

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

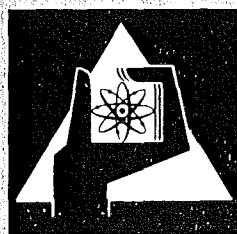
Oktober 1974

KFK 2040

Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

**Der Einfluß des Vorbehandlungszustandes auf das Zeitstand- und
Kriechverhalten des Stahles X8CrNiMoVNb 1613**

M. Schirra



**GESELLSCHAFT
FÜR
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK-2040

Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

Der Einfluß des Vorbehandlungszustandes auf das Zeitstand- und
Kriechverhalten des Stahles X8CrNiMoVNb 1613

von

Manfred Schirra

Gesellschaft für Kernforschung mbH., Karlsruhe

Abstract

The influence of pretreatments upon the creep-rupture-strength and creep-behaviour of stainless steel X8 CrNiMoVNb 1613

The austenitic stainless steel X8 CrNiMoVNb 1613 (DIN-W.Nr. 1.4988) was given 17 various pretreatments and tested in 600-750°C temperature range for its creep-rupture-strength and creep-behaviour. The use of different specimen forms and testing in air and vacuum allow statements to the effect of specimen form and test-atmosphere.

Starting from the customary in trade-solution annealed and aged at 750°C-supplied condition, the effect of cold-working (5-50%) along with that of various aging treatments (700-850°C, 1-170 hours) on the creep-rupture strength and creep-behaviour and on ductility is reported. It should be noted, that the yield strength should essentially be increased to meet the requirements placed on the fuel-element cladding of a fast breeder reactor. For the austenitic steels which are being considered as the potential material for the cladding, the increase in their yield-strength can only be achieved by cold-working or by giving a suitable thermomechanical pretreatment. Among the various pretreatments employed in this investigation, solution-annealing + 5% cold work + aging at 800°C - 1 hour/air was found to be the optimum pretreatment for the X8 CrNiMoVNb 1613 steel.

Übersicht

Der austenitische Stahl X8 CrNiMoVNb 1613 (W.Nr. 1.4988) wurde in 17 verschiedenen Vorbehandlungszuständen auf sein Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten im Temperaturbereich von 600-750°C untersucht. Die Verwendung verschiedener Probenformen sowie die Durchführung der Versuche in Luft und Vakuum erlauben Aussagen zum Einfluß der Probenform und der Prüfatmosphäre.

Ausgehend vom handelsüblichen Zustand - lösungsgeglüht + 750°C ausgelagert - wird der Einfluß der Kaltverformung (5-50%) sowie unterschiedlicher Auslagerungsbedingungen (700-850°C, 1-170 Std) auf das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten und auf die Duktilität beschrieben. Wesentlich ist, daß die Streckgrenze aufgrund der Anforderungen, die an die Hülle eines Schnell-Brüter-Brennelementes gestellt werden, erhöht werden muß. Dies ist bei den als potentielle Hüllwerkstoffe in Frage kommenden austenitischen Stählen nur über eine Kaltverformung bzw. über kombinierte mechanisch/thermische Vorbehandlung möglich. Als optimale Vorbehandlung erwies sich für den Stahl X8 CrNiMoVNb 1613 im Rahmen der hier untersuchten Zustände lösungsgeglüht + 5% kv + 800°C 1 h/Luft.

Gliederung

1. Einleitung
2. Versuchsmaterial
3. Versuchsdurchführung
4. Versuchsergebnisse
 - 4.1 Zugfestigkeit
 - 4.2 Zeitstandverhalten
 - 4.2.1 Zeitstandfestigkeit
 - 4.2.2 Zeit-Dehngrenzen
 - 4.2.3 Extrapolation
 - 4.2.4 Bruchdehnung und -einschnürung
 - 4.3 Kriechverhalten
 - 4.4 Metallographische Untersuchungen
 - 4.4.1 Bruchverhalten
 - 4.4.3 Härtemessungen
5. Diskussion der Versuchsergebnisse
6. Literatur

1. Einleitung

Der niobstabilisierte austenitische Stahl X8 CrNiMoVNb 1613 hat im Turbinen- und Kraftwerksbau sowie in der petrochemischen Industrie ein breites Anwendungsgebiet.^{1,2)} Das Kurzzeit- und Langzeitfestigkeitsverhalten ist in zahlreichen Arbeiten, auch unter Berücksichtigung verschiedener Einflußgrößen, beschrieben worden³⁻⁶⁾. In der Kerntechnik ist diese Legierung seit dem Beginn der Arbeiten zur Entwicklung und Auswahl geeigneter Hüllwerkstoffe für Na-gekühlte Schnell-Brüter-Brennelemente in fast allen⁷⁻¹⁰⁾ Versuchsprogrammen im Vergleich zu anderen Legierungen untersucht worden. Die potentiellen Hüllwerkstoffe sind dabei auf ihre neutronenphysikalischen mechanischen und chemischen Eigenschaften, und deren Beeinflussung durch Neutronenbestrahlung kritisch betrachtet worden¹¹⁻¹⁵⁾.

Im Hinblick auf eine Optimierung der mechanischen Eigenschaften und des Bestrahlungsverhaltens kommt dabei dem gezielt angewandten Vorbehandlungszustand entscheidende Bedeutung zu¹⁶⁾. So wurde für die beiden Stähle X8 CrNiMoNb 1616 (W.Nr. 4981) und X10 NiCrMoTiB 1515 (W.Nr. 4970) der Einfluß verschiedener thermo-mechanischer Vorbehandlungen auf das Zeitstand- und Kriechverhalten untersucht und beschrieben^{17,18)}.

Für die Legierung X8 CrNiMoVNb 1613 (W.Nr. 4988) wurden im Zusammenhang mit den verschiedenen Versuchsprogrammen im Laufe der letzten Jahre eine Vielzahl von Vorbehandlungszuständen untersucht. Die vorliegende Arbeit umfaßt die Ergebnisse von Versuchen an unbestrahlten Rundproben von 17 Vorbehandlungszuständen:

Charge 15 136

- | | | |
|----|---------------------|----------------------------|
| 1) | Anlieferungszustand | = 1050°C/W + 750°C 3h/Luft |
| 2) | " | + 15% kv |
| 3) | " | + 15% kv + 700°C 170h/Luft |
| 4) | " | + 15% kv + 750°C 3h/Luft |
| 5) | " | + 15% kv + 800°C 1h/Luft |
| 6) | " | + 15% kv + 800°C 23h/Luft |
| 7) | " | + 8% kv + 750°C 3h/Luft |
| 8) | " | + 800°C 23h/L + 8% kv |

- 9) Anlieferzustand
- 10) Anlieferzustand + 10% kv
- 11) " + 20% kv + 850°C 1h/Luft
- 12) " + 50% kv + 850°C 1h/Luft
- 13) " 1050°C 1h/W
- 14) " + 700°C 170h/Luft
- 15) " + 25% kv + 700°C 170h/Luft
- 16) " + 50% kv + 700°C 170h/Luft

Charge 20 924

- 17) 1100°C 5 min + 5% kv + 800°C 1h/Luft

Trotz Anbindung an verschiedene Versuchsprogramme zeigt die Zusammenstellung der Vorbehandlungszustände, daß sich Aussagen zum Zeitstand- und Kriechverhalten über einen weiten Bereich der Kaltverformung und der Auslagerungstemperatur und -zeit machen lassen. Von Vorteil ist auch, daß die Proben der Zustände 1-16 alle einer Charge entstammen, sodaß Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung und im Fertigungsprozess nicht zum Tragen kommen. Lediglich die Proben des Zustandes 17, der in der Zwischenzeit unter der Bezeichnung "Industriezustand" in Berichte Eingang gefunden hat, stammen aus einer anderen Charge.

