

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

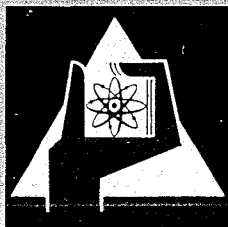
November 1967

KFK 713

Institut für Material- und Festkörperforschung

Über das Zeitstand- und Kriechverhalten von austenitischen
Chrom-Nickel-Stählen in Gegenwart von Natrium

H. Böhm, H. Schneider



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.

KARLSRUHE

ÜBER DAS ZEITSTAND- UND KRIECHVERHALTEN VON AUSTENITISCHEN CHROM-NICKEL-STÄHLEN IN GEGENWART VON NATRIUM *

H. BÖHM und H. SCHNEIDER

Institut für Material- und Festkörperforschung des Kernforschungszentrums Karlsruhe, Deutschland

Eingegangen am 11. Juli 1967

Es wurde der Einfluss von Natrium auf das Zeitstand- und Kriechverhalten zweier austenitischer Stähle bei gefüllten Rohren aus den Werkstoffen X8CrNiMoVNb 700° C ermittelt. Die Versuche wurden an Natrium-1613 und NiCr 3020 (Incoloy 800) unter einachsiger Zugbeanspruchung durchgeführt.

Bei beiden Werkstoffen zeigte sich keine Beeinflussung der sekundären Kriechgeschwindigkeit durch das Natrium, wohl aber eine Verkürzung des tertiären Kriechbereichs, was eine merkliche Erniedrigung der Bruchdehnung zur Folge hat. Beim NiCr 3020 macht sich der Einfluss des Natriums darüberhinaus in einer Verkürzung der Standzeit bemerkbar.

A study was made on the influence of liquid sodium on the creep- and stress-rupture properties of two austenitic steels at 700° C. The tests were carried out on sodium filled tubes (X8CrNiMoVNb 1613 and NiCr 3020) under uniaxial stress.

1. Einleitung

Mit zunehmender Verwendung von Natrium als Kühlmittel in Kernreaktoren bei gleichzeitiger Steigerung der Kühlmitteltemperatur gewinnt die Frage des Zeitstand- und Kriechverhaltens von warmfesten Werkstoffen in Gegenwart von Natrium immer mehr an Bedeutung. Erfahrungsgemäss ist die Kenntnis des Korrosionsverhaltens der Werkstoffe in der betreffenden Metallschmelze nicht ausreichend, um Rückschlüsse auf die Beeinflussung der Zeitstandeigenschaften zu ziehen. So ist von einer Vielzahl von Metallen und Legierungen bekannt, dass sie in Gegenwart flüssiger Metalle eine starke Versprödung aufweisen¹⁾.

Über den Einfluss von strömendem Natrium (Strömungsgeschwindigkeit $\approx 1,35$ cm/sec) auf

It is shown that the secondary creep rate of both alloys is not influenced by the sodium whereas the tertiary creep stage is shortened, resulting in a reduction of fracture strain. In NiCr 3020 the time to rupture is decreased by the sodium.

L'influence du sodium liquide sur les propriétés de fluage et de rupture de deux aciers austénitiques a été étudiée à 700° C. Les essais ont été réalisés sur des tubes en acier X8CrNiMoVNb 1613 et CrNi 3020 remplis de sodium sous effort uniaxial. On a montré que la vitesse de fluage secondaire des deux alliages n'est pas influencée par le sodium, tandis que le stade de fluage tertiaire est raccourci, ce qui a pour effet de réduire la déformation à la rupture. Pour l'alliage CrNi 3020, la durée de vie jusqu'à rupture est diminuée par le sodium.

das Zeitstand- und Kriechverhalten eines ferritischen CrMo-Stahles sowie eines austenitischen Stahles vom Typ 316 (entspricht X5CrNiMo1810) bei 600 und 650° C berichten Andrews et al.²⁾. Die Versuche, die an 1,6 mm starken Blechproben durchgeführt wurden, ergaben eine geringe Erniedrigung der Standzeit des ferritischen Stahls in Gegenwart von Natrium, ohne dass eine Abhängigkeit vom Sauerstoffgehalt (30 bzw. 300 ppm) des Natriums festzustellen war. Bei dem austenitischen Stahl wurde dagegen keine Veränderung der Zeitstandfestigkeit in Natrium beobachtet. Beide Legierungen zeigten im Natrium eine leichte Erhöhung der sekundären Kriechgeschwindigkeit sowie Zunahme der Bruchdehnung.

