm mit M5-Gewindekopf wird allgemein für Zugversuche eingesetzt, im Rahmen dieser Zeitstandversuche auch für die Versuchsreihe bei 550°C mit 390 MPa, um den Einfluß der Probenlage zur Walzrichtung aufzuzeigen. Verschiedene Probenformen im Rahmen dieser

Abmessungen haben keinen Einfluß auf die Zeitstandfestigkeitswerte, wie am Beispiel des Stahles 1.4948 (= AISI 304) gezeigt wurde [10].

Die Proben \varnothing 5x25 mm und \varnothing 8x50 mm haben als Meßlängenbegrenzung umlaufende Meßkragen zur Befestigung der induktiven Wegaufnehmer. Diese Wegaufnehmer registrieren kontinuierlich den Kriechverlauf mit einer Genauigkeit von 2 μ m. Die Versuchsspannung wird durch Gewichte über ein Hebelsystem (1:15) aufgebracht. Als Heizquelle dient ein 3-Zonen-Ofen, dessen Zonen durch PID-Regler separat regelbar sind. Dadurch ergibt sich eine konstante Versuchstemperatur über die Probenlänge. Die Temperaturschwankung über die Versuchszeit liegt bei $\pm 2^\circ\text{C}$. Die Kontrolle der Versuchstemperatur erfolgt durch drei über die Probenlänge verteilte Pt/Rh-Pt-Thermoelemente.

Die Versuchsanordnung der Teststrecke geht aus Bild 3 hervor. Die Prüfstände im KfK und CIEMAT sind vom gleichen Hersteller und gleicher technischer Ausstattung (Bild 4).

4. Versuchsergebnisse

4.1 Zugversuche

Die im Bereich RT bis 800°C ermittelten Zugversuchsergebnisse sind im Bild 5 dargestellt. Bei $T = 300^\circ$ bis 800°C wurde später noch eine zweite Versuchsserie gefahren, deren Ergebnisse im Rahmen einer normalen Streubreite gut mit den Werten der ersten Serie übereinstimmen (s.a. Tabelle 2).

Im Vergleich zu den analysengleichen Chargen aus dem EFR-Programm (European Fast Breeder Reactor) [11], deren Zugfestigkeitskennwerte im Bild 6 dargestellt sind, erkennt man, daß die Zugfestigkeitswerte der NET-Charge bis 600°C geringfügig höher sind. Die Streckgrenzenwerte $R_{p0,2}$ sind deutlich höher und entsprechen den $R_{p1,0}$ -Werten der beiden EFR-Chargen. Entsprechend liegen die Duktilitätskennwerte A, Ag und Z der NET-Charge wiederum etwas niedriger als die der EFR-Chargen.

4.2 Zeitstandversuche

4.2.1 Belastungsdehnung

Bei Versuchsbeginn kommt es in Abhängigkeit von der Versuchsspannung zu einem Anfangsdehnbetrag, der als Belastungsdehnung ϵ_0 bezeichnet wird. Liegt

die Versuchsspannung eindeutig unter der jeweiligen Streckgrenze $R_{p0.2}$ ist der Dehnbetrag elastisch und entspricht dem Hook'schen Gesetz $\varepsilon = \sigma/E$. Ein typisches Merkmal der austenitischen Stähle im lösungsgeglühten Zustand ist aber ihre relativ niedrige Streckgrenze, die zudem noch im Temperaturbereich 300-800°C schwach temperaturabhängig ist. Im Falle des hier untersuchten Stahles AISI 316 liegen die Werte für $R_{p0.2}$ im Temperaturbereich 500-800°C zwischen 165-120 MPa. D.h., alle Versuchsspannungen bei 500-600°C und teilweise bei 650°C Prüftemperatur, die noch in einem absehbaren Zeitraum Standzeitwerte ergeben sollen, liegen erheblich über der jeweiligen Warmstreckgrenze und führen zu plastischen Belastungsdehnwerten $>0.2\%$, die bei 200 MPa Versuchsspannung zwischen 2.5-3.5% und bei 400 MPa zwischen 15-22% liegen (s.a. Wertetabellen 3-7). In Bild 7 ist die Abhängigkeit der Belastungsdehnung ε_0 von der Versuchsspannung dargestellt. Links ist die elastische Dehnung nach dem Hook'schen Gesetz mit 2 Geraden für den E-Modul-Bereich von 150-200kN/mm² gegeben, wenn also die jeweilige Warmstreckgrenze nicht überschritten wird. Davon abweichend ergeben sich bei Spannungen >100 MPa plastische Dehnbeträge $>0.2\%$ wie sie für alle realisierten Versuchsspannungen an dem untersuchten Stahl AISI 316 NET anfielen. Als schraffiertes Band ist der Bereich der Belastungsdehnwerte für den Mo-freien Stahl 1.4948 (= AISI 304) eingezeichnet, dessen Streckgrenzenwerte allgemein noch etwas unter denen des Stahles AISI 316 liegen [10].

Die plastische Verformung bei Versuchsbeginn ist zu beachten, wenn Zeit-Dehngrenzwerte betrachtet werden. Diese geben die Zeit an, bis ein bestimmter Kriechbetrag (z.B. $\varepsilon_{f1\%}$) erreicht ist, also ohne die bei Versuchsbeginn aufgetretene Belastungsdehnung, die deshalb auch in den Wertetabellen 3-7 separat aufgeführt ist ($\varepsilon_f = \varepsilon_{ges} - \varepsilon_{Bel}$).

4.2.2 Zeitstandfestigkeit und Zeit-Dehngrenzen

Im Bild 8 sind die erreichten Bruchzeiten in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung und Temperatur aufgetragen. Auffallend ist die extrem starke Spannungsabhängigkeit der Standzeitwerte bei 500°C Prüftemperatur. Während bei einer Spannung von 440 MPa der Bruch bei Belastung erfolgt, werden mit ≤ 435 MPa Standzeiten $>10^3$ std erreicht. D.h., 500°C Prüftemperatur ist für diesen Stahltyp die untere Grenze, um auslegungsrelevante Daten zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten zu erhalten.

Die Ursache dieser extrem starken Spannungsabhängigkeit liegt in den hohen Verformungswerten bei Versuchsbeginn (10-25%). Diese Verformung bei Prüftemperatur wirkt wie eine Kaltverformung bei RT, wie in [10] gezeigt wurde; d.h., die Proben liegen per Definition nicht mehr im lösungsgeglühten Zustand sondern im lsg + kv-Zustand vor. Diese Aussage gilt auch für die jeweils höchsten Versuchsspannungen bei 550 und 600°C und ein Einfluß ist besonders auf die Kriechdaten erkennbar, wie im Kapitel 4.2.3 noch gezeigt wird.

Als Vergleich ist für jede Prüftemperatur die Mittelwertkurve von Zeitstandversuchen an den 2 vergleichbaren Chargen aus dem Schnell-Brüter-Programm eingezeichnet (s. Tabelle 1, Charge 013824 und 11477) [11]. Bis 650°C Prüftemperatur weist die NET-Charge durchweg um 10% höhere Zeitstandfestigkeitswerte auf.

Bei 600°C wurden 9 Parallelversuche (\rightarrow) mit 310 MPa und bei 650°C 5 Parallelversuche mit 240 MPa durchgeführt, um die werkstoffbedingte Streubreite innerhalb einer Versuchsreihe aufzuzeigen. Bei 550°C und 390 MPa Versuchsspannung wurden 24 Versuche (\rightarrow \leftarrow) durchgeführt mit Proben verschiedener Lage im Ausgangsblech von längs bis quer. Es wurden Standzeiten zwischen 122 bis 340 erreicht, ohne daß ein eindeutiger Zusammenhang mit der Orientierung erkennbar wäre. Die entsprechende Probe in Längsrichtung erreichte 279 std Standzeit. Mit eingezeichnet sind noch Standzeitwerte eigener Versuche an einer optimierten AISI 316MN-MC-Variante der Nippon-Steel, die einen noch weiter reduzierten C-Gehalt von 0.011% hat. Trotzdem entsprechen die Werte durchweg denen der NET-Charge.

Ein Vergleich der an der NET-Charge ermittelten Standzeitwerte mit den Standzeitwerten kommerzieller Chargen erfolgt im Bild 9 in der Auftragung mit dem Larson-Miller-Parameter [12] $P = T_K(c + \log t_m)$ bei dem auf der Abszisse Prüftemperatur und Standzeit als Parameter in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen wird. Als c-Wert wird für austenitische Stähle wegen der allgemeinen Vergleichbarkeit $c = 20$ eingesetzt. Vom VDEh werden im Auftrag des KfK/PSB (PSF) seit 1968 Zeitstandversuche an potentiellen Strukturwerkstoffen durchgeführt. Von dem kommerziellen 17/13/2 CrNiMo-Stahl 1.4919 werden 5 verschiedene Chargen im Temperaturbereich 500-800°C untersucht, mit denen teilweise schon der Standzeitbereich bis 10^5 std experimentell abgedeckt ist. Dieser Stahl unterscheidet sich von der NET-Charge hauptsächlich durch einen höheren C- und Ni-Gehalt, wie die Analysenspanne in

der Tabelle 1 zeigt. Eine Auftragung aller Standzeitwerte ergibt ein Streuband, wie es in Bild 9 schraffiert eingezeichnet ist. Innerhalb dieses Bereiches liegen auch die Standzeitwerte der NET-Charge.

Unterhalb des schraffierten Bereiches ist die Begrenzungslinie für 1% Gesamtdehnung eingezeichnet. Der jeweilige Wert gibt also an, wann, unter Berücksichtigung der Belastungsdehnung, mit dem nachfolgenden Kriechbetrag 1% Gesamtdehnung erreicht wird. Deshalb ist auch verständlich, daß oberhalb 160 MPa keine Kriechzeit mehr zur Verfügung steht, weil in diesem hohen Spannungsbereich die Werte für die Belastungsdehnung $>1\%$ sind (s.a. Bild 7). Die entsprechenden Werte für $\varepsilon_{1\%}$ gesamt der Nippon-Steel-Charge liegen durchweg unter denen der NET-Charge, obwohl die Standzeitwerte praktisch identisch sind.

Ein weiterer Vergleich verschiedener Chargen dieses Stahltypes erfolgt im Bild 10. Innerhalb des VDEh Streubandes (aus Bild 9) ist gestrichelt ein weiteres Band eingezeichnet, das aus Ergebnissen von 6 Chargen japanischer Untersuchungen gebildet wird [6]. Diese Chargen entsprechen in ihrer chemischen Zusammensetzung den VDEh-Chargen (s. Tabelle 1) und sind im Temperaturbereich 600-850°C bis zu 50 000 std Standzeit untersucht worden. Innerhalb dieser beiden Streubänder sind Einzelwerte der beiden Chargen angegeben, die im Rahmen des Schnell-Brüter-Programmes untersucht werden und schon im Bild 8 mit den Werten der NET-Charge verglichen wurden.

Der Vergleich der Kurven für 1% Gesamtdehnung aus Bild 7 und 8 zeigt, daß auch bei dieser Kenngröße die Werte der NET-Charge 10-20% in der Spannung höher liegen als die Werte der vergleichbaren SB-Chargen. Die Werte der Nippon-Charge entsprechen den Werten der SB-Chargen.

Die kontinuierliche Dehnungsmessung erlaubt die exakte Bestimmung der verschiedenen Zeit-Dehngrenzen, wie sie in den Wertetabellen 3-7 für 0.1% bis 5% angegeben sind. In den Bildern 11 und 12 sind die Zeiten für die Kriechbeträge von 0.1% bis 2% in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen. Es ergeben sich sog. Zeit-Dehngrenzen-Kurven, die mehr oder weniger parallel zur Zeitstandfestigkeitskurve verlaufen. Die Zeit-Dehngrenzen ε_f beziehen sich nur auf den Kriechbetrag und beinhalten nicht die bei Versuchsbeginn auftretende Belastungsdehnung ε_0 .

4.2.3 Kriechverhalten

Die kontinuierlich registrierten Kriechkurven wurden mittels Kurvendigitalisierer mit angeschlossenem Rechner analysiert und u.a. jeweils die minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ bestimmt. Bei Anwendung der Norton'schen Kriechbeziehung [13] der Form $\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^n$ ist die Spannungsabhängigkeit der sekundären bzw. minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ von Bedeutung und man geht davon aus, daß bei Versuchen mit konstanter Last ein Bereich mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit vorliegt. Tatsächlich zeigt sich aber bei den komplex aufgebauten hochwarmfesten Stählen, daß der Kriechverlauf z.T. stark von der klassischen Kriechkurve mit klar ausgeprägtem primärem, sekundärem und tertiärem Kriechbereich abweicht. Dies ist in [10] für den Stahl 1.4948 (= AISI 304) klar dargelegt worden mit der Konsequenz, daß dem Wert $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ und den empirisch abgeleiteten Abhängigkeiten mehr technische als physikalische Bedeutung beizumessen ist und nur für den experimentell abgedeckten σ, t, T -Bereich Gültigkeit hat.

Im Falle des hier untersuchten Stahles AISI 316(L) liegen bei 500 und 550°C Kriechkurven mit einem klar ausgeprägten sekundären (stationären) Kriechbereich vor. Ab 600/650°C Prüftemperatur und langen Versuchszeiten wird der zeitliche Anteil dieses Kriechbereiches zugunsten eines ausgedehnten tertiären Kriechbereiches allerdings deutlich kürzer.

In Bild 13 ist die Abhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit von der Versuchsspannung dargestellt. Im experimentell abgedeckten Spannungsbereich lassen sich die Wertepaare durch eine Gerade verbinden, deren Neigung über $\Delta \log \dot{\epsilon} / \Delta \log \sigma$ den Spannungsexponent n (nach Norton) ergibt. Mit steigender Prüftemperatur fällt der n -Wert von 28.5 bei 500°C auf 7.0 bei 750°C ab. Bei 500-550°C und 650°C ergibt sich bei den jeweils höchsten Versuchsspannungen eine wesentlich stärkere σ -Abhängigkeit der $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ Werte. Dies hängt mit den hohen Belastungsdehnwerten ($>10\%$) zusammen und ist typisch für einen warm/kaltverformten Zustand [11]. Die als Vergleich eingezeichneten Werte der EFR-Chargen zeigen eine ähnliche Spannungsabhängigkeit der $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ Werte, jedoch durchweg bei etwas höheren Kriechraten. Daraus ergeben sich für diese Chargen dann größere k -Werte [11].

4.2.4 Aktivierungsenergie des Kriechens

Der vorliegende Datensatz zum Kriechverhalten erlaubt die Bestimmung der Aktivierungsenergie des Kriechens Q_K . Wenn man in Bild 13 ($\dot{\epsilon}_{p_{min}} \rightarrow \sigma$) bei einer Versuchsspannung einen Schnitt macht, erhält man Kriechgeschwindigkeitswerte verschiedener Prüftemperaturen. Durch die Auftragung $\dot{\epsilon}_{p_{min}} \rightarrow 1/T_K$ erhält man aus der Neigung der Geraden über $Q_K = 4.56 \Delta \log \dot{\epsilon} / \Delta 1/T$ den Wert für die effektive Aktivierungsenergie des Kriechens. Als Mittelwert aus 7 Spannungsschnitten ergibt sich für die

NET-Charge $12247 Q_K = 545 \text{ kJ/mol}$ und

(KSW) $Q_K = 520 \text{ kJ/mol}$ und

(CRM) $Q_K = 524 \text{ kJ/mol}$

für die beiden Chargen aus dem EFR-Programm, also eine relativ gute Übereinstimmung der Daten für den experimentell abgedeckten T/σ -Bereich.

4.2.5 Bruchdehnung und Brucheinschnürung

Die Duktilitätskennwerte Bruchdehnung A_u und Brucheinschnürung Z_u sind in den Bildern 14 u. 15 in Abhängigkeit von der Standzeit und getrennt nach Prüftemperaturen dargestellt. Jeweils sind die bisher vorliegenden Werte der beiden SB-Chargen und der Nippon-Steel-Charge als Vergleich mit herangezogen worden. Bei 500 und 550°C Prüftemperatur besteht die Tendenz, daß mit zunehmender Standzeit die Duktilität zunächst abnimmt. Bei 600 und 750°C ist die Aussage nicht so eindeutig, weil allgemein unterschiedliche Duktilitätskennwerte anfallen. Dieser Befund deckt sich auch mit den Ergebnissen der VDEh und NRIM-Schmelzen [5,6]. Die Ursache liegt in dem sehr komplexen Ausscheidungsverhalten in diesem Temperaturbereich dieses Stahltypes. Während bei dem Mo-freien Stahl 1.4948 (= AISI 304) lediglich $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen beobachtet werden [14-17] bilden sich beim Stahl AISI 316 (= 1.4919) zusätzlich die Laves-, Chi- und σ -Phase [14,18-27]. Die Bildung dieser Phasen ist nicht nur temperaturabhängig sondern im Falle von zeitstandbeanspruchten Proben noch σ -t-abhängig.

Die Bruchdehnung als Duktilitätskennwert umfaßt im Zug- und Zeitstandversuch die Gesamtverlängerung der Probe bis zum Bruch. Im Zeitstandversuch bedeutet das, daß die Bruchdehnung A_u aus der Belastungsdehnung ϵ_0 bei Versuchsbeginn und der Kriechdehnung ϵ_f besteht. Wie schon unter 4.2.1 beschrieben, kommt es bei den bei 500-650°C realisierten Versuchsspannungen von $>150 \text{ MPa}$ zu

Belastungsdehnwerten $> 1\%$. Im Bild 16 sind für die Prüftemperaturen 500-600°C die Dehnwerte in Abhängigkeit von der Standzeit aufgetragen, wobei jeweils von der Bruchdehnung A_u die Belastungsdehnung ε_0 abgezogen wurde, sodaß der gestrichelte Kurvenverlauf (x...x) die Kriechdehnung darstellt. Erst bei Standzeiten $> 50\ 000$ std bei 600°C und $> 1\ 000$ std bei 650°C ($= \sigma < 150$ MPa) liegt die Belastungsdehnung unter 1% (s.a. Tabelle 6 und 7).

4.2.6 Metallografische Untersuchungen und Härtemessungen

Ein Teil der im Zeitstandversuch geprüften Proben wurde metallografisch untersucht, um erste Aufschlüsse über das Bruchverhalten zu bekommen und um das komplexe Ausscheidungsverhalten durch lichtmikroskopische Gefügedarstellungen zu veranschaulichen. In den Bildtafeln 17-22 sind Aufnahmen im geätzten und ungeätzten Zustand aus der Bruchzone von Proben mittlerer und maximaler Standzeit jeder Prüftemperatur dargestellt, um das Auftreten von trans- und interkristallinen Anrissen zu demonstrieren. Im geätzten Zustand vermitteln die Bilder auch einen ersten Eindruck von den Ausscheidungsvorgängen. In gleicher Weise wird die Ausscheidungs- und Phasenbildung in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und -zeit in den Bildtafeln 23 und 24 gezeigt durch Aufnahmen aus dem Probenkopf, der ja praktisch nur thermisch beeinflusst wird.

Bei 500°C Prüftemperatur erfolgt der Bruch bis rd. 10^4 std Standzeit rein transkristallin mit starker Korndeformation (Bild 17a). Die Probe mit 30 613 std Standzeit dagegen zeigt einen großen Anteil interkristalliner Anrisse mit deutlich geringerer Korndeformation (Bild 17b). Auch nimmt die Bruchdehnung von rd. 36% auf 19% ab, wie aus Bild 14 hervorgeht. Ab 550°C und langen Standzeiten (Bild 18b) deutet sich an, was bei 600°C und den höheren Prüftemperaturen klar erkennbar ist, nämlich eine deutliche Änderung im Gefüge in Abhängigkeit von der Beanspruchungszeit. Einmal sind die Körner stärker deformiert, was sich ja auch in den höheren Bruchdehnungswerten ausdrückt, und desweiteren ist die extrem starke Ausscheidungsbildung erkennbar. Zudem werden deutlich weniger Aufrisse in der Bruchzone beobachtet (Bilder 19 + 20). Dies ist auch bei den bei 700 und 750°C geprüften Proben der Fall (Bilder 21 + 22), allerdings tritt bei diesen Prüftemperaturen schon eine deutliche Oberflächenoxidation auf.

Die verstärkte Ausscheidungsaktivität ab 550/600°C führt zu einem besseren Gleichgewicht zwischen Korngrenzen- und Matrixfestigkeit, worauf in der Diskussion noch eingegangen wird.

Die Schlibfbilder zeigen auch die teilweise stark inhomogene und streifenförmige Anordnung der Ausscheidungen, was auch zur starken Streuung der Duktilitätskennwerte beiträgt.

In den Bildtafeln 23 und 24 sind für jede Prüftemperatur Aufnahmen aus dem Probenkopf von drei Proben unterschiedlicher Beanspruchungszeit dargestellt. Sie sollen einen ersten Eindruck von der t/T-abhängigen Bildung der Korngrenzen und Matrixkarbide vermitteln. Bei 700° und 750°C ist bei den Proben mit der jeweils maximalen Standzeit deutlich das Auftreten von σ -Phase erkennbar.

Das Ausscheidungsverhalten dieses Stahltyps ist qualitativ und quantitativ in der Literatur beschrieben worden [18-27], insbesondere von M. Pohl [14], der im Rahmen seiner Dissertation an den VDEh-Proben [5] entsprechende Nachuntersuchungen durchgeführt hat.

Betrachtet man das von Pohl aufgestellte Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm für zwei Stähle, die in ihrer chemischen Zusammensetzung die hier untersuchte Charge einschließen (Bild 25), so ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit den metallografischen Befunden unserer untersuchten Zeitstandproben, insbesondere was das Auftreten der Korngrenzenkarbide im T-Bereich 500-650°C und das Auftreten der σ -Phase im T-Bereich 650-750°C betrifft.

Härtemessungen an den metallografischen Proben erlauben eine ergänzende Aussage, inwieweit Ausscheidungs- und Deformationsvorgänge die ursprüngliche Matrixhärte beeinflussen. Im Bild 26 sind die in der Meßlänge und im Probenkopf gemessenen Härtewerte in Abhängigkeit von der Probenstandzeit aufgetragen. Im unteren Bildteil zeigen die im Probenkopf gemessenen Härtewerte eine schwache, aber deutlich ausgeprägte Matrixverfestigung in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und Prüfzeit, als Folge der abgelaufenen Ausscheidungs Vorgänge. Die in der Meßlänge gemessenen Härtewerte geben zusätzlich die Materialverfestigung durch die Probendeformation wieder, die wesentlich stärker ausgeprägt ist. Diese

Verfestigung wird allerdings im Laufe der Versuchszeit durch die Temperatureinwirkung wieder weitgehend abgebaut, wie die sich annähernden Kurven für 700 bzw. 750°C zeigen.