Bei dem unter 1) angeführten Zustand handelt es sich um den handelsüblichen Zustand dieses Stahles, dessen Kurz- und Langzeitverhalten durch die Schriften der Hersteller und die Gemeinschaftsarbeit des VDEH weitgehend bekannt ist. Die Versuchsergebnisse der Proben dieses Zustandes bildeten die Vergleichsgrundlage für alle anderen Vorbehandlungszustände. Ferner waren die eigenen umfangreichen Versuche erforderlich, um Ergebnisse zum Kriechverhalten, Bruchverhalten und legierungsspezifische Konstanten zu erhalten, die in der Literatur kaum oder nur spärlich vorhanden sind.

2. Versuchsmaterial

Das Versuchsmaterial beider Chargen wurde als \emptyset 12 mm-Stangen von den Gußstahlwerken Witten angeliefert. Das Material der Charge 15 136 war als handelsüblicher Zustand fertig wärmebehandelt, d.h. Lösungsglügen bei 1050°C 30'/Wasser + Auslagerung bei 750°C 3h/Luft, angeliefert worden und die Stan-

gen der Charge 20 924 im warmverformten Zustand. Die chemische Zusammensetzung geht aus Tabelle I hervor. Beide Chargen liegen innerhalb der Richtanalyse und sind als leicht überstabilisiert anzusehen.

Die Charge 15 136 weist einen etwas höheren C-Gehalt und zur Wahrung des Stabilisierungsverhältnisses einen etwas höheren Ta/Nb-Gehalt auf gegenüber der Charge 20 924, die dagegen im Vanadin- und N₂-Gehalt höher liegt. Mit aufgenommen in dieser Tabelle ist auch das Streuband der Legierungselemente der unter ⁴⁾ untersuchten 27 Chargen des VDEH.

Das Gefüge der Charge 15 136 im Anlieferzustand (lsg + ausgelagert) zeigt Bild 1a + b. Die Korngröße liegt zwischen 20-40 µm. Neben einzelnen Primärkarbiden finden sich zahlreiche feine Ausscheidungen im Korn bei deutlicher, aber feiner Belegung der Korngrenzen.

Die verschiedenen Vorbehandlungen (Zustände 2-16) führen nun nicht in allen Fällen zu lichtmikroskopisch sichtbaren Veränderungen des Gefüges. Deshalb sind in den Bildern 1c-2c nur von den Zuständen das Gefüge wiedergegeben, bei denen die Vorbehandlungen zu einer entsprechend starken Veränderung des Ausgangsgefüges geführt hat.

Als Beispiel für die nur kaltverformten Zustände steht Bild 1c (Zustand 10; 10% kaltverformt). Kaltverformungsgrade in dieser Größenordnung sind noch nicht klar erkennbar. Während bei 20% k.v. + 850° 1h/Luft (Zustand 11) durch die Auslagerung teilweise Rekristallisation auftritt, bewirkt diese Auslagerung bei 50%iger Vorverformung (Zustand 12) völlige Rekristallisation mit sehr feinem Korn (Bild 1d). Eine Glühung bei 700° über 170h dagegen führt bei 25% Kaltverformung (Zustand 15) lediglich zu einer leichten Entfestigung und bei 50% Kaltverformung (Zustand 16) zu einer Rekristallisation, bei der die Verformungsstruktur noch deutlicher erkennbar ist (Bilder 2a-c).

Das Gefüge der Charge 20 924 war schon im Anlieferzustand etwas ungleichmäßig. Nach der als Zustand 17 durchgeführten Vorbehandlung (1100°C 5 min + 5% kv + 800°C 1h/L) ergab sich das in Bild 3a+b dargestellte Gefüge mit Bereichen sehr feiner und gröberer Körner.

Ein besseres Indiz für Gefügeänderungen aufgrund unterschiedlicher Vorbehandlungen ist die Matrixhärte. Ausgehend von der Verfestigungskurve (Bild 4), wie sie für diesen Stahl bis 50% Kaltverformung ermittelt wurde, zeigt das Bild 4 auch, in welchem Umfang durch nachfolgende Glühbehandlungen über Ausscheidungen die Matrixhärte erhöht oder durch Erholung bzw. Rekristallisation erniedrigt wird.

Bis 15% Kaltverformung führen Auslagerungstemperaturen bis 800°C 1h, oder bei tieferen Temperaturen auch längere Auslagerungszeiten, zu einer weiteren Erhöhung der Matrixhärte. Auslagerungstemperaturen > 800°C, längere Zeiten (z.B. 23h) bei 800°C sowie längere Zeiten bei tieferen Temperaturen führen bei Kaltverformungsgraden ab 15% und mehr zu einer merklichen Entfestigung. Die teilweise bzw. vollständige Rekristallisation der Zustände 11, 12, 16 wird durch die entsprechenden Härtewerte gut belegt.

3. Versuchsdurchführung

Die Zeitstandversuche wurden in Einprobenprüfständen größtenteils in Normalatmosphäre und aus Kapazitätsgründen zum Teil in Vakuumprüfständen ($\approx 1 \cdot 10^{-5}$ Torr) durchgeführt. Ein Einfluß der Prüfatmosphäre auf die Meßergebnisse wurde nicht beobachtet.

Wenn auch bei Prüftemperaturen > 700°C teilweise erhebliche Oxydation beobachtet wird, so ist doch das Verhältnis Oxidschicht zu Probenquerschnitt derart, daß nicht von einer merklichen Querschnittsveränderung gesprochen werden kann.

Als Proben wurden Gewindekopfproben verwendet. Die Anbindung verschiedener Vorbehandlungszustände an verschiedene Versuchsprogramme (z.B. Bestrahlungsprogramme), brachte es mit sich, daß unterschiedliche Probenformen zum Einsatz kamen (Bild 5). Ein Einfluß der Probenform auf die Zeitstandfestigkeit und das Kriechverhalten kann in dem hier vorliegenden Rahmen verneint werden. Diese Aussage stützt sich auf die wahlweise Verwendung der Proben \emptyset 3 mm, \emptyset 5 mm und \emptyset 8 mm bei verschiedenen Zuständen und auf die bisherigen Ergebnisse eines speziellen Versuchsprogrammes zu diesem Punkt. Bei der Betrachtung der Bruchdehnungswerte wird das unterschiedliche Verhältnis l_0/d_0 beachtet.