In der vorliegenden Arbeit sollte der Einfluss

* Diese Arbeit wurde im Rahmen der Assoziation zwischen der Europäischen Atomgemeinschaft und der Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe, auf dem Gebiet der schnellen Reaktoren durchgeführt.

des Natriums auf das Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahls X8CrNiMoVNb1613 (Werkstoff-Nr. 4988) untersucht werden und zwar bei Wandstärken wie sie bei Hüllrohren für Brennelemente in Betracht kommen. Dieser Stahl gilt als ein aussichtsreicher Hüllwerkstoff für einen natriumgekühlten schnellen Brutreaktor. Die Untersuchung an Proben aus Incoloy 800 (NiCr3020) (Werkstoff-Nr. 4861) hatte das Ziel, den Einfluss eines höheren Nickel-Gehaltes zu erfassen, da die Korrosionsbeständigkeit gegenüber Natrium mit steigendem Nickel-Gehalt der Legierung abnimmt³⁾.

2. Versuchsdurchführung

Da Kriechversuche in strömendem Natrium eines erheblichen experimentellen Aufwandes bedürfen, lag es nahe, den Einfluss des Natriums zunächst in einem statischen Test zu untersuchen. Die Versuche wurden in der Weise durchgeführt, dass Natrium-gefüllte Rohre mit den Abmessungen 110 × 7 × 0,4 mm unter einachsiger Zugbeanspruchung bei 700° (± 3°) in normalen Zeitstandanlagen (Bauart Mohr und Federhaff) geprüft wurden. Die Zusammensetzung der untersuchten Legierungen ist in Tabelle 1 wiedergegeben.

Die gereinigten Rohrabschnitte wurden zunächst an einem Ende mit einem Gewindestopfen aus einem 18/8-CrNi-Stahl auf einer Elektronenstrahlschweißmaschine verschweisst. In einer speziell für diese Versuche konstruierten Apparatur wurden die Proben anschliessend

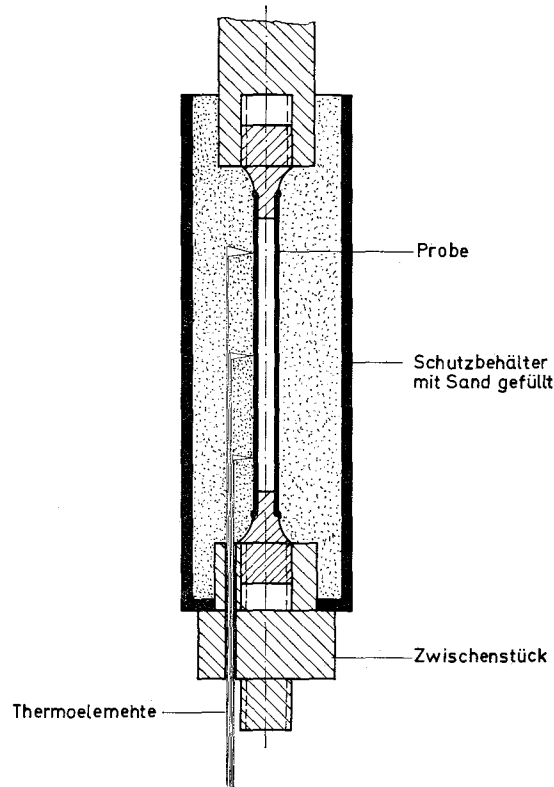


Fig. 1. Einrichtung für Zeitstandversuche an Rohren (mit Natrium gefüllt).

unter Argon mit Natrium gefüllt, wobei das Natrium zur Erzielung eines möglichst geringen Sauerstoffgehaltes durch eine Fritte gesaugt wurde. Der Sauerstoffgehalt des Natriums dürfte damit unter 50 ppm liegen. Nach dem Einfüllen wurde das Rohr mit dem zweiten Gewindestopfen verschweisst. Fig. 1 gibt die Versuchsanordnung wieder. Zum Schutz gegen das bei Bruch der Rohre auslaufende Natrium wurde ein mit Sand gefüllter Schutzbehälter aus hitzebeständigem Stahl um die Probe angebracht. Die Dehnungsmessung während des Versuchs erfolgte mit Hilfe einer Messuhr am Einspanngehänge, nachdem durch vergleichende Messungen mit induktiven Dehnungsaufnehmern festgestellt wurde, dass die Messgenauigkeit voll ausreichend ist.

Parallel zu den Versuchen mit natriumgefüllten Proben wurden Vergleichsuntersuchungen an ungefüllten Rohrproben in der gleichen Anordnung durchgeführt.

TABELLE 1

Zusammensetzung der untersuchten Legierungen (Gew %).