5. Diskussion der Versuchsergebnisse

Die geänderte Analysenspezifikation bei dem NET- und auch EFR-Strukturwerkstoff (abgesenkter C-Gehalt + 600-800 ppm N) hat keinen Einfluß auf die Zeitstandfestigkeitswerte im Vergleich zu dem kommerziellen Stahltyp 1.4919 - AISI 316. Faßt man die bisher im T-Bereich 500-750°C bis 40 000 std Standzeit an 3 Chargen ermittelten Werte in einem Streuband zusammen und stellt es im sog. Larson-Miller-Diagramm dar [12], bei dem Standzeit und Prüftemperatur als Parameter verknüpft, in Abhängigkeit von der Prüfspannung aufgetragen sind, lassen sich folgende vergleichende Aussagen anhand des Bildes 27 machen: Die drei 316L(N)-Chargen liegen exakt innerhalb eines wesentlich breiteren Streubandes des VDEh [5]. Das VDEh-Streuband umfaßt Versuchsergebnisse von 3 Chargen des Stahles 1.4919, die im T-Bereich 500-800°C im Auftrag des KfK/PSB untersucht werden und z.Zt. über 10⁵ std Standzeit erreicht haben. Dieses Streuband entspricht auch amerikanischen Ergebnissen am AISI 316.

Fast deckungsgleich mit dem 316L(N)-Streuband im T/t-Bereich 550/600°C-10⁵ std sind japanische Ergebnisse von 6 Chargen des Stahles SUS 316 (= AISI 316), die in ihrer chemischen Zusammensetzung den VDEh-Schmelzen entsprechen (s. Tabelle 1) mit C-Gehalten von 0.06-0.08%. Ein weiteres Streuband (punktiert) umfaßt Werte von 6 Versuchsschmelzen der Nippon-Steel [8], die im Vergleich zu den 316L(N)-Chargen einen noch stärker erniedrigten C-Gehalt von 0.009-0.012% aufweisen und in ihrer übrigen Zusammensetzung so optimiert wurden, daß das Zeitstandfestigkeitsstreuband teilweise zu höheren Werten hin verschoben wird. In einer weiteren japanischen und englischen Versuchsreihe wurde gezeigt, daß C-Gehalte im Bereich 0.015-0.050% einen nur sehr geringen Einfluß auf die Zeitstandfestigkeit haben, dagegen Änderungen des N-Gehaltes von 0.020% auf 0.117% bzw. der Mo-Gehalte von 0.10% auf 2.90% die Zeitstandfestigkeit um 20-30% erhöhen [28,29].

Dagegen kann der Einfluß der Korngröße in diesem Vergleichsrahmen vernachlässigt werden. Aus der Tabelle 8 geht hervor, daß innerhalb jeder Stahltypgruppe sehr unterschiedliche Korngrößen vorliegen.

Das Larson-Miller-Verfahren und andere in großer Zahl propagierter sog. "Extrapolationsverfahren" sind zur Extrapolation auf experimentell noch nicht abgedeckte t/T -Bereich nur bedingt anwendbar und erlauben lediglich in erster Näherung eine Abschätzung der Standzeit, die durch Langzeitexperimente abgesichert werden muß. Diese Verfahren enthalten in der Regel eine oder mehrere sog. "Werkstoffkonstante", die in Wirklichkeit aber keine Konstanten sind, weil die wesentliche Annahme, nämlich eine konstante Gefügestruktur, bei den technischen Legierungen (wie im vorliegenden Fall) nicht gegeben ist [30]. In einer früheren Arbeit von Bungard-Schmitt [31] wurden bei einer Überprüfung mit vorhandenen Datensätzen mit dem Larson-Miller-Verfahren noch die geringsten Streuungen ermittelt, insbesondere wenn c von Werkstoff zu Werkstoff optimiert wurde. Aber auch innerhalb eines Werkstoffes oder Datensatzes ist der Festwert c ($P = T_K (c + \log t_m)$) keine Konstante, sondern noch temperatur- und zeitabhängig. Dies geht deutlich aus Bild 28 hervor. Von der experimentellen Zeitstandfestigkeitskurve der NET-Charge wurde von einer höheren Prüftemperatur auf die jeweils 50°C niedrigere Prüftemperatur mit 3 verschiedenen c -Werten nach dem Larson-Miller-Ansatz gerechnet. Es ergeben sich drei extrapolierte Kurvenstücke, die teilweise direkt vergleichbar sind mit dem experimentellen Kurvenstück. Dabei ergibt sich nur in kurzen Zeitbereichen eine parallele Deckung. Für $T = 550$ und 600°C ergibt sich ein c -Wert von ~ 25 bis 10^4 std Standzeit. Mit steigender Prüftemperatur und zu Standzeiten $> 10^4$ std hin zeigt der Verlauf der experimentellen Zeitstandfestigkeitskurve, daß der c -Wert sich auf 20 bzw. 15 erniedrigen kann. Die gleiche Feststellung gilt auch für die EFR-Chargen [11].

Für den SNR-Werkstoff 1.4948 wurde am Beispiel von 5 Chargen die t/T -Abhängigkeit von c in gleicher Weise aufgezeigt [10] und zwar ergaben sich in dem t/T -Bereich die stärksten Änderungen, wo nach den metallografischen Befunden die deutlichsten Änderungen im Ausscheidungsverhalten beobachtet wurden.

Dem Einfluß der strukturellen Änderungen während langzeitiger Beanspruchung bei höheren Temperaturen ist auch besondere Bedeutung beizumessen, bei der Behandlung der minimalen oder quasi-stationären Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ und den daraus empirisch abgeleiteten Abhängigkeiten [32-34]. Daher ist verständlich, daß die aus der Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit ermittelten Werte für den Spannungsexponenten n

zunächst nur für den experimentell abgedeckten Spannungsbereich bei jeder Prüftemperatur gelten (Tabelle 6, Bilder 12 und 13). Langzeituntersuchungen an verschiedenen Werkstoffen ergaben, daß im Bereich niedriger Versuchsspannungen bei verschiedenen Prüftemperaturen eine Abknickung in der σ - $\dot{\epsilon}$ -Auftragung beobachtet wurde, und zwar sowohl zu niedrigeren $\dot{\epsilon}$ -Werten hin (größerer n-Wert) als auch zu höheren $\dot{\epsilon}$ -Werten hin (kleinerer n-Wert). Je nachdem, ob durch Ausscheidungsvorgänge die Matrix kriechfester wurde [16] oder ein optimal eingestellter Ausgangszustand sich im Laufe der Zeitstandbeanspruchung verschlechterte [35].

Bei der Verwendung des Spannungsexponenten bzw. des Ausgangswertes $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$, sollte man auch berücksichtigen, daß bei den hier zur Untersuchung vorliegenden Stahltypen (AISI 304, AISI 316) der "klassische" Kriechverlauf mit seiner Unterteilung in primären, sekundären (auch stationären) und tertiären Kriechabschnitt nur in den selteneren Fällen vorliegt. Meist folgt dem primären Kriechabschnitt (gekennzeichnet durch abnehmende Kriechgeschwindigkeit) nur ein kurzer stationärer Abschnitt, dem sich ein ausgedehnter tertiärer Kriechbereich (gekennzeichnet durch zunehmende Kriechgeschwindigkeit bis zum Bruch) anschließt.

Ein Vergleich der Bruchdehnungswerte in Abhängigkeit von der Standzeit im Bild 29 zeigt direkt und indirekt einen gravierenden Unterschied zwischen den beiden Stahltypen 1.4948 (= AISI 304) und 1.4909 (= AISI 316(L)). Der SNR-Stahl 1.4948 zeigt im Laufe der Beanspruchungszeit einen deutlichen Übergang von hohen Bruchdehnungswerten zu niedrigen Werten. Mit steigender Prüftemperatur setzt die Abnahme immer früher ein. Die drei Chargen des Stahles 1.4909 dagegen zeigen trotz starker Streuungen im bisher abgedeckten Standzeitbereich bis 40000 std nicht diese ausgeprägte Abnahme. Wenn auch bei 650 und 750°C einzelne Proben niedrigere A_U -Werte aufweisen, liegen diese immer noch deutlich über den 1.4948-Werten. R. Groß et al. haben nun beim Stahl 1.4948 einen klaren Zusammenhang zwischen Bruchdehnung und Bruchverhalten gefunden [16,17]. Anhand der Ausscheidungsvorgänge und der metallografischen und fraktografischen Bruchuntersuchungen konnte die Abnahme der Bruchdehnung direkt mit dem Wechsel vom transkristallinen, über Mischbruch zum interkristallinen Bruchverhalten nachgewiesen werden. Bisherige Nachuntersuchungen an den Proben der beiden EFR-Chargen im bisher abgedeckten Standzeitbereich bei 500-700°C Prüftemperatur zeigen durchweg ein transkristallines Bruchverhalten. Auch wenn von den Tripelpunkten der

Korngrenzen oder von Ausscheidungen ausgehend ein interkristalliner Anriß erfolgt, setzt dieser sich in der Regel transkristallin fort. Die Stabilität der Korngrenzen beruht auf einer dichten Belegung mit Korngrenzenausscheidungen, die intensiv mit der Matrix verzahnt sind. Erst bei 750°C ist durch die gröbere Karbidausbildung und Koagulation die Belegung nicht mehr so lückenlos. Dadurch werden teilweise Mischbrüche beobachtet und eine Abnahme der Bruchdehnung, allerdings nicht so stark wie beim Stahl 1.4948. Die gleiche Aussage gilt, wenn man die Brucheinschnürungswerte miteinander vergleicht.

Bei den Ausscheidungen handelt es sich nicht ausschließlich um $M_{23}C_6$ -Karbide wie beim Stahl 1.4948, sondern auch um M_6C sowie verschiedene intermetallische Phasen, die im Zeitstandversuch nicht unbedingt versprödet wirken müssen, wie Pohl [14] in einer breit angelegten Nachuntersuchung an den VDEh-Proben [5] fand. Insbesondere ist die Ausscheidungsmenge bei dem CrNiMo-Stahltyp bis zu 10-fach größer als bei dem CrNi-Stahl. Der Stickstoffanteil wiederum erhöht die Austenitlöslichkeit für Chrom und Molybdän und verzögert die Ausscheidung der intermetallischen Phasen [14,21]; d.h., es liegt eine bessere Gefügestabilität vor. Inwieweit diese Aussagen und Befunde auch quantitativ für die Varianten mit niedrigerem C-Gehalt gelten (NET und EFR-Chargen), werden die Ergebnisse von laufenden TEM-Untersuchungen zeigen. Erste Ergebnisse einer japanischen Untersuchung an beiden Varianten zeigen ein verzögertes Ausscheidungsverhalten aufgrund des erniedrigten C-Gehaltes [9].

Nach der empirisch aufgestellten Beziehung von Monkman-Grant [36] wurde ein Zusammenhang zwischen Standzeit und sekundärer Kriechgeschwindigkeit gefunden in der Form $\log t_m + m \cdot \log \dot{\epsilon} = K$ worin m und K werkstoffabhängige Festwerte sein sollen. Daraus abgeleitet ergibt sich bei einer Proportionalität von $t_m \cdot \dot{\epsilon}$ und $\dot{\epsilon}_{\text{gesamt}}$, daß bei standzeitunabhängiger Bruchdehnung der m -Wert bei 1 liegt. Bei $m < 1$ sollte die Bruchdehnung mit zunehmender Standzeit abnehmen und bei $m > 1$ zunehmen. Beim Vergleich der beiden Stahltypen ist dieser Zusammenhang weitgehend vorhanden. So liegt bei der 1.4948-Charge GW 206, bei der im Bild 29 die Abnahme der Bruchdehnung deutlich dargestellt ist, der m -Wert zwischen 0.67-0.72 [16]. Die Auftragung der $\dot{\epsilon} \rightarrow t_m$ -Werte im Bild 30 ergibt für die drei 1.4909-Chargen aus der Neigung der Streubänder m -Werte von 0.94-1.01. Daß die 500 und 550°C-Werte, bei etwa gleicher Neigung, aber im Bereich niedrigerer Kriechraten liegen, ist auf das stark verfestigte Gefüge durch die hohen Belastungsdehnwerte zurückzuführen, das ja per Definition nicht mehr als nur lösungsgeglüht anzusehen ist.

Danksagung

Die Autoren danken den Herren A. Falkenstein, J. Sanchez und J. Ruz für die zuverlässige Durchführung und Betreuung der Zeitstandversuche, Herrn W. Schweiger für die Bestimmung der Zugfestigkeitseigenschaften und den Herren P. Graf und H. Zimmermann für die Durchführung der umfangreichen metallografischen Untersuchungen.

6. Literatur

- [1] K. Ehrlich
"Werkstoffe für die erste Wand von Fusionsreaktoren"
Kerntechnik 19 (1977) Nr. 6, S. 263-267

- [2] R.E. Gold, E.E. Bloom, F.W. Clinard, D.L. Smith, R.D. Stevenson,
W.G. Wolfer
Nuclear Technology / Fusion 1 (1981) 169

- [3] R.R. Solano
"Materiales de primera pared en reactores de fusion por confinamiento magnetico"
ENERGIA NUCLEAR, Espana 29 (157) Sept./Okt. 1985, S. 369-374

- [4] K. Ehrlich, D. Munz, K. Anderko
"Metallische Strukturwerkstoffe als Erste-Wand-Materialien"
KTG-Tagung 2.-4.6.1987, Karlsruhe, Fachsitzung Material für Kern-
fusionsanlagen, Dt. Atomforum 1987 S.24-52

- [5] VDEh-Arbeitsgemeinschaft für warmfeste Stähle
Unveröffentlichter Bericht

- [6] NRIM, Tokio - Japan
"Data Sheets on the elevated temperature properties of 18Cr-12Ni-Mo stainless steel bars for general application (SUS 316B)"
NRIM-Creep-Dta-Sheet No. 15A, 1982
- [7] Nippon-Steel - Tokio
"R&D Activities of Nippon Steel"
Annual Report 1989
- [8] T. Nakazawa et al.
"Effects of nitrogen and carbon on creep properties of type 316 stainless steel"
Intern. Conf. on High Nitrogen Steels "HNS 88", Lille, France, 18.-20. May 1988 und pers. Informationen
- [9] T. Nakazawa, H. Abo, M. Tanino. H. Komatsu
"Relationship between phase stability and creep-rupture ductility of type 304 and 316 stainless steels"
Proc. of the Fourth Intern. Conf. Swansea, UK (1990) S. 561-570
- [10] M. Schirra
"Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des SNR-300-Strukturwerkstoffes X6CrNi 1811 (1.4948)"
KfK-Bericht 4273, Februar 1988
- [11] M. Schirra, S. Heger
"Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche am EFR-Strukturwerkstoff 316L(N), DIN 1.4909"
KfK-Bericht 4767, September 1990
- [12] R.R. Larson, J. Miller
"A time-temperature relationship for rupture and creep stresses"
Trans. ASME 74 (1952) 765/75

- [13] F.H. Norton
"The creep of steel at high temperatures"
Mc Graw Hill Publishing Co., Ltd., 1929
- [14] M. Pohl
"Elektronenmikroskopische Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten unstabilisierter Chrom-Nickel-Stähle im Temperaturbereich von 500 bis 800°C"
Diss.: Rhein.-Westf. Technische Hochschule Aachen, Fakultät für Bergbau und Hüttenwesen, 1977
- [15] S. Barroso, K. Ehrlich, R. Groß
"Untersuchung zum Ausscheidungsverhalten und zur Mikrostruktur des Werkstoffes X6CrNi 1811 (1.4948) unter Kriechbeanspruchung"
Jahrestagung Kerntechnik 80, Reaktortagung 1980.
Berlin, 25.-27. März 1980,
Kerntechnische Ges. e.V., Deutsches Atomforum e.V.
Eggenstein-Leopoldshafen: Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik; 1980, S. 709-12
- [16] M. Schirra, K. Ehrlich, R. Groß, B. Seith, R.R. Solano, M. de la Rivas, S. Barroso
"Zeitstand- und Strukturuntersuchungen am SNR-Strukturwerkstoff X6CrNi 1811 (1.4948) im Rahmen des Extrapolationsprogrammes"
(Abschlußbericht), KfK-Bericht 3397, Mai 1985
- [17] R. Groß, B. Bennek-Kammerichs
"Bestimmung der Kriechmechanismen am SNR-Strukturwerkstoff X6CrNi 1811 (1.4948) aus den Strukturuntersuchungen"
KfK-Bericht 4086
- [18] W. Koch, A. Schrader, A. Krisch, H. Rohde
"Änderungen im Gefüge austenitischer Stähle bei Zeitstandversuchen"
Stahl und Eisen 78 (1958) S. 1251-1262

- [19] F. Garofalo, F. v. Gemmingen, W.F. Domis
"The creep behaviour of an austenitic stainless steel as effected by carbides precipitated on dislocation"
Transactions of the ASME, Vol. 54 (1961) S. 431-445
- [20] G. Lennartz
"Der Gefügebau und dessen Veränderung in dem säurebeständigen austenitischen Cr-Ni-Mo-Stahl X5CrNiMo 1713"
DEW Technische Berichte Bd. 4 (1964) Heft 1, S.13-18
- [21] G. Lennartz
"Einfluß von Legierungselementen auf das Ausscheidungsverhalten austenitischer Cr-Ni-Stähle"
Mikrochim Acta 1965/3, S. 405-428
- [22] H. Thier, A. Bäuml, E. Schmidtman
"Einfluß von Stickstoff auf das Ausscheidungsverhalten des Stahles X5 CrNiMo 1713
Archiv f.d. Eisenhüttenwesen Heft 4 (1969) S. 333-339
- [23] B. Weiss, R. Stickler
"Phase instabilities during high temperature exposure at 316 austenitic stainless steel"
Metallurgical Transactions, Vol. 3 (1972) S. 851-866
- [24] K.D. Challenger, J. Moteff
"Quantitative Characterization of the substructure of AISI 316 stainless steel resulting from creep"
Metallurgical Transactions, Vol. 4 (1973), S.749-755
- [25] D. Blazejak, G. Herbsleb, K.J. Westerfeld
"Der Einfluß von Stickstoff auf die korrosionschemischen Eigenschaften lösungsgeglühter und angelassener austenitischer 18/10 CrNi-Stähle und 18/10 CrNiMo-Stähle (Ausscheidungsverhalten)
Werkstoffe und Korrosion 27 (1976) S. 398-403

- [26] D.G. Morris, D.R. Harries
"Massive particle formation in a type 316 stainless steel during creep"
AERE-M-2842 Report (1976) S. 1-12
- [27] H. Gerlach
"Warmfeste austenitische Stähle"
Werkstoffkunde der gebräuchlichen Stähle
VDEh (1977) S. 106-117
- [28] K. Takanabe, M. Tashimo, T. Nishida. Y. Wada
Pers. Information
- [29] G.D. Branch. A. Wickens, D.W.C. Baker
"Beitrag zur Untersuchung der Einflußgrößen auf die Zeitstandfestigkeit des Stahles X6 CrNiMo 1713"
Archiv für das Eisenhüttenwesen Heft 11, Nov. 1972, S.833-837
- [30] J. Granacher, H. Wiegand
"Überprüfung von Verfahren zur Extrapolation der Zeitstandfestigkeit warmfester Stähle"
Archiv f.d. Eisenhüttenwesen 43 - Heft 9 (1972), S. 699-704
- [31] K. Bungard, W. Schmidt
"Vergleich verschiedener Verfahren zur Extrapolation von Zeitstandwerten"
DEW-Techn. Berichte, 1. Band, 1961, Heft 3, S. 84/95
- [32] F.C. Monkman, N.J. Grant
"An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests"
Proc. ASTM Vol. 56 (1956), S. 593-620
- [33] B. Ilchner
"Inwieweit wird Werkstoff-Festigkeit bei hoher Temperatur von den Grundlagen her beherrscht?"
VDI-Bericht Nr. 302, 1977, S. 5/8

- [34] F. Schubert
"Werkstoffkundliche Gesichtspunkte bei der Auslegung kriechbeanspruchter Hochtemperaturkomponenten moderner Energieerzeugungsanlagen"
Forschungszentrum Jülich, Bericht 2375, August 1990
- [35] M. Schirra, B. Ritter
"Zeitstand- und Kriechversuche am SNR-300-Hüllwerkstoff X10NiCrMoTiB 1515 (DIN 1.4970) im Referenzzustand (lsg. + kv + geglüht)"
KfK 4217, Juni 1987
- [36] F.C. Monkman, N.J. Grant
"An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests"
Proc. ASTM Vol. 56 (1956), S. 593-620

Chemische Zusammensetzung 316L (N) bzw. 316 NET

Tabelle 1

Charge	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Co	Nb/Ta	+Ti	B	N	Al	V
12247 (NET)	0.022	0.46	1.82	0.027	0.001	17.4	12.34	2.3	0.20	0.17	0.01		0.0007	0.06		
Spezifikation min EFR max	0.015 0.030	≤ 0.5	1.6 2.0	≤ 0.025	≤ 0.015	17.0 18.0	12.0 12.5	2.3 2.7	≤ 0.3	≤ 0.25	Σ ≤ 0.1		≤ 0.020	0.06 0.08		
013824 (Krupp)	0.026	0.15	2.06	0.024	0.002	17.39	12.50	2.43	0.04	0.05	0.01	0.01	0.0004	0.067	0.0064	
11477 (Creusot)	0.020	0.32	1.80	0.020	0.0006	17.34	12.50	2.40	0.12	0.030	0.042	0.008	0.0014	0.080	0.0180	
Spezifikation VDEh min 1.4919 max	0.04 0.08	≤ 0.75	≤ 2.0	≤ 0.045	≤ 0.030	16.0 18.0	12.0 14.0	2.0 2.5								
3 VDEh-Chargen 1.4919 /5/ von bis	0.052 0.055	0.43 0.60	1.40 1.77	0.019 0.032	0.007 0.023	17.06 17.50	13.24 13.70	2.26 2.30	0.06 0.26	0.13 0.24	< 0.03	0.03 0.08	0.0008 0.0009	0.03 0.052		0.02 0.08
6 NRIM Chargen SUS 316(B) von /6/ bis	0.06 0.08	0.46 0.81	1.41 1.75	0.026 0.032	0.007 0.026	16.97 17.43	10.28 12.48	2.25 2.49	0.14 0.35		0.03 0.04	0.009 0.047	0.0007 0.0016	0.0159 0.0290	0.006 0.040	
6 Nippon-Chg. 316 MN von /7,8/ bis	0.009 0.012	0.47 0.56	0.81 0.86	0.024 0.029	0.0030 0.0057	16.38 16.70	10.61 11.1	2.06 2.15						0.0679 0.0823	0.003 0.020	0.050 0.064
316 MN-MC /9/	0.011	0.47	0.83	0.026	0.005	16.5	11.0	2.07						0.0681	0.005	0.06

Tabelle 2:

Zugversuchsergebnisse AISI 316-NET, Chg. 12247
 Anlieferzustand = lsg
 Probe: Ø 3 x 35 mm (do x Lo)