Die Dehnung im Zeitstandversuch wurde bei den Versuchen an Luft mit induktiven Wegaufnehmern kontinuierlich registriert. Bei den Versuchen in Vakuum wurden die Kriechbeträge durch Meßuhren erfaßt.

Die Temperaturkontrolle und Regelung erfolgt mit drei über die Probenlänge verteilten Pt/Rh-Pt-Thermoelementen. Die Versuchstemperatur ist durch drei separat regelbare Heizzonen über die Probenlänge konstant und über die Versuchszeit beträgt die Schwankung $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

4. Versuchsergebnisse

4.1 Zugfestigkeit

Die Zugfestigkeitseigenschaften des handelsüblichen Zustandes dieses Stahles sind durch die Schriften der Hersteller und des VDEH^{1,2,4)} über einen weiten Temperaturbereich bekannt. Von den hier vorliegenden Zuständen wurden von den Zuständen 9-12 Zugversuche im Temperaturbereich von $650-950^{\circ}\text{C}$ und vom Zustand 17 bei RT und $400-700^{\circ}\text{C}$ durchgeführt. Von den Zuständen 2, 3 und 6 wurden lediglich Versuche bei 650° bzw. 700°C durchgeführt. Diese Einzelergebnisse sind in der Tabelle III aufgeführt.

Bild 6 umfaßt in 4 Teildiagrammen die Werte in Abhängigkeit von der Prüftemperatur. Die am handelsüblichen Zustand 9 gemessenen Werte entsprechen den von den Herstellern angegebenen. Als Einfluß der Vorbehandlung zeigt sich, daß 10% kv sowohl die Zugfestigkeit als auch die 0,2-Grenze erhöhen, allerdings die Duktilität erheblich mindern. Kaltverformungsgrade von 20-50% mit nachfolgender Glühung bei 850° 1h/Luft beeinflussen die Zugfestigkeit nicht wesentlich, lediglich die Werte für die 0,2-Grenze liegen bis 800°C Prüftemperatur etwas über denen des handelsüblichen Zustandes.

Bild 7 enthält die Zugversuchsergebnisse des sogen. "Industriezustandes" für RT und $400-700^{\circ}\text{C}$. Wesentlich ist, gerade im Zusammenhang mit den Zeitstandversuchen, daß auch bis 700°C noch Streckgrenzenwerte $> 25 \text{ kp/mm}^2$ erreicht werden.

4.2 Zeitstandverhalten

4.2.1 Zeitstandfestigkeit

Die Standzeiten der untersuchten Zustände sind in den Diagrammen 8-11 in Abhängigkeit von der jeweiligen Spannung aufgetragen. Der handelsübliche Zustand 1 (Bild 8) wurde im Temperaturbereich von 600-750°C untersucht. Für 650°C ist neben der ermittelten Zeitstandkurve auch das für diesen Stahl vom VDEH erarbeitete Streuband mit eingezeichnet. Es zeigt sich, daß die Zeitstandfestigkeitswerte der Charge 15 136 zu kurzen Standzeiten über, bzw. an der oberen Grenze und bei Zeiten > 10 000h an der unteren Grenze liegen. Das dürfte hauptsächlich auf das feine Ausgangsgefüge zurückzuführen sein. Für die Zeitstandfestigkeitskurven der übrigen Prüftemperaturen ergab der Vergleich mit den VDEH-Werten ein entsprechendes Verhalten. Die Standzeiten der im Vakuum untersuchten Proben liegen innerhalb des normalen Streubereiches. Zwar tritt bei Temperaturen > 700°C in Luft bereits eine merkliche Oxydation auf, die allerdings bei den massiven Proben keinen standzeitbegrenzenden Einfluß hat.

Die Zustände 2-8 wurden bei 650°C und teilweise bei 700°C untersucht (Bild 9a-c). Im Vergleich zum handelsüblichen Zustand 1 wird durch die Kaltverformung allein und auch bei zusätzlicher Auslagerung bis 800°C (maximal 1 Stunde) die Zeitstandfestigkeit erhöht. Eine Verlängerung der Auslagerungszeit auf 23 Std. führt aufgrund der damit verbundenen Entfestigung der Matrix zu erheblich niedrigeren Werten. Eine 8%ige Kaltverformung nach doppelter Auslagerung (Zustand 8) zeigt ein etwas ungünstigeres Langzeitverhalten.

Die Zustände 9-12 (Bild 10a) wurden im Zusammenhang und als Vergleich zu einem Bestrahlungsprogramm untersucht. Aus diesem Grunde kamen Proben der Abmessungen \emptyset 3 mm zum Einsatz (Bild 5c). Der Zustand 9 ist völlig identisch mit dem Zustand 1. Die erzielten Standzeiten liegen exakt auf der Zeitstandfestigkeitskurve dieses Zustandes, d.h. ein Einfluß der Probenform (\emptyset 3 mm bzw. \emptyset 8 mm) auf die Standzeit tritt nicht auf. Erwartungsgemäß liegen die Werte des 10%kv-Zustandes höher. Entsprechend dem unterschiedlichen Rekristallisationsgrad durch die 850°C-Glühung der höher kaltverformten Zustände 11 und 12, wie im Kapitel 2 beschrieben, ergeben sich niedrigere Zeitstandfestigkeitswerte.

Dagegen ist bei 25% Kaltverformung nach einer Glühung von $\hat{170h}$ bei 700° noch keine Rekristallisation eingetreten und infolgedessen werden bis zu 5000h Standzeit gegenüber dem Zustand 1 etwas höhere Werte erreicht (Bild 10b). Bei 50% Kaltverformung führt diese Glühung hingegen zu einem extrem starken Abfall der Zeitstandfestigkeit. Alternativ zur Standardauslagerung bei 750°C könnte eine Auslagerung bei 700°C 170h (Zustand 14) erst bei Zeiten $\approx 10^4$ Std. zu geringfügig besseren Werten führen.

Die Charge 20924 (Zustand 17) wurde im Bereich von $600-750^{\circ}\text{C}$ untersucht (Bild 11). Dieser schon etwas auf die industrielle Hüllrohrherstellung abgestimmte mechanisch/thermische Vorbehandlungszustand zeigt in Bezug auf die Standzeit, daß gegenüber dem handelsüblichen Zustand bei Langzeitbeanspruchung durchweg mit etwas höheren Standzeiten gerechnet werden kann.