Bezeichnung	X8CrNiMoVNb 1613	Incoloy 800 (NiCr 3020)
C	0,07	0,016
Si	0,40	0,60
Mn	1,22	1,35
P	0,018	0,01
S	0,007	0,006
Cr	17,10	20,6
Ni	13,61	31,9
Mo	1,30	-
V	0,70	-
Nb/Ta . . .	0,85	-

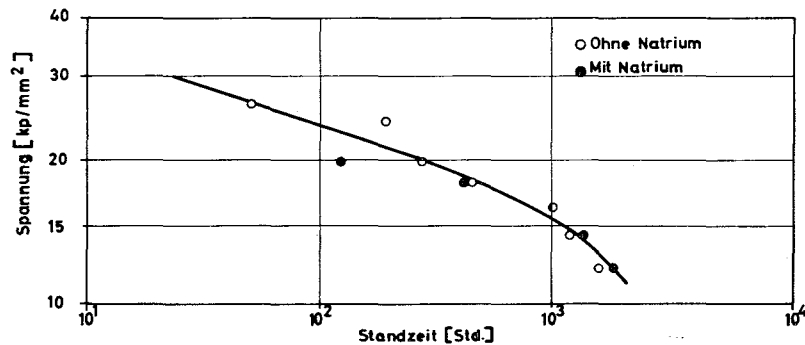


Fig. 2. Zeitstandschaubild des Stahles X8CrNiMoVNb1613 bei 700° C.

3. Versuchsergebnisse

Im Rahmen dieser Untersuchungen wurden der Einfluss des Natriums auf die Standzeit, die sekundäre Kriechgeschwindigkeit sowie die Bruchdehnung ermittelt. Die Ergebnisse der Versuche sind in den folgenden Bildern zusammengefasst. Die Fig. 2 und 3 geben die Zeitstanddiagramme der beiden Legierungen bei 700° ohne und in Gegenwart von Natrium wieder. Während sich beim 16/13-CrNi-Stahl keine merkliche Veränderung der Standzeit durch Natrium zeigt, wird die Zeitstandfestigkeit von Incoloy 800 deutlich herabgesetzt und zwar nimmt die Beeinflussung mit steigender Standzeit, d.h. Beanspruchungsdauer zu, was auf einen diffusionsgesteuerten Vorgang als Ursache der Standzeitverkürzung hinweist.

Die sekundäre Kriechgeschwindigkeit der Proben beider Legierungen ist in Fig. 4 in Abhängigkeit von der Spannung dargestellt.

Man erkennt, dass alle Werte innerhalb des normalen Streubereichs liegen, so dass kein eindeutiger Einfluss des Natriums auf die sekundäre Kriechgeschwindigkeit zu erkennen ist.

Der lineare Zusammenhang zwischen Kriechgeschwindigkeit und Standzeit bei doppellogarithmischer Auftragung zeigt, dass die Spannungsabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit in beiden Fällen befriedigend durch die Gleichung

$$\dot{\epsilon} = k\sigma^m$$

beschrieben werden kann. Der Spannungs-exponent m ergibt sich aus Fig. 4 für X8CrNiMoVNb1613 zu 4,5, für Incoloy 800 zu 5,0, was gut mit dem theoretisch zu erwartenden Wert übereinstimmt⁴⁾.

Während die Zeitstandfestigkeit und Kriechgeschwindigkeit durch das Natrium nur gering bzw. überhaupt nicht verändert werden, zeigt die Bruchdehnung bei beiden Legierungen eine

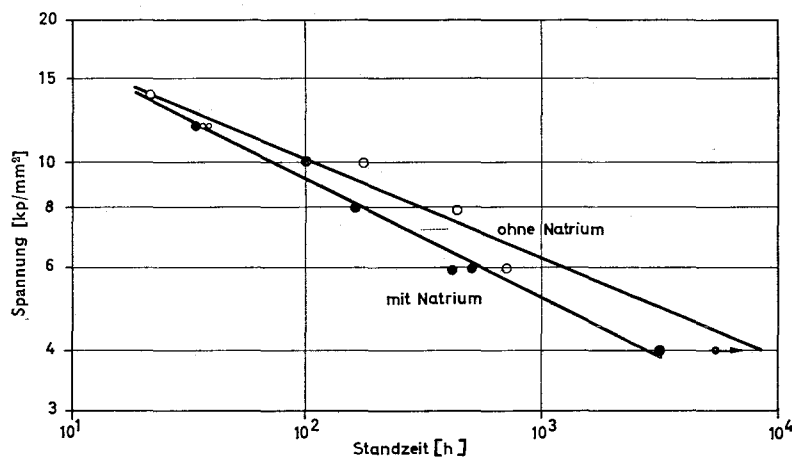


Fig. 3. Zeitstandschaubild von Incoloy 800 bei 700° C ohne und in Gegenwart von Natrium.