T °C	R _m N/mm ²	R _{p0.2} N/mm ²	A %	Ag %	Z %
RT	599	328	44.9	38.3	71.1
RT	592	314	42.9	36.0	75.0
300	443	197	22.9	18.5	55.7
300	440	175	23.0	20.7	48.8
400	447	181	26.0	22.9	59.8
400	448	163	22.9	20.6	55.6
500	448	163	30.0	23.0	61.8
500	446	167	27.7	24.4	58.1
600	359	145	29.7	24.0	57.7
600	382	140	28.6	21.6	53.0
700	273	157	45.7	13.4	60.0
700	247	142	40.6	12.0	55.7
800	151	136	56.3	2.2	78.2
800	149	121	65.7	5.6	79.7

KfK und CIEMAT - Versuche

Legierung Charge-Nr. Zustand	Pr. Ø mm	Vers. Nr.	°C	σ_0 MPa	t_m h	ϵ_0 %	$\epsilon_{f0,1\%}$ h	$\epsilon_{f0,2\%}$ h	$\epsilon_{f0,5\%}$ h	$\epsilon_{f1\%}$ h	$\epsilon_{f2\%}$ h	$\epsilon_{f5\%}$ h		A_u %	Z_u %	$\epsilon_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
AISI 316L	8	JEN	500	470	Bel.									34.6	60.9	
12247-NET	8	JEN		450	Bel.									34.2	71.1	
Anl.-Zustand	8	3058		440	Bel.									36.4	67.0	
(= lsg.)	8	3045		435	8611	24.0	52	210	1460	3310	5750	8470		37.6	39.9	2.3
	8	L15		430	2100	16.0	10	35	140	400	1000	2000		32.4	35.0	16
	5	3047		425	8110	24.8	45	215	1445	3480	5990	8007		35.6	59.4	2
	8	L17		410		17.2	20	90	bei	540h	abge- brochen					
	8	L14		400	22982	16.8	100	650	8000	17250				39.0	41.0	0.4
	8	L19		390	16213	14.4	10	48	800	3800	10000	15000		22.2	34.0	1.7
	8	L16		380	21352	12.4	65	400	5000	11000				20.6	33.9	0.65
	8	L18		370	30613	11.2	340	2200	11500					19.2	27.8	0.3

Legierung Charge-Nr. Zustand	Pr. Ø mm	Vers. Nr.	°C	σ_0 MPa	t_m h	ϵ_0 %	$\epsilon_{f0,1\%}$ h	$\epsilon_{f0,2\%}$ h	$\epsilon_{f0,5\%}$ h	$\epsilon_{f1\%}$ h	$\epsilon_{f2\%}$ h	$\epsilon_{f5\%}$ h		A_L %	Z_U %	$\epsilon_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
AISI 316L	5	2837	550	440	Bel.									35.6	56.6	
12247-NET	8	3147		420	11	26.4	0.5	0.8	1.7	2.9	5	9		40.6	68.3	2370
Anlieferzust.	5	2838		400	52	21.6	1	2.25	5.25	10	18.5	38		44.4	64.1	1072
(= lsg.)	3	1813		390	279	17.0	10.5	19	44	91	166	273		28.8	54.7	103
	3	1812		380	400	14.8	3	18	124	243	334			25.4	59.7	25
	8	3042		360	704	12.8	1	3	14	56	216	582		34.6	39.9	48
	8	3043		330	2719	10.8	5	25	200	751	1705	2552		20.4	31.8	8.4
	8	3044		300	6308	8.2	11	38	312	1490	3610	5653		18.0	31.9	3.5
	8	2828		280	18967	7.0	30	155	1280	4250	8450	13280		30.0	33.0	1.5
	8	3014	600	330	24	11.6	0.1	0.2	0.45	0.8	1.6	7.3		37.0	64.0	3864
	8	1800		310	134	10.8	0.25	0.5	2.25	9.5	38	92		29.8	46.6	354
	8	1801		310	112	9.6	0.25	0.8	3	8.75	30	76		29.8	48.6	454
	8	1802		310	266	9.6	1.6	3.5	12.5	39	94	185		28.6	40.2	181
	5	1803		310	126	8.8	0.75	1.25	4	11	31	71		39.6	39.7	512
	5	1804		310	99	8.8	0.5	1.3	5	13.5	31	63		34.8	51.4	560
	5	1805		310	107	8.4	0.5	1.2	3.2	8	23	59		38.4	45.5	560
	5	1806		310	94	9.8	0.7	1.2	3	7	18	46		49.2	54.1	860
	5	1807		310	140	9.8	0.5	1.2	3.3	9.6	30.5	83		32.4	56.8	420
	5	1808		310	101	9.0	0.7	1.4	3.4	8.3	23	56		38.4	54.1	680

Legierung Charge-Nr. Zustand	Pr Ø mm	Vers. Nr.	°C	σ_0 MPa	t_m h	ϵ_0 %	$\epsilon_{f0,1\%}$ h	$\epsilon_{f0,2\%}$ h	$\epsilon_{f0,5\%}$ h	$\epsilon_{f1\%}$ h	$\epsilon_{f2\%}$ h	$\epsilon_{f5\%}$ h		A_L %	Z_u %	$\epsilon_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
AISI 316L	8	L21	600	290	167	8.7		0.6	2	8	27	80		44.2	59.3	410
12247-NET	8	1799		280	664	8.2	2.5	7.5	42	137	315	560		28.8	44.7	48
Anlieferzust.	8	L27		260	510	5.9	0.25	0.7	3.6	25	110	240		44.2	56.1	104
(= lsg.)	8	L22		240	1063	5.5		1.3	10	60	210	440		36.0	56.1	65
	8	JEN		220	5380	3.9	1	4	50	260	600	1500		45.4	65.5	24
	8	L25		200	16260	2.7	10	60	320	950	2000	8500		36.0	60.9	4
	8	L23		180	24535	2.5	70	340	1000	2400	8000	16500		35.0	75.0	1.5
	8	L24		160	39668	1.1	35	160	750	2150	14000		61.4	70.5	0.55	
	8	3148	650	260	24	6.4		0.1	0.4	1	2.7	8		54.2	64.0	5364
	8	JEN		240	36	5.6			0.5	1.6	4.7	12		46.0	57.8	3860
	5	1864		240	44	10.4		0.1	0.3	1.2	3.5	12		52.8	64.3	3116
	5	1865		240	40	5.2		0.1	0.35	1.1	3.3	11		50.0	64.1	3720
	5	1866		240	51	4.6		0.1	0.3	0.9	3.6	12.5		57.2	69.0	3220
	5	1867		240	50	4.8		0.15	0.7	1.7	4.5	13.5		60.4	62.0	3130
	8	L42		220	114	4.4	0.1	0.5	2	7	19	41		46	56.1	866
	8	L42a		220	--	3.1			1.5	8	26	65	bis	5%		
	8	2912		210	85	4.4	0.15	0.5	2.5	7.5	17	38		32.8	64.2	1046
	8	L43		200	309	3.0		0.7	4	11	36	100				405

Legierung Charge-Nr. Zustand	Pr Ø mm	Vers. Nr.	°C	σ_0 MPa	t_m h	ϵ_0 %	$\epsilon_{f0,1\%}$ h	$\epsilon_{f0,2\%}$ h	$\epsilon_{f0,5\%}$ h	$\epsilon_{f1\%}$ h	$\epsilon_{f2\%}$ h	$\epsilon_{f5\%}$ h	$\epsilon_{1\%}$ Gesamt $\epsilon_0 + \epsilon_{Kr}$ h	A_L %	Z_U %	$\epsilon_{pmintabs}$ $\times 10^{-6}/h$
AISI 316L	8	2897	650	190	253	2.8	0.25	0.5	3.3	18	41	97		31.0	67.3	434
12247 - NET	8	L44		180	1004	1.8	0.5	1.2	9	38	100	320				140
Anlieferungszust. (= lsg.)	8	L45		160	2845	0.96	2.5	9	42	120	380	1300	2	54.0	76.3	25
	8	3025		150	3137	0.36	7	20	78	204	601	1589	108	42.4	78.5	22
	8	JEN		140	3623	0.25	7	23	75	230	800	1700	150	54.0	74.0	17
	8	JEN		120	9885	0.23	22	60	230	1050	2820	4540	500	68.4	77.4	3.5
	8	3149	700	200	14	3.4			0.16	0.5	1.3	3.6		48.0	74.4	12300
	8	3059		180	36	2.6		0.2	0.6	1.5	3.5	9.3		52.4	76.2	4940
	5	1809		160	135	1.0	0.3	0.8	2.7	6.4	14	34		74.8	73.5	1375
	3	1810		160	107	0.43	0.4	1.4	4.5	9.3	18	40	5	35.1	67.0	1086
	8	1811		160	110	1.1	0.1	0.3	1.3	3.8	9.5	25		66.2	85.1	1820
	8	L31		140	294	0.7		1	4	11	28	80	2	87.0	89.0	757
	8	3015		120	604	0.2	1.5	4	12	37	86	198	26	54.0	85.9	174
	8	L32		100	1553	0.08	4	13	50	140	250	460	126	84.6	86.0	54
	8	L33		80	6445	0.06	11	60	440	850	1400	2600	780	77.6	--	7
	8	JEN		70	15466	0.04	45	250	1200	2230	3570	6670	2150	56.0	56.0	3
	8	L34		60	26196	0.04	140	660	3305	5200	7200	11060	5150	60.8	43.8	0.74

Korngröße X(2-6) CrNiMo 1713

Tabelle 8

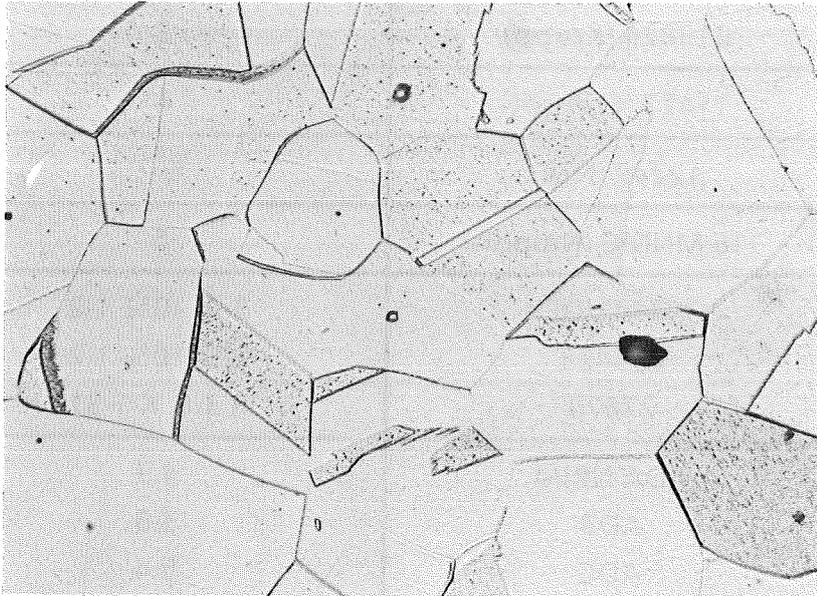
Chg.	ASTM
013824 (Krupp)	3
11477 (Creusot)	4
12247 (NET)	5-7
316 MNMC (Nippon)	5
39400 VDEh	3-4, 10% 1-2
233423	3-5, 10% 1-2
27670	R 3-6, K 1-3*
ADA NRIM	4.9
ADB	3.8
ADC	5.4
ADD	5.7
ADE	3.5
ADF	2.7
MC Nippon	5
MD	2
ME	4
MF	5-6
MG	5
MI	5

* (R = Rand, K = Kern)

AISI 316 (L)

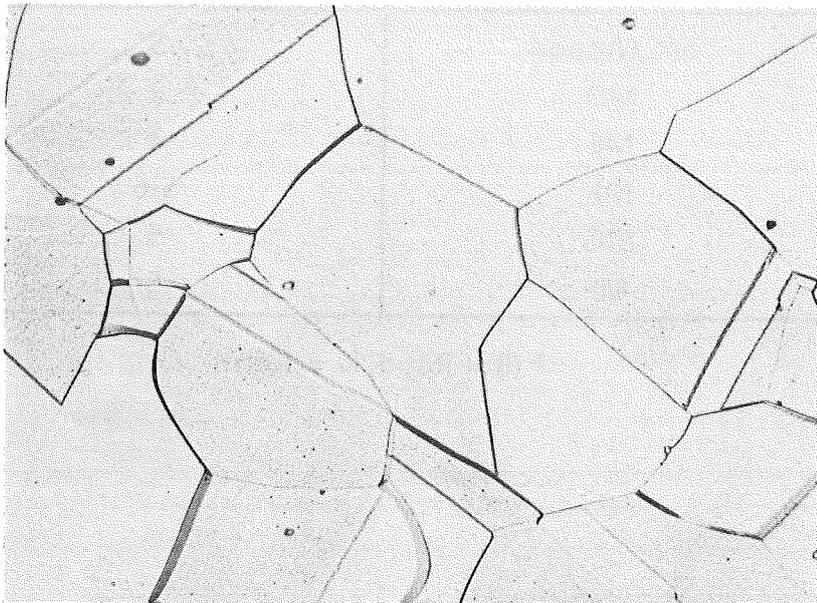
Charge 12247 (NET)

Anlieferzustand=lösungsgeglüht



57748

HV₃₀=134-149

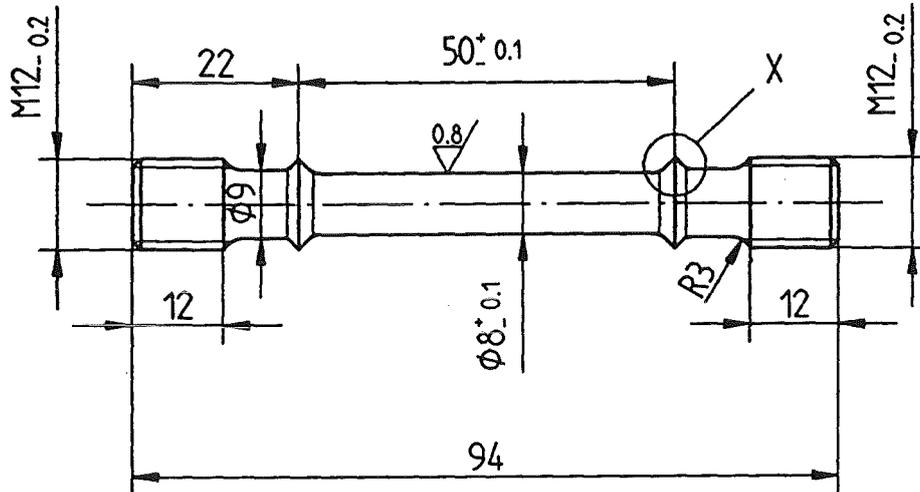


57754

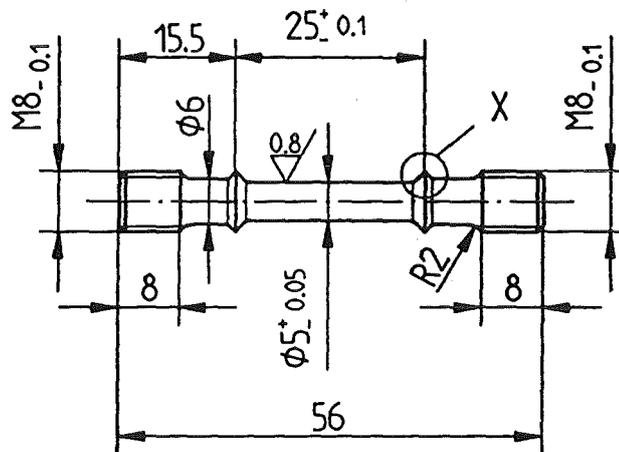
x500

Probenformen für Zug- und Zeitstandversuche

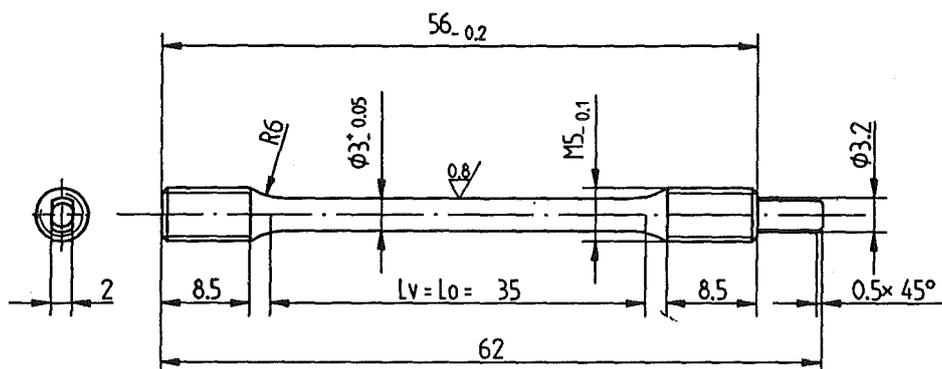
A) $\phi 8 \times 50 \text{ mm}$ (doxLo)



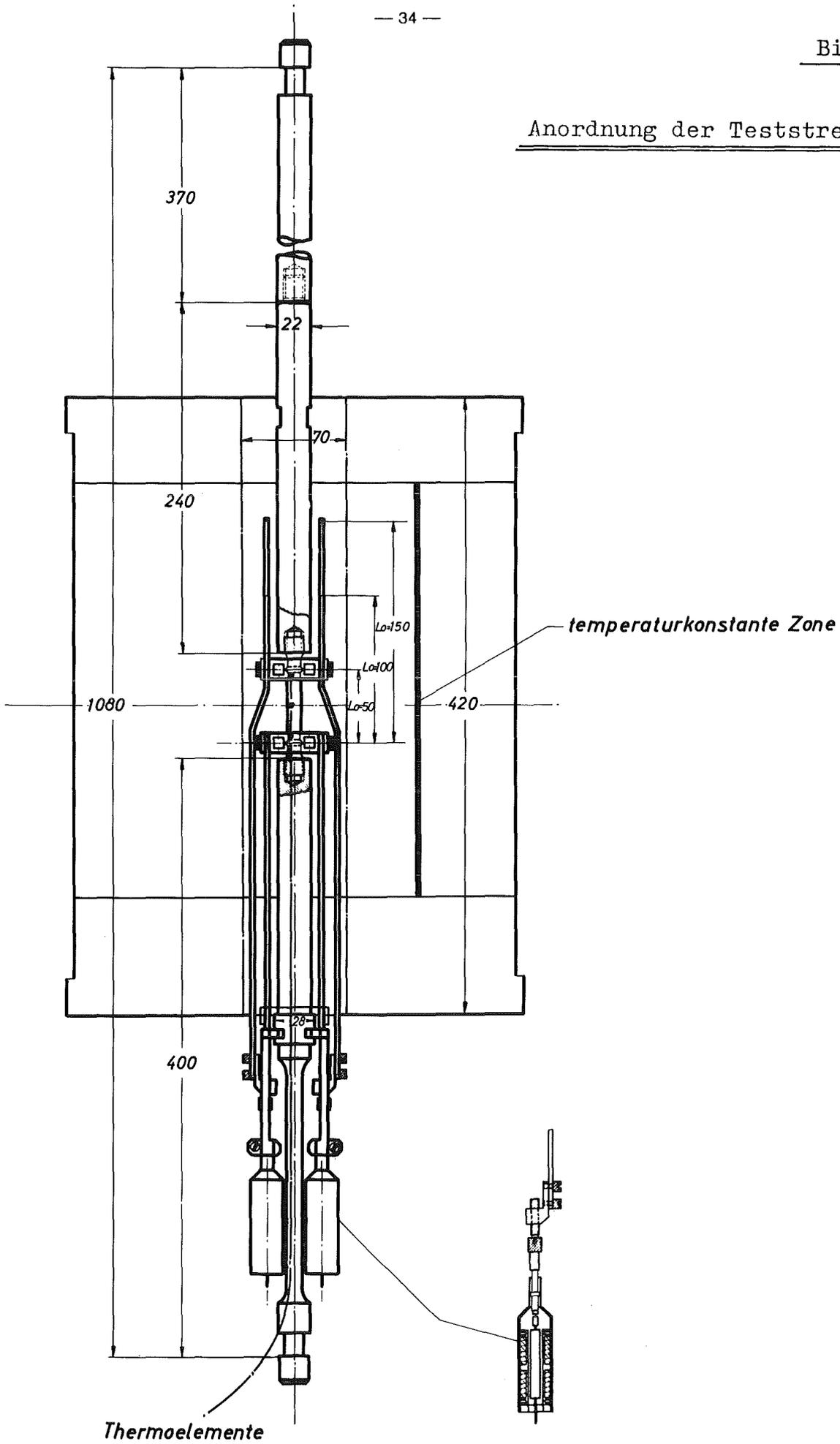
B) $\phi 5 \times 25 \text{ mm}$



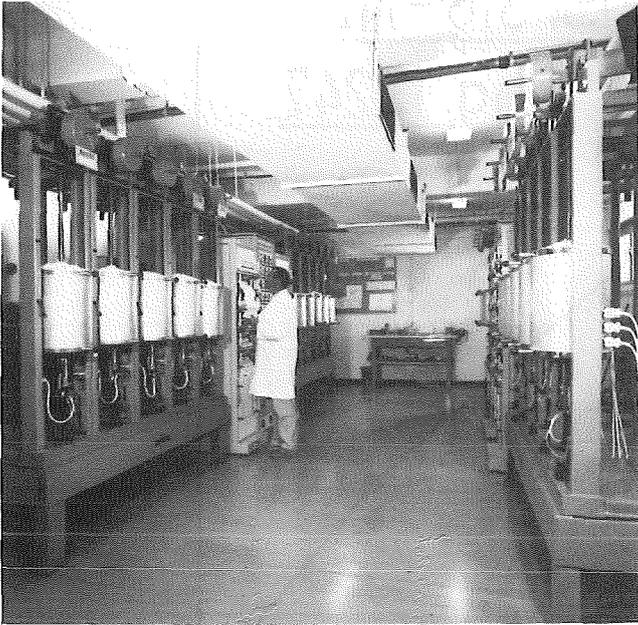
C) $\phi 3 \times 35 \text{ mm}$



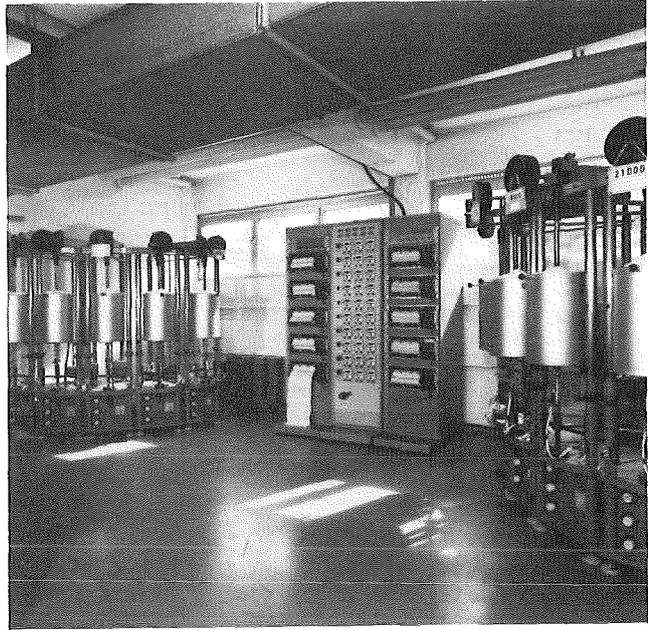
Anordnung der Teststrecke



a)



b)

