

KfK 4217  
Juni 1987

**Zeitstand- und Kriechversuche  
am SNR 300-Hüllrohrwerkstoff  
X10NiCrMoTiB 1515  
(DIN 1.4970) im Referenzzustand  
(lsg + k.v. + gegläht)**

M. Schirra, B. Ritter  
Institut für Material- und Festkörperforschung  
Projekt Schneller Brüter

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



**KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE**

**Institut für Material- und Festkörperforschung  
Projekt Schneller Brüter**

**KfK 4217**

**Zeitstand- und Kriechversuche am SNR 300-Hüllrohrwerkstoff  
X10NiCrMoTiB 1515 (DIN 1.4970)  
im Referenzzustand (lsg + k.v. + gegläht)**

**M.Schirra - B.Ritter**

**Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe**

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

## **Kurzfassung**

Am SNR-300-BE-Hüllwerkstoff X10NiCrMoTiB 1515 (1.4970) wurden im Referenzzustand Zeitstandversuche im Temperaturbereich 600-700 °C durchgeführt, die den Zeitraum bis rd. 42 000 std abdecken. Das wesentliche Ergebnis der Langzeitversuche ist neben der experimentellen Absicherung der verfügbaren Zeitstandfestigkeits- und Zeit-Dehngrenzenwerte, der Befund, daß im Bereich niedriger Spannungen eine geänderte Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit vorliegt und zwar zu höheren Kriechraten hin. Ein Ergebnis, das nicht durch Extrapolation von Versuchen kürzerer Dauer vorhersehbar war. Die Duktilität ist weitgehend standzeitunabhängig. Die Bruchdehnung liegt im Standzeitbereich  $10^2 - 2 \cdot 10^4$  std zwischen 10 - 15% für  $T = 600 - 700$  °C. Sich ändernde Abhängigkeiten mechanischer Kennwerte lassen sich gut mit dem Zeit-Temperatur-Ausscheidungsverhalten korrelieren.

## **Abstract**

**Creep-rupture tests on the SNR 300 cladding-material X10NiCrMoTiB 1515 (DIN 1.4970) in the reference heat treatment (solution-annealed + cold-working + annealed)**

The SNR 300-cladding material X10NiCrMoTiB 1515 (DIN 1.4970) was creep tested in the temperature range of 600-700 °C over rupture time up to 42 000 hours. In addition to the availability of the experimental values for the reliability of the design, the remarkable result is the change of the stress-dependency of the minimum creep rate in the range at lower stresses with the tendency to higher creep-rate. A result which we cannot extrapolate from short-time-tests. The creep-rupture ductility in the time range of  $10^2 - 2 \cdot 10^4$  hours enclose values from 10-15% at test temperatures of 600-700 °C. They can correlate the mechanical test results with the time-temperature-precipitation behaviour.

<b>Gliederung</b>		<b><u>Seite</u></b>
<b>1.</b>	<b>Einleitung</b>	<b>3</b>
<b>2.</b>	<b>Versuchsmaterial</b>	<b>4</b>
<b>3.</b>	<b>Versuchsdurchführung</b>	<b>4</b>
<b>4.</b>	<b>Versuchsergebnisse</b>	<b>5</b>
4.1	<u>Kurzzeitfestigkeit</u>	5
4.2	<u>Langzeitverhalten</u>	6
4.2.1	Zeitstandfestigkeit und Zeit-Dehngrenzen	6
4.2.2	Kriechverhalten und Aktivierungsenergie	8
4.2.3	Bruchdehnung und -einschnürung	9
4.3	<u>Metallografische Nachuntersuchungen und Härtemessungen</u>	9
<b>5.</b>	<b>Literatur</b>	<b>11</b>



**Zeitstand- und Kriechversuche am SNR 300-Hüllrohrwerkstoff  
X10NiCrMoTiB 1515 (DIN 1.4970)  
im Referenzzustand (lsg + k.v. + gegläht)**

**1. Einleitung**

Die austenitischen Stähle, die als potentielle Hüllwerkstoffe in der engeren Wahl standen, wurden in jeweils zahlreichen Vorbehandlungszuständen untersucht, um eine optimale Vorbehandlung zu erreichen, die den verschiedenen Ansprüchen, die an eine BE-Hülle gestellt werden, weitgehend gerecht wird /1-3/. Für den titanstabilisierten Stahl X10NiCrMoTiB 1515 (W.-Nr. 1.4970), der als Hüllwerkstoff für die SNR 300-Brennelemente ausgewählt wurde /4,5/, besteht die Vorbehandlung aus Lösungsglügen 1060-1120 °C 5 min + ca. 15% Kaltverformung + 800 °C 2 h.

In bezug auf das mechanische Langzeitverhalten (unbestrahlt und bestrahlt) und das Schwellen, als wesentliche Auswahlkriterien, zeigte dieser Stahl in diesem Referenzzustand, der auch als "Industriezustand" in Versuchsprogrammen und Berichten Eingang fand, ein deutlich besseres Verhalten als die anderen Hüllrohrvarianten. Diese Aussage basiert auf einem Kenntnisstand, der das Ergebnis von umfangreichen Versuchsprogrammen an den potentiellen Hüllwerkstoffen in verschiedenen Vorbehandlungszuständen und mehreren Materialchargen ist /6/. Die Versuchsmaterialien lagen als Rohrproben in SNR-Hüllrohrabmessung, Blechen und Stangenmaterial vor.

Der vorliegende Bericht beschreibt abschließend die Ergebnisse von Zeitstandversuchen am Stahl X10NiCrMoTiB 1515 (1.4970) im Referenzzustand, die im Temperaturbereich 600-750 °C an Rundproben (Vollmaterial) den Beanspruchungszeitraum bis rd. 42 000 std abdecken (unbestrahlt). Über diese Versuche wurde schon in einem früheren Stadium berichtet, als die Versuchsreihe den Zeitraum 5-10 000 std abgedeckt hatte. Insbesondere die in der Zwischenzeit abgeschlossenen Langzeitversuche, die bei 700 °C den Bereich niedriger Versuchsspannungen (70-160 MPa) abdecken, ergaben hinsichtlich des Kriechverhaltens Ergebnisse, die aus Versuchen kürzerer Dauer nicht zu extrapolieren waren.



## 2. Versuchsmaterial

Das Ausgangsmaterial lag ursprünglich in  $\varnothing$  75 mm als Lieferung der Firma Sandvik vor. Bei der Firma Saarstahl (vormals Röchling/ARBED) wurde es zu Stangen von  $\varnothing$  13 und  $\varnothing$  15 mm geschmiedet und unter Betriebsbedingungen bei 1100 - 1120 °C 1 h lösungsgeglüht (Bild 1a und b). Die Korngröße lag bei 80 - 250  $\mu$ m und die gemessenen Härtewerte (HV30 = 191 - 206) wiesen darauf hin, daß vom Umformungsprozeß noch eine Matrixverfestigung vorhanden war. Erste Zugversuchsergebnisse ergaben extreme Streuungen. Deshalb wurden die schon angefertigten Proben bei 1000 °C 16 h/Luft gegläht. Diese Glühung bewirkte eine Rekristallisation mit feinerem Korn (30 - 80  $\mu$ m) sowie eine Homogenisierung (Bild 1c und d). Anschließend wurde bei 1100 °C 30'/L (30' bezieht sich auf die Ofenverweilzeit, inkl. Aufheizzeit des Probenpaketes und sollte 5-10 min im Durchlaufverfahren der dünnwandigen BE-Hüllrohre entsprechen) lösungsgeglüht (Bild 2a und b). Die Matrixhärte nach dem Lösungsglühen (HV30 = 127- 129) ist für diesen Stahl als normal anzusehen. Durch Recken auf einer Zerreißmaschine wurden die Proben um 15% kaltverformt und anschließend bei 800 °C 2 h/Luft gegläht (Bild 2c und d).

Die chemische Zusammensetzung geht aus Tabelle 1 hervor. Die Werksanalyse der Charge 8-21561 bezog sich auf  $\varnothing$  75 mm Abmessung und die IMF-Analyse wurde nach dem Umschieden und Lösungsglühen erstellt. Das dürfte die Diskrepanz in den Bor-Angaben erklären, die dem unteren und oberen Wert der Spezifikation entsprechen. Alle übrigen analysierten Elemente liegen innerhalb der Spezifikation. Angegeben ist auch noch die Charge 8-29052 und 8-29053, auf die bei der Darstellung der Versuchsergebnisse noch Bezug genommen wird. Auffallend ist der erheblich höhere Bor-Gehalt dieser Schmelzen.

## 3. Versuchsdurchführung

Gefertigt wurden Gewindekopfproben mit  $\varnothing$  5 und  $\varnothing$  8 mm Meßlängendurchmesser. Durch den Reckvorgang für die 15%-ige Kaltverformung betrug die Versuchsabmessung  $\varnothing$  4,65 x 28,75 mm bzw.

$\varnothing$  7,4 x 57,5 mm (do x Lo). Die Zugversuche wurden auf einer elektronischen 5 t Maschine mit mechanischem Antrieb in Normalatmosphäre durchgeführt. Die Zeitstandversuche wurden aus Kapazitätsgründen teilweise in Vakuum-

Zeitstandprüfanlagen gefahren. Dies führt insbesondere bei 750 °C Prüftemperatur nicht zu einem Angriff der Oberfläche durch Oxidation.

Die Versuchstemperatur wird durch 3 über die Probenlänge verteilte Pt/Rh-Pt-Thermoelemente kontrolliert. Durch drei separat regelbare Heizzonen ist die Prüftemperatur über die Probenlänge konstant. Über die Versuchszeit beträgt die Schwankung max.  $\pm 2$  °C. Der Kriechverlauf wurde teilweise direkt an der Probe mit induktiven Wegaufnehmern abgegriffen und registriert bzw. mit Meßuhren indirekt über die Einspannbolzen erfaßt.

#### 4. Versuchsergebnisse

##### 4.1 Kurzzeitfestigkeit

Zugversuche wurden im Temperaturbereich von 600 - 800 °C durchgeführt. Die Ergebnisse sind im Bild 3 dargestellt und in Tabelle 2 zusammengefaßt. Die Zugfestigkeit fällt im o.g. Temperaturbereich von rund 430 N/mm<sup>2</sup> auf 250 N/mm<sup>2</sup> ab und die Streckgrenze von 375 auf 247 N/mm<sup>2</sup>. Die unterschiedlich starke Abnahme dieser beiden Kenngrößen bedeutet eine Änderung im Streckgrenzenverhältnis. Die gleichzeitige Zunahme der Brucheinschnürung und der Bruchdehnung geht auf Kosten der Gleichmaßdehnung  $A_{G1}$ .

Vergleicht man die Zugversuchsergebnisse mit denen des Zustandes 4 in /2/ (= lösungsgeglüht + 15% k.v. + 830 °C 20 h/L), so ist festzustellen, daß bis 750 °C kein signifikanter Unterschied besteht. Erst bei 800 °C Prüftemperatur liegt die Zugfestigkeit und Streckgrenze des Referenzzustandes (800 °C 2 h) um 20-30 N/mm<sup>2</sup> niedriger und die Duktilitätskennwerte etwas höher.

Im Kopfteil von Bild 3 ist noch die Streckgrenze für den nur lösungsgeglühten Zustand angegeben. Beim Aufbringen der Kaltverformung durch Recken auf einer Zerreißmaschine ergab sich auf diese Weise für RT die Streckgrenze. Ein Wert von 182-200 N/mm<sup>2</sup> bei 33 Proben zeigt den positiven Einfluß der Homogenisierung bei 1000 °C, wohingegen nach der unter Betriebsbedingungen durchgeführten Lösungsglühbehandlung (Bild 1a und b) die Streubreite bei 140 N/mm<sup>2</sup> lag!

## 4.2 Langzeitverhalten

### 4.2.1 Zeitstandfestigkeit und Zeit-Dehngrenzen

Im Bild 4 sind die im Temperaturbereich 600-750 °C erreichten Standzeiten in Abhängigkeit von der jeweiligen Spannung aufgetragen und die Standzeiten bei gleicher Prüftemperatur durch die Zeitstandfestigkeitskurve miteinander verbunden. Als Vergleich sind für 650 °C und 700 °C die Zeitstandfestigkeitskurven des in /2/ untersuchten Zustandes eingezeichnet mit der Auslagerung 830 °C 20 h nach dem Lösungsglühen + Kaltverformung. Bei 650 °C Prüftemperatur liegen die Zeitstandfestigkeitswerte des Referenzzustandes bei Beanspruchungszeiten  $> 10^3$  std. um 20-30 N/mm<sup>2</sup> höher. Dagegen zeigt der Verlauf der Zeitstandfestigkeitskurven bei 700 °C, daß für den Referenzzustand mit zunehmender Standzeit eine stärkere Abnahme der Zeitstandfestigkeit erfolgt.

Die Versuche mit 78,5 und 68,7 MPa Versuchsspannung bei 700 °C wurden nach 5% bzw. 1% Kriechdehnung ohne Bruch beendet. Der Kriechverlauf in Bild 5 zeigt, daß der Versuch mit 78,5 MPa eine Standzeit um 45 000 std erreicht hätte. Statt der als ziemlich sicher anzunehmenden Bruchzeit schien es aufschlußreicher, die Probe im Hinblick auf interkristalline Rißbildung nach 5% Kriechen metallografisch zu untersuchen und mit der nur 1% gedehnten Probe zu vergleichen.

Im Bild 6 sind für 700 °C Prüftemperatur die Zeiten für 0,1% bis 2% Kriechdehnung in Abhängigkeit von der Versuchsspannung als Zeit-Dehngrenzenkurven mit der Zeitstandfestigkeitskurve dargestellt. Für 600 °C und 650 °C sind der Übersichtlichkeit halber nur die Zeit-Dehngrenzenkurven für 0,2% und 1% und für 750 °C für 0,1-1% Kriechdehnung eingezeichnet. Die übrigen Werte sind in den Wertetabellen 3a - c enthalten.