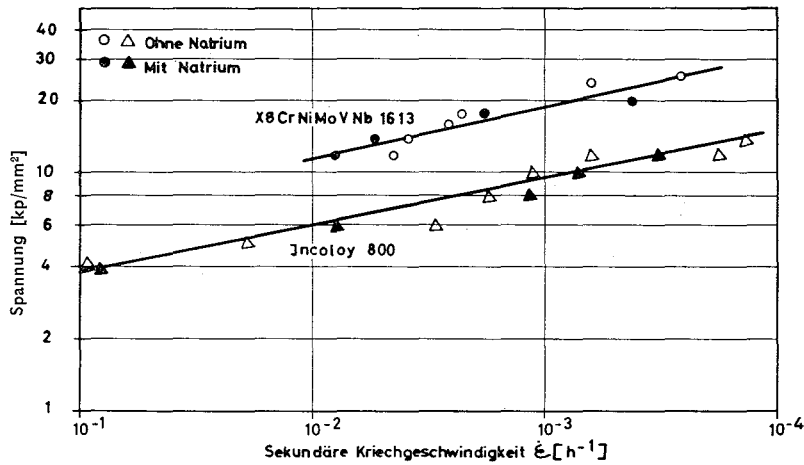


Fig. 4. Sekundäre Kriechgeschwindigkeit von Incoloy 800 und X8CrNiMoVNb1613 in Abhängigkeit von der Spannung bei 700° C.

deutliche Reduktion in Gegenwart von Natrium, wie man aus den Fig. 5 und 6 ersieht. Der Verlauf der Bruchdehnung über der Standzeit ist bei Na-freien und Na-gefüllten Proben weitgehend ähnlich. Offenbar liegt beim 16/13-CrNi-Stahl lediglich eine Beeinflussung des tertiären Kriechabschnittes vor und zwar in der Weise, dass der Bruch sehr bald nach Erreichen des tertiären Kriechabschnittes einsetzt, während die Proben ohne Gegenwart von Natrium eine beachtliche Dehnung im Tertiärbereich aufweisen. Fig. 7 zeigt dieses Verhalten an Hand der Kriechkurven bei 18 kp/mm^2 , bei denen die sekundäre Kriechgeschwindigkeit mit und ohne Natrium genau gleich sind.

Die im Vergleich zur Standzeit kurze Dauer des Tertiärbereiches, die meist kleiner ist als die relativ grosse Streuung der Standzeitwerte, erklärt, warum bei Verkürzung des Tertiärbereiches wohl eine starke Erniedrigung der Bruchdehnung, nicht aber eine Beeinflussung der Standzeit beobachtet wird.

Bei Incoloy 800 zeigt sich an Hand der gemessenen Werte, dass, wie bei X8CrNiMoVNb 1613, eine deutliche Verkürzung des tertiären Bereichs durch das Natrium vorliegt, dass aber darüberhinaus auch ein früheres Einsetzen des tertiären Bereichs durch das Natrium bewirkt wird, was zu der deutlichen Erniedrigung der Standzeit führt.

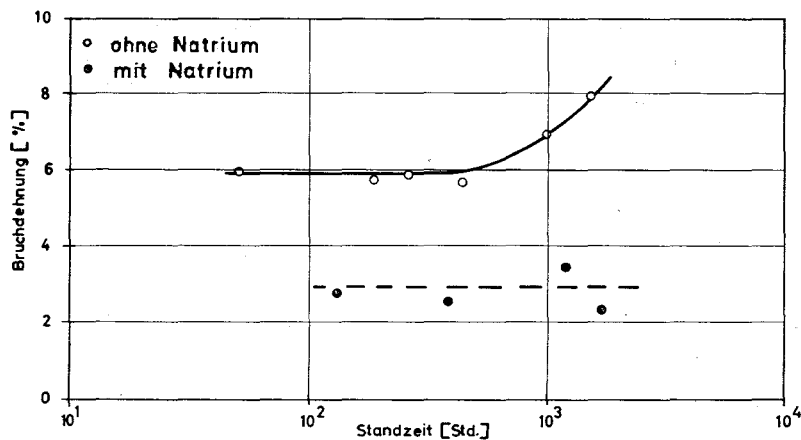


Fig. 5. Bruchdehnung des Stahles X8CrNiMoVNb1613 im Zeitstandversuch bei 700° ohne und in Gegenwart von Natrium.

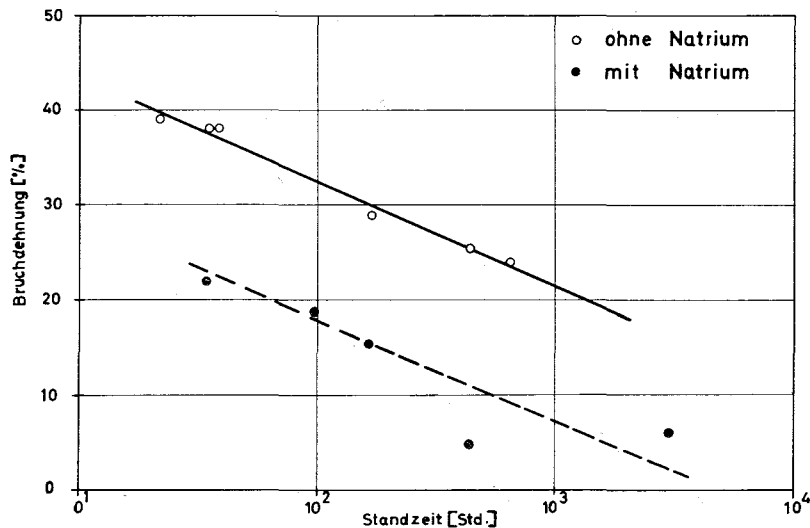


Fig. 6. Bruchdehnung der Legierung Incoloy 800 im Zeitstandversuch bei 700° ohne und in Gegenwart von Natrium.