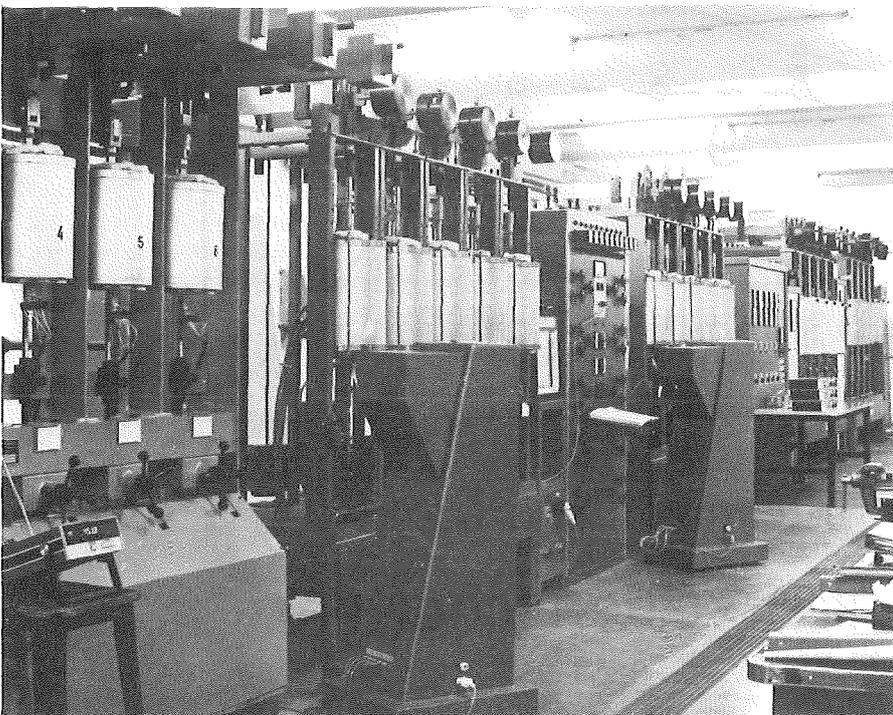


c)

Bild 4

Ansicht der Zeitstandprüflabors

- a) KfK/IMF ZS-Labor I (Normalatmosphäre)
- b) -"- ZS-Labor II -"-
- c) -"- ZSV-Labor (Vakuumanlagen)



d) JEN-Madrid
(Normalatmosphäre)
Teilansicht

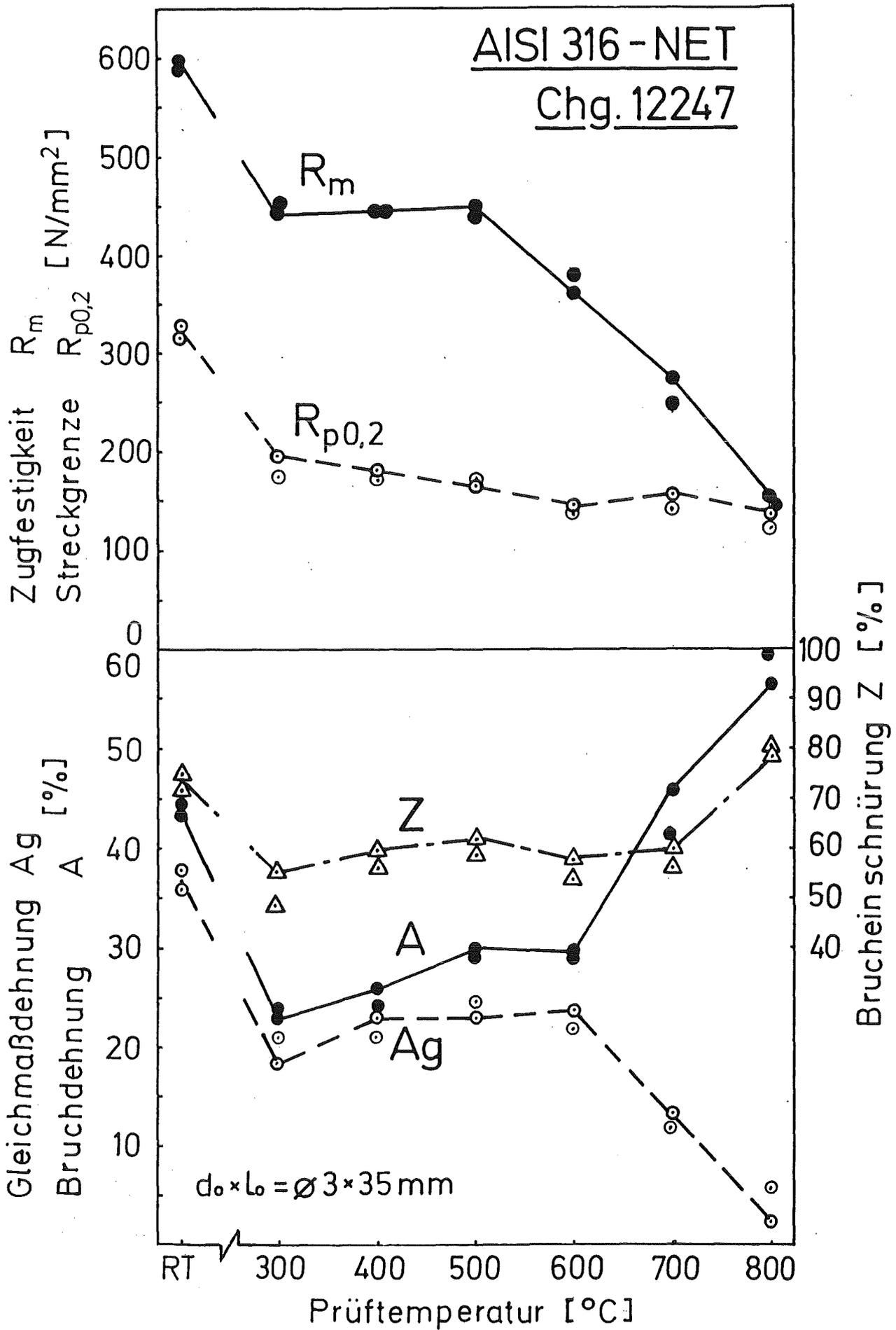


Bild 5: Zugfestigkeitseigenschaften

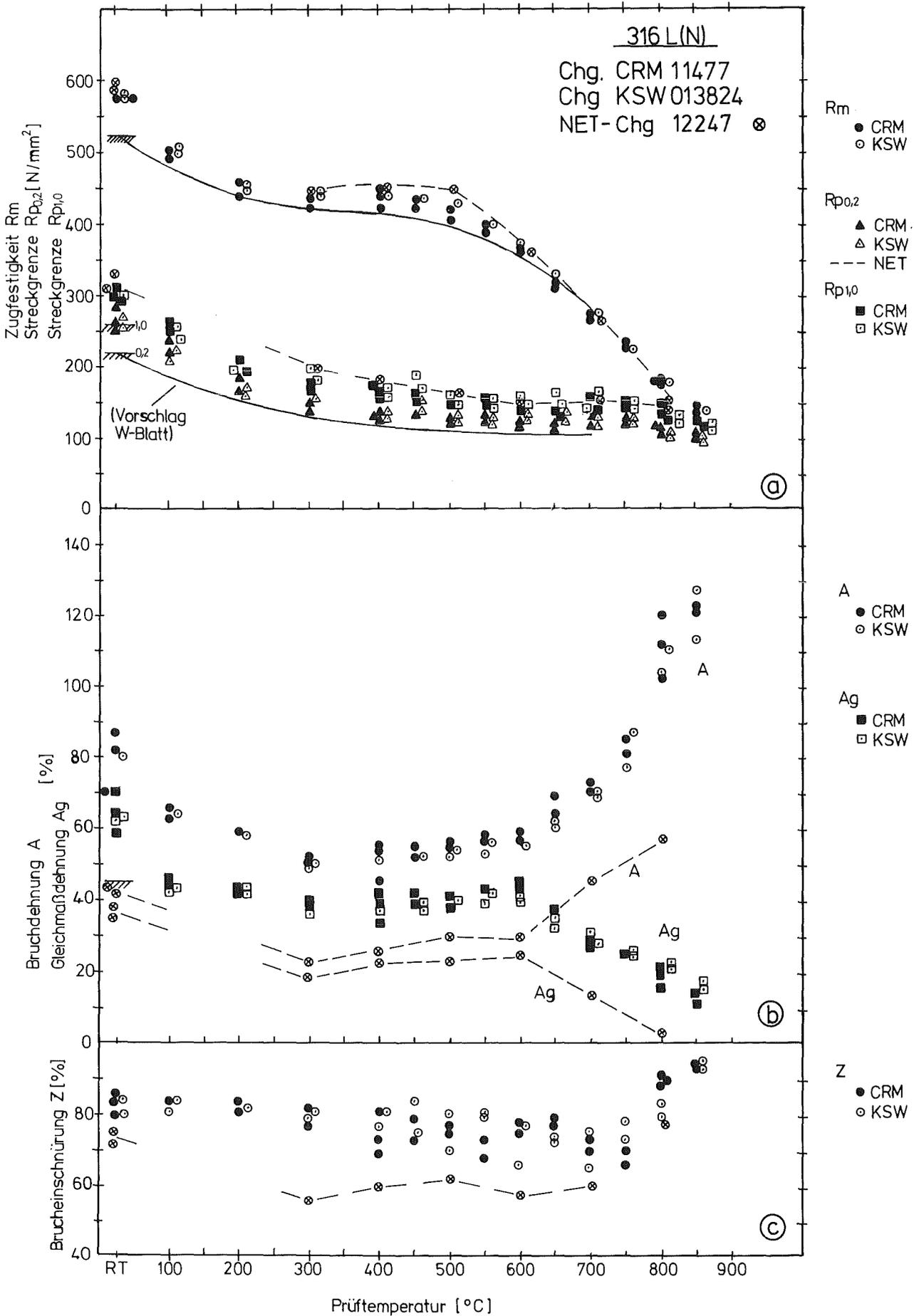


Bild 6 : Zugfestigkeitseigenschaften

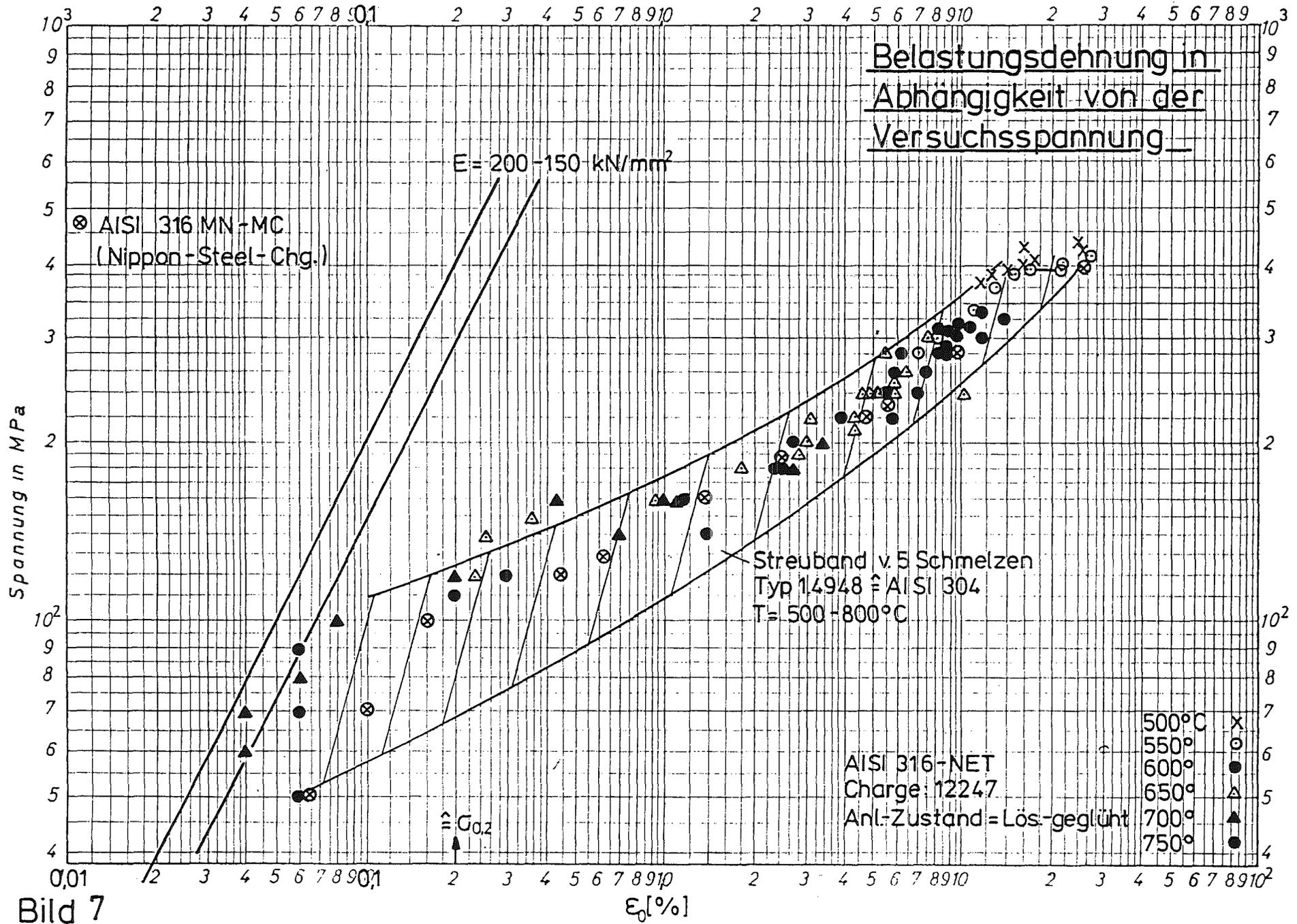


Bild 7

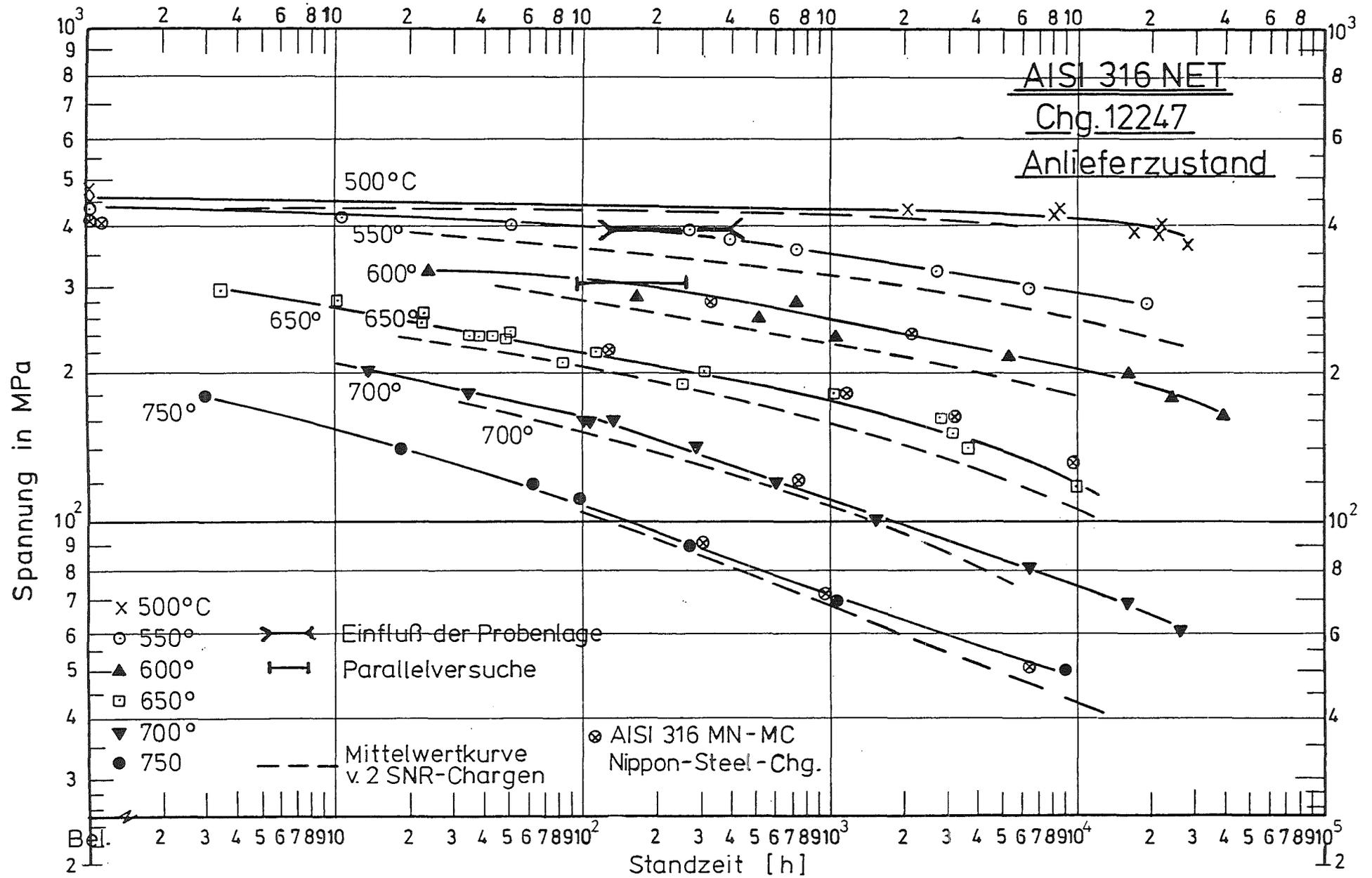


Bild 8 : Zeitstandfestigkeitskurven

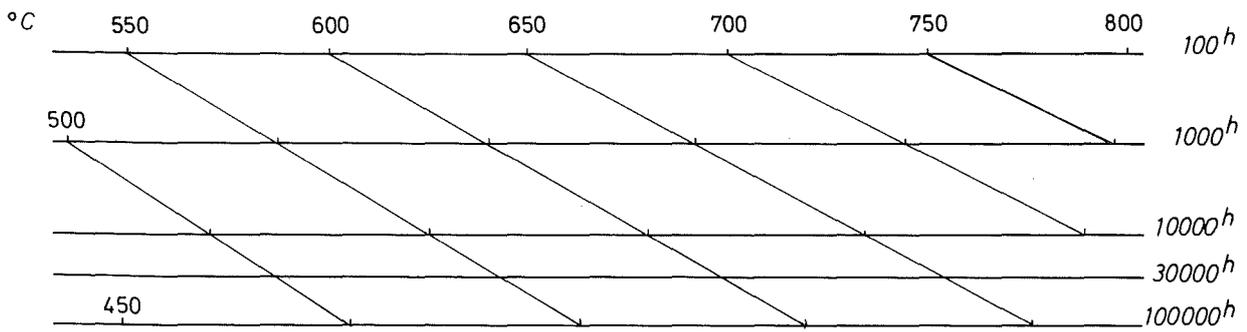
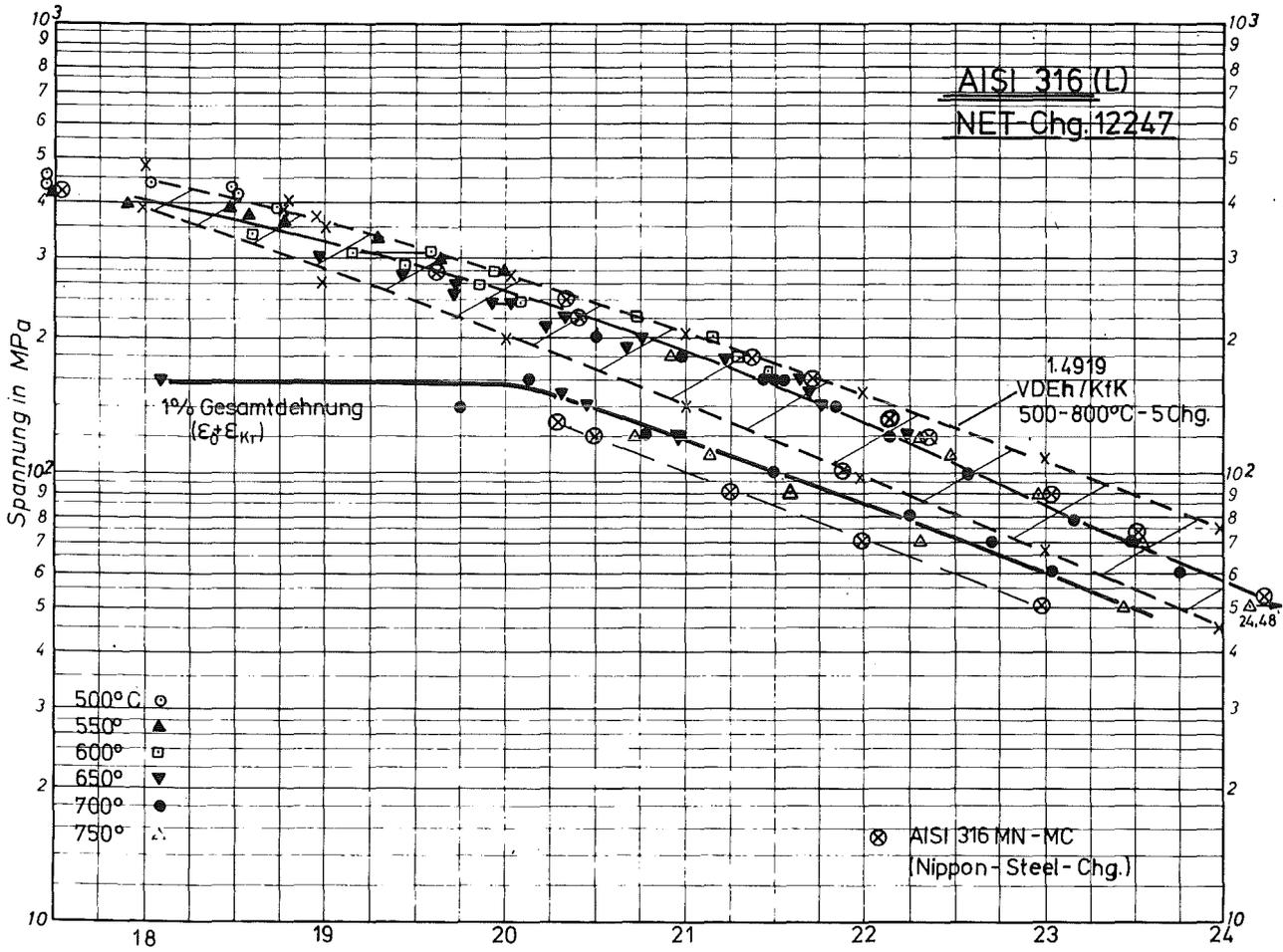


Bild 9 : Zeitstand - Hauptkurve
(Larson - Miller - Parameter)