Die Darstellung zeigt einmal die starke Spannungsabhängigkeit der Kennwerte bei 600 °C und 650 °C sowie ein sehr hohes Zeit-Dehngrenzenverhältnis, das sich aus  $R_p/R_m$  bzw.  $t_e/t_m$  ergibt. So liegen z.B. die Verhältnismerte von  $R_{p1\%}/R_m$  für 10<sup>4</sup> std Standzeit bei

und für                    600 °C u. 650 °C bei  $\approx 0,97-0,96$   
                                  700 °C u. 750 °C bei  $\approx 0,90-0,86$

Eine Abschätzung der zu erwartenden Zeitstandfestigkeitswerte über den experimentell abgedeckten Zeitbereich hinaus ist in erster Näherung mit dem Larson-Miller-Parameter ( $P = T_K (c + \log t_m)$ ) möglich, insbesondere, wenn anhand der verfügbaren Standzeitwerte bei mehreren Prüftemperaturen der Wert für  $c$  optimiert, also an den jeweiligen Werkstoff und Zustand angepaßt wird. Allerdings ist  $c$  nicht nur, wie vielfach angenommen wird, werkstoffabhängig, sondern auch mehr oder weniger ausgeprägt, zeit- und temperaturabhängig, als Folge von Gefügeänderungen. Im früheren Stadium dieser Versuchsreihe wurde  $c$  anhand der Standzeitwerte kürzerer Dauer zu 25 bestimmt. Anhand der in der Zwischenzeit ermittelten Langzeitwerte zeigt sich, daß für  $T = 600$  bis  $\leq 700$  °C der  $c$ -Wert zwischen 20-25 und für  $T = 700$  bis  $750$  °C zwischen 15-20 liegt. Wenn man nun als Kompromiß mit  $c = 20$  eine Zeitstand-Hauptkurve wie im Bild 7 aufstellt, so führt das dazu, daß Abschätzungen auf lange Standzeiten für  $600-650$  °C etwas niedrigere Werte (konservativ) und Abschätzungen für  $T > 700$  °C zu hohe Zeitstandfestigkeitswerte ergeben.

In den Bildern 8 und 9 erfolgt für  $600-650$  und  $700$  °C ein erster Vergleich mit Zeitstandfestigkeitskurven mehrerer 1.4970-Chargen, die im Rahmen verschiedener Versuchsprogramme ermittelt wurden /7/. Dabei ist zu unterscheiden, ob die Proben aus  $\emptyset$  Material (12-15 mm), Blechen (0,5-1 mm) oder SNR-Rohren (Längszug) entnommen wurden. Der wesentliche Unterschied zwischen den Chargen besteht im Bor-Gehalt. Bild 8 umfaßt die Zeitstandfestigkeitskurven für den Zustand lsg + k.v. für Proben aus  $\emptyset$  Material und Blechproben. Eindeutig erkennbar ist der positive Einfluß des B-Gehaltes bei den verschiedenen  $\emptyset$ -Materialchargen (Teilbilder b+c). Die aus Blechen gefertigten Proben zeigen trotz höherem B-Gehalt niedrigere Werte (Teilbild a).

Bild 9 enthält Zeitstandfestigkeitskurven für den Zustand lsg + k.v. + geglüht. Im Teilbild b sind für  $650$  °C Standzeitwerte für Rohrproben (Längszug) angegeben, die denen des Referenzzustandes der Charge 8-21561 ( $\emptyset$  Material) entsprechen. Die Chargen sind auch in bezug auf Vorbehandlung und B-Gehalt vergleichbar. Bei den übrigen Zeitstandkurven sind nicht nur Unterschiede im B-Gehalt, sondern auch in der Vorbehandlung und als Ausgangsmaterial zu beachten. Insbesondere die als Mol 3B2 und Mol 3B3 bezeichneten Proben waren als unbestrahlte Proben noch einer der Bestrahlung entsprechenden Vergleichsglühung unterworfen.

#### 4.2.2 Kriechverhalten und Aktivierungsenergie

Die aus den kontinuierlich registrierten Kriechkurven jeweils bestimmten Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_{pmin}$ , die zu verschiedenen Spannungsexponenten (n) führen:

600 °C	n = 38	k = 2 · 10 <sup>-100</sup>	$\sigma$ = 360 - 290 MPa
650 °C I	n = 38	k = 1 · 10 <sup>-98</sup>	$\sigma$ = 320 - 280 "
650 °C II	n = 16	k = 6 · 10 <sup>-45</sup>	$\sigma$ = 280 - 230 "
700 °C I	n = 22	k = 2 · 10 <sup>-57</sup>	$\sigma$ = 260 - 240 "
700 °C II	n = 7,1	k = 4 · 10 <sup>-22</sup>	$\sigma$ = 240 - 160 "
700 °C III	n = 3,3	k = 9 · 10 <sup>14</sup>	$\sigma$ = 160 - 70 "
750 °C I	n = 7,5	k = 6 · 10 <sup>-22</sup>	$\sigma$ = 220 - 190 "
750 °C II	n = 4,1	k = 4 · 10 <sup>-14</sup>	$\sigma$ = 190 - 80 "

Die Bestimmung der minimalen Kriechgeschwindigkeit ist nicht immer eindeutig. In vielen Fällen entspricht die Kriechkurve nicht dem klassischen Verlauf. Infolge struktureller Änderungen treten Unstetigkeiten auf, die eine klare Abgrenzung des sekundären oder stationären Kriechbereiches erschweren. Erfolgt eine digitale Auswertung der Kriechkurve, so erhält man gelegentlich Werte für  $\dot{\epsilon}_{pmin}$ , die sich auf einen kleinen, aber nicht repräsentativen Kriechabschnitt beziehen und innerhalb einer Versuchsspannungsreihe erheblich streuen. Eine grafische Auswertung hingegen mittelt diese Unstetigkeiten.

In manchen Fällen erlaubt die Versuchsdurchführung keine kontinuierliche Dehnungsmessung. Es stehen dann lediglich durch Zwischenvermessung erhaltene Dehngrenzen zur Verfügung, aus denen man über  $\epsilon / t \cdot L_0$  eine mittlere oder lineare Kriechgeschwindigkeit bestimmt. Für Vergleichszwecke wurde an den im Referenzzustand untersuchten Proben aus den Dehngrenzen 0.1 - 2% (Tabelle 3a-c) die mittlere Kriechgeschwindigkeit bestimmt. Im Bild 11 sind die Werte für 700 °C Prüftemperatur in Abhängigkeit von der Spannung aufgetragen. Die Darstellung zeigt qualitativ die gleiche Spannungsabhängigkeit und die Abknickung in der Spannungsabhängigkeit. Allerdings erfolgt erwartungsgemäß je nach Dehngrenze eine mehr oder weniger starke Verschiebung zu höheren Kriechraten hin, was eine Erhöhung von k in der Nortonschen Kriechbeziehung bedeutet. So würde sich der k-Wert für

700 °C-III von  $9 \cdot 10^{-14}$  auf  $4 \cdot 10^{-13}$  bei  $\epsilon_{2\%}$  ändern. Die mittlere Kriechgeschwindigkeit aus 0,2-0,5% Dehnung kommt der minimalen Kriechgeschwindigkeit  $\epsilon_{pmin}$  noch am nächsten.

Aus der Darstellung  $\epsilon_{pmin} \rightarrow \sigma$  in Bild 10 läßt sich auch die Aktivierungsenergie des Kriechens  $Q_K$  bestimmen, wenn man die bei einem Spannungsschnitt erhaltenen  $\epsilon_{pmin}$ -Werte gegen  $1/T_K$  aufträgt. Der Mittelwert aus 6 Spannungsschnitten beträgt für  $Q_K = 113$  kcal/Mol.

#### 4.2.3 Bruchdehnung und -einschnürung

Die Duktilitätskennwerte Bruchdehnung  $A_u$  und Brucheinschnürung  $Z_u$  sind in zwei Teilbildern des Diagrammes 12 in Abhängigkeit von der Standzeit aufgetragen. Trotz einiger Streuungen kann man feststellen, daß die Werte insbesondere im Standzeitbereich  $10^2$  bis  $10^4$  std weitgehend standzeitunabhängig sind. Wenn auch teilweise eine schwache Tendenz zu abnehmender Duktilität sich andeutet, so fällt bis  $2 \times 10^4$  std die Bruchdehnung nicht unter 10% und die Brucheinschnürung nicht unter 50%.

#### 4.3 Metallografische Untersuchungen und Härtemessungen

In bezug auf das Bruchverhalten ergaben die metallografischen Nachuntersuchungen, daß im Temperaturbereich 600 - 700 °C bis rd. 12 000 std und 750 °C bis rd. 1 400 std die Proben ohne nennenswerte Anrisse in der Bruchzone, transkristallin brechen (Bilder 13, 14 a + b). Erst bei 700 °C - 22 000 std und 750 °C - 4 500 std sind in stärkerem Maße in der Bruchzone Aufrisse erkennbar, während die Körner allerdings noch überwiegend transkristallin brechen (Bilder 13 und 14 c + d). Ein Teil dieser Aufrisse wird durch die kantigen Primärkarbide verursacht, die infolge der starken Deformation in der Einschnürzone verschoben werden.

Wie schon unter 4.2.1 erwähnt, wurden die Versuche bei 700 °C mit 78,5 und 68,7 MPa Versuchsspannung ohne Bruch beendet. Der metallografische Befund im Bild 16 zeigt, daß die Probe 700 °C - 68,7 MPa - 30 000 std mit 0,7% Dehnung noch keinerlei Anrisse in der Meßlänge aufweist (16 c). Dagegen zeigt die Probe 700 °C - 78,5 MPa - 41510 std bei 5,7% Dehnung deutliche Korngrenzenanrisse (Bild 16d).

Die strukturellen Änderungen und insbesondere das Ausscheidungsverhalten dieser Proben wurde von A. Padilha et al. eingehend untersucht und beschrieben /8,9/. Die von den Autoren erstellten Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramme für verschiedene Vorbehandlungszustände (Bild 17a+b) einer Charge mit 45 ppm Bor lassen sich in erster Näherung auch für die Betrachtung der in diesem Bericht beschriebenen Charge mit 30 ppm Bor heranziehen.

Wie unter 2. beschrieben, wurden die fertigen Proben nach dem Lösungsglühen durch Recken um 15% kaltverformt und anschließend 800 °C 2 h gegläht. D.h., die Kaltverformung ist nur in der Meßlänge voll wirksam, während der Probenkopf dem Zustand lsg + gegläht entspricht. Demzufolge kommt es nach Bild 17a im Kopf durch eine 2-stündige Glühung bei 800 °C zur Bildung von  $M_{23}C_6 + M_2B + (Ti,Mo) C$  und durch die Prüftemperaturen 600 - 750 °C bei längerzeitiger Beanspruchung zusätzlich zur Bildung von  $M_{23}C_6 + (Ti,Mo) C$ .

In der Meßlänge mit 15% k.v. (Bild 17b) bildet sich hauptsächlich  $M_2B + (Ti,Mo) C$  und erst die Zeitstandsbeanspruchung führt zur Bildung von  $M_{23}C_6 + M_{23}C_6 + (Ti,Mo) C$ . Das Maximum der Ausscheidungsmenge wird nach Bild 17c für Auslagerungstemperaturen von 600 - 700 °C erst nach Zeiten von  $> 10^3$  std erreicht.

Betrachtet man die Ausscheidungszeiträume bis  $10^3$  std mit den Zeiten bis zum Erreichen von 0,1 - 0,2% Kriechdehnung (Bild 6), also bevor die minimale Kriechgeschwindigkeit erreicht wird, so ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit der Darstellung in Bild 10, in der für verschiedene Spannungsbereiche eine unterschiedliche Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit vorliegt. Bei 700 °C Prüftemperatur reicht der mit I bezeichnete Spannungsbereich bis  $\approx 240$  MPa, dies entspricht 20-50 std bis zum Erreichen von 0,1 - 0,2% Dehnung und die Gesamtausscheidungsmenge liegt bei  $\approx 0,65\%$ . Der Bereich II reicht bis  $\approx 160$  MPa, = 250 - 500 std für 0,1 - 0,2% Dehnung und  $\approx 0,75\%$  Gesamtausscheidungsmenge. Erst bei Spannungen  $< 160$  MPa (III) liegen die Zeiten bis zum Erreichen von 0,1 - 0,2% bei  $\geq 10^3$  std, die zur Bildung des Ausscheidungsmaximums erforderlich sind. Ähnlich gut ist die Korrelation auch für 650 °C und 750 °C durch Interpolation der Ausscheidungsmengenkurven in Bild 17c. Dadurch ist auch verständlich, daß bei 600 °C noch keine geänderte Spannungsabhängigkeit von  $\epsilon_{pmin}$  beobachtet wird. Zu einer maximalen Gesamtausscheidungsmenge wären Zeiten  $> 5 \cdot 10^3$  std erforderlich, und

demzufolge Kriechversuche mit  $\sigma < 300$  MPa, die 0,1-0,2% Dehnung erst nach Zeiten erheblich  $> 10^4$  std erreichen würden (Bild 6).

Die im Bild 10 dargestellten Bereiche unterschiedlicher  $\varepsilon_{pmin} \rightarrow \sigma$ -Abhängigkeit sind nicht scharf durch einen Knick getrennt, wie es durch diese Darstellung grafisch bedingt ist, vielmehr liegt aus metallkundlicher Sicht ein allmählicher Übergang vor, wie K.Ehrlich et al. am Beispiel des austenitischen Stahles 1.4948 klar gezeigt haben /10/. Das Ausscheidungsverhalten kommt m.E. auch in den Härtewerten zum Ausdruck, die an den Proben nach dem Zeitstandversuch gemessen wurden (Bild 18). Die Härte im Probenkopf, der ja dem Zustand lsg + geglüht entspricht, zeigt bei den bei 700 °C geprüften Proben mit Versuchszeiten  $> 1\ 500$  std ein deutlich niedrigeres Niveau. Auch der verstärkte Abfall der Härte in der Meßlänge bei 700 °C  $> 1\ 500$  std und 750 °C  $> 300$  std dürfte nicht nur auf Entfestigung der kaltverformten Meßlänge beruhen.