Um Aussagen über das Bruchverhalten machen zu können, wurden die Zeitstandproben in der Bruchzone metallographisch untersucht. In den Fig. 8a–h sind die Gefüge der an Luft und der in Gegenwart von Natrium bei verschiedenen Spannungen geprüften Proben aus Incoloy 800 im Bereich der Bruchzone wiedergegeben. Während die „Normalproben“ zahlreiche interkristalline Risse zeigen, die gleichmässig über den Querschnitt auftreten und deren Zahl und Grösse erwartungsgemäss mit steigender Belastung, d.h. zunehmender Dehnungsgeschwindigkeit abnimmt, sind bei den in Gegenwart von Natrium beanspruchten Proben keine interkristallinen Risse im Proben-

innern festzustellen, lediglich von der mit dem Natrium in Berührung stehenden Oberfläche gehen einige interkristalline Risse aus. Ein ganz analoges Verhalten wird auch bei den Proben aus X8CrNiMoVNb1613 beobachtet.

4. Besprechung der Versuchsergebnisse

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen deutlich, dass das Natrium die im tertiären Kriechbereich ablaufenden Vorgänge der Riss- und Bruchbildung beeinflusst, während die sekundäre Kriechgeschwindigkeit zumindest nicht in einem über die normalen Streuungen hinausgehenden Mass verändert wird. Da beim austenitischen Stahl X8CrNiMoVNb1613 im wesent-

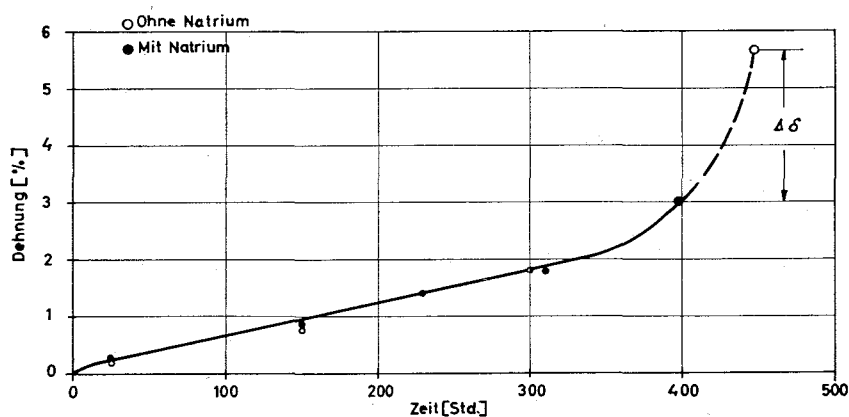
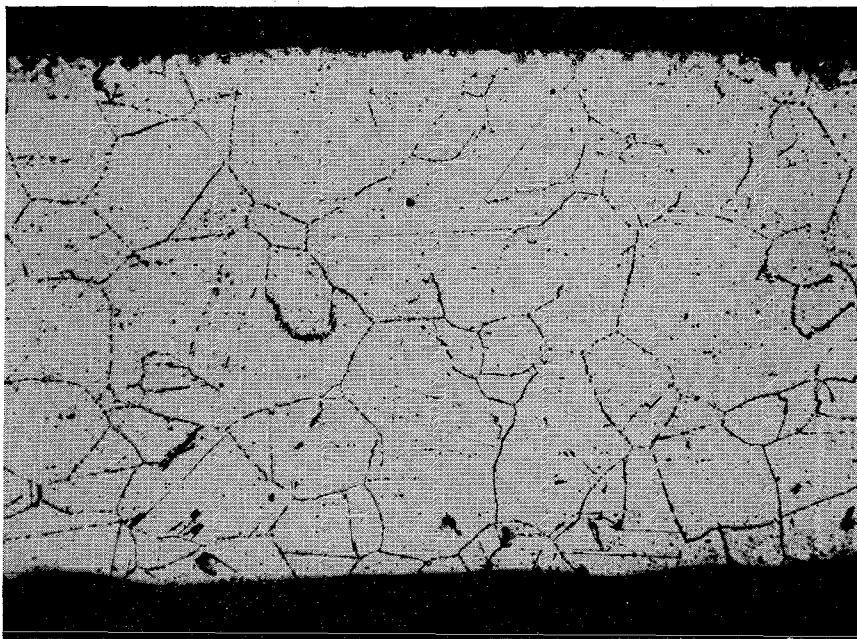


Fig. 7. Kriechkurven des Stahles X8CrNiMoVNb1613 bei 18 kp/mm² und 700° C.