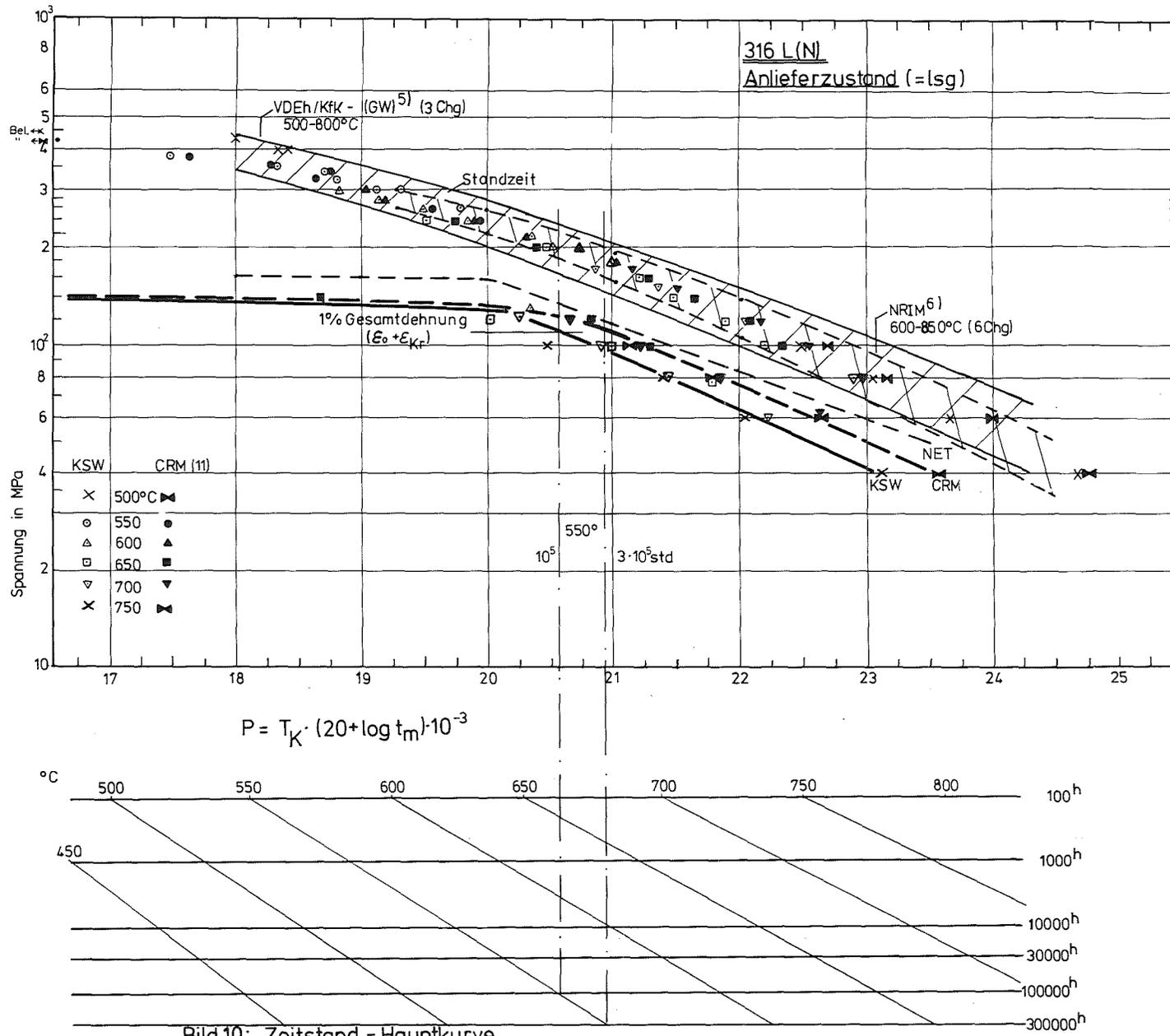


Bild 10: Zeitstand - Hauptkurve
(Larson-Miller-Parameter)

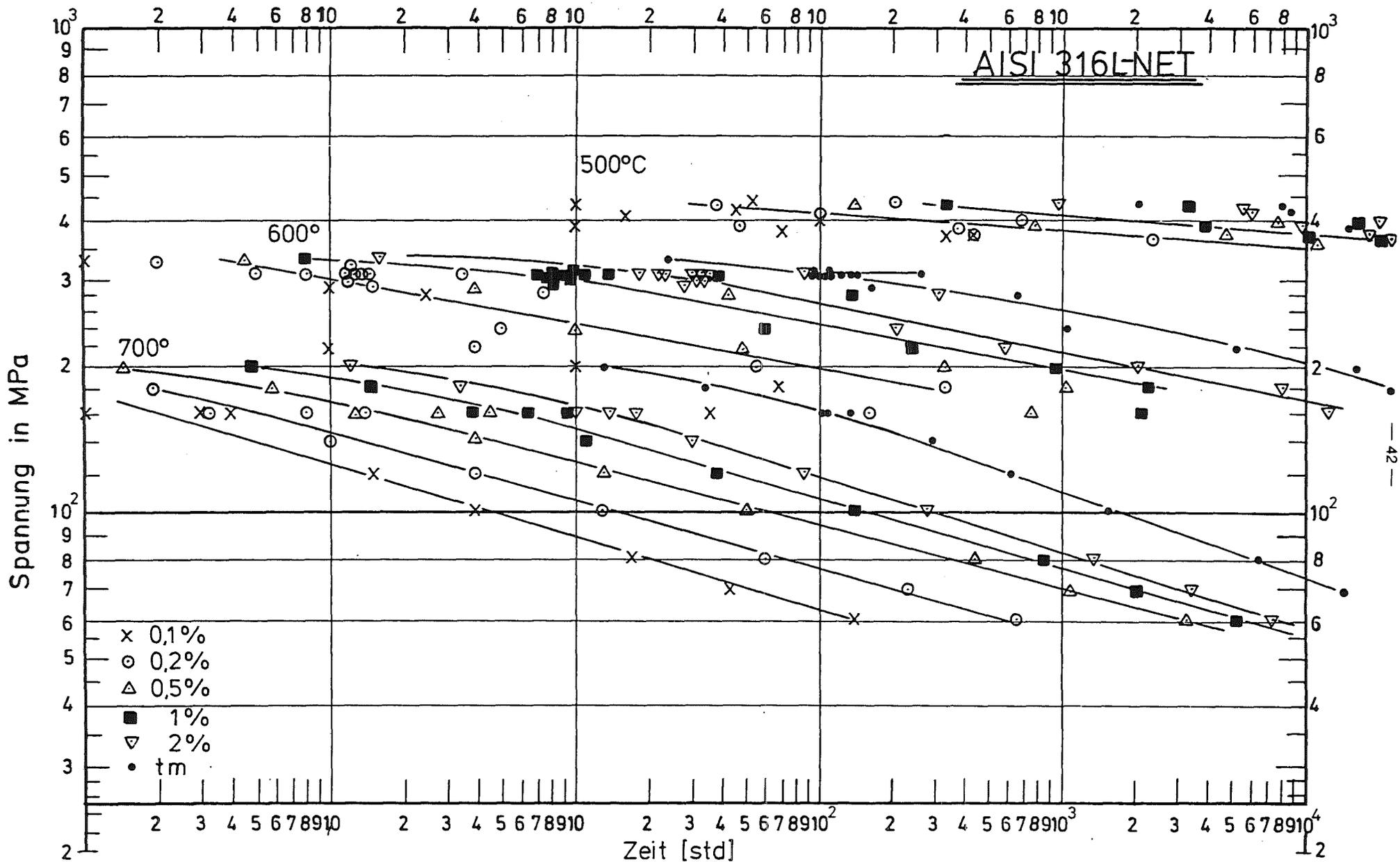


Bild 11: Zeit-Dehngrenzen - Kurven

AISI 316L-NET-Chg.

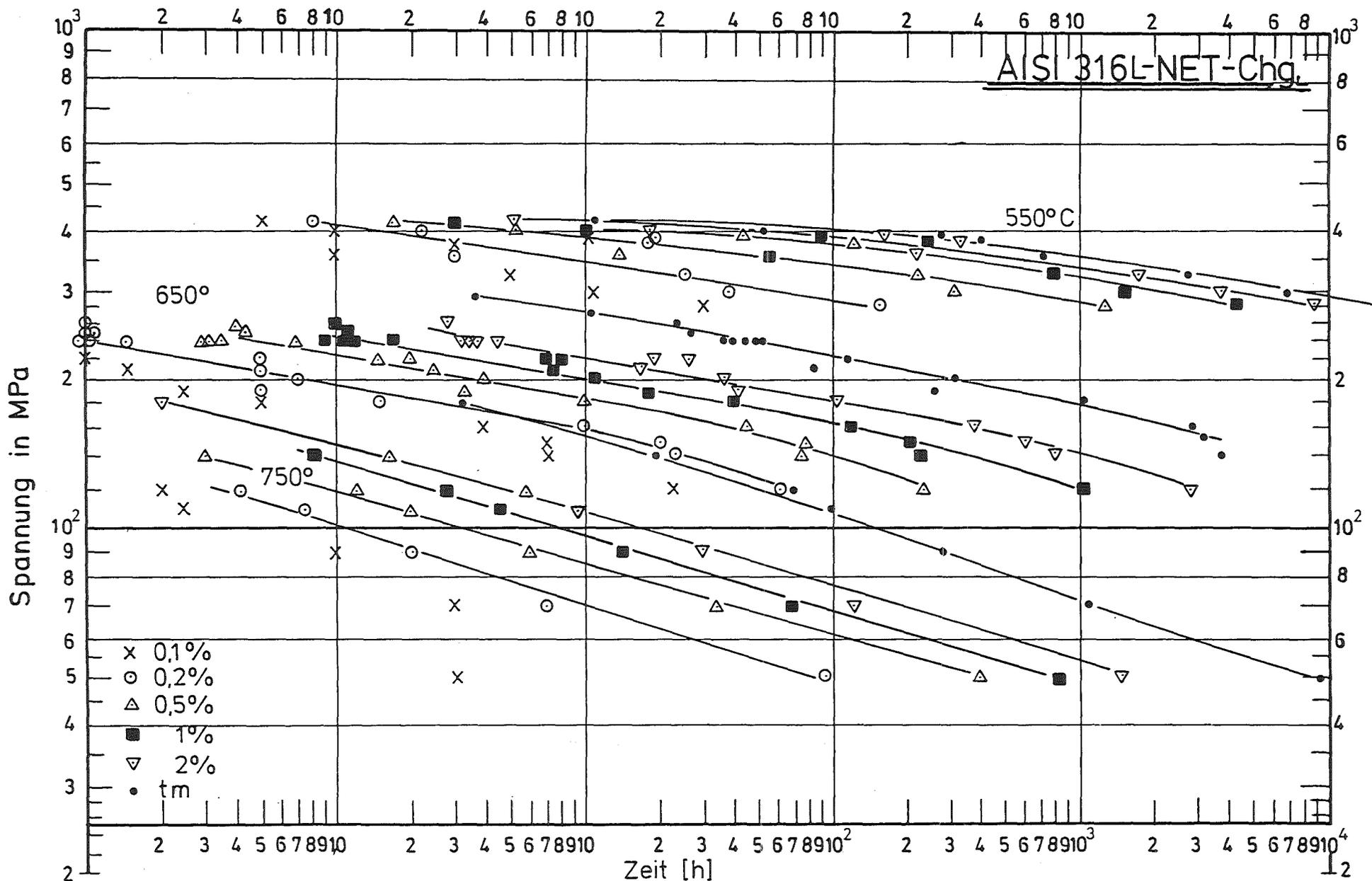


Bild 12: Zeit - Dehngrenzen -Kurven

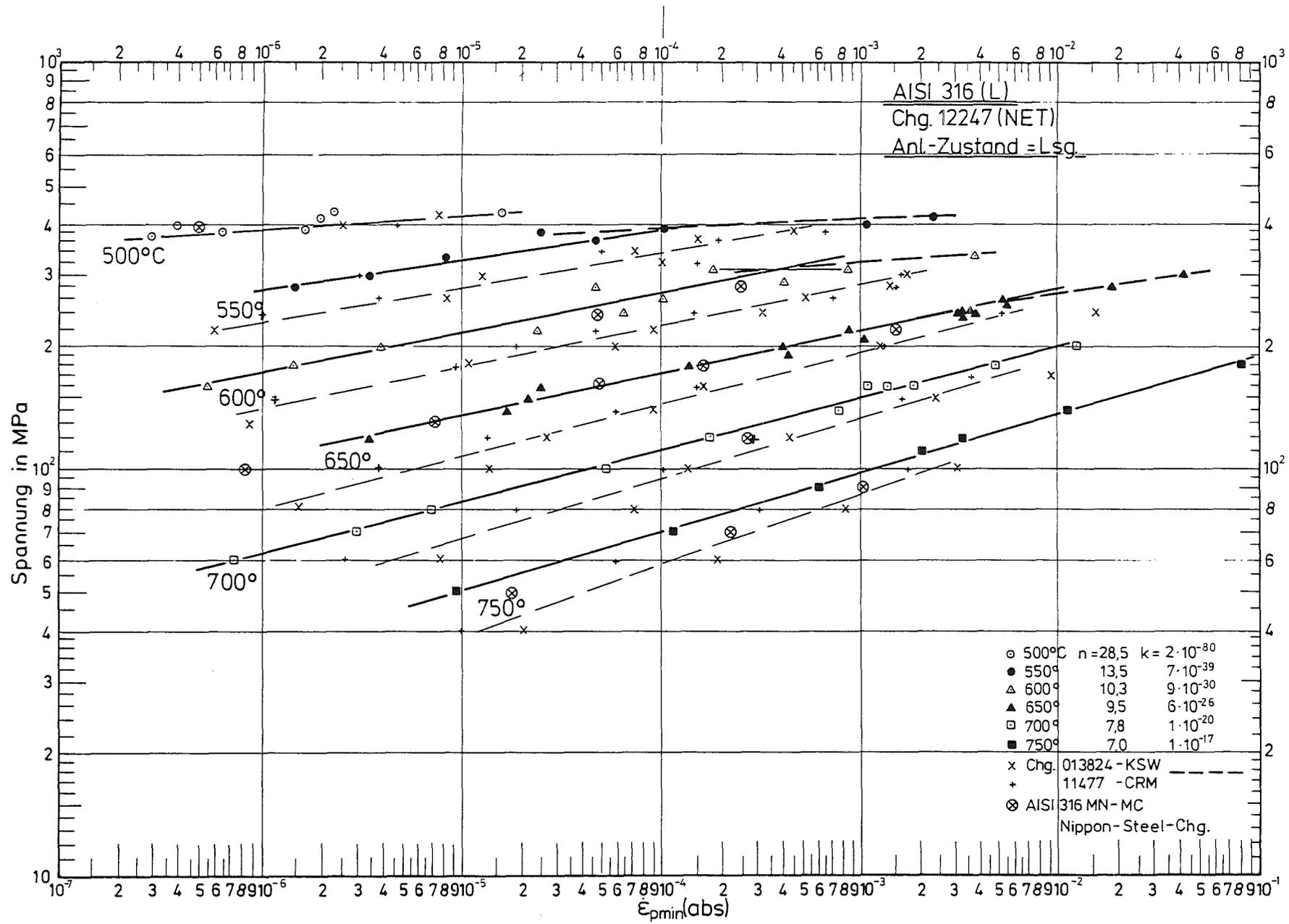


Bild 13: Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

AISI 316(L) Lösungsgeglüht

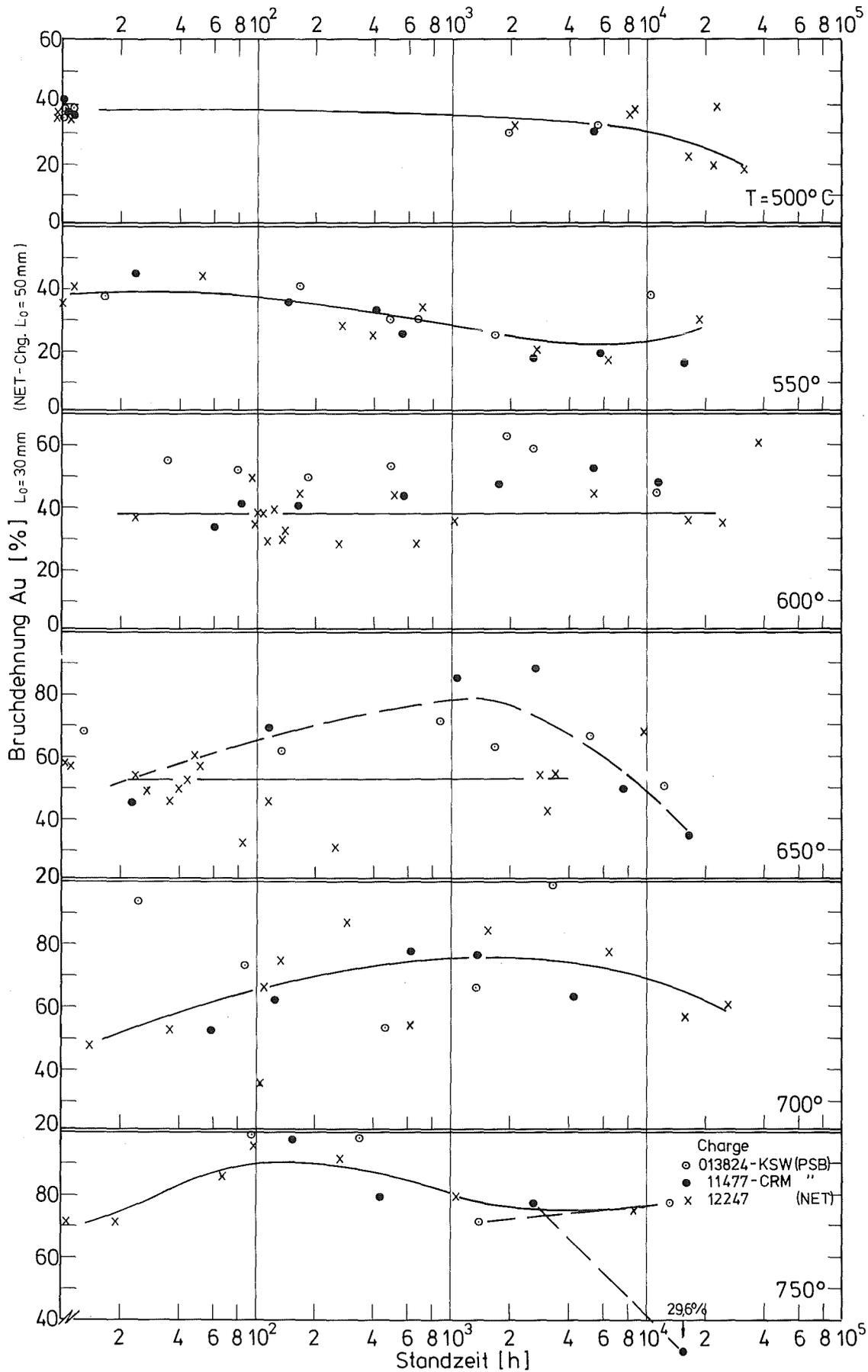


Bild 14: Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit

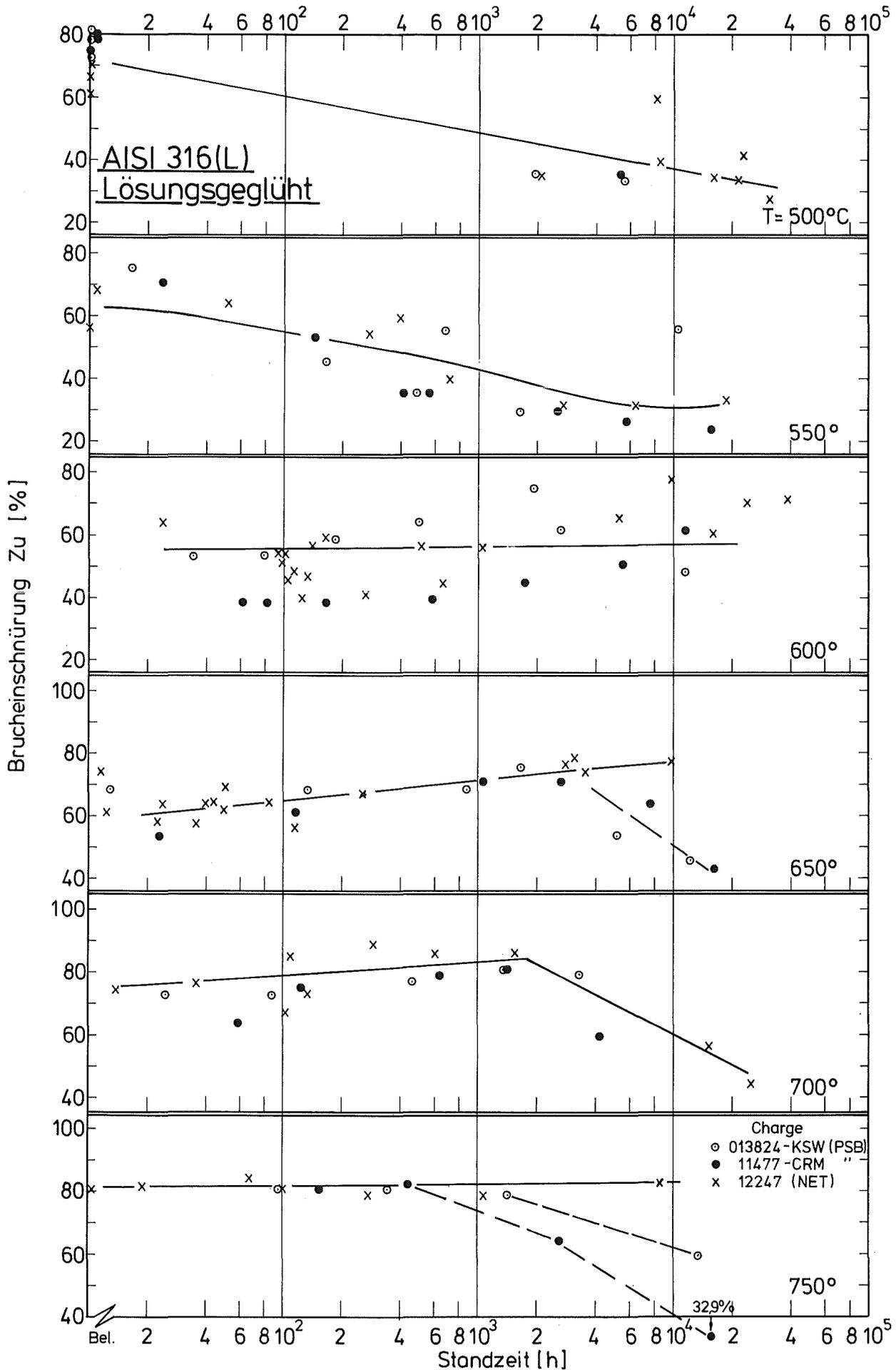
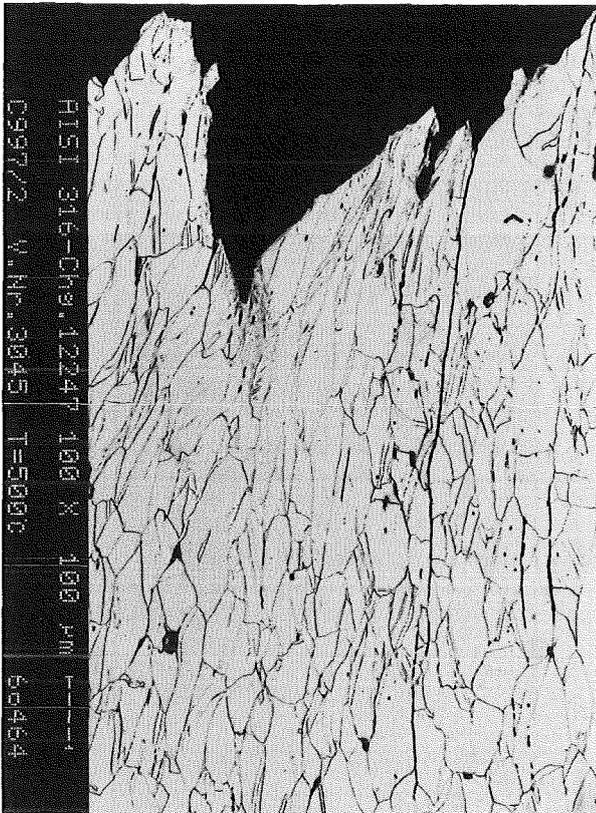


Bild 15: Brucheinschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit

AISI 316-NET

Bild17

500° 425 MPa 811ostd

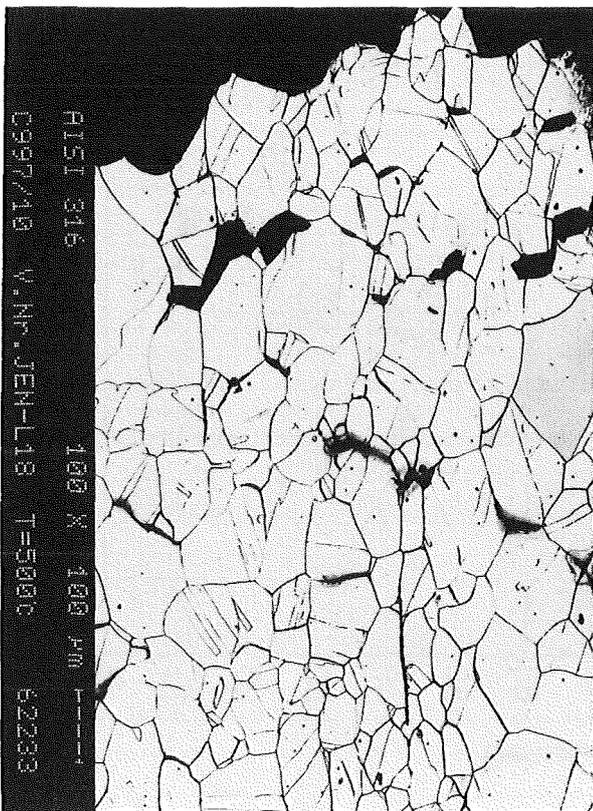


a.