## 5. Literatur

- /1/ H.Böhm, M.Schirra, R.Solano, R.Garcia  
"Das Zeitstand- und Kriechverhalten der Legierung X8CrNiMoNb 1616 in verschiedenen Vorbehandlungszuständen"  
KfK-Bericht 1512, Dez. 1971, und JEN-Bericht 239, Madrid 1972
  
- /2/ M.Schirra  
"Einfluß mechanisch-thermischer Vorbehandlungen auf das Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahles X10NiCrMoTiB 1515"  
KfK-Bericht 1535, Jan. 1972
  
- /3/ M.Schirra  
"Der Einfluß des Vorbehandlungszustandes auf das Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahles X8CrNiMoVNb 1613"  
KfK-Bericht 2040, Sept. 74
  
- /4/ H.,Böhm, W.Dienst, K.Kummerer  
"Arbeiten zur Brennelement-Entwicklung für den Schnellen Brutreaktor SNR-300"  
KfK-Bericht 1999, Sept. 74



- /5/ W.Dietz, H.J.Bergmann, W.Ohly  
"Hüllmaterialauswahl SNR", pers. Mitteilung
- /6/ a) Anderko, K., Schäfer, L., Wassilew, C., Ehrlich, K., and Bergmann, H.J., Mechanical properties of irradiated austenitic stainless steel 1.4970, in Radiation Effects in Breeder Reactor Structural Materials, AIME, June 19-23, Scottsdale, Arizona, 1977
- b) Wassilew, C., Schäfer, L., and Anderko, K., Das Kriechverhalten des austenitischen Stahles 1.4970 bei und nach Neutronenbestrahlung im BR2, in "Reaktortagung", Hannover, Deutsches Atomforum e.V., 1978, p. 609
- c) Wassilew, C., Anderko, K., and Schäfer, L., Irradiation-induced creep above 0,5 T (sub S) of stabilized austenitic stainless steels. Irradiation Behaviour of Metallic Materials for Fast Reactor Core Components, Intern. Conf., Ajaccio, France, 1979
- d) Ehrlich, K., Deformation Behaviour of Austenitic Stainless Steels After And During Neutron Irradiation, Journ. of Nucl. Mat., 133 u. 134, 1985, pp. 119-126
- e) Cloß, K.D. and Herschbach, K., Untersuchungen zum In-Pile Kriechen des Werkstoffes Nr. 1.4981 im Temperaturbereich von 350 bis 700°C, in: Reaktortagung, Düsseldorf, 1976, S. 790
- f) Wassilew, C., Schneider, W., and Ehrlich, K.  
to be published in Radiation Effects
- /7/ a) M.Schirra, B.Seith, Vergleichende Zeitstand- und Kriechversuche an drei titanstabilisierten 15/15CrNi-Stählen mit unterschiedlichen Gehalten an W-Mn-Mo und Bor, KfK-Bericht 2180 - Juli 1975
- /7/ b) M.Schirra, Einfluß mechanisch-thermischer Vorbehandlungen auf das Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahles X10NiCrMoTiB 1515, KfK-Bericht 1535 - Januar 1972
- /8/ A.F.Padilha, G.Schanz  
"Precipitation of a boride phase in 15% Cr-15% Ni-Mo-Ti-B austenitic stainless steel (DIN 1.4970)

- /9/ A.F.Padilha, G.Schanz, K.Anderko  
"Ausscheidungsverhalten des titanstabilisierten austenitischen  
Stahles 15% Ni-1% Mo-Ti-B (DIN 1.4970)  
Journal of Nucl. Mat. 105 (1982), S. 77-92
- /10/ K.Ehrlich, R.Groß, B.Bennek-Kammerichs  
"Strukturuntersuchungen am SNR-Strukturwerkstoff X6CrNi 1811  
(1.4948)"  
KfK-Bericht 3397, Mai 1985  
KfK-Bericht 4086

Tabelle 1

Chemische Zusammensetzung X10NiCrMoTiB 1515 (1.4970)

Charge-Nr. →	8-21561		Richtanalyse gem.	8-29052	8-29053
Element	IMF	Werk.	Spezifikation /5/	/7/	/7/
↓ C	0,10	0,11	0,08 - 0,12	0,10	0,10
Si	0,45	0,44	0,3 - 0,55	0,39	0,43
Mn	1,90	1,75	≤ 2,0	2,0	1,94
P	0,007	0,008	≤ 0,015	0,003	0,01
S	0,005	0,008	≤ 0,015	0,01	0,01
Cr	15,5	15,31	14,5 - 15,5	14,8	14,48
Ni	14,6	14,9	14,5 - 15,5	15,4	14,97
Mo	1,14	1,17	1,0 - 1,40	1,2	1,3
Ti	0,37	0,51	0,3 - 0,55	0,43	0,58
Al	-	-	-	0,13	0,06
B	29 - 30	70	30 - 80 ppm	100 ppm	100 ppm
Co	0,015	-	≤ 0,030	0,009	0,01
Cu	0,04	-	≤ 0,050		0,03
N	0,01	0,013	≤ 0,015	< 0,01	< 0,01
Nb/Ta	-	-	≤ 0,02	< 0,05	
V	-	-	0,05		
Ca	-	-	≤ 0,010	≤ 0,010	

Tabelle 2

Zugversuchsergebnisse

15/15 CrNi (1.4970) "Industriezustand"

1100° 30' + 15 % k.v. + 800° 2 h/L

Probe:  $\varnothing$  4,65 x 28,75 (doxlo)

T <sup>o</sup> C	Rm N/mm <sup>2</sup>	Rp <sub>0,2</sub> N/mm <sup>2</sup>	A %	A <sub>Gl.</sub> %	Z %
600	430	375	18,3	8,4	63,6
650	394	370	30,8	5,9	68,7
700	339	330	26,3	2,4	73,3
800	250	247	42,3	0,35	83,3

Probe:  $\varnothing$  7,4 x 57,5 mm

650	382	365	42,2	5,6	72,2
-----	-----	-----	------	-----	------

Legierung Charge-Nr. Zustand	Vers. Nr.	$\vartheta$ °C	$\sigma_0$ MPa	$\tau_m$ h	$\epsilon_0$ %	$\epsilon_{f0,1\%}$ h	$\epsilon_{f0,2\%}$ h	$\epsilon_{f0,5\%}$ h	$\epsilon_{f1\%}$ h	$\epsilon_{f2\%}$ h	$\epsilon_{f5\%}$ h		$A_U$ %	$Z_U$ %	$\dot{\epsilon}_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
X10NiCrMoTiB	1076	600	353	25	0,42	-	0,5	3,5	8	14			18,2	60,3	1150
1515	1064		334	101	-	-	1	2	34	61			19,7	61,0	200
(1.4970)	1065		314	1238	-	-	1,5	239	1020	1163			15	52,7	6,5
	1074		295	10297	0,19	2260	6450	9640	10013	10169			10,4	57,5	0,35
Chg.8-21561	1058	650	314	13	0,19	-	1	2	4,5	7			26,6	63,8	2100
	1067		295	70	0,23	1	10	39	53	63			11,7	61,2	120
1100°30min	1060		275	579	0,19	95	265	460	520	555			12,4	61	8
+ 15%k.v.	1066		255	2120	-	-	-	950	1390	-			11,3	61,2	3,2
+ 800°2std/L	1062		236	3384	0,16	650	2100	3100	3260	3338			14,6	58,4	0,8
Kaltverformung															
durch Recken	1068	700	255	38	0,12	1	4	18	26	33			16,9	83,3	230
der Probe	1128		245	116	-	-	-	-	100				14,8	71,5	56
$\varnothing 5 \rightarrow \varnothing 4,65$	1059		236	220	0,16	-	48	192	208	215			12	61	16
x28,75mm(Lo)	1124		226	232	-	-	6	166	201	216			24	68,8	26
bzw.	1070		216	330	0,05	40	137	282	310	320			12,4	68,8	14
$\varnothing \rightarrow \varnothing 7,4$	1126		206	358	-	-	54	215	300	-			21,8	70	17
x57,5mm(Lo)	2231		200	441	0,14	63	179	290	361	402			17,8	70,8	8,5
	1061		196	785	0,14	340	445	600	690	740			15,8	68	6
	1132		187	591	-	-	-	-	480	530			23	73	8,6
	1063		177	1521	0,21	135	460	980	1295	1430			18,2	55,6	4

Legierung Charge-Nr. Zustand	Vers. Nr.	$\vartheta$ °C	$\sigma_0$ MPa	$t_m$ h	$\varepsilon_0$ %	$\varepsilon_{f0,1\%}$ h	$\varepsilon_{f0,2\%}$ h	$\varepsilon_{f0,5\%}$ h	$\varepsilon_{f1\%}$ h	$\varepsilon_{f2\%}$ h	$\varepsilon_{f5\%}$ h		$A_u$ %	$Z_u$ %	$\dot{\varepsilon}_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
	1144		167	1071	-	-	-	-	-	-			14,6	71,5	4,3
	2321		157	1344	0,02	330	505	855	1100	1235			12,5	64,6	2,1
	1072		157	2689	0,05	750	1200	1900	2280	2490			23,8	60,3	1,7
	2238	700	147	2946	0,09	512	937	1720	2225	2593			21,2	77,8	1,5
	2351		138	3044	0,02	770	1335	2115	2592	2878			11,9	66,2	1,3
	1312		128	6380	0,07	-	-	2030	4025	5400			23,8	68,2	0,85
	1310		108	12166	-	800	1400	3800	8050	10390			13,7	72,8	0,50
	1311		89	21766	-	1700	3200	7650	11730	15760			20,0	63,8	0,28
	2264		78,5	o. B. 41510	-	1840	7635	16420	22915	30900		bis	5,7%	-	0,145
	1362		68,7	o.B. 30000	-	7000	9650	20100	28020	-		bis	0,7%	-	0,13
	1069	750	216	33	0,17	1	6	19	26	30			20,7	73,4	260
	1071		196	54	0,17	4	15	35	42	48			17,2	70	110
	1125		177	72	-	-	23	49	58	-			20,0	71,5	65
	1134		167	153	-	-	-	-	110	131			24,5	74,3	53,5
	1073		157	321	0,09	65	102	195	240	280			18,6	65,6	22
	1133		147	214	-	-	-	100	150	178			29	73	43
	1127		138	343	-	-	-	160	230	280			26,2	73	32
	1075		118	794	0,11	51	200	390	550	670			19,2	68,2	11
	1130		98	1327	-	-	-	-	775	1025			27	79,4	10,3

Zeitstandversuche ----- Tabelle 3 c

Legierung Charge-Nr. Zustand	Vers. Nr.	$\vartheta$ °C	$\sigma_0$ MPa	$t_m$ h	$\varepsilon_0$ %	$\varepsilon_{f0,1\%}$ h	$\varepsilon_{f0,2\%}$ h	$\varepsilon_{f0,5\%}$ h	$\varepsilon_{f1\%}$ h	$\varepsilon_{f2\%}$ h	$\varepsilon_{f5\%}$ h		$A_u$ %	$Z_u$ %	$\varepsilon_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
	1077		79,5	4487	0,07	144	1104	2040	3050	3850			15,5	60,2	2,3

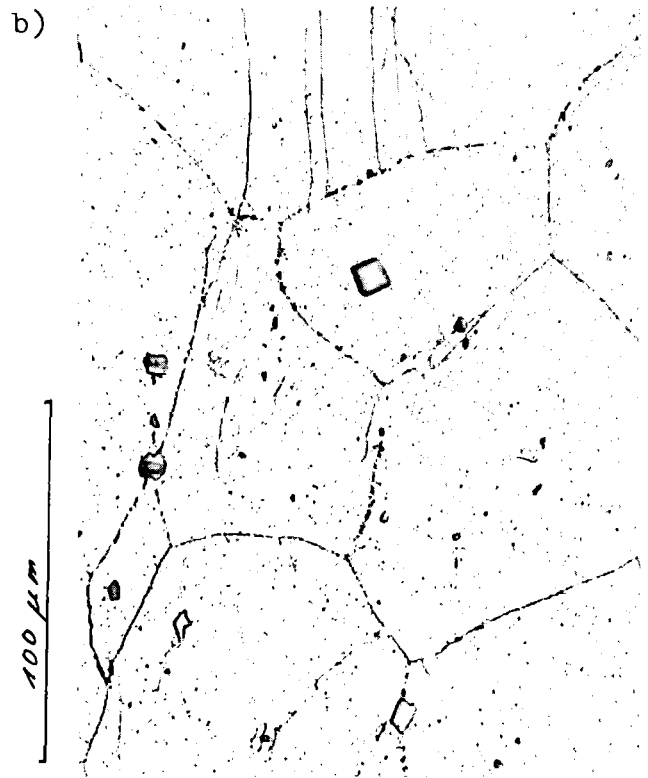
Anlieferzustand=1100-1120°1std



17353

x100

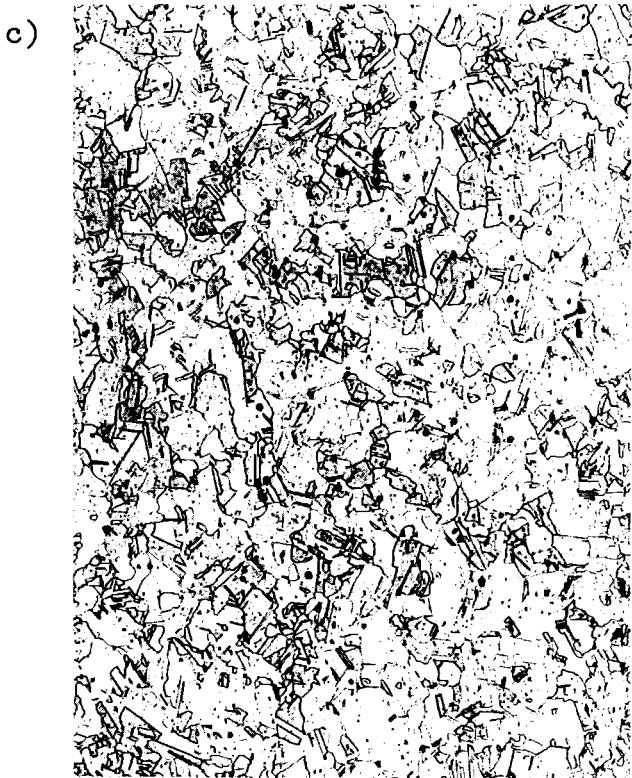
HV30=191-206



17352

x500

Anlieferzustand+1000°16std/Luft



20575

x100

HV30=128-136

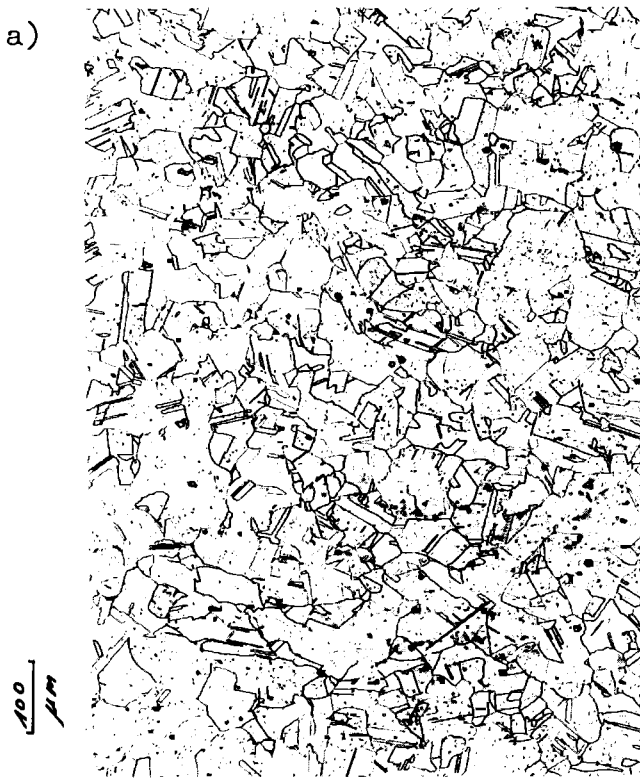


20576

x500



Lösungsgeglüht 1100°30min/Luft



2o577

x100

HV3o=127-129



2o578

x500

1100°30min/Luft + 15% k.v.+ 800°2std/Luft



2o581

x100

HV3o=214-216



2o582

x500

15/15 Cr Ni (1.4970)