Programmbedingt waren bei diesem Zustand überwiegend Proben der Abmessung $\emptyset 3 \times 50$ mm (gem. Bild 5d) verwendet worden. Bei 650°C sind auch Proben der Abmessung $\emptyset 5 \times 25$ mm gefahren worden. Trotz größerer Streuungen ordnen sich die Standzeiten relativ gut auf der 650°C Kurve ein. Mit ein Grund für die Streuung der Meßwerte bei dieser Charge dürfte das ungleichmäßige Gefüge sein.

4.2.2 Zeit-Dehngrenzen

Wichtiger als die Bruchzeiten sind für die Auslegung und Konstruktion bestimmte Dehngrenzen. Bei Zeitstandversuchen mit Dehnungsmessungen lassen sich aus der Kriechkurve die Zeiten bis zum Erreichen der verschiedenen Dehnbeträge bestimmen. In den Bildern 12-14 sind für die Zustände 1, 9-12 und 17 die Zeiten für 0,2-0,5 und 1% Kriechdehnung in Abhängigkeit von der Spannung aufgetragen. Diese Zeit-Dehngrenzenkurven im Vergleich zur Zeitstandfestigkeitskurve lassen einmal eine Aussage zu, welcher Anteil der Gesamtstandzeit bis zum Erreichen einer Dehngrenze praktisch nutzbar ist (z.B. $t_{1\%}/t_B$), bzw. in welchem Verhältnis Zeit-Dehngrenze zu Zeitstandfestigkeit stehen (z.B. $\sigma_{1\%}/\sigma_B$). Die Werte für das Verhältnis 1% Zeit-Dehngrenze zu Standzeit sind für die untersuchten Zustände aus der folgenden Zusammenstellung ersichtlich.

Charge 15 136

$t_{1\%}/t_B$

Zustand:

		650°	700°
1)	Anlieferungszustand = 1050°C/W + 750°C 3h/Luft	0,4-0,5	0,3-0,4
2)	" = + 15% kv	0,9	-
3)	" = + 15% kv + 700°C 170h/L	0,4-0,5	-
4)	" = + 15% kv + 750°C 3h/L	0,9	-
5)	" = + 15% kv + 800°C 1h/L	0,7-0,8	-
6)	" = + 15% kv + 800°C 23h/L	0,2-0,3	-
7)	" = + 8% kv + 750°C 3h/L	0,99	0,99
8)	" = + 800°C 23h/L + 8% kv	0,6-0,7	0,6
9)	"	0,5	-
10)	" = + 10% kv	0,7-0,8	-
11)	" = + 20% kv + 850° 1h/L	0,5	-
12)	" = + 50% kv + 850°C 1h/L	0,5	-
13)	1050° 1h/W	0,4	-
14)	" = + 700°C 170h/L	0,4	-
15)	" = + 25% kv + 700°C 170h/L	0,6-0,7	-
16)	" = + 50% kv + 700°C 170h/L	0,2	-

Charge 20 924

17)	1100°C 5 min + 5% kv + 800°C 1h/L	0,7-0,8	0,7-0,8
-----	-----------------------------------	---------	---------

Die Änderung der Werte in Abhängigkeit vom Vorbehandlungszustand steht in guter Übereinstimmung mit der Änderung der Matrixhärte (Bild 4).

Die unvollständige Rekristallisation (Zustand 16) führt zu einem ungünstigeren Zeit-Dehngrenzen-Verhältnis als die vollständige Rekristallisation beim Zustand 12.

Das Verhältnis Zeit-Dehngrenze zu Zeitstandfestigkeit ($\sigma_{1\%}/\sigma_B$), mit der Standzeit als Parameter, ist für den handelsüblichen Zustand 1 und den mechanisch/thermisch vorbehandelten Zustand 17 in Abhängigkeit von der Prüftemperatur im Bild 15 wiedergegeben. Der Streubereich für den handelsüblichen Zustand wird durch Literaturangaben ergänzt.

Die angegebenen Dehngrenzen beziehen sich immer auf die Kriechbeträge und umfassen nicht die Belastungsdehnung. Diese wiederum ist über den E-Modul von der Versuchsspannung abhängig und elastisch, sofern nicht die für die jeweilige Prüftemperatur entsprechende Warmstreckgrenze erreicht bzw. überschritten wird.

4.2.3 Extrapolation nach Larson-Miller¹⁹⁾

Die Durchführung von Zeitstandversuchen bei mehreren Prüftemperaturen bei den Zuständen 1 und 17 erlaubt es, die Standzeiten für Extrapolationszwecke nach dem Larson-Miller-Verfahren aufzutragen (Bild 16a+b). Diese Darstellung erlaubt in begrenztem Rahmen von kürzeren Versuchszeiten bei höheren Temperaturen auf längere Standzeiten bei tieferen Temperaturen zu extrapolieren. Die legierungsabhängige Konstante C wird in vielen Fällen mit 20 angenommen. Jedoch schon Bungard u. Schmidt²⁰⁾ haben in einer Arbeit unter anderem darauf hingewiesen, daß eine Optimierung der Konstante C die Streubreite erheblich verringert. Nach einem Rechenprogramm von Guyette-Cloß²¹⁾ wurde anhand der vorliegenden Standzeiten für den handelsüblichen Zustand 1 C zu 21,5 und für den Zustand 17 C = 28,6 bestimmt.

Überträgt man aus Bild 16a Mittelwerte der Zeitstandhauptkurve unter Verwendung von C = 28,6 in Bild 16b, so ist ersichtlich, daß der Zustand 17 durchweg um 2-3 kp/mm² höhere Zeitstandfestigkeitswerte aufweist als der handelsübliche Zustand.

Unter Einbeziehung des Zeit-Dehngrenzen-Verhältnisses dürfte in erster Näherung auf technisch relevante Zeiten bzw. Spannungen extrapoliert werden können.

4.2.4 Bruchdehnung und -einschnürung

Die Duktilitätskennwerte Bruchdehnung und -einschnürung sind in den Bildern 17-22 in Abhängigkeit von der Standzeit und geordnet nach den Vorbehandlungszuständen eingetragen. Ein direkter Vergleich der Absolutwerte wird etwas erschwert, weil im Zusammenhang mit den einzelnen Versuchsprogrammen unterschiedliche Probenformen verwendet wurden, sodaß nicht in allen Fällen ein

gleiches Verhältnis F_0/l_0 vorliegt. Klar erkennbar ist jedoch die relative Änderung der Duktilität als Einfluß der Vorbehandlung.

Für den handelsüblichen Zustand (Bild 17) sind die Werte in Streubereichen zusammengefaßt. Diese Bereiche umfassen auch die Werte der VDEH-Untersuchungen⁴⁾. Für 600° und 650°C ist die Bruchdehnung ziemlich standzeitunabhängig (ca. 25-35%) und bei höheren Prüftemperaturen steigt sie an.