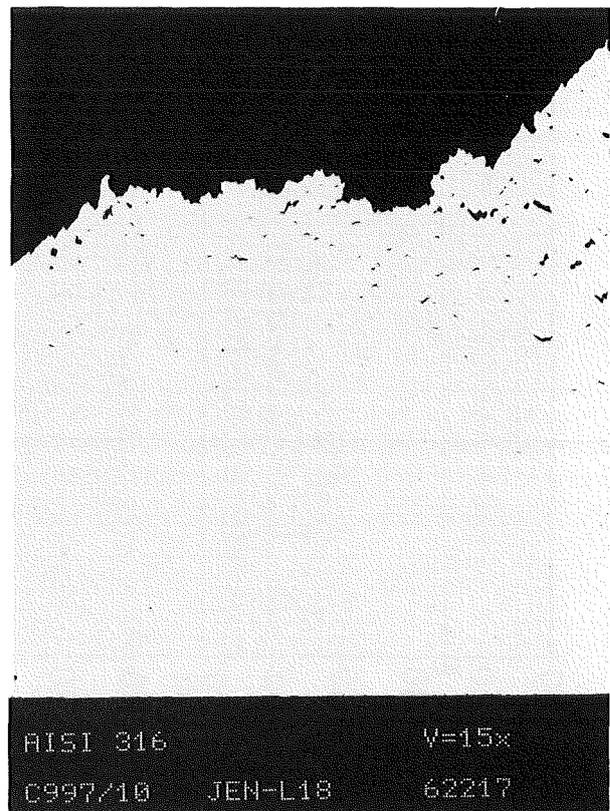


500° 370 MPa 30 613 std

1mm



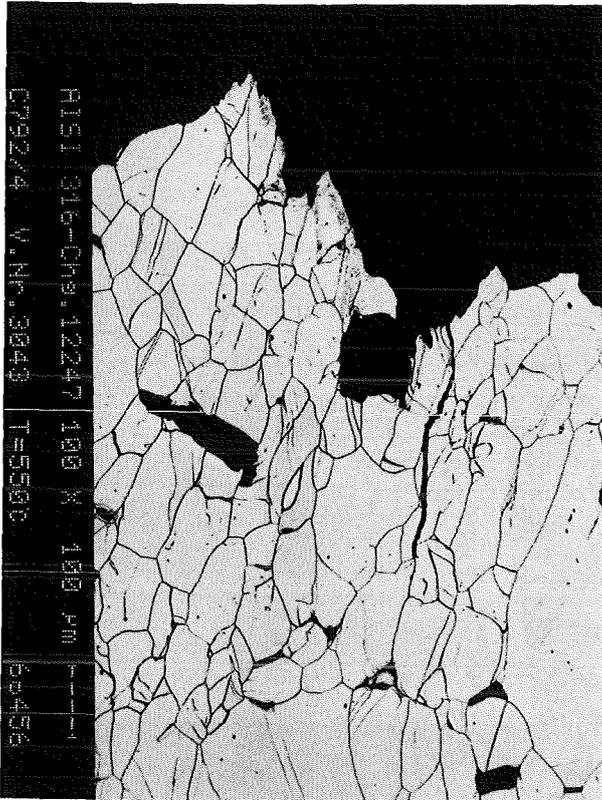
b.



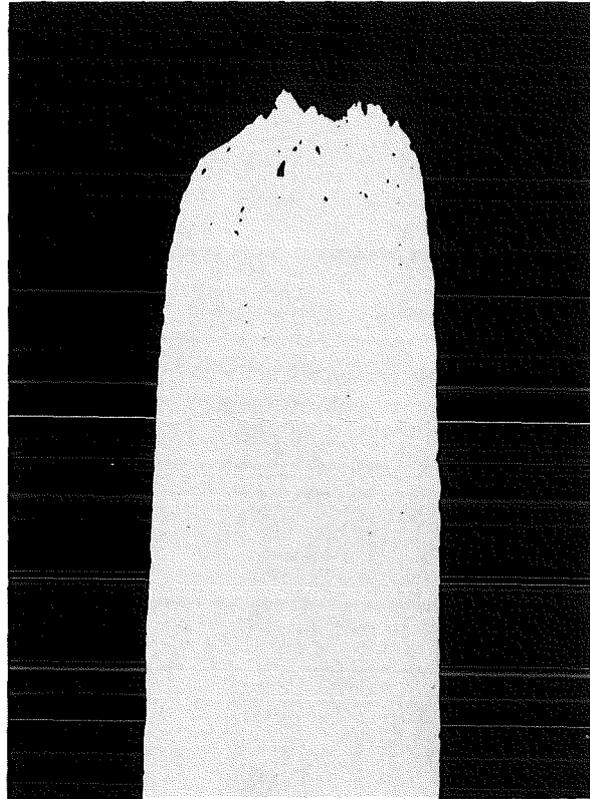
AISI 316-NET

Bild 18

550° 330 MPa 2719 std



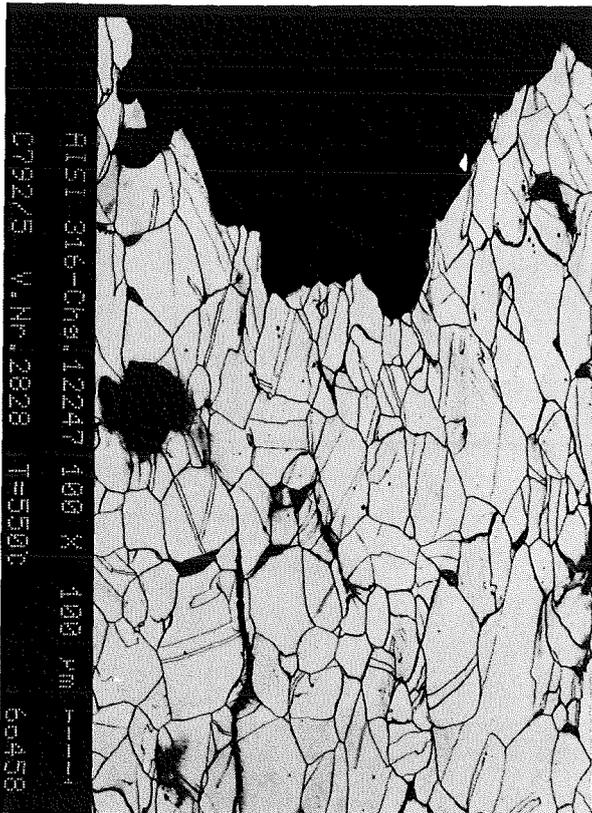
a



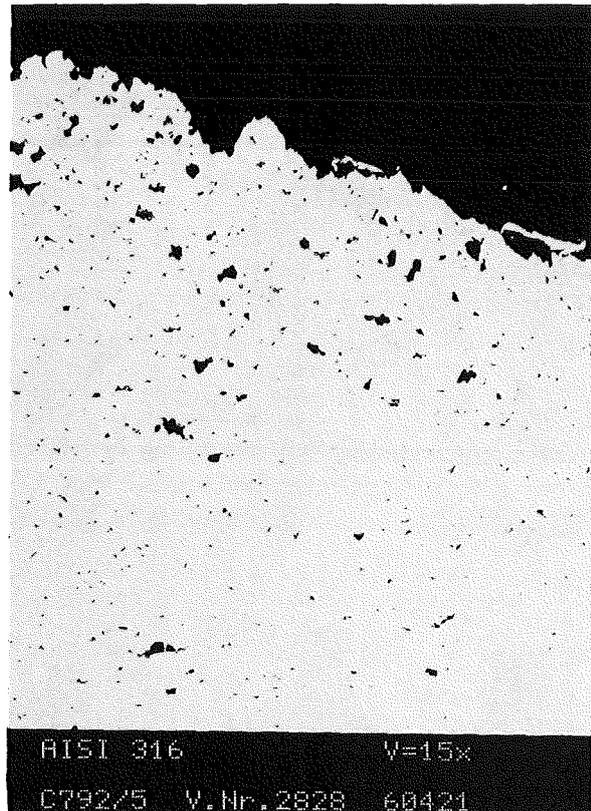
57752

1mm

550° 280 MPa 18 967 std



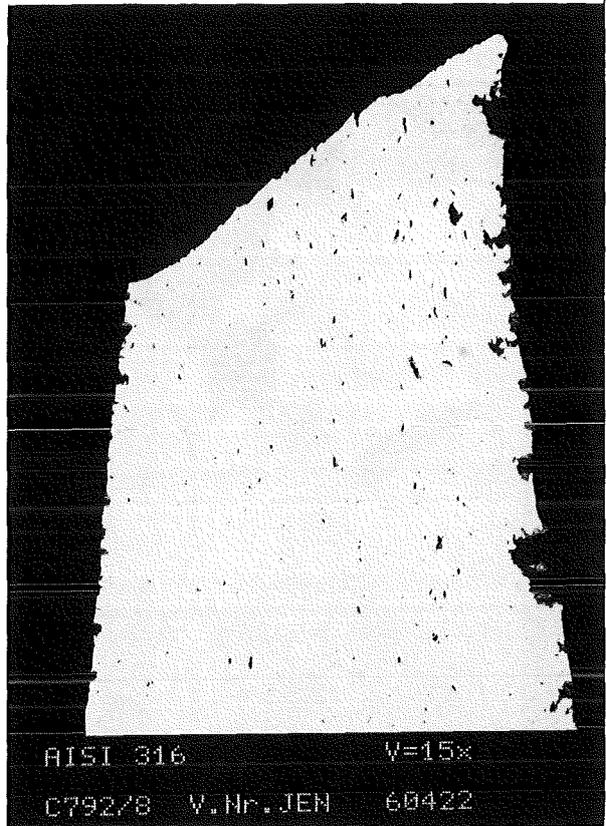
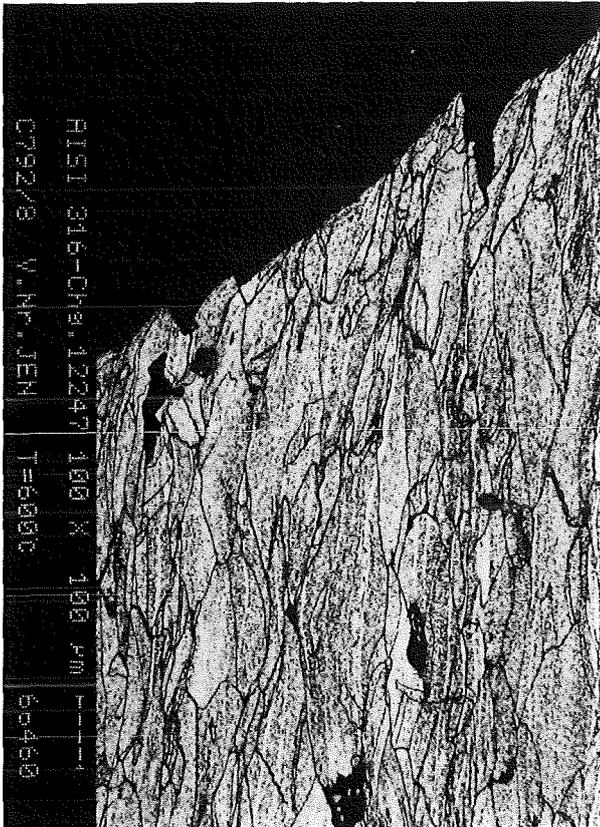
b



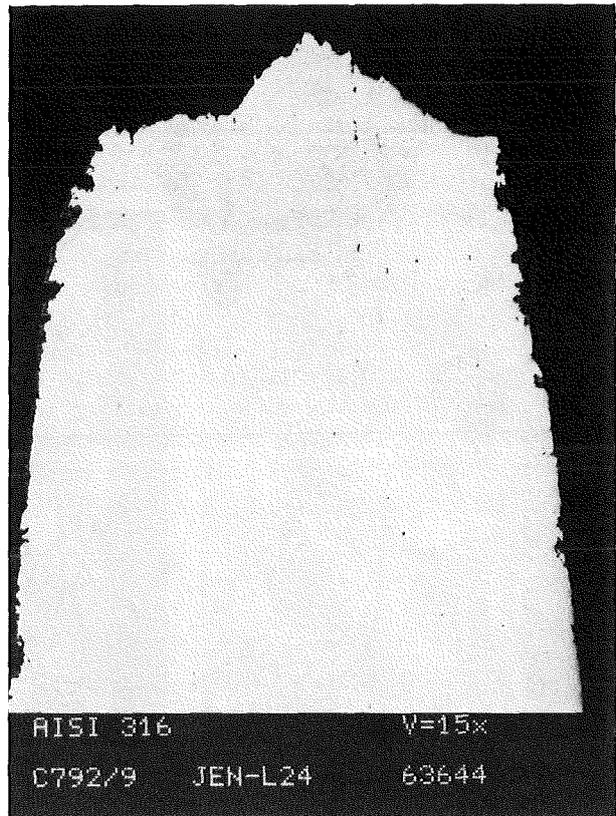
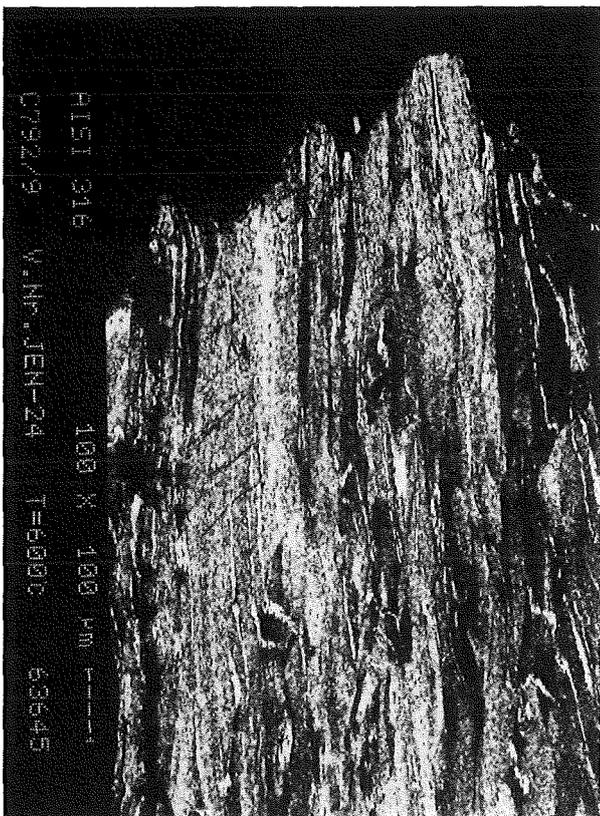
AISI 316-NET