Zust: 1100° 30' + 15% k.v. + 800° 2h

Zust: 1100° 30': R<sub>p02</sub> bei RT = 182 - 200 N/mm<sup>2</sup>

(Bei 33 Werten)

Probe:  $\phi 4,65 \times 28,75$  bzw.  $\phi 7,4 \times 57,5$  mm (doxlo)  
V = 1%/min

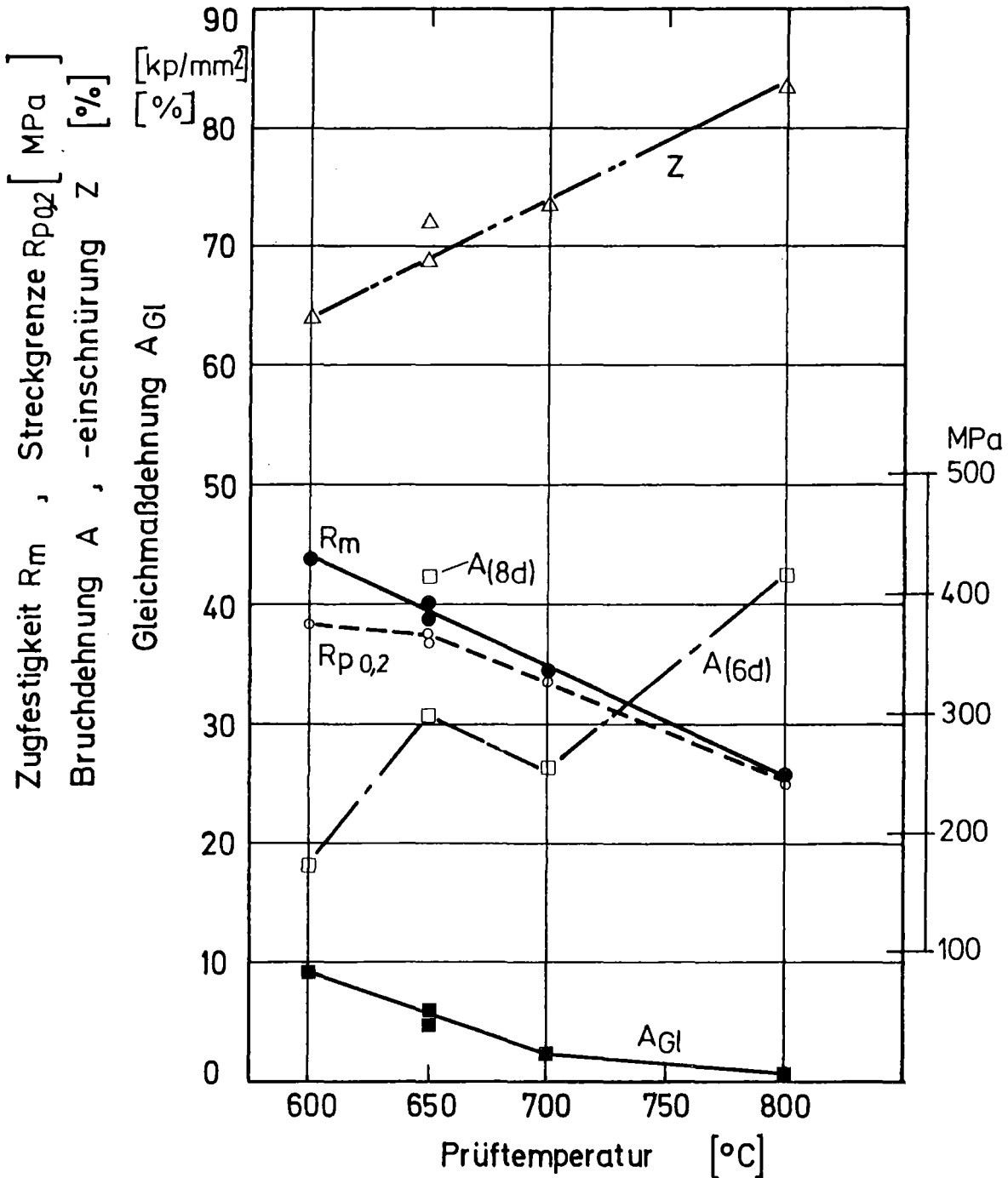


Bild 3: Zugfestigkeitseigenschaften in Abhängigkeit von der Prüf­temperatur

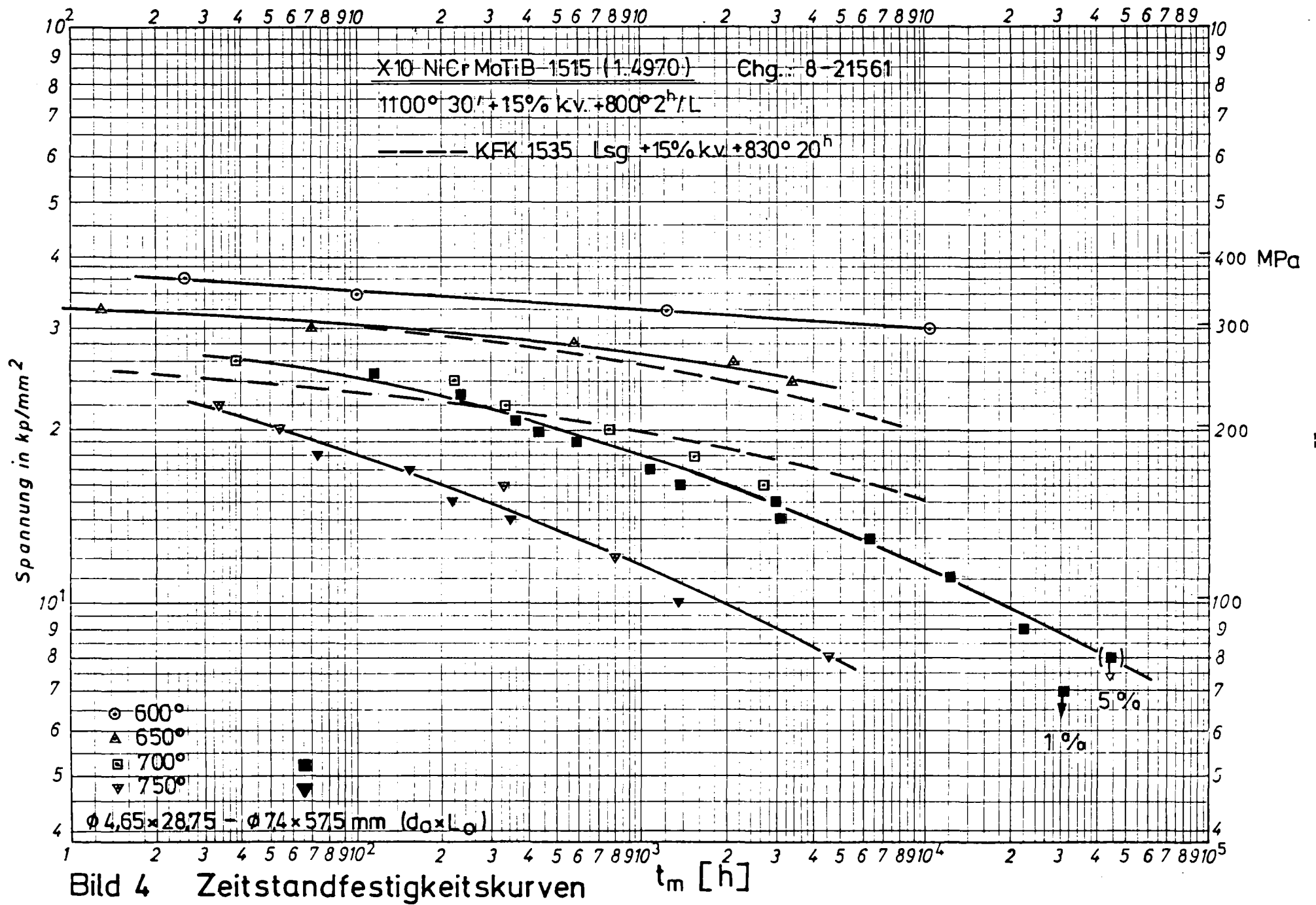


Bild 4 Zeitstandfestigkeitskurven  $t_m$  [h]