Die Bruchdehnung der nur kaltverformten Zustände 2 und 10 (Bild 18b und 20a) sowie der Zustände 4,5,7,8, bei denen die der Kaltverformung nachfolgende Auslagerung noch eine Steigerung der Matrixhärte bewirkt, nimmt stark ab und fällt auf Werte zwischen 1-7% (Bild 18b, 19a, 20a). Zustände, bei denen die Glühung die Kaltverformung stärker abbaut oder gar zur Rekristallisation führt, zeigen gegenüber dem handelsüblichen Zustand gleiche oder auch höhere Dehnungen.

Für den Zustand 17 (lsg + 5% kv + 800°C 1h/L) ordnen sich die Bruchdehnungswerte der \emptyset 3 x 50 mm Proben (d_0/l_0) auf einer Kurve ein, die bei kurzen Standzeiten von 15% auf Werte um 4% bei langen Standzeiten verläuft. Die Kurve der \emptyset 5 x 25 mm-Proben liegt mit gleicher Tendenz bei höheren Werten (Bild 22).

4.3 Kriechverhalten

Wesentliches Kriterium für Auslegungsrechnungen ist das Kriechverhalten des Konstruktionswerkstoffes. Dabei kommt der Kenntnis der Spannungsabhängigkeit der sekundären Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\text{sek}}$ bei Anwendung des Nortonschen Kriechgesetzes der Form $\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^n$ besondere Bedeutung zu. Durch die kontinuierliche Dehnungsmessung läßt sich aus der Kriechkurve der Wert für $\dot{\epsilon}_{\text{sek}}$ bestimmen. Bei doppellogarithmischer Auftragung gegenüber der Spannung, wie es für die einzelnen Zustände in den Bildern 23-26 dargestellt ist, ergeben sich aus der Neigung und Lage der Geraden die werkstoff- und temperaturabhängigen Konstanten n und k . In der Tabelle V sind für alle Vorbehandlungszustände die n - und k -Werte zusammengefaßt.

Als Einfluß der Prüftemperatur (Zustand 1 + 17) wird in Übereinstimmung mit allen bisherigen Untersuchungen an austenitischen Stählen und Ni-Legierungen

mit steigender Prüftemperatur eine Abnahme der n-Werte und Zunahme der k-Werte festgestellt.

Als Einfluß des Vorbehandlungszustandes ergibt sich, daß bei 650° und 700°C die n-Werte im Bereich von 4,5 bis 11 liegen. Werte zur sekundären Kriechgeschwindigkeit von Einzelversuchen sind in der Tabelle IV aufgeführt.

Von Monkman und Grant²²⁾ wurde rein empirisch eine Beziehung zwischen Standzeit t_B und sekundärer Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ in der Form $\log t_B + m \cdot \log \dot{\epsilon} = K$ gefunden. In doppellogarithmischer Darstellung $\dot{\epsilon}$ gegen t_B ergeben sich Gerade, aus deren Neigung sich m und K bestimmen lassen. Diese Konstanten sind nicht nur legierungsabhängig wie Monkman und Grant beschrieben haben, sondern auch abhängig von Prüftemperatur und Vorbehandlungszustand, wie bisherige umfangreiche eigene Versuchsreihen gezeigt haben. Dies wird durch das vorliegende Versuchsprogramm bestätigt. Die m- und K-Werte der untersuchten Zustände sind in der Tabelle VI zusammengestellt.

Die Auftragung $\dot{\epsilon}$ gegen t_B bestätigt noch eine weitere Aussage, daß die sekundäre Kriechgeschwindigkeit durch die Vorbehandlung sich in stärkerem Maße ändert als die Standzeit²³⁾. Als Beispiel sind im Bild 27 für den handelsüblichen Zustand (1) und den Industriezustand (17) die Geraden für die $\dot{\epsilon}$ - t_B -Wertepaare für 650°C eingezeichnet. Ferner ist für 24 kp/mm² für einige repräsentative Zustände die Kriechgeschwindigkeitserniedrigung bzw. -erhöhung in Relation zur Standzeitänderung als Einfluß der Vorbehandlung dargestellt.

Die Aktivierungsenergie des Kriechens Q_K läßt sich über $Q_K = 4,56 \cdot \frac{\Delta \log \dot{\epsilon}}{\Delta \log 1/T}$ bestimmen, wenn man die bei verschiedenen Temperaturen aber gleicher Spannung ermittelten Werte für $\dot{\epsilon}_{\text{sek}}$ gegen $1/T$ aufträgt. Da sowohl der Zustand 1 als auch der Zustand 17 bei Temperaturen von 600-750°C untersucht wurde, war eine Bestimmung anhand der vorliegenden Werte möglich.

Es ergeben sich dabei die folgenden Werte:

Zustand 1)	lsg + ausgelagert	$Q_K = 114$ kcal/g Mol
Zustand 17)	lsg + kv + ausgelagert	$Q_K = 116$ kcal/g Mol

4.4 Metallographische Untersuchungen

4.4.1 Bruchverhalten

Das Bruchverhalten der einzelnen Vorbehandlungszustände ist nicht sehr unterschiedlich. Zwar wird noch bei 600°C bei dem mechanisch/thermisch vorbehandelten Zustand 17 ein transkristalliner Bruch beobachtet (Bild 28a+b), wohingegen aber der handelsübliche Zustand 1 bei 600°C nach langen Beanspruchungszeiten schon eindeutig interkristallin bricht (Bild 28c+d). Jedoch bei allen anderen Prüftemperaturen und Zuständen erfolgt der Bruch eindeutig interkristallin. Die Ausbildung und Häufigkeit weiterer interkristalliner Anrisse in der Bruchzone ist ebenfalls unabhängig vom Vorbehandlungszustand und wird ab 650°C bei Langzeitversuchen und ab 675-700°C auch schon bei kürzeren Standzeiten festgestellt (Bild 29+30). Gegenüber den Ausgangsgefügen kommt es mit zunehmender Prüftemperatur und Standzeit zur Ausscheidung vieler feiner Karbide im Korn. Ferner ist eine teilweise Auflösung bzw. Koagulation der Korngrenzenkarbide erkennbar (Bild 31a-d).

4.4.2 Ausscheidungsverhalten²⁴⁾

Über das Ausscheidungsverhalten der Legierung vom Typ X8CrNiMoVNb 1613 sind bereits ausführliche Untersuchungen durchgeführt worden⁵⁾.