Bild 19

600° 220 MPa 5380 std



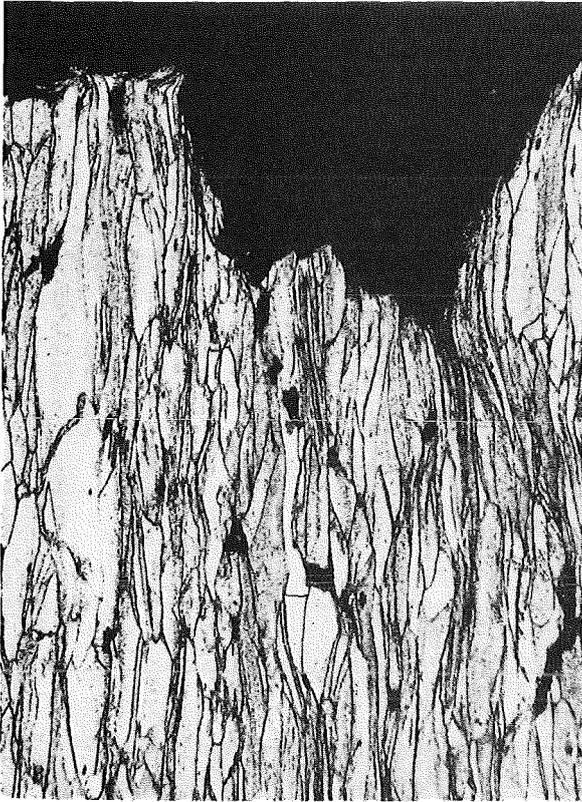
600° 160 MPa 39 668 std



AISI 316-NET

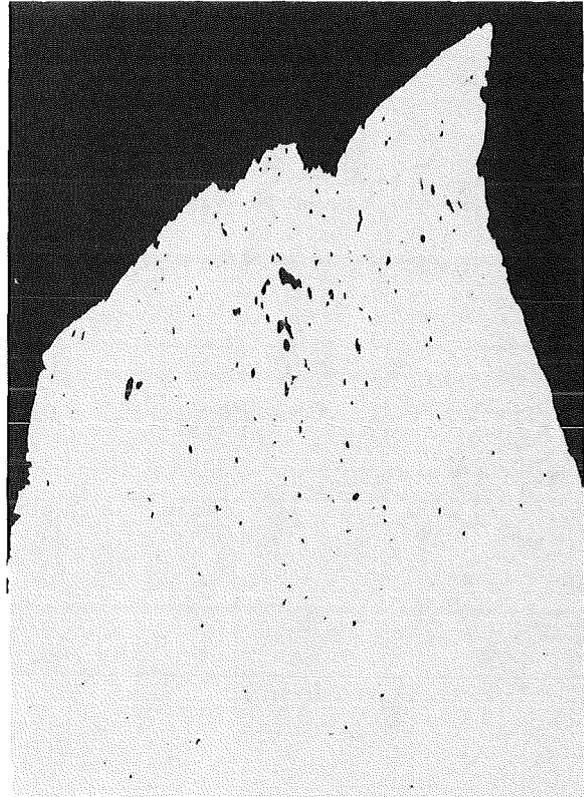
Bild 2o

650° 190 MPa 253 std



57765

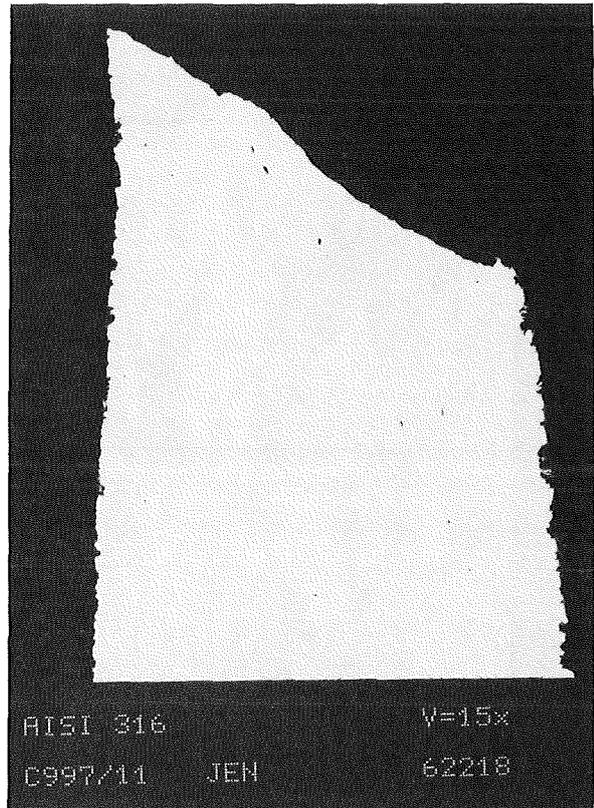
x100



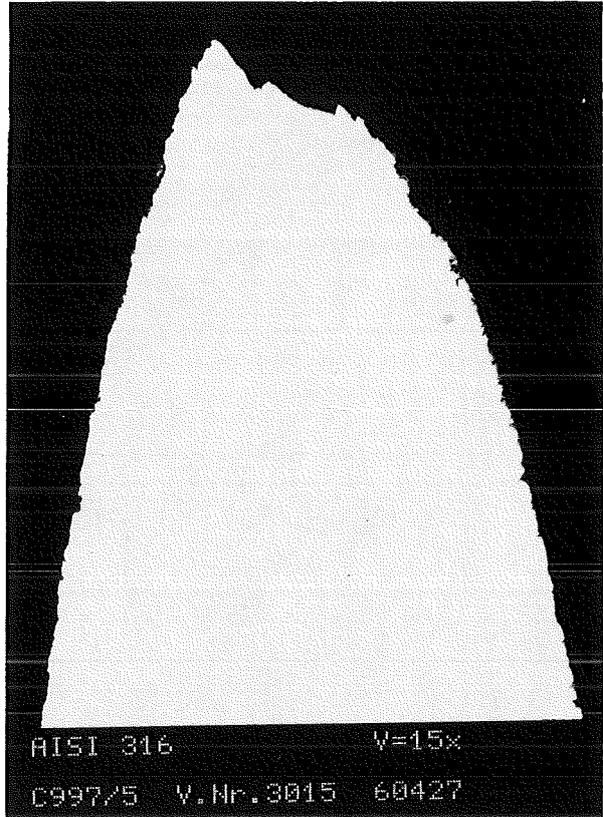
57764

x15

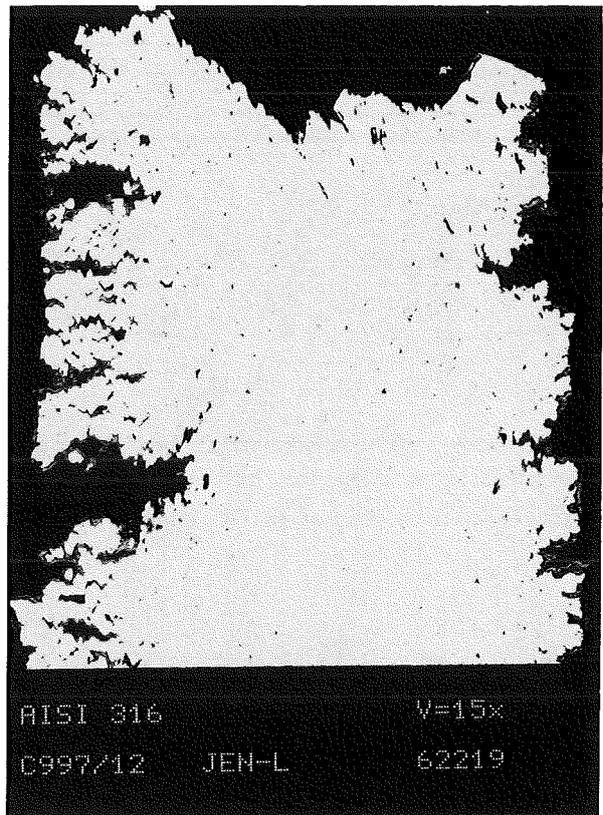
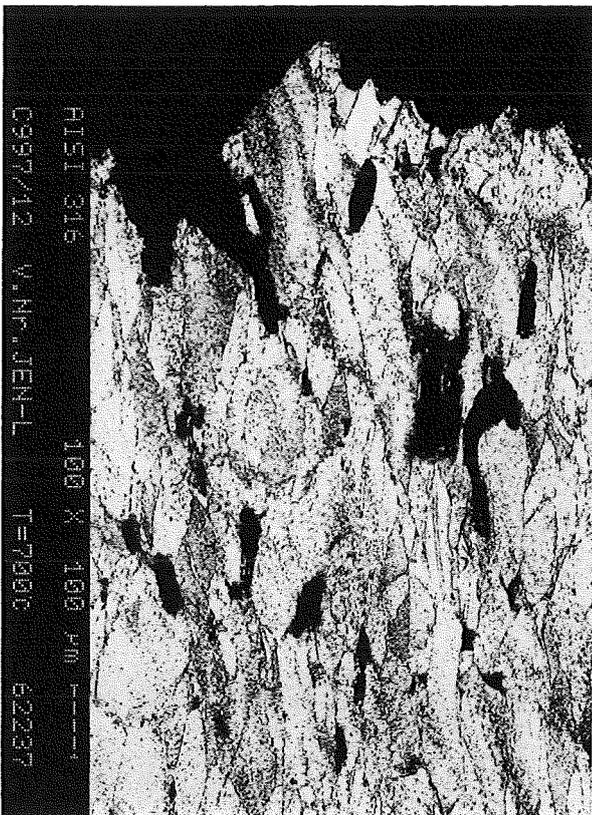
650° 120 MPa 9885 std



700° 120 MPa 604 std



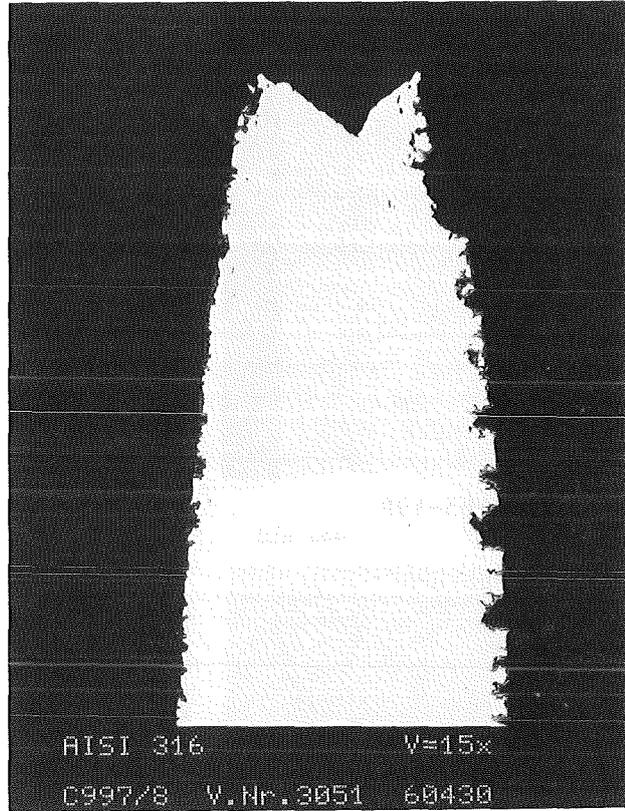
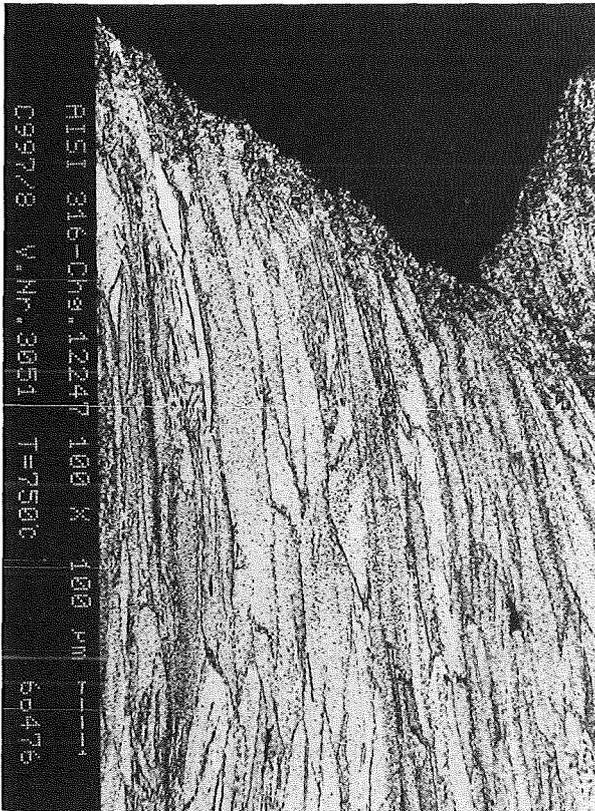
700° 70 MPa 15 466 std



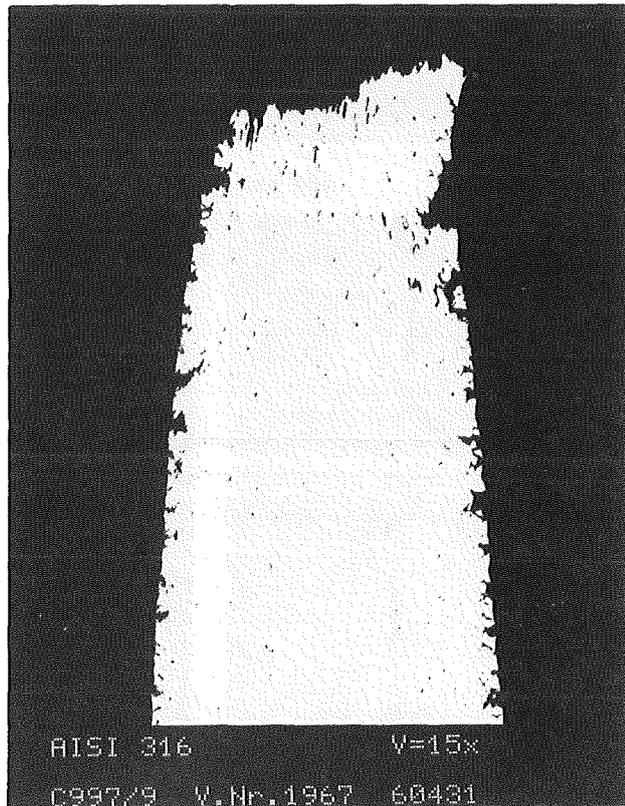
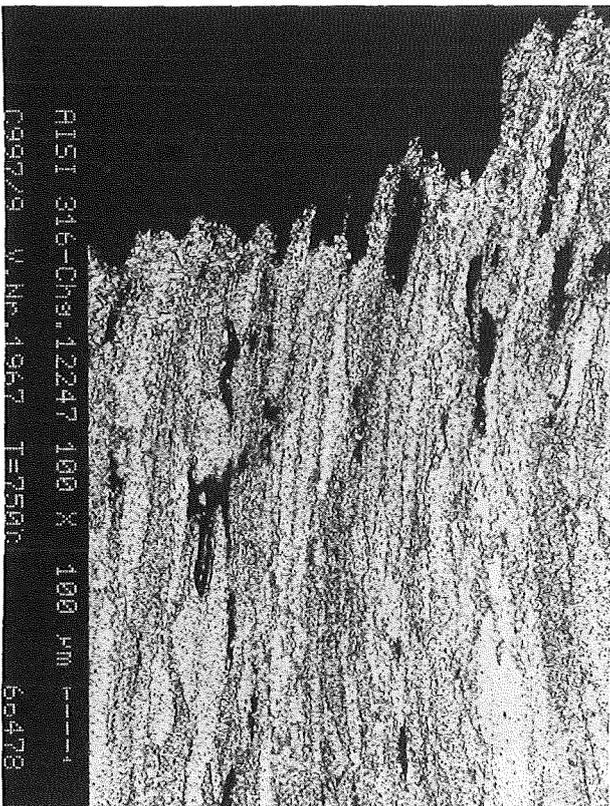
AISI 316-NET