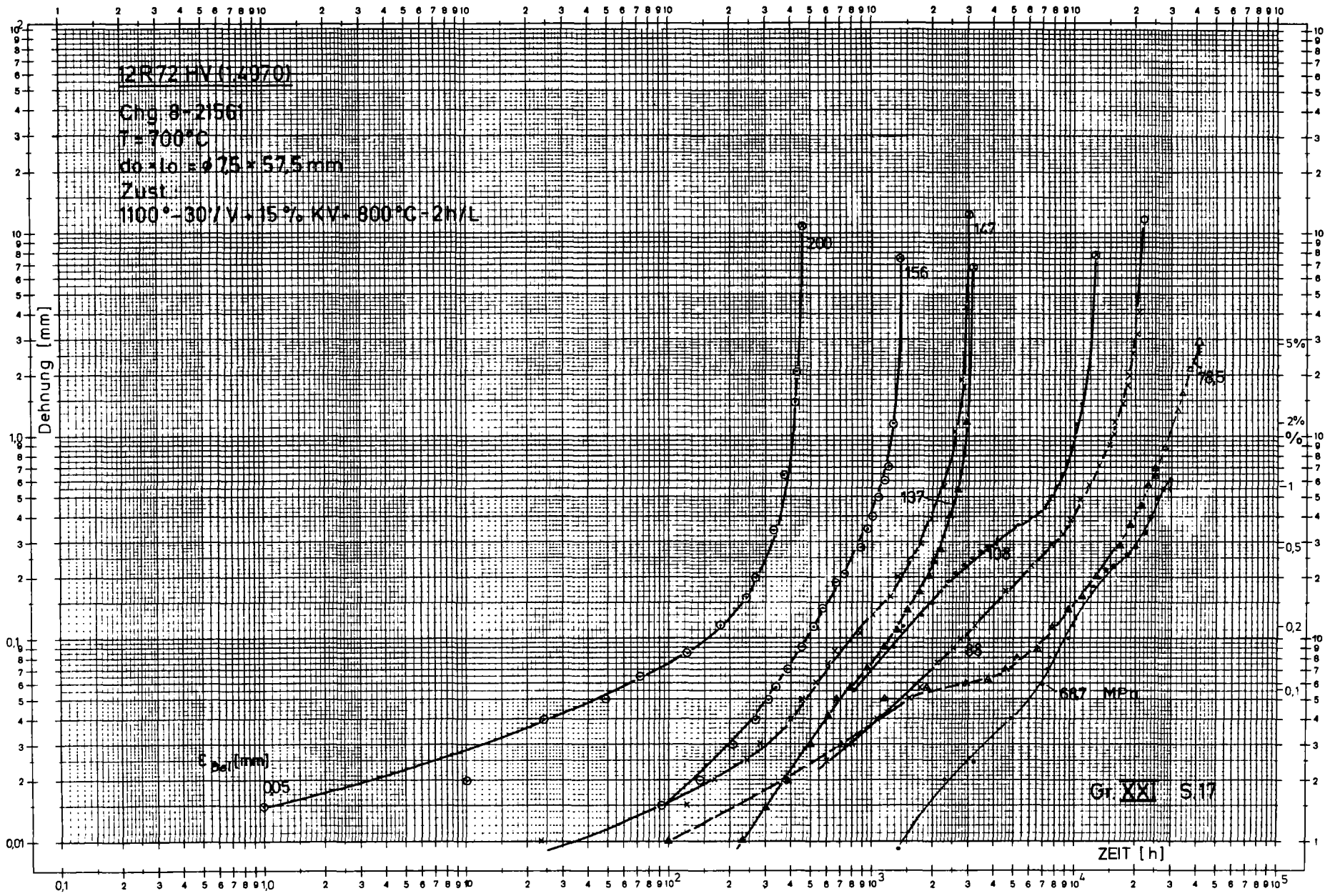


Bild 5 Kriechkurven

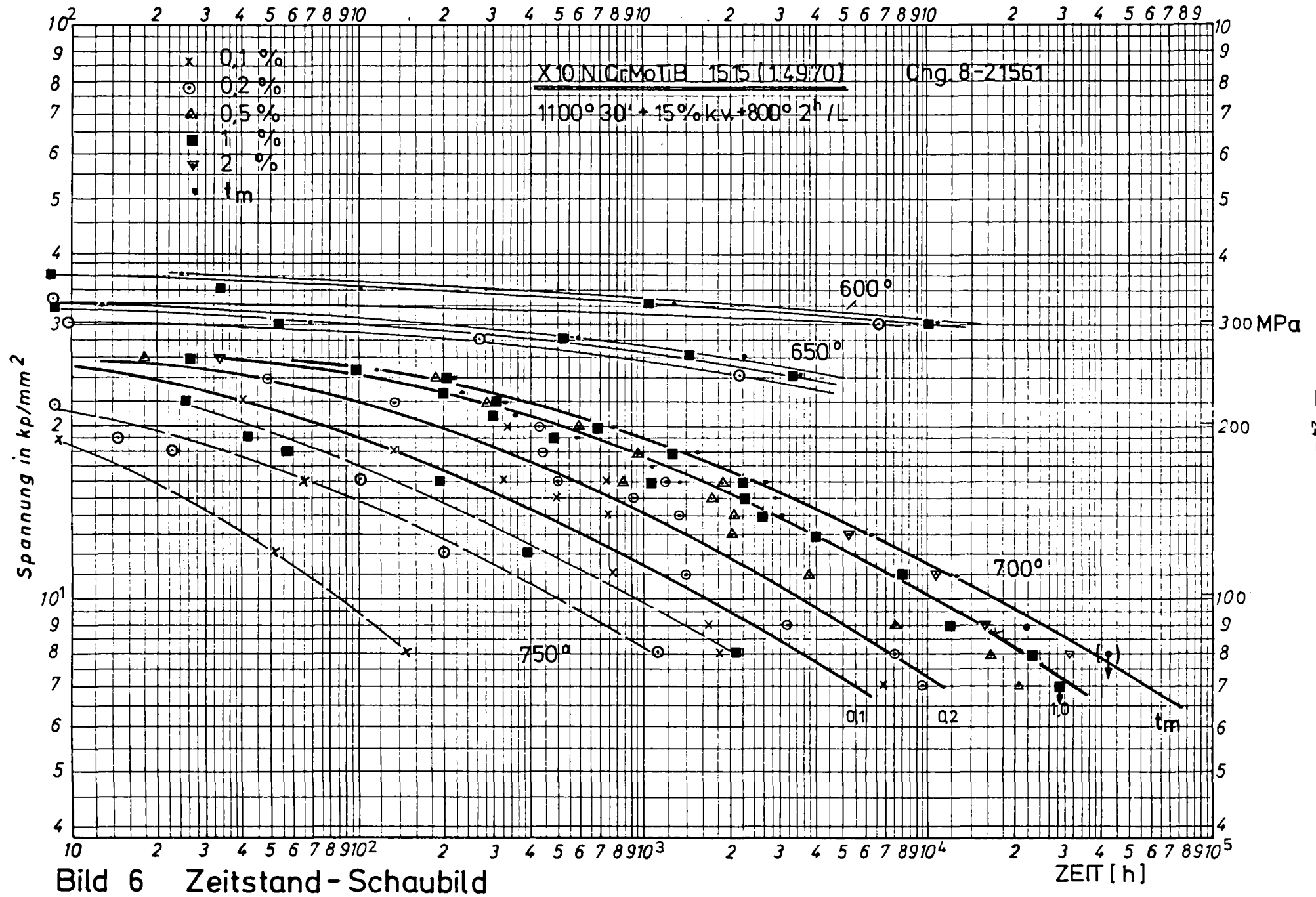


Bild 6 Zeitstand - Schaubild

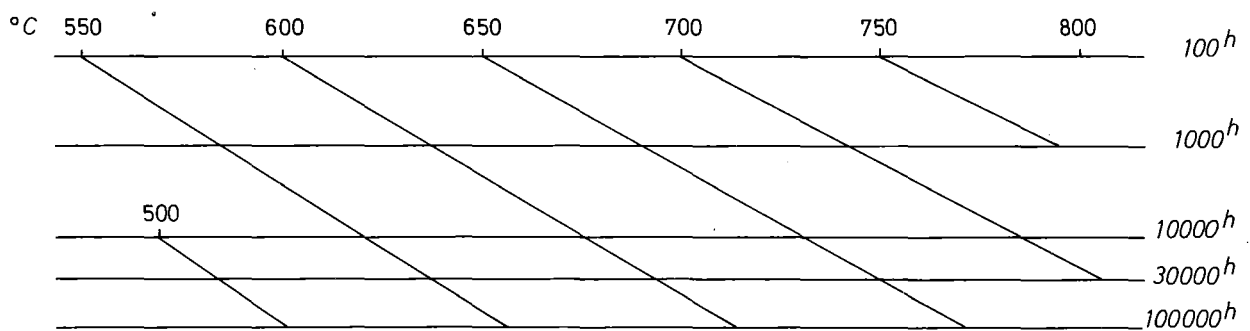
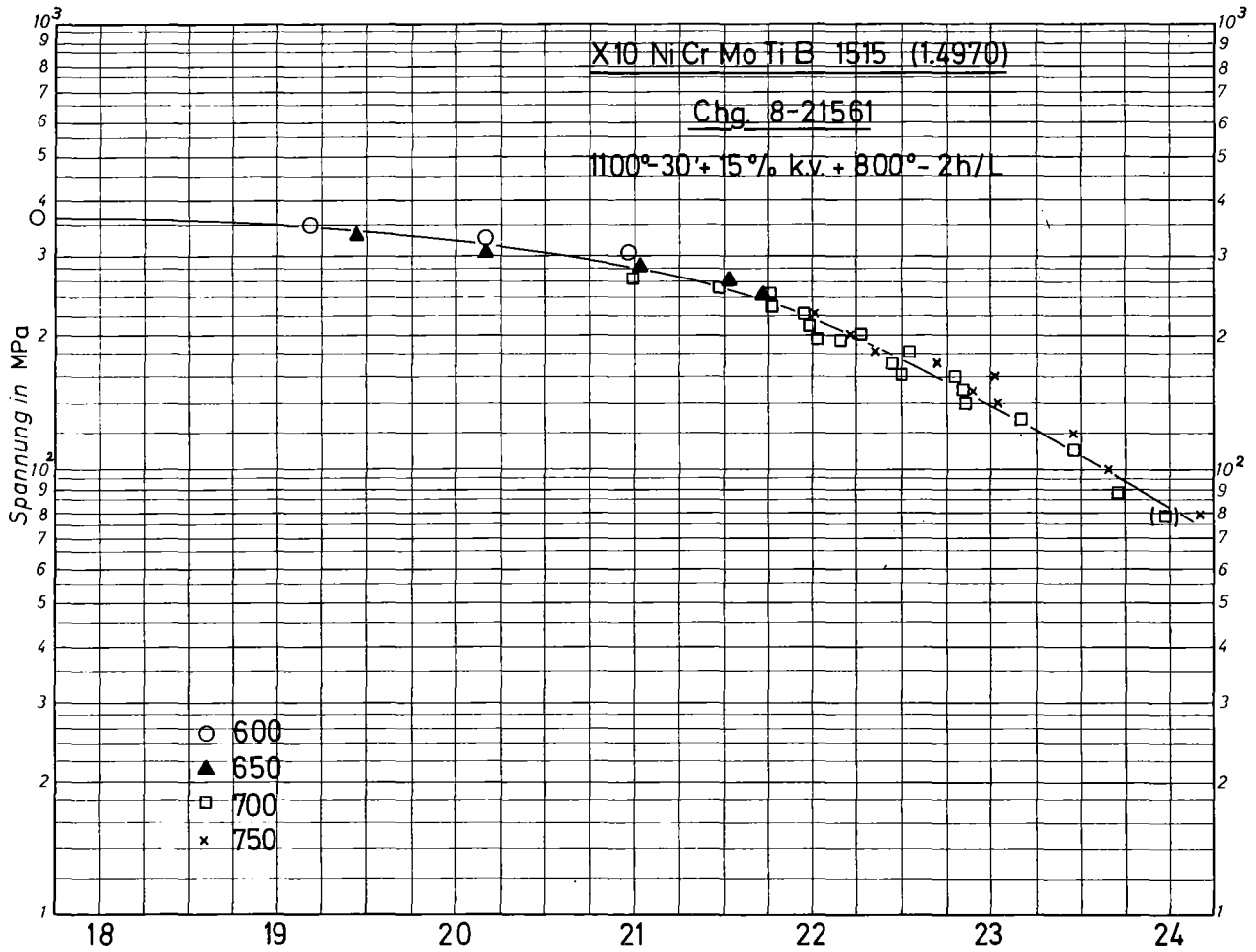


Bild 7

Zeitstand - Hauptkurve  
 (Larson - Miller - Parameter)