K. Bungardt und G. Lennartz²⁵⁾ legten ihren Untersuchungen am Stahl der Werkstoff-Nr. 4988 Legierungen der Zusammensetzung zu Grunde, wie sie in Tabelle II angegeben sind. Die Analysen des Stahles der Bezeichnung 3 und der Charge 15 136 ähneln sich am meisten. Die Legierung der Bezeichnung B zeichnet sich hauptsächlich durch ihren höheren Stabilisierungsgrad aus. An Hand der Untersuchungen an den Legierungen der Bezeichnung 3 und B kann das Ausscheidungsverhalten des überstabilisierten Stahles X8 CrNiMoVNb 1613 nach K. Bungardt und G. Lennartz²⁵⁾ wie folgt zusammengefaßt werden:

Aus dem Gußzustand scheiden sich grobe Niobkarbonitride und vereinzelt die Lavesphase NbFe₂ aus. Nach einer Lösungsglühbehandlung, die im allgemeinen zwischen 1050° und 1150°C durchgeführt wird, sind neben den oxydischen Verunreinigungen noch grobe Teilchen des Niobkarbonitrides vorhanden. Eine Auslagerung bei 600°C führt bei dem überstabilisierten Stahl B nach etwa 1000 h zur Ausscheidung der σ -Phase, bei 700°C bereits nach 100 h. Berücksichtigt man den geringeren Nb-Gehalt der Legierung 3 gegenüber der

Legierung B, so ist bei der Legierung 3 mit einer vorzeitigen Ausscheidung von $M_{23}C_6$ zu rechnen, die zwischen 100 bis 1000 Stunden Auslagerungszeit einsetzen wird. Die σ -Phasenbildung wird gegenüber der Legierung B leicht zurückgedrängt sein.

Um beim Stahl X8 CrNiMoVNb 1613 Ausscheidungsvorgänge während der Zeitstandsversuche weitgehend auszuschließen, wird er nach dem Lösungsglühen mehrere Stunden bei $750^{\circ}C$ ausgelagert und an Luft abgekühlt. Nach einer Auslagerungszeit von 5 Stunden bei $750^{\circ}C$ liegen zwei Niobkarbonitride mit leicht unterschiedlichen Gitterkonstanten vor, die beide Vanadin in Lösung aufgenommen haben, siehe Bild 32a. Die verschiedenen Gitterkonstanten kommen dadurch zustande, daß eine Phase Nb-reicher, die andere V-reicher ist. Wird der Stahl anschließend bei $650^{\circ}C$ ausgelagert, so beginnt neben der weiteren Ausscheidung von Niobkarbonitrid, nach etwa 50 Stunden die Bildung von $Cr_{23}C_6$. Unter Belastung setzt die Ausscheidung von $Cr_{23}C_6$ bei einer Temperatur von $650^{\circ}C$ bereits nach wenigen Stunden ein. Zusätzlich läßt sich nach 500-stündiger Glühzeit die Sigmaphase FeCr nachweisen. Nach 10 000 Stunden sind unter Belastung bei einer Auslagerungstemperatur von $650^{\circ}C$, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung des Stahles, 0,25% Mo, 0,25% Ni, 0,55% Fe, 0,5% V, 0,9% Cr und 0,8% Nb ausgeschieden (siehe Bild 32b). Eigene Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten wurden im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt.

4.4.3 Härtemessungen

Härtemessungen an den Proben nach dem Zeitstandversuch geben Aufschluß darüber, in welchem Umfang zeit- und temperaturabhängige Verfestigungs- und Entfestigungsvorgänge ablaufen. Die Härtewerte im Probenkopf, wo die angelegte Spannung kaum wirksam ist, geben Hinweise auf die temperatur- und zeitabhängigen Ausscheidungs- und Überalterungsvorgänge. Härtemessungen in der Meßlänge erfassen zusätzlich noch die gerade bei kürzeren Standzeiten und tieferen Prüftemperaturen sehr deutlich auftretende Verfestigung infolge Kriechdeformation.

Dies geht deutlich aus Bild 33 hervor. Die im Probenkopf gemessenen Härtewerte ordnen sich unabhängig von der Prüftemperatur in einem Streuband ein, das gegenüber der Ausgangshärte im Mittel nur 10-15 Vickers-Einheiten höher liegt. Dagegen tritt in der Meßlänge der Proben in Abhängigkeit von der

Prüf­temperatur und -zeit eine erhebliche Verfestigung auf.

Die mechanisch-thermisch vorbehandelten Zustände mit entsprechend hohen Ausgangshärten zeigen durchweg, auch bei langen Beanspruchungszeiten, kaum einen Härteabfall im Probenkopf bei 650°C Prüf­temperatur, mit Ausnahme des Zustandes 5 (15% kv + 800°C 1h/L) und des nur kaltverformten Zustandes 2 (Bild 34). Dagegen tritt in der Meßlänge bei den stark matrixverfestigten Vorbehandlungszuständen ein deutlicher Abfall der Härte auf (Bilder 34,36, 37). Lediglich die durch die Auslagerung stärker erhalten bzw. schon rekristallisierten Zustände 6, 11, 12, 15, 16, zeigen noch eine deutlich erhöhte Härte.

Bei dem nur 5% kaltverformten Zustand 17 (+ 800°C 1h/L) zeigt sich ebenfalls in Abhängigkeit von der Prüf­temperatur die Veränderung der Matrixhärte (Bild 38). Bei 600° und 650°C ändert sich im Probenkopf die Härte kaum und bei Beanspruchungszeiten > 5000 Stunden deutet sich noch eine leichte Härtesteigerung an. Bei höheren Prüf­temperaturen wird bei $t_B > 10^2$ eine Abnahme der Härte beobachtet. In der Meßlänge der Proben tritt bei 600 und 650° ein erheblicher Härteanstieg auf. Bei höheren Prüf­temperaturen entspricht die Härte in der Meßlänge der Ausgangshärte bzw. nach längeren Beanspruchungszeiten liegt sie noch unter dieser.

5. Diskussion der Versuchsergebnisse

Die breite Palette der verschiedenen Vorbehandlungszustände bei der Legierung X8CrNiMoVNb 1613 ist nicht nur unter dem Gesichtspunkt der Verbesserung des Zeitstandverhaltens zu sehen, sondern richtet sich nach den verschiedenen Kriterien, nach denen die potentiellen Hüllwerkstoffe untersucht und optimiert wurden. Die Zusammenstellung der Ergebnisse der Zeitstand- und Kriechversuche sollte eine Beschreibung und Bewertung verschiedener Einflußgrößen erlauben.

Vergleichsgrundlage ist immer der handelsübliche Zustand (lösungsgeglüht + ausgelagert), der in zahlreichen Arbeiten unter den verschiedensten Gesichtspunkten beschrieben ist. Im Rahmen dieses Versuchsprogrammes wurde er im Temperaturbereich von 600-750°C untersucht, um besonders in bezug auf das Kriechverhalten Daten zu erlangen, die in der Literatur weitgehend fehlen.