Bild 22

75° 70 MPa 1092 std



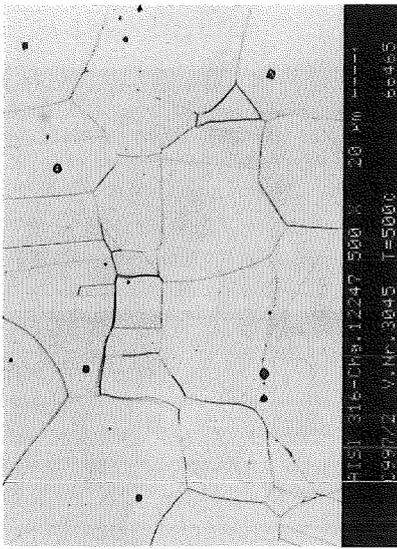
75° 50 MPa 8561 std



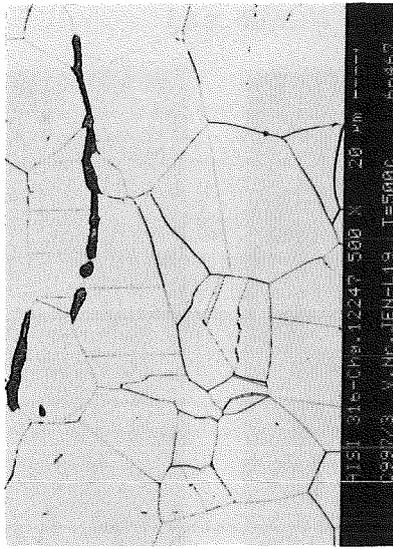
AISI 316-NET

Bild 23

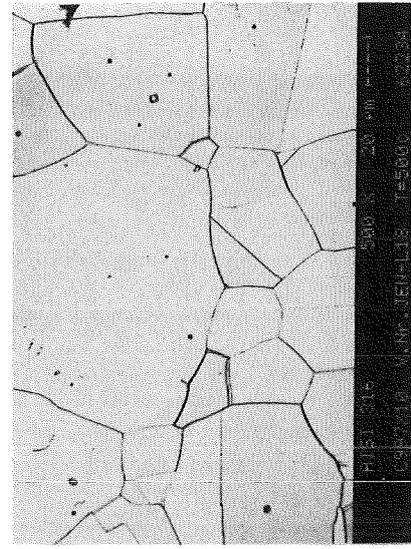
500° 811o std



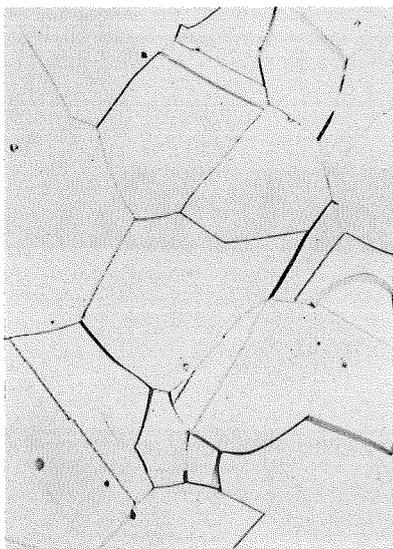
16 213 std



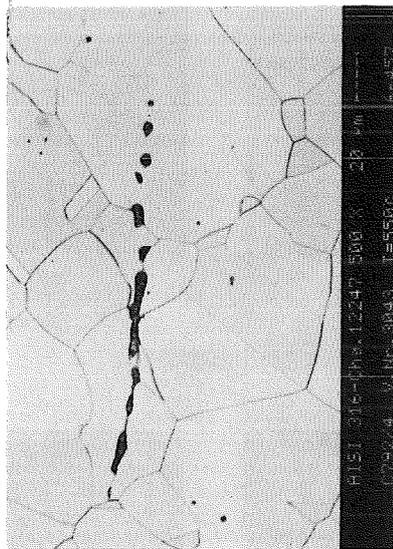
3o 613 std



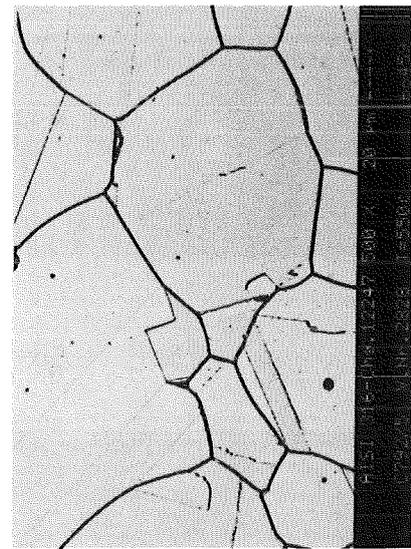
HV30=165-198
550° 400 std



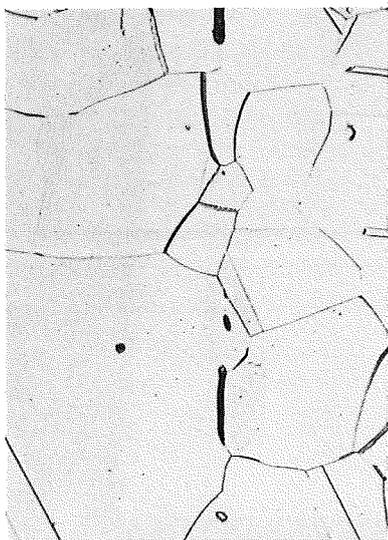
150-181
2719 std



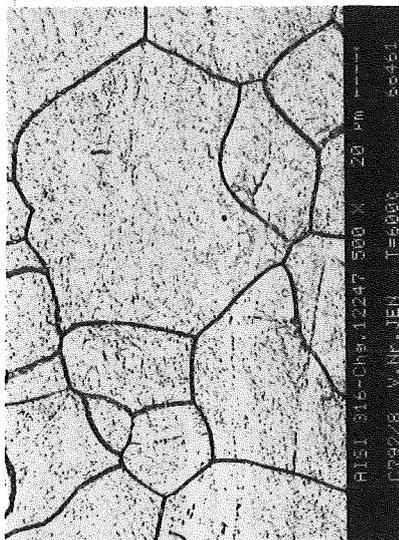
136-154
18 967 std



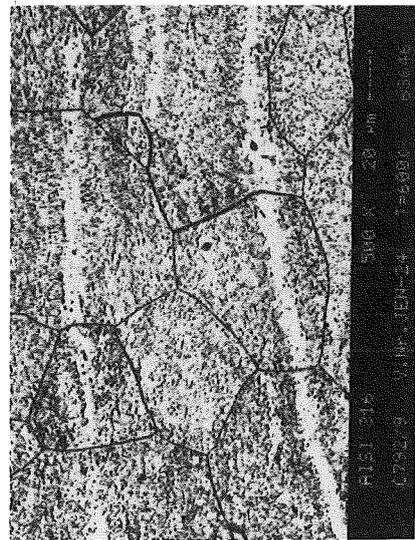
600° 664 std



145-171
538o std



145-184
39 668 std



142-149

150-171

175-185

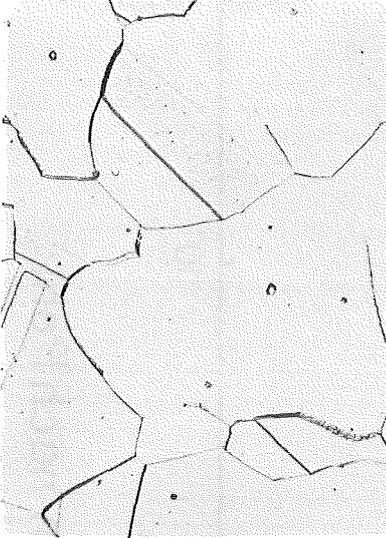
x500

ATSI 316-NET

Bild 24

650°

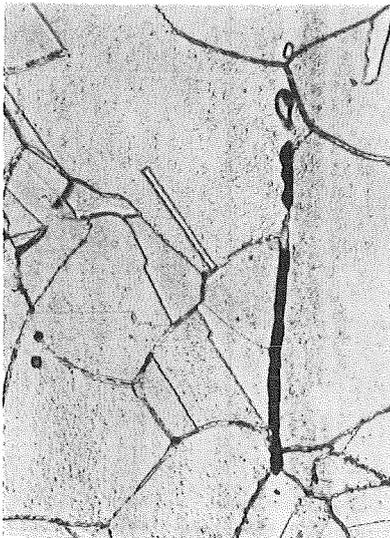
51 std



HV30=140-150

700°

110 std



150-151

750°

19 std



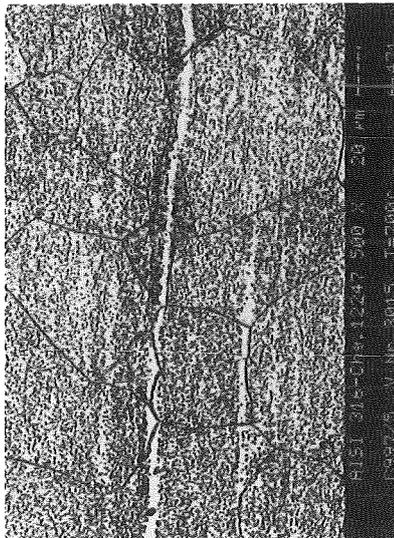
140-150

253 std



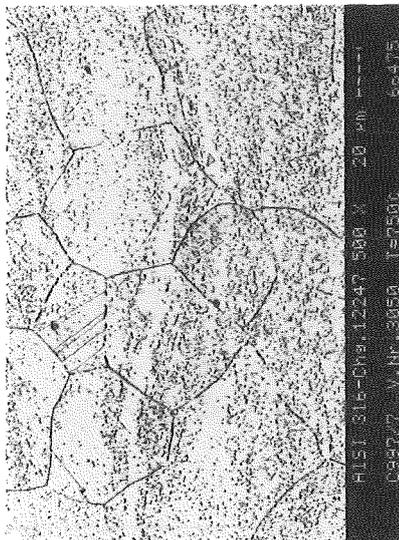
146-156

604 std



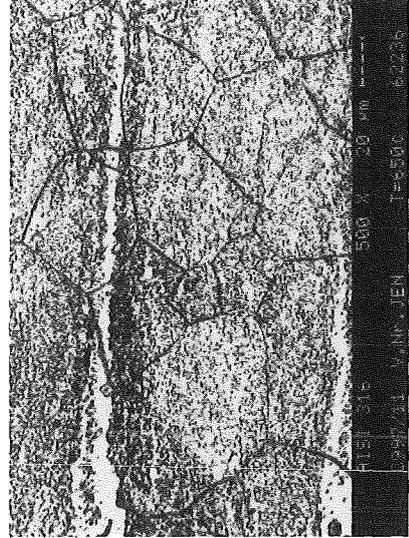
165-177

271 std



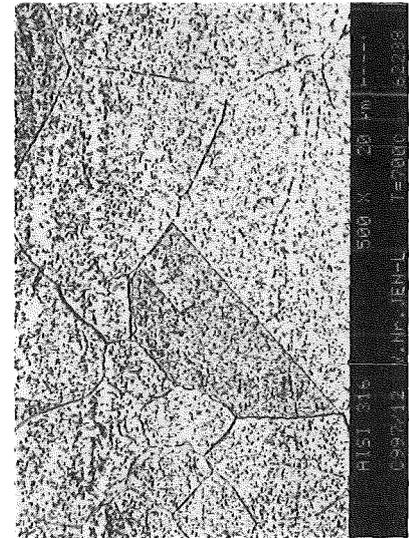
165-168

9885 std



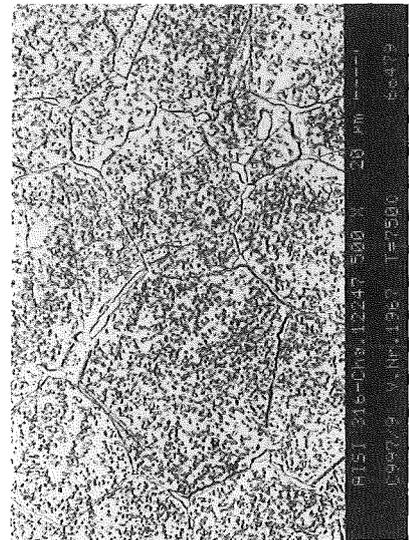
167-181

15 466 std



184-187

8561 std



177-184

x500

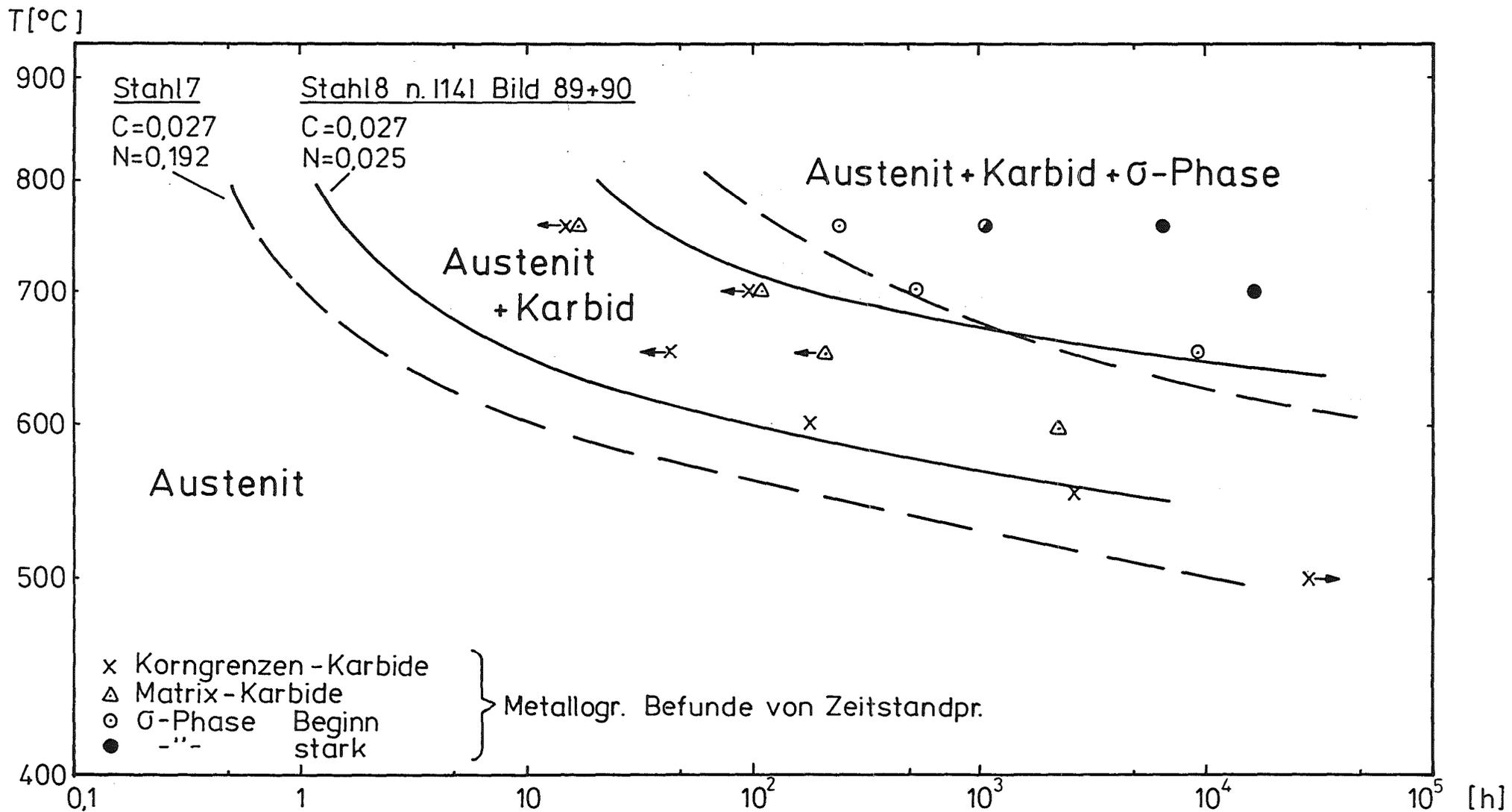


Bild 25: Stahltyp X2CrNiMo1713

Zeit - Temperatur - Ausscheidungsdiagramm nach Pohl

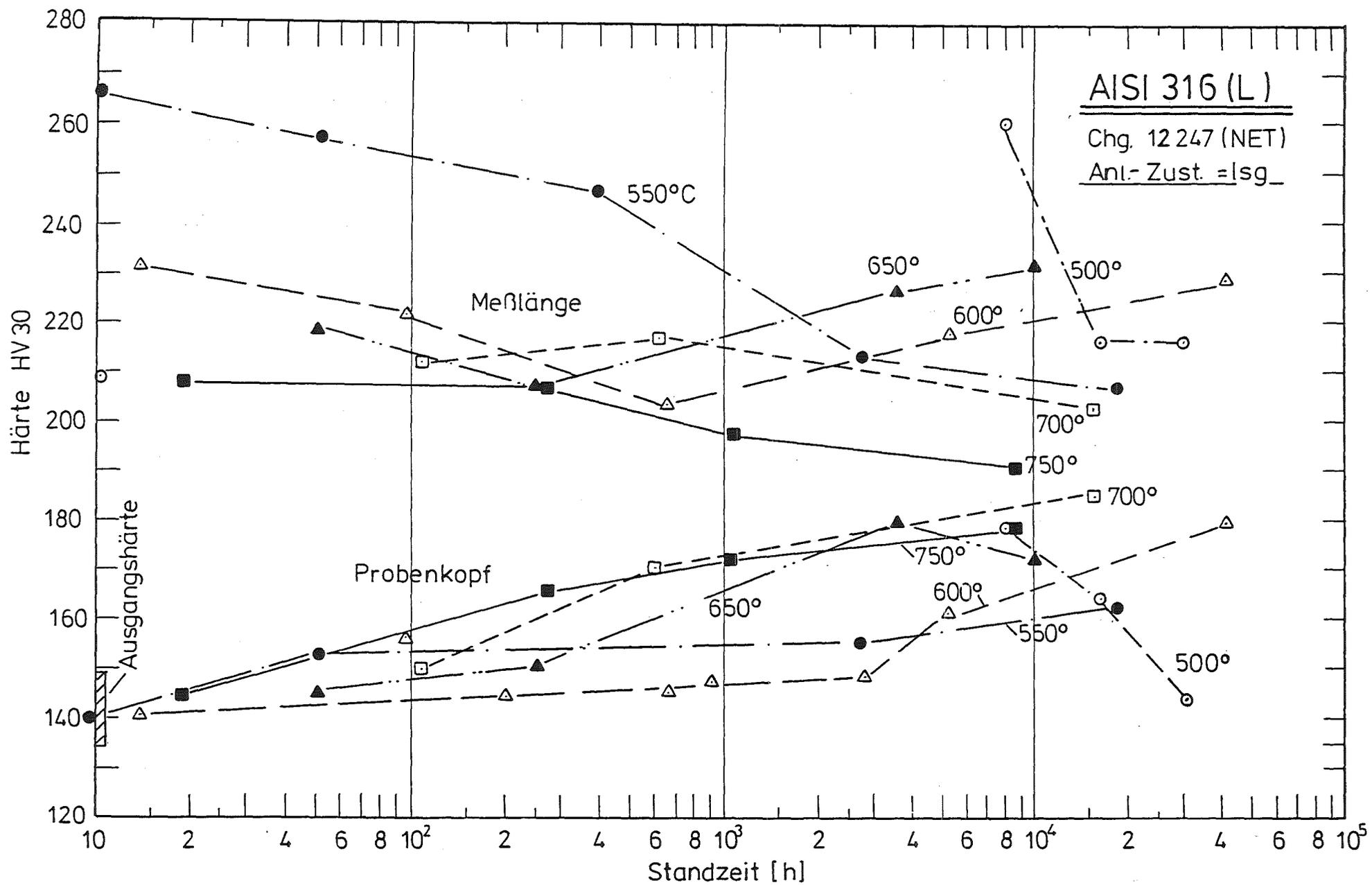


Bild 26: Härte in Abhängigkeit von der Standzeit

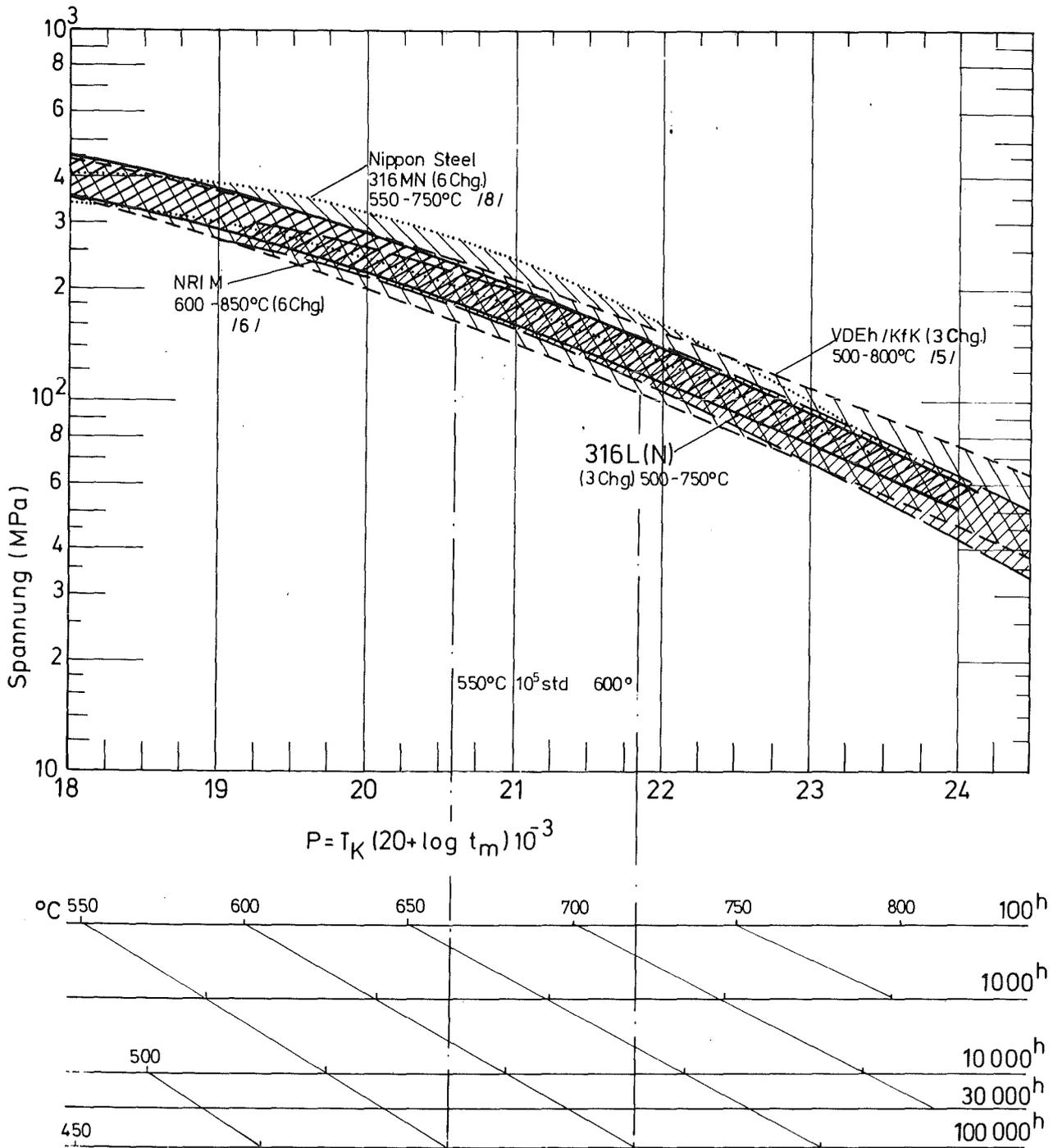


Bild 27: Zeitstand-Hauptkurve
Larson-Miller-Parameter

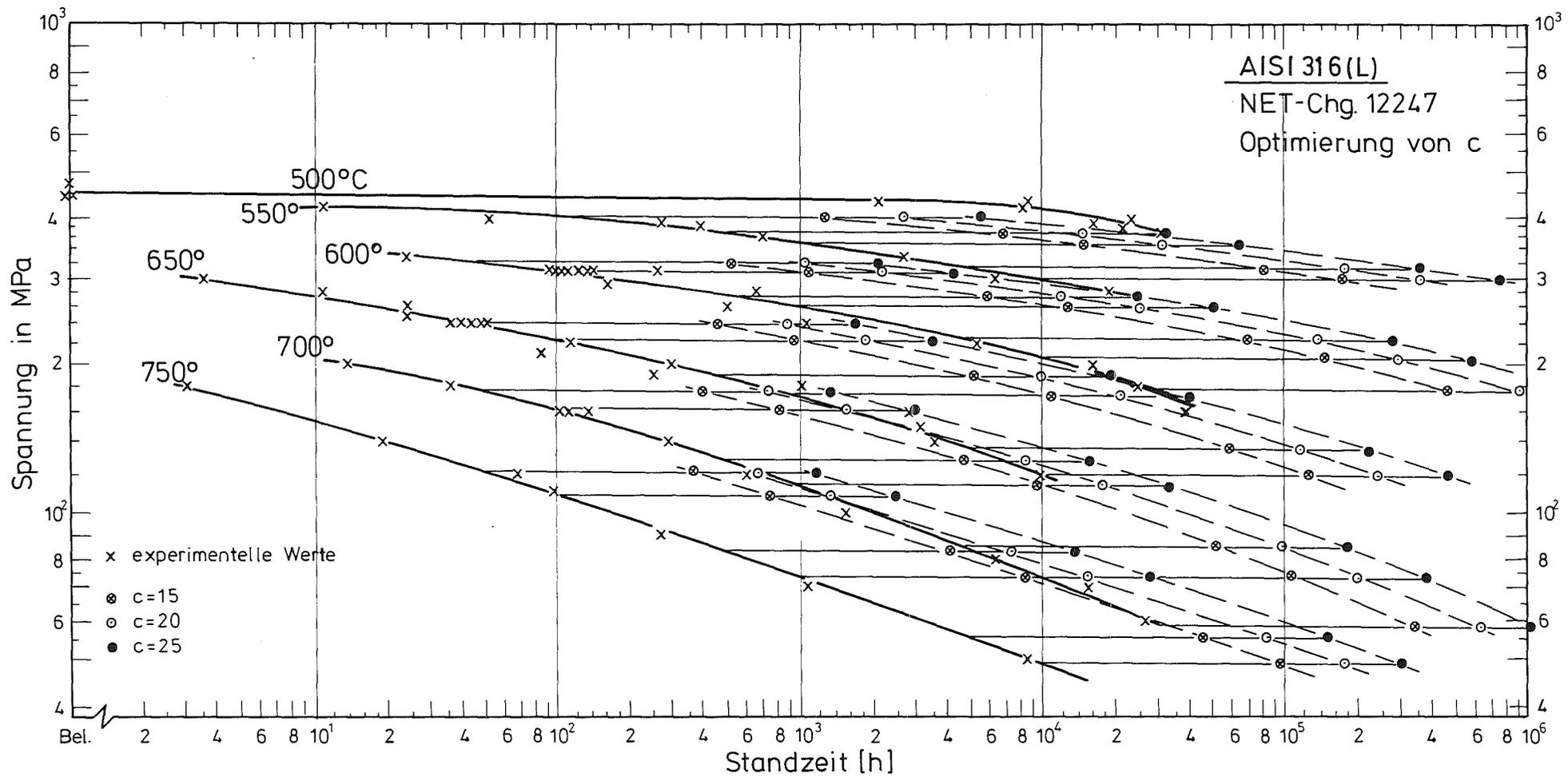


Bild 28: Vergleich experimentelle Daten zu extrapolierten Daten (n.Larson-Miller)

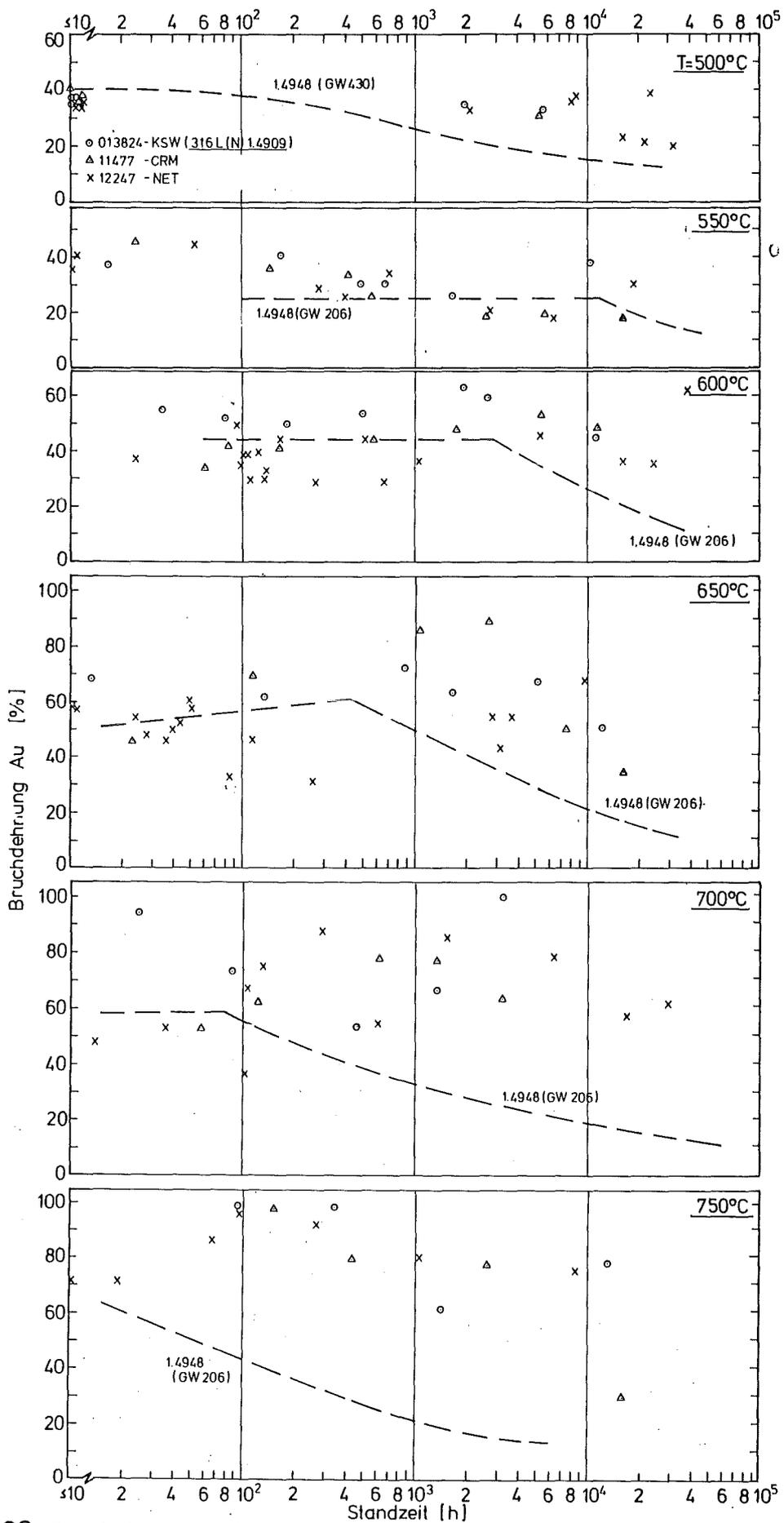


Bild 29 Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit
Vergleich 1.4948-1.4909

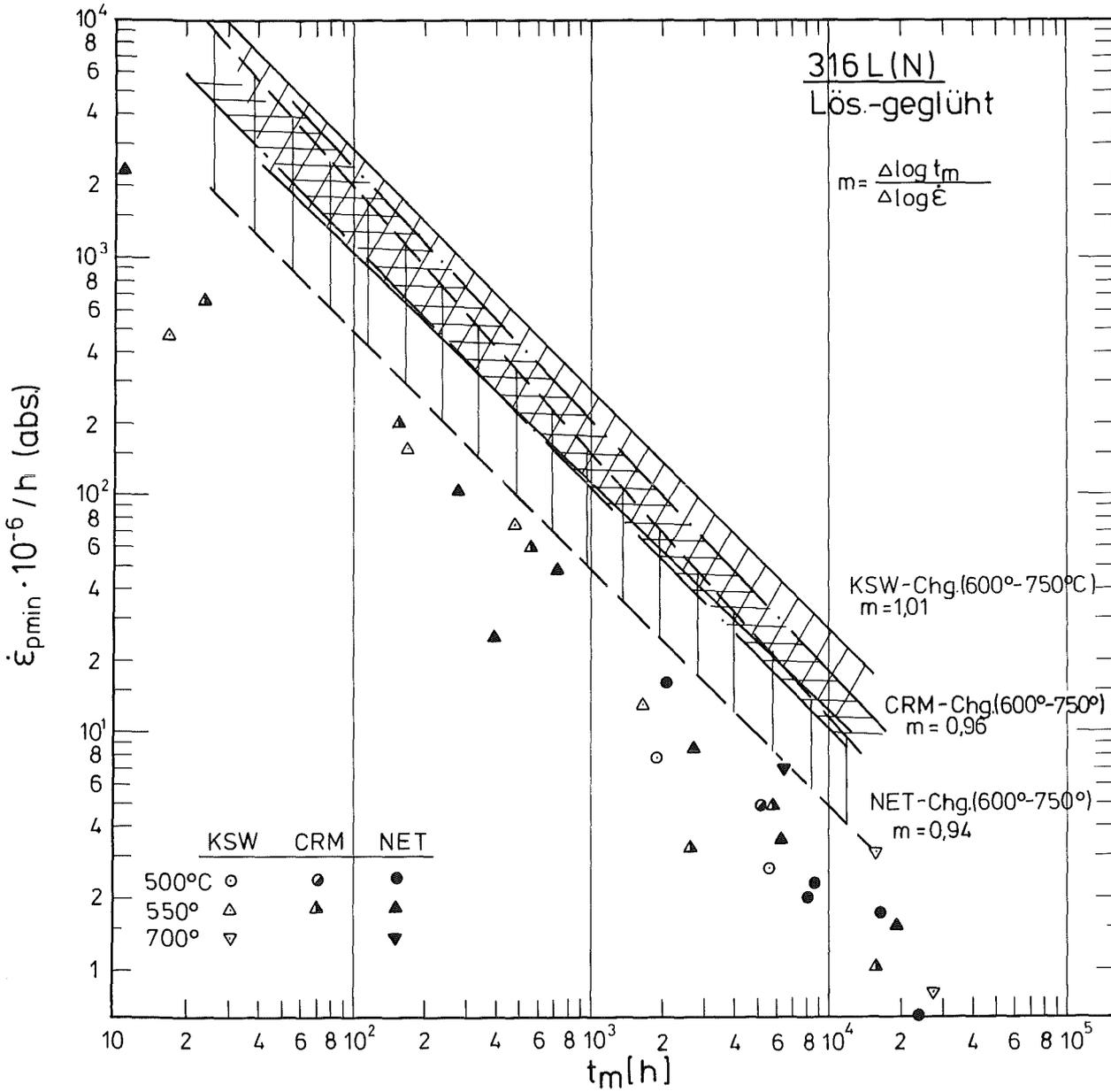


Bild 30 Min. Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ → Standzeit (n. Monkman + Grant)