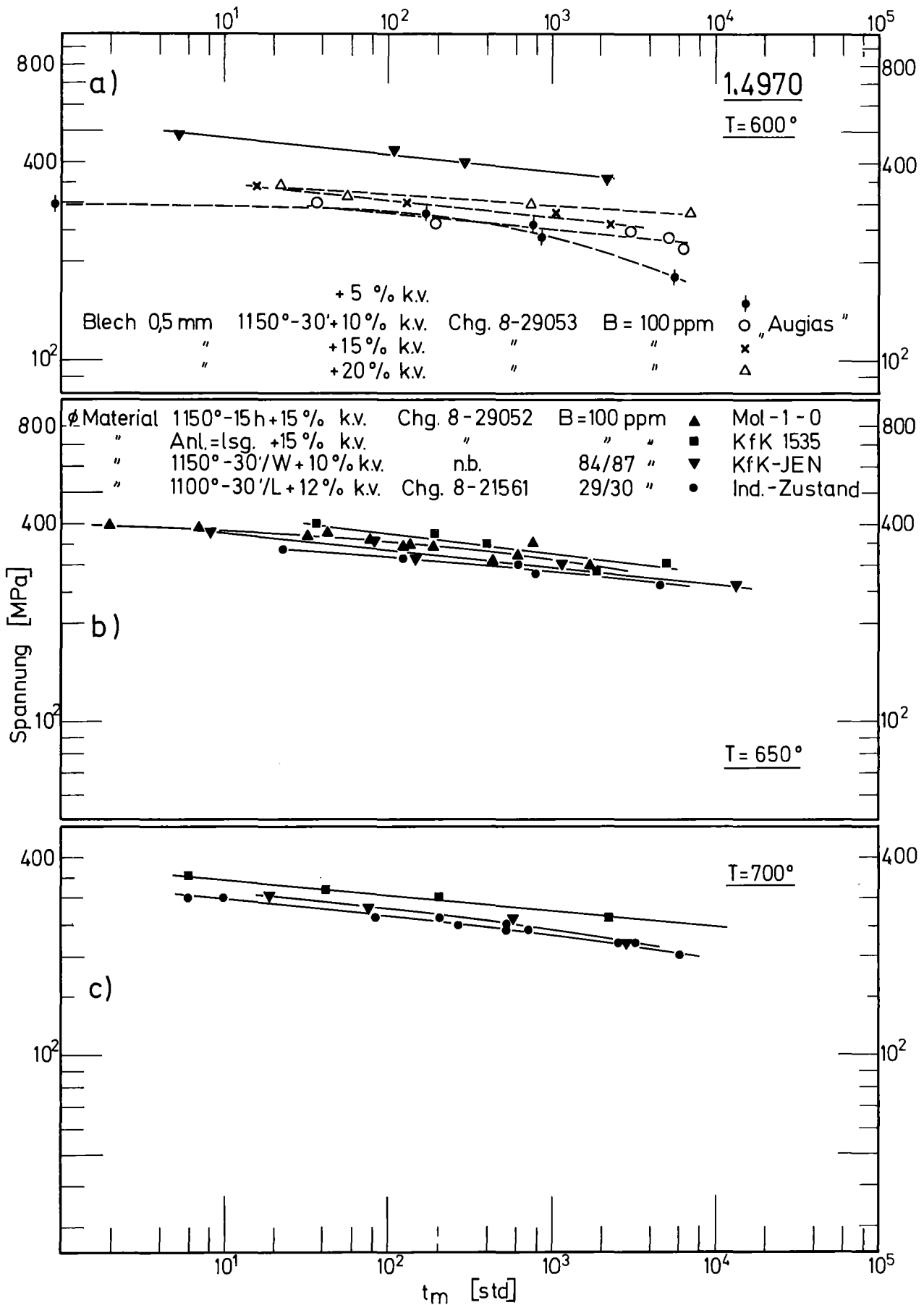


Bild 8 Zeitstandfestigkeitskurven

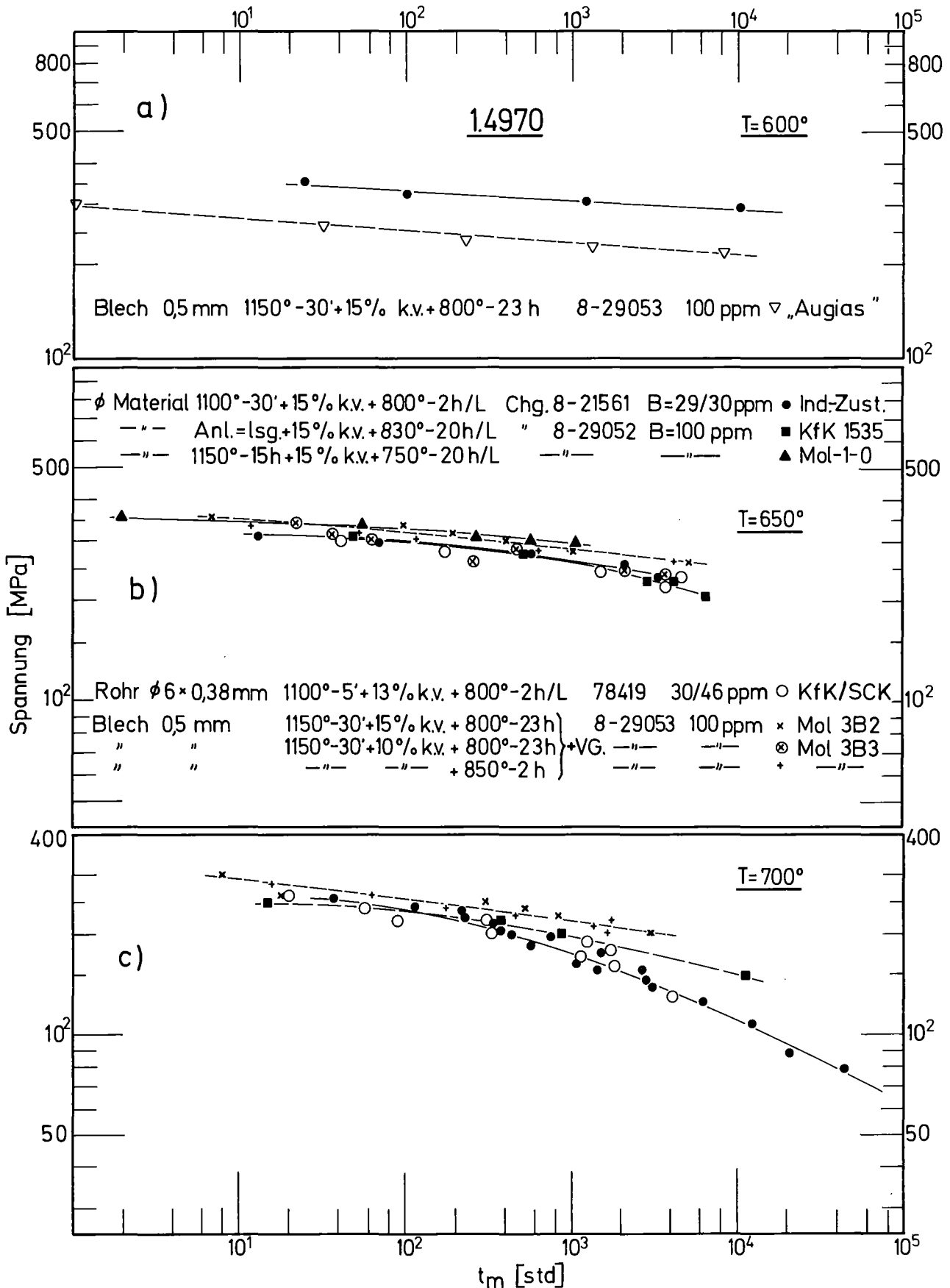
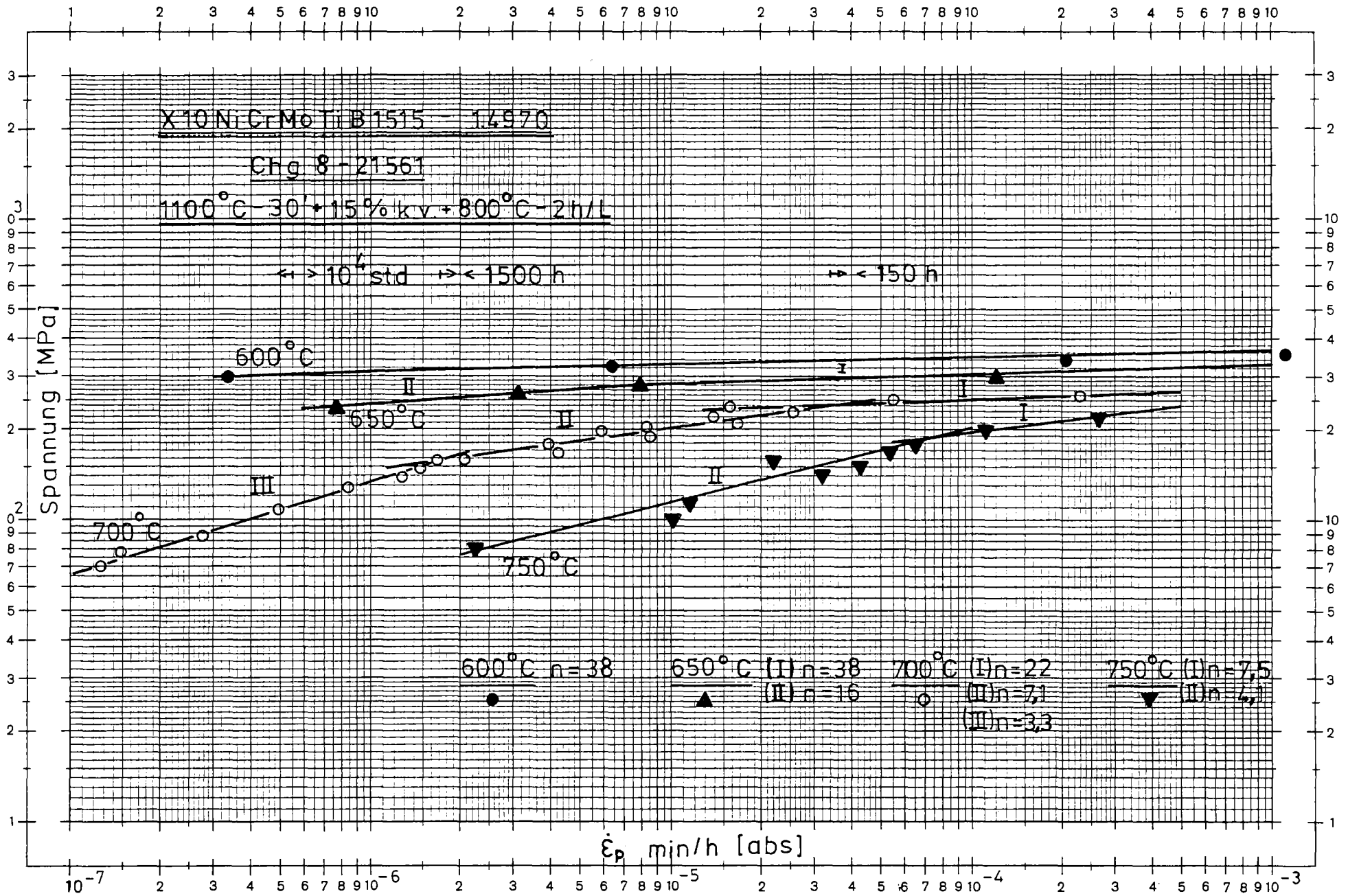


Bild 9 Zeitstandfestigkeitskurven





**Bild 10** Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

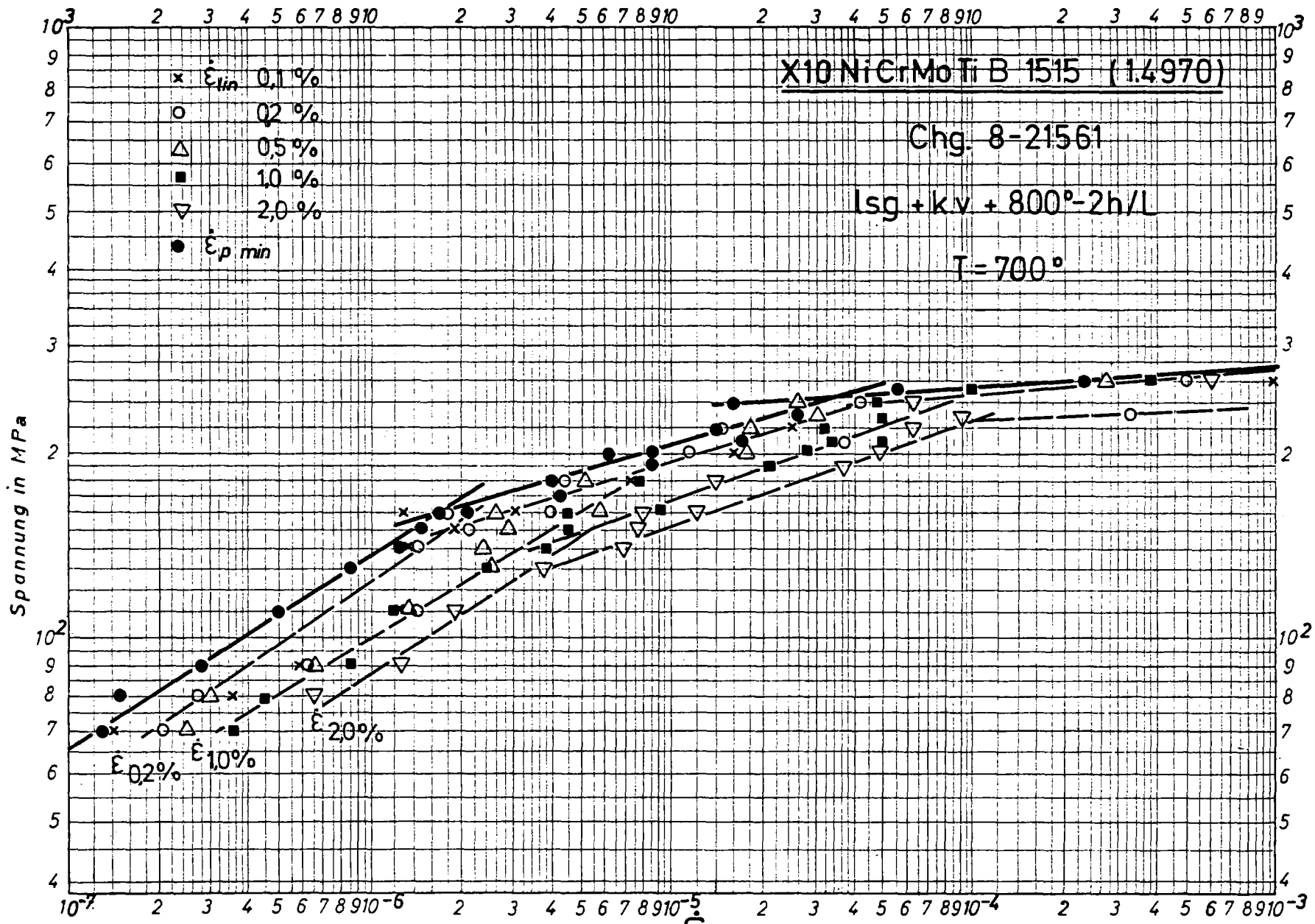


Bild 11 Vergleich minimale und mittlere  $\dot{\epsilon}$  Kriechgeschwindigkeit für  $\epsilon = 0,1 - 2\%$

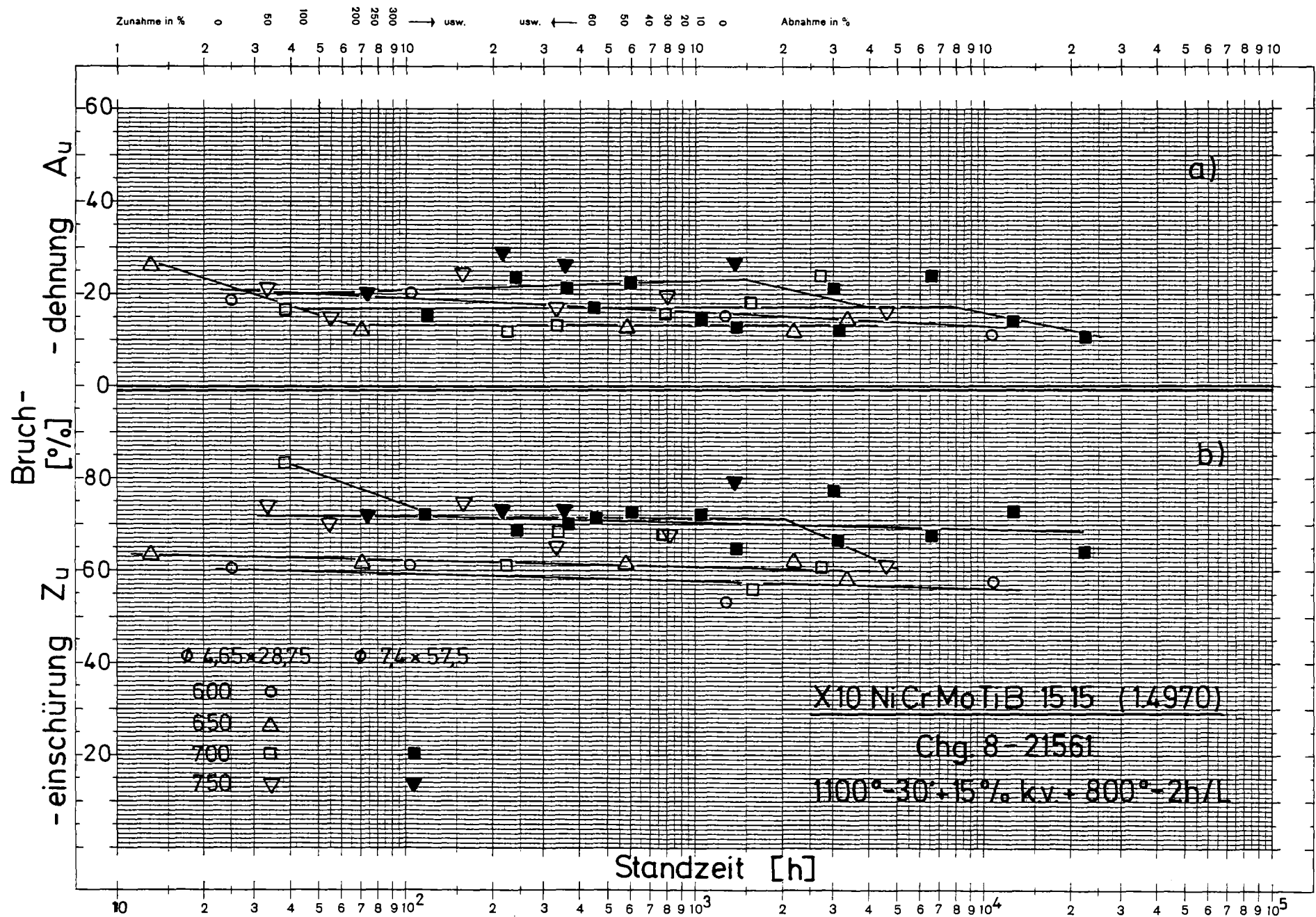


Bild 12 Bruchdehnung und -einschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit