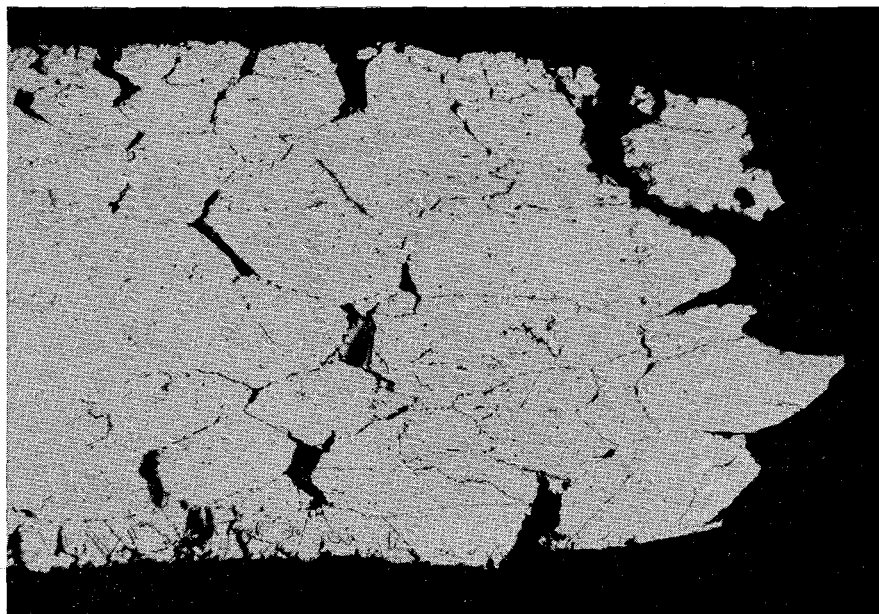


8 (a)

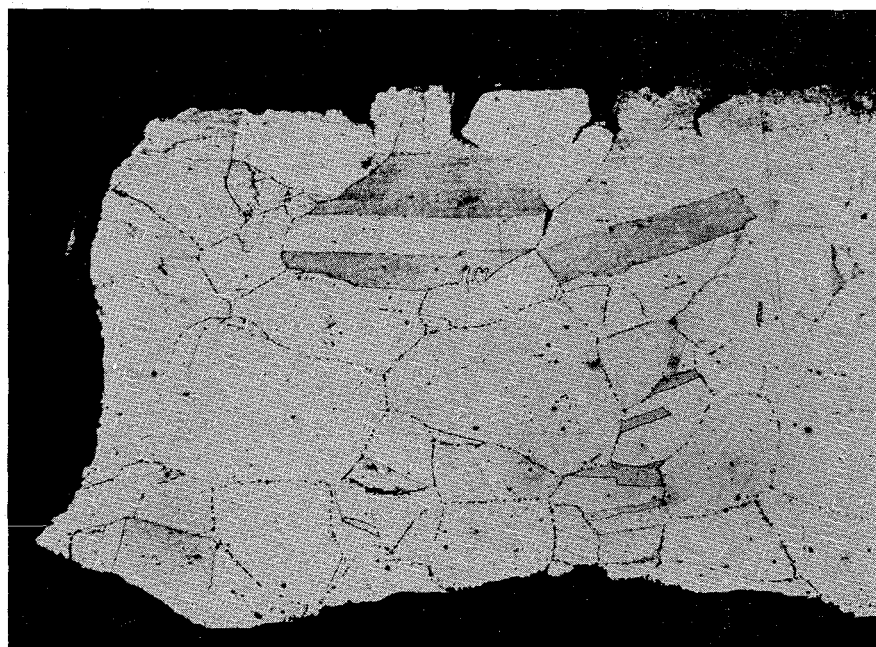


8 (b)