Einfluß der Probenform: Die Zielsetzung der verschiedenen Einzelprogramme bedingte die Verwendung verschiedener Probenformen. Ein Einfluß auf das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten der Probengeometrie im Bereich der vorliegenden Abmessungen ($\varnothing 8$, $\varnothing 5$, $\varnothing 3$ mm) besteht nicht. Dies zeigen einmal die Ergebnisse der Zustände 1+9, bei denen die Probenformen 1-3 (Bild 5) verwendet wurden. Wie aus den Teilbildern 39a+b hervorgeht, ordnen sich die Standzeiten und die sekundären Kriechgeschwindigkeiten $\dot{\epsilon}$ innerhalb eines engen Streubereiches ein. Ferner wurden bei den Versuchen am Vorbehandlungszustand 17 ebenfalls 2 verschiedene Probenformen verwendet. Lediglich ein direkter Vergleich der Bruchdehnungswerte wird erschwert, wegen des unterschiedlichen Verhältnisses F_0/l_0 .

Einfluß der Prüfatmosphäre: Die Durchführung der Versuche in Luft bzw. im Vakuum ($\sim 1 \cdot 10^{-5}$ Torr) ist u. a. auch eine Kapazitätsfrage. In Übereinstimmung mit zahlreichen Ergebnissen auch an anderen austenitischen Stählen und Nickel-Legierungen, zeigt sich im Rahmen dieser Untersuchung kein Einfluß auf das Kriechverhalten. Selbst die stärkere Oxydation bei Prüftemperaturen $> 700^\circ\text{C}$ und längeren Versuchszeiten in Luft hat keinen standzeitbegrenzenden Einfluß im Falle der hier verwendeten Rundproben. Dies geht deutlich aus Bild 8 hervor, in dem die Standzeiten des Zustandes 1 je nach Prüfatmosphäre unterschiedlich eingezeichnet sind.

Einfluß der Lösungsglüh-temperatur: Bei den hier untersuchten Zuständen sind bei den Zuständen 1 und 17 zwei verschiedene Lösungsglüh-temperaturen angewendet worden. Jedoch durch die nachfolgende Auslagerung bzw. Kaltverformung + Auslagerung geben die Versuchsergebnisse keinen Hinweis auf den Einfluß der Lösungsglüh-temperatur. Kautz u. Ma.⁵⁾ haben jedoch in einer Arbeit gezeigt, daß Lösungsglüh-temperaturen von 1050 - 1200°C keinen Einfluß auf die mechanischen Langzeiteigenschaften haben. Erst bei hohen Lösungsglüh-temperaturen ($> 1200^\circ\text{C}$) wird eine Verschlechterung des Zeitstandverhaltens beobachtet.

Einfluß der Auslagerungstemperatur: Ein Vergleich der Zeitstand-Versuchsergebnisse der Zustände 1 und 14 zeigt, daß eine längere Auslagerungszeit bei 700°C gegenüber der üblichen Auslagerung bei 750°C bis zu 5000 Std. Beanspruchungszeit bei 650°C zu niedrigeren Zeitstandfestigkeitswerten führt (Bild 10b). Erst bei Standzeiten $> 10^4$ Std. ist mit geringfügig höheren Zeitstandfestigkeitswerten zu rechnen (~ 2 kp/mm²). Analog dazu zeigt der Verlauf der Spannungsabhängigkeit der sekundären Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$, daß

erst unterhalb 15 kp/mm^2 kleinere Kriechgeschwindigkeitswerte zu erwarten sind. Dies drückt sich auch in einem größeren Spannungsexponenten n und kleinerem k -Wert (n. Norton) aus. (Tabelle V). Die Bruchdehnungswerte liegen für Standzeiten $> 10^3$ Std. bei $\sim 20\%$ gegenüber $25-30\%$ bei dem handelsüblichen Zustand mit 750° -Auslagerung.

Als Beispiel für sehr unterschiedliche Auslagerungsbedingungen bzw. thermische Vorbehandlungen sind im Bild 40 Zeitstandfestigkeitskurven für 650° von Blechproben wiedergegeben, die als Vergleich zu bestrahlten Proben aufgenommen wurden. Eine Auslagerung bei 640° über 4856 Std. und 800°C 20 Std. im Vergleich zu 750°C 5h zeigt, daß zu Beanspruchungszeiten $> 10^3$ Std. der Unterschied in der Zeitstandfestigkeit bei $\sim 2 \text{ kp/mm}^2$. Nimmt man noch die Zeitstandfestigkeitskurven der Zustände hinzu, die nach der handelsüblichen Vorbehandlung bei $650^\circ-670^\circ\text{C}$ über mehrere tausend Stunden gegläht wurden, so ergibt sich für lange Beanspruchungszeiten, daß die Zeitstandfestigkeitsspanne sehr gering ist, wohingegen bei kürzeren Zeiten ($< 10^3$ Std) der Unterschied beträchtlich ist. Zu den absoluten Zeitstandfestigkeitswerten ist zu bemerken, daß die Werte für Proben aus Blech-Ausgangsmaterial immer niedriger liegen gegenüber Proben aus Stangenmaterial. Dies ist kein Einfluß der Probenform, sondern auf noch nicht klar erkannte Parameter im Herstellungsprozeß zurückzuführen, wie in einer späteren Arbeit noch gezeigt werden wird.

Einfluß der Kaltverformung und kombinierter mechanisch/thermischer Vorbehandlung: Aussagen über den Kaltverformungsgrad allein sind für diesen Stahl anhand der vorliegenden Vorbehandlungszustände nur für 10% und 15% (Zustand 2 und 10) möglich. Jedoch wurde in einer früheren Arbeit an mehreren austenitischen Stählen gezeigt, daß der optimale Kaltverformungsgrad zur Erzielung max. Standzeiten und minimaler Kriechgeschwindigkeiten spannungsabhängig ist und für lange Beanspruchungszeiten zwischen 10 und 15% liegt²³⁾. In guter Übereinstimmung mit dieser Aussage lassen sich die Standzeiten der Zustände 2 und 10 praktisch durch eine Kurve verbinden; wohingegen das Kriechverhalten des nur 10% kv-Zustandes etwas günstiger ist, dahingehend, daß etwas niedrigere Kriechgeschwindigkeiten und ein höherer Spannungsexponent ermittelt wurden.

Die Bewertung der kombinierten mechanisch/thermisch vorbehandelten Zustände läßt sich insgesamt gut anhand des Bildes 41 vornehmen, in dem für 650° die Zeitstandfestigkeitskurven aller Zustände zusammengefaßt sind und das auch die vorhergehenden Aussagen in bezug auf die Standzeiten für 10% und 15% Kaltverformung verdeutlicht.