1100° 30min/L+15%kv+800° 2std/L

Bruchzone-ungeätzt

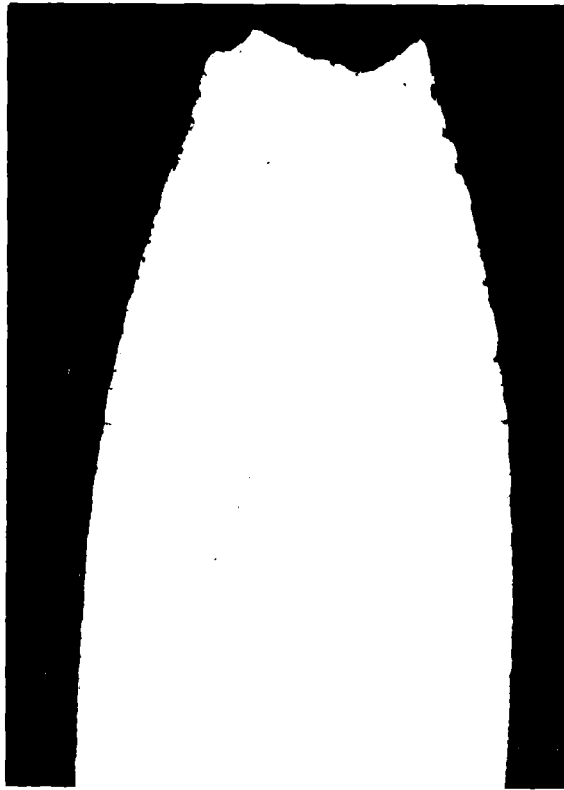
600°

10297std

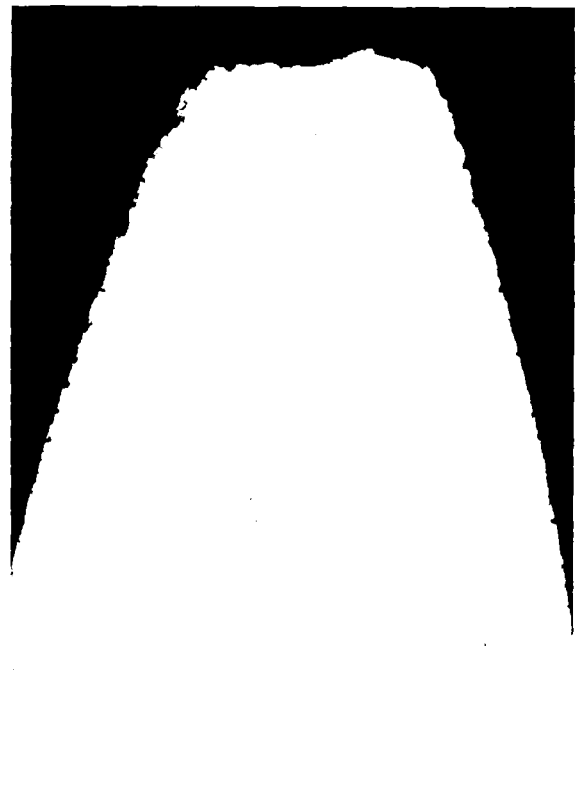
700°

12166std

a)



b)



27857

48481

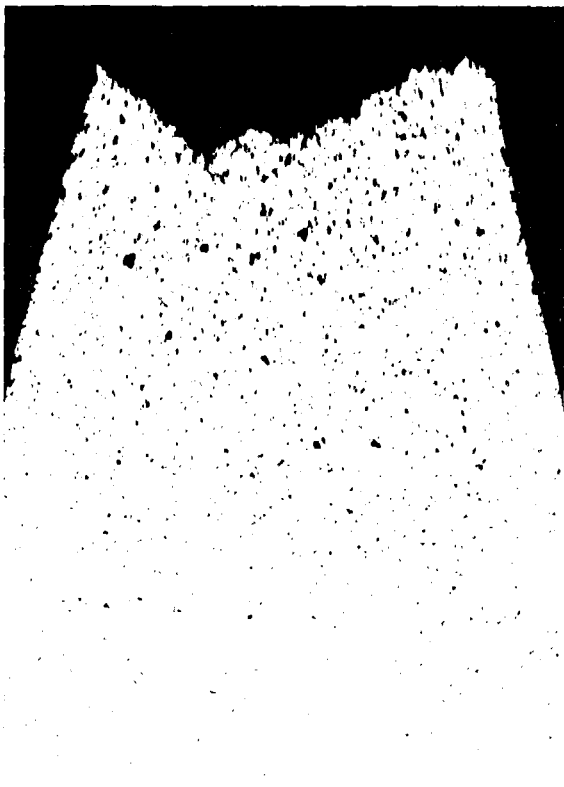
700°

21766std

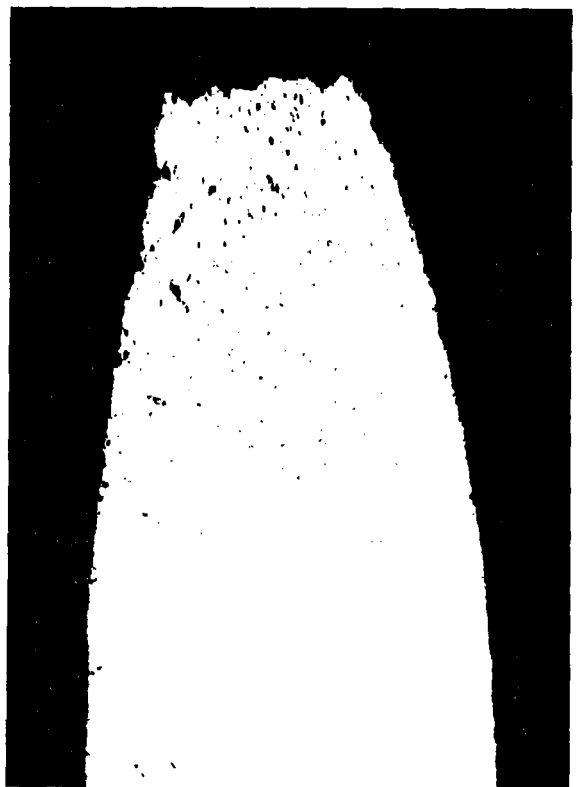
750°

4487std

c)



d)



53540

24814

x15

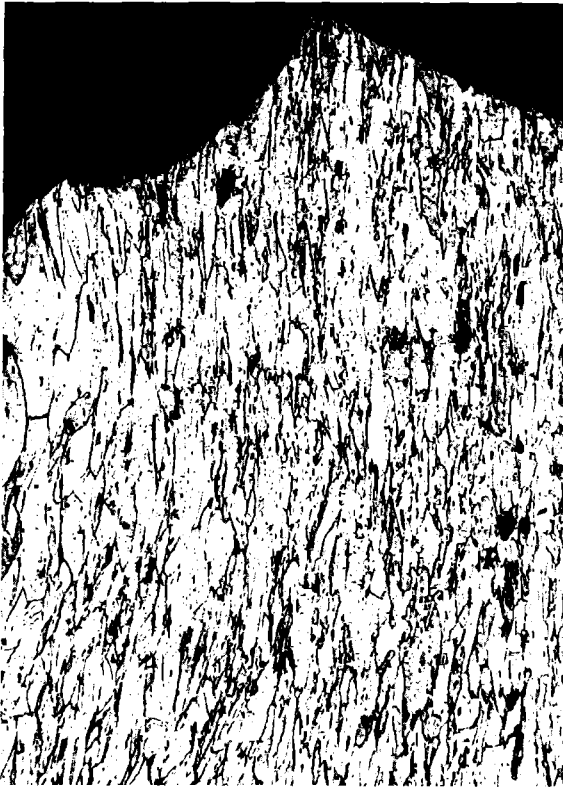
1100° 30min/L+15%kv+800° 2std/L

Bruchzone-geätzt

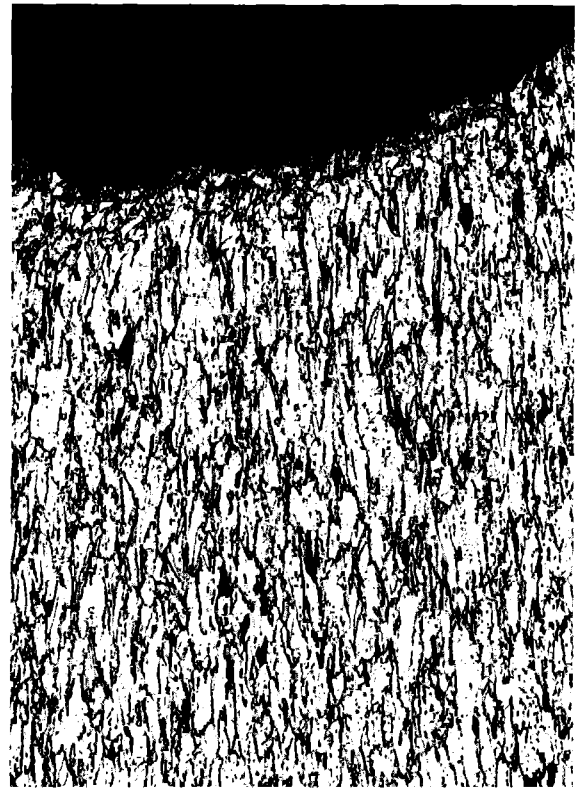
600° 12297std

700° 12166std

a)



b)



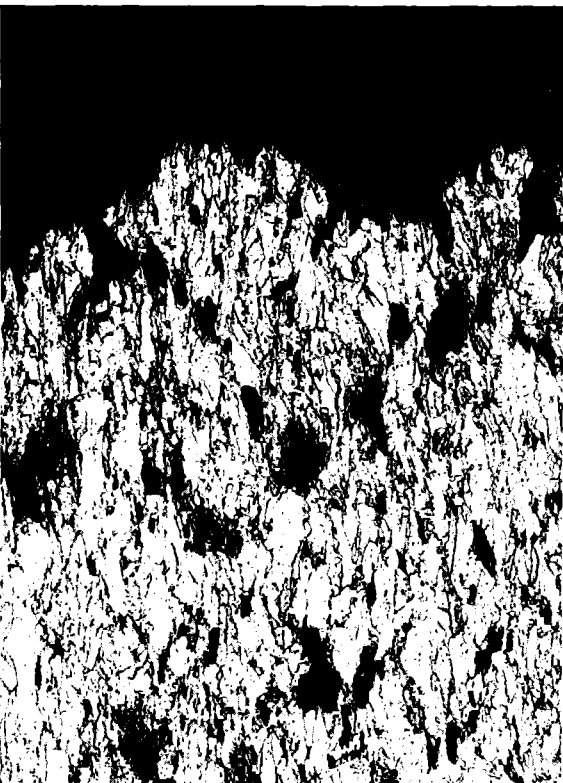
27858

48482

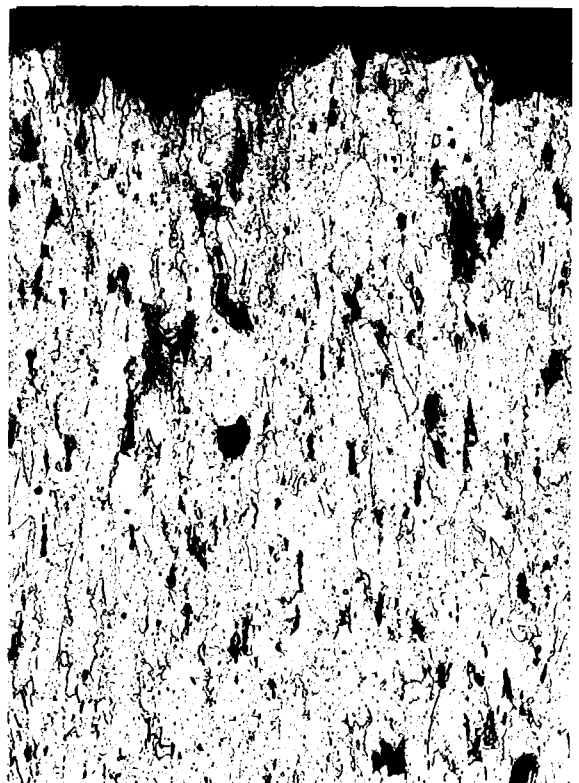
700° 21766std

750° 4487std

c)



d)



53541

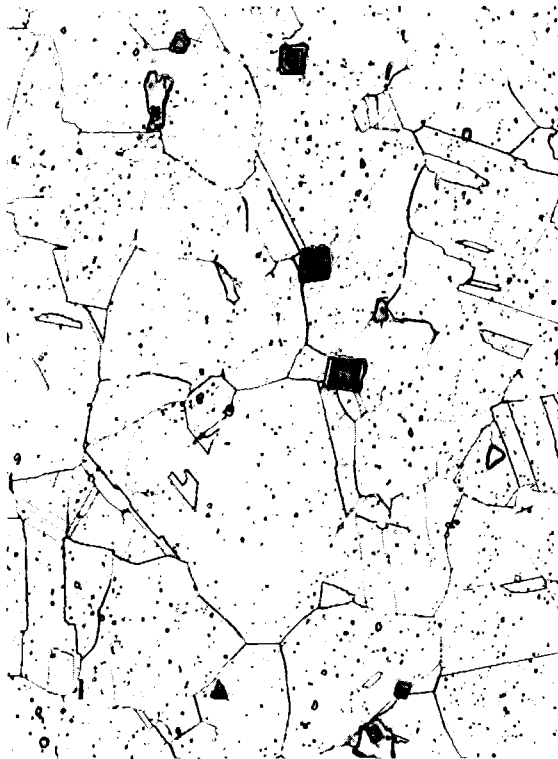
24815

x100

1100°30min/L+15%kv+800°2std/L

Probenkopf 600° 25std

a)



22914

Meßlänge 600° 1o297std

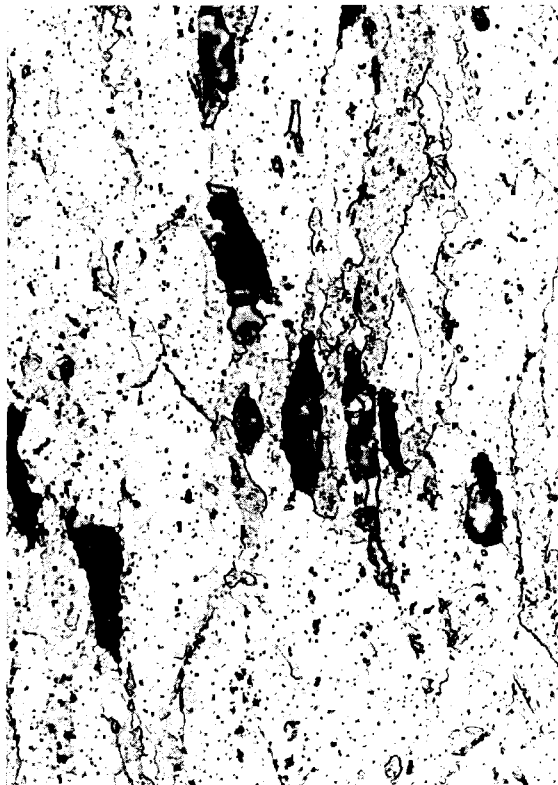
b)