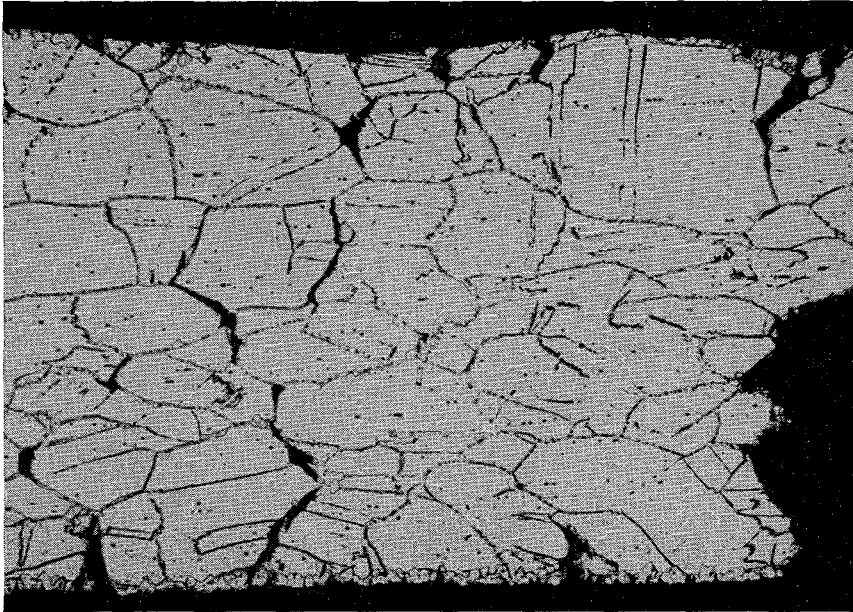
Fig. 8. Gefüge der Zeitstandrohrproben aus Incoloy 800 im Bereich der Bruchzone. Prüftemperatur 700° C. Proben a, c, e und g: ohne Natrium; Proben b, d, f und h: in Gegenwart von Natrium; Proben a+b: $\sigma=6$ kp/mm², c+d: $\sigma=8$ kp/mm², e+f: $\sigma=10$ kp/mm², g+h: $\sigma=12$ kp/mm². $\times 200$



8 (c)



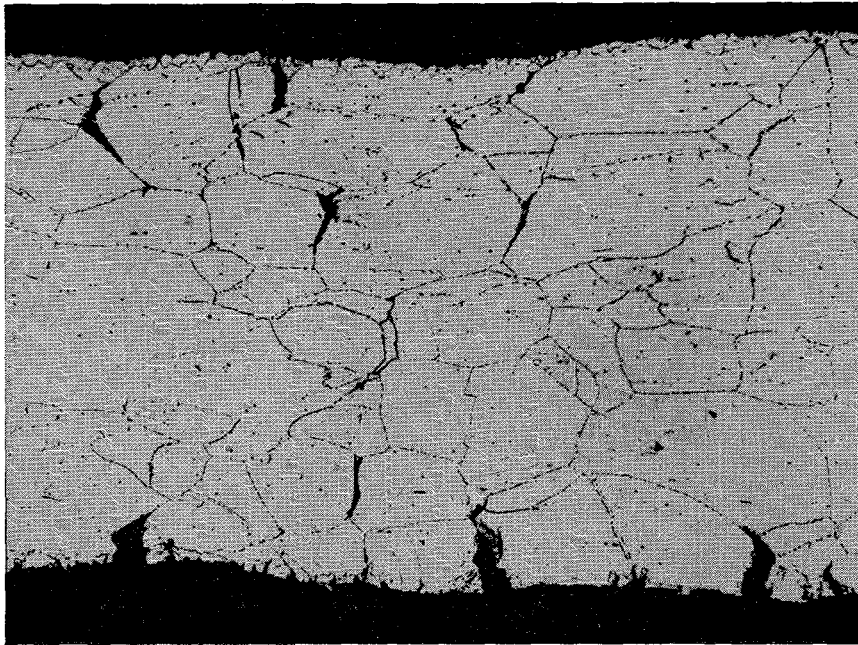
8 (d)



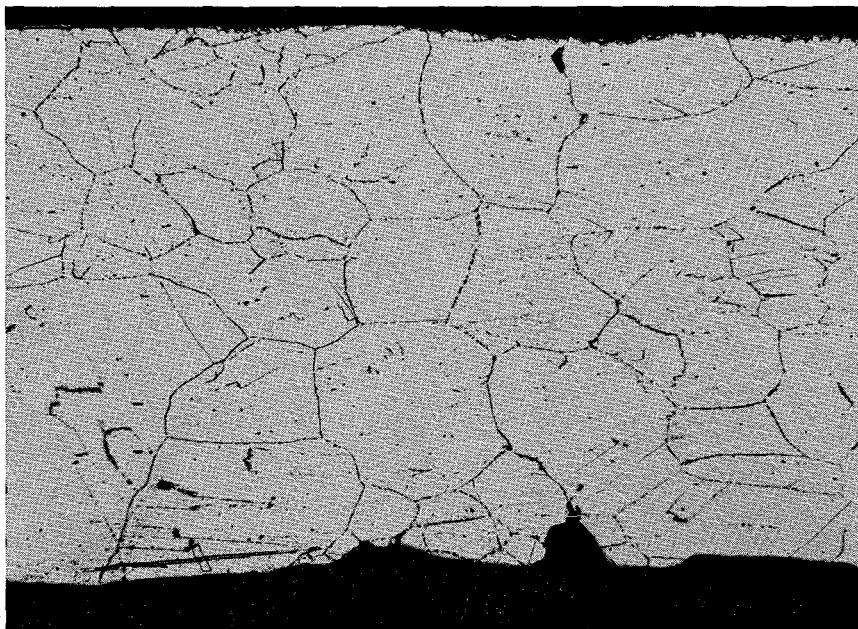
8 (e)



8 (f)



8 (g)



8 (h)

lichen nur der tertiäre Bereich verkürzt wird, der Zeitpunkt seines Einsetzens aber unverändert bleibt, kann man annehmen, dass das Natrium weniger die Rissbildung als die Rissausbreitung begünstigt. Das frühere Einsetzen des tertiären Abschnittes durch Natrium bei Incoloy 800 legt den Schluss nahe, dass hier auch eine Beeinflussung der Rissbildung besteht, die wahrscheinlich auf den verstärkten Korrosionsangriff, der möglicherweise auch interkristallin erfolgen kann, zurückzuführen ist.