27859

Meßlänge 700° 21766std

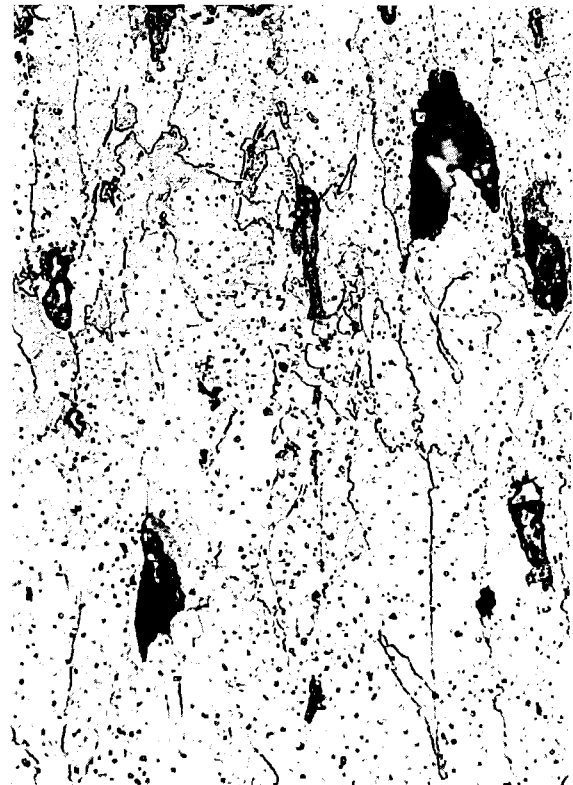
c)



53542

Meßlänge 750° 4487std

d)



24816

x500

1100° 30min/L+15%kv+800° 2std/L

700° 68,7MPa 3000std Kopf

700° 78,5MPa 4151std Kopf

a)



53546

b)



53549

Meßlänge 0,7%

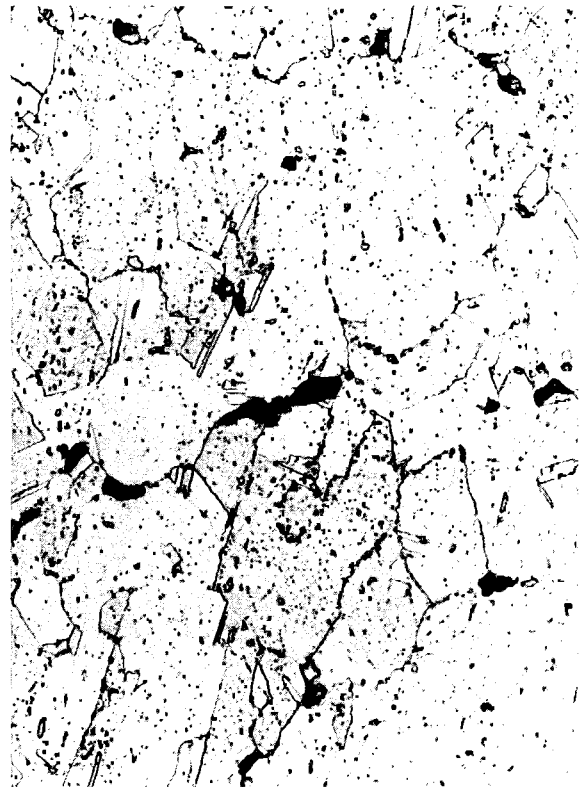
Meßlänge 5,7%

c)



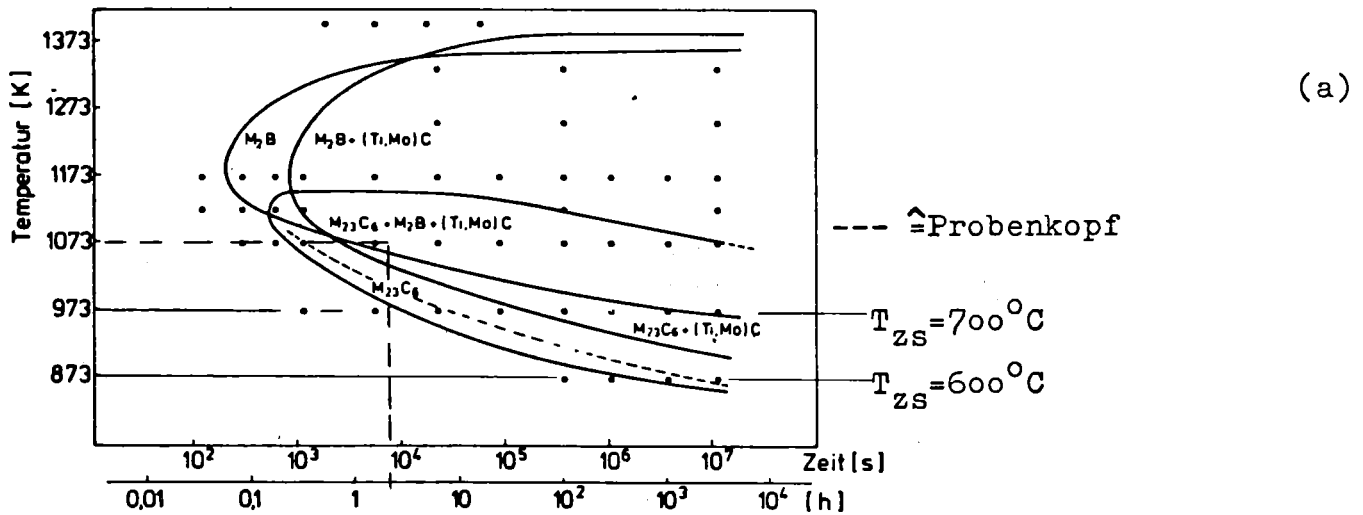
53545

d)

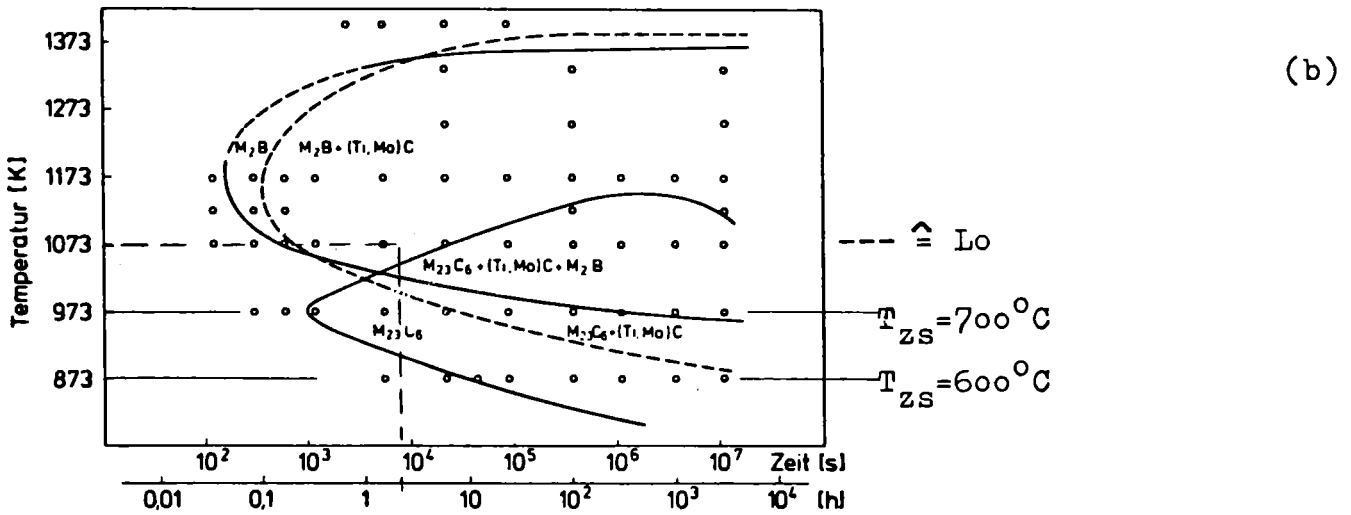


53548

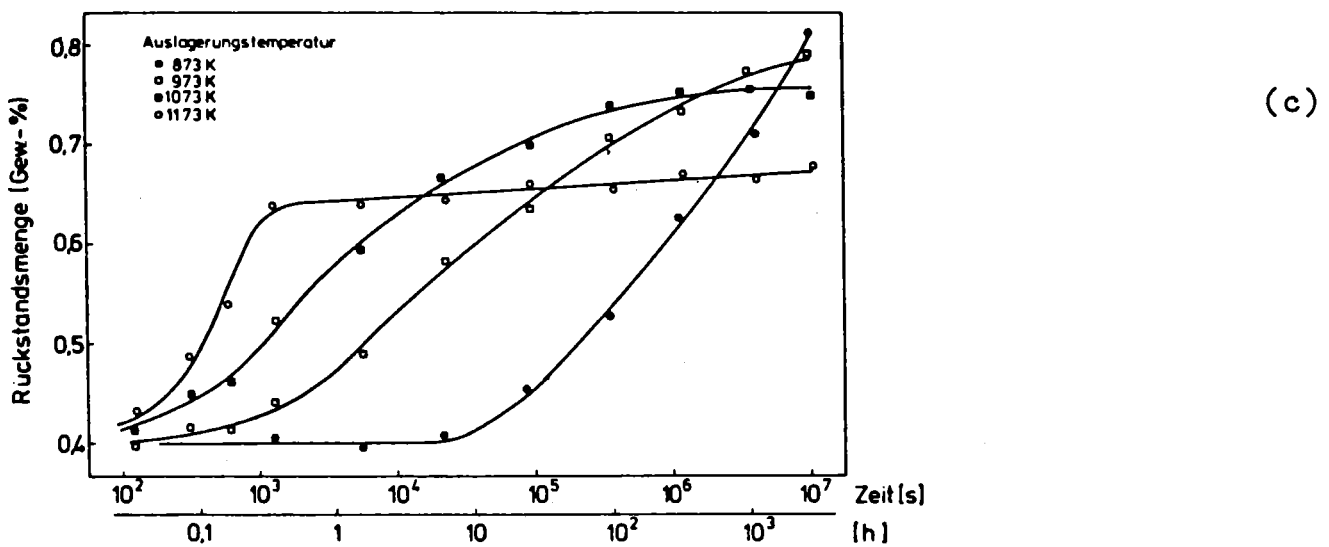
x500



Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm für die lösungsgeglühten Proben (25% kV + 1403 K-30 min) der Charge B.



Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm für die lösungsgeglühten und 15% kaltverformten Proben der Charge B



Abhängigkeit der Gesamtausscheidungs Menge von der Auslagerungszeit für die lösungsgeglühten und 15% kaltverformten Proben der Charge B



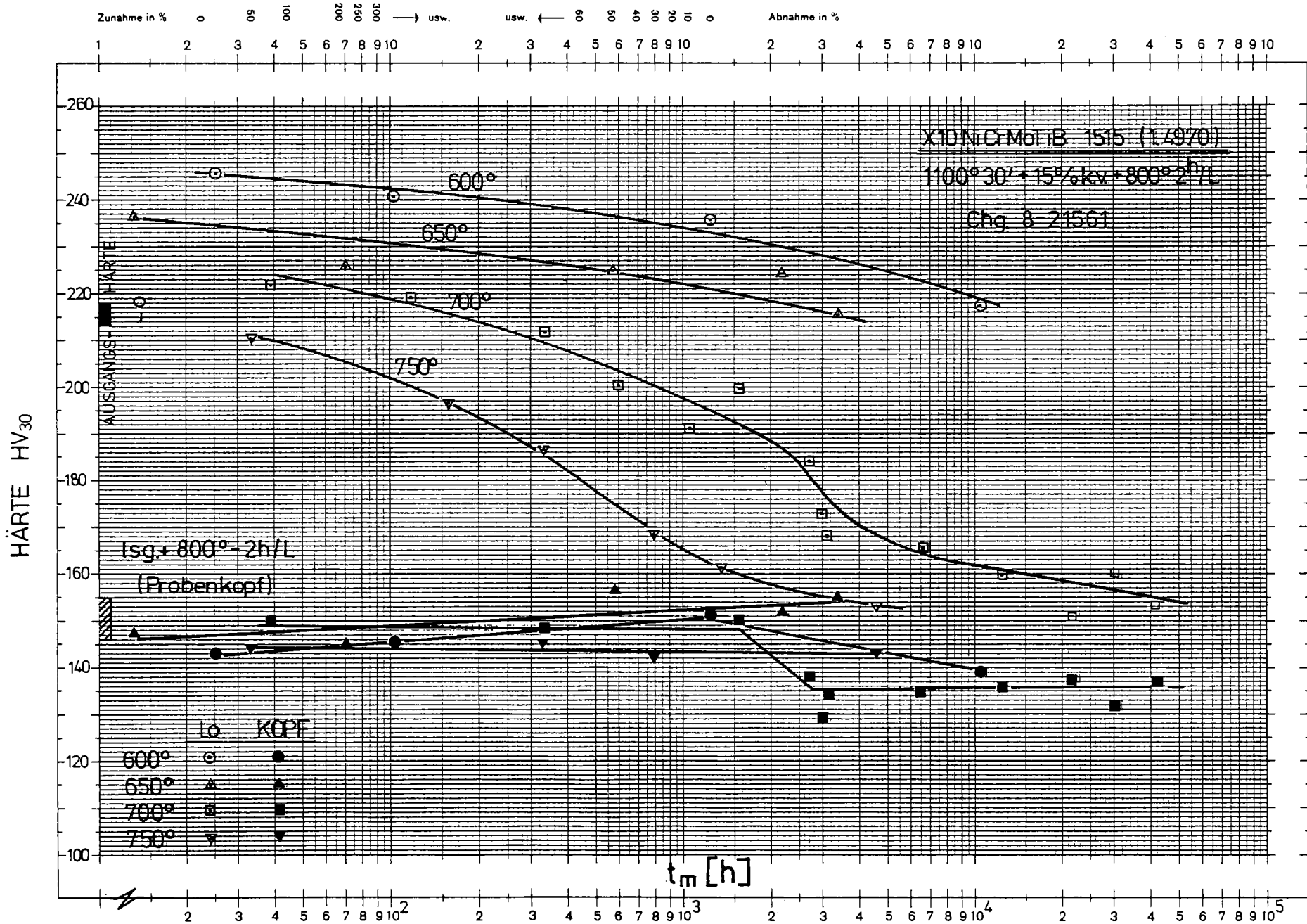


Bild 18 Härte in Abhängigkeit von der Standzeit