Die bei beiden Legierungen vorliegende Veränderung der Rissausbreitung wird besonders deutlich an Hand der Gefügebilder der Proben im Gebiet der Bruchzone. Das Fehlen grösserer interkristalliner Risse im Probeninnern der „Natriumproben“ zeigt zunächst einmal, dass die Risse, wie sie im Gefüge der „Normalproben“ vorliegen, erst sehr spät im tertiären Bereich zu der in den Normalproben erkennbaren Grösse auswachsen. Von besonderer Bedeutung ist aber die sich aus dem Fehlen der Risse ergebende Aussage, dass kleinste von der Oberfläche ausgehende Risse in Gegenwart von Natrium zu einem raschen Bruch führen, bevor Risse im Innern eine sichtbare Grösse erreicht haben. Über die Ursachen der beschleunigten Rissausbreitung in Gegenwart bestimmter Metallschmelzen besteht noch keine völlige Klarheit. Im Gegensatz zu der mehrfach vertretenen Auffassung¹⁾, dass die Versprödung über eine Erniedrigung der Oberflächenenergie infolge Absorption von Atomen aus der Schmelze hervorgerufen wird (dadurch würde die zum Wachsen des Risses erforderliche Spannung herabgesetzt), führen Stoloff und Johnston⁵⁾ die Erniedrigung der Bruchspannung und Duktilität auf eine Verminderung der Bindungskräfte an der Riss Spitze durch chemisorbierte Atome zurück.

Vergleicht man die Ergebnisse der vorliegenden Untersuchung mit denen der Arbeit von Andrews et al.²⁾, so stellt man in einigen Punkten erhebliche Unterschiede fest. Hierbei ist die in unseren Versuchen nicht beobachtete Erhöhung der sekundären Kriechgeschwindigkeit durch Natrium (im Vergleich zu der an Luft)

zweifellos weniger auffallend als die sehr unterschiedliche Beeinflussung der Bruchdehnung. Im Gegensatz zu der in den eigenen Versuchen beobachteten starken Erniedrigung der Bruchdehnung fanden Andrews und Mitarbeiter sogar eine Erhöhung der Bruchdehnung in Gegenwart von Natrium.

Neben der Zusammensetzung der untersuchten Werkstoffe sowie der Versuchsdurchführung sind auch andere wichtige Parameter wie Wandstärke und Verformungszustand der Proben sowie Natriumtemperatur sehr verschieden, so dass ein Vergleich der Ergebnisse beider Arbeiten nicht leicht ist, und erst weitere Untersuchungen die Ursache für das unterschiedliche Verhalten klären können.

5. Zusammenfassung

Es wurde das Zeitstand- und Kriechverhalten zweier austenitischer Stähle bei 700° C in Gegenwart von Natrium ermittelt. Die Versuche wurden in der Weise durchgeführt, dass Natrium-gefüllte Rohre aus den Werkstoffen X8CrNiMoVNb1613 und NiCr 3020 einem Kriechversuch unterworfen wurden.

Bei keinem der beiden Werkstoffe konnte eine Beeinflussung der sekundären Kriechgeschwindigkeit durch Natrium festgestellt werden. Die Zeitstandfestigkeit bei NiCr 3020 wird durch Natrium erniedrigt. Der tertiäre Kriechbereich wird bei beiden Legierungen durch die Gegenwart des Natriums verkürzt, was sich in einer deutlichen Herabsetzung der Bruchdehnung bemerkbar macht.

Literatur

- 1) W. Rostoker, J. M. McCaughey und H. Markus, Embrittlement by Liquid Metals (Reinhold, New York, 1960)
- 2) R. C. Andrews, R. H. Hiltz, L. H. Kirschler, S. J. Rodgers und F. Tepper, Effect of high temperature sodium on austenitic and ferritic steels; MSAR-61-18, MSAR 64-81, MSAR 65-194, MSAR 66-149
- 3) B. A. Nevsorov et al., 3. U.N. Intern. Conf. peaceful uses of Atomic Energy (1964). Paper 28/P/343
- 4) J. Weertman, J. Appl. Phys. 28 (1957) 1185
- 5) N. S. Stoloff und T. L. Johnston, Acta Met. 11 (1963) 251