Die untere Begrenzung des Streubandes bilden erwartungsgemäß die Zeitstandfestigkeitskurven der Zustände 6, 11, 12 und 16, also Zustände, bei denen die der Kaltverformung nachfolgende Glühung zu erheblicher Entfestigung bzw. Rekristallisation führt. Die obere Begrenzung bis zu 4000 Std. Standzeit bilden die Kurven der Zustände 2, 4, 5, 7 und 10, also nur kaltverformte Zustände bzw. Zustände mit 8-15% kv + $700-800^{\circ}$ 1h Auslagerung. Eine genauere Betrachtung der Kurvenschar zeigt jedoch, daß diese Zustände einen stärkeren Abfall der Zeitstandfestigkeit mit zunehmender Standzeit zeigen als z.B. der Zustand 17 mit lediglich 5% kv + 800° 1h/L. Zwar liegen die Zeitstandfestigkeitswerte dieses Zustandes bis zu Zeiten von ~ 4000 Std. unter denen der vorgenannten Zustände, jedoch zeigt der Kurvenverlauf, daß zu längeren Standzeiten bei 650°C mit höheren Werten zu rechnen ist und was aufgrund der vorliegenden Versuchsergebnisse bei höheren Temperaturen auch bestätigt wird. In gleicher Weise zeigen die ermittelten Kriechdaten ein günstigeres Verhalten dieses Zustandes.

Gegenüber dem handelsüblichen Zustand liegen die Zeitstandfestigkeitswerte im Temperaturbereich von $600-750^{\circ}\text{C}$ für lange Zeiten durchweg um 2-3 kp/mm^2 höher. Jedoch im Vergleich zum handelsüblichen Zustand und den nur thermisch behandelten Zuständen sind zwei andere Faktoren sehr viel wesentlicher. Die Streckgrenze dieser und auch anderer ähnlicher austenitischer Legierungen liegt für Temperaturen von $600-750^{\circ}\text{C}$ zwischen 15 und 20 kp/mm^2 . Das heißt, nach der für die Brennelementhülle zu erwartenden Beanspruchung bietet dieser Wert nur noch einen geringen Sicherheitsfaktor um übermäßige plastische Verformung zu vermeiden. Allein durch eine kombinierte mechanisch/thermische Vorbehandlung ist es möglich, die Streckgrenze zu erhöhen und eine ausreichende Duktilität zu erhalten.

Neben der Erhöhung der Zeitstandfestigkeit und der wesentlich stärker ausgeprägten Kriechgeschwindigkeitserniedrigung ergibt sich auch ein besseres Verhältnis von Zeit-Dehngrenze zu Standzeit (z.B. $t_{1\%}/t_B$ bzw. $\sigma_{1\%}/\sigma_B$). Bei

einem Vergleich des handelsüblichen Zustandes mit dem als optimal anzusehenden Zustand 17 findet man für 650°C und 20 000 Std. eine Zeitstandfestigkeit von 13 kp/mm^2 gegenüber 16 kp/mm^2 . Für eine zulässige Dehnung von beispielsweise 1% kann bei einem Zeit-Dehngrenzenverhältnis von 0,8 (Bild 15, Zustand 1) mit $10,4 \text{ kp/mm}^2$ und für den Zustand 17 bei einem Verhältnis 0,95 mit $15,5 \text{ kp/mm}^2$ gerechnet werden.

Auffallend ist bei der Legierung X8 CrNiMoVNb 1613, daß jede Verbesserung des Zeitstandfestigkeitsverhaltens mit einem ungleich stärkeren Verlust an Duktilität verbunden ist, wie er in diesem Maße z.B. bei den Legierungen X8 CrNiMoNb 1616 (4981) und X10 NiCrMoTiB 1515 (4970) nicht beobachtet wurde ^{17,18}). So weisen die Zustände 2, 4, 5 und 7 nur noch Bruchdehnungswerte zwischen 1-5% auf und Brucheinschnürungswerte $\psi < 10\%$. Für den Zustand 17 wurden Werte für die Bruchdehnung von 4-8% bei 15-25% Brucheinschnürung gemessen.

Die Härtemessungen im Probenkopf nach dem Zeitstandversuch sind eine gute Bestätigung hinsichtlich der Aussagen zum Zeitstand- und Kriechverhalten. Der stärkere Abfall der Zeitstandfestigkeitskurven bei 650°C der kriechfesten Zustände 2, 4, 5 und 10 zeigt sich auch in einer Abnahme der Matrixhärte, die bei den Einzelversuchen bei 700° zum Teil ausgeprägt ist (Bilder 34, 36). Dagegen tritt bei den Proben des Zustandes 17 bis zu Prüftemperaturen von 675° kaum eine Änderung in der Härte ein. Bei 650°C deutet sich bei Beanspruchungszeiten um 10^4 Std. sogar ein leichter Anstieg der Härte an (Bild 38). Eine geringe Entfestigung bei Temperaturen ab 700°C ist erst bei Zeiten $> 10^3$ Std. zu erwarten.

Ein Einfluß der Vorbehandlung auf den Übergang vom transkristallinen zum interkristallinen Bruch in Abhängigkeit von der Prüftemperatur wurde schon bei den zur Diskussion stehenden austenitischen CrNi-Legierungen beobachtet. Die Legierung X8 CrNiMoVNb 1613 zeigt dagegen im Temperaturbereich von $650-750^{\circ}\text{C}$ unabhängig vom Vorbehandlungszustand ein interkristallines Bruchverhalten mit mehr oder weniger ausgeprägten interkristallinen Anrissen in der Bruchzone. Lediglich bei 600°C brechen die Proben des mechanisch/thermisch vorbehandelten Zustandes 17 transkristallin, wohingegen die Proben des handelsüblichen Zustandes nach längeren Standzeiten eindeutig interkristallin brechen.

6. Literatur

- 1) Stahl und Eisen Werkstoffblatt 590-61
"Druckwasserstoffbeständige Stähle"
- 2) Stahl und Eisen Werkstoffblatt 670-69
"Hochwarmfeste Stähle"
- 3) A.v.d. Steinen; Archiv f. Eisenhüttenwesen 1/1962 S. 49-60
"Langzeitverhalten austenitischer Stähle"
- 4) VDEH, Verlag Stahl und Eisen 1969
"Ergebnis deutscher Zeitstandversuche langer Dauer"
- 5) H. Kautz, H. Klärner, E. Schmidtman; Archiv f. Eisenh.-wesen 8/1965
"Einfluß von Wärmebehandlung und Warmformgebung auf das S. 571-582
Ausscheidungsverhalten und die Zeitstandfestigkeit des Stahls
X8 CrNiMoVNb 1613"
- 6) H. Scholz" KFK-1855 (1973)
"Einfluß der Korngröße auf das Zeitstand- und Kriechverhalten des
austenitischen CrNi-Stahles X8CrNiMoVNb 1613"
- 7) KFK-700 (1967)
"Die Entwicklung von Brennelementen schneller Brutreaktoren"
- 8) H. Böhm; KFK-985 (1969)
"Hüllwerkstoffe für schnelle Brutreaktoren"
- 9) Proceedings of an International Meeting Sept. 1970
GfK, Karlsruhe
"Fast Reactor Fuel and Fuel-Elements"
- 10) H. Böhm, K. Kummerer, F. Thümmeler; KFK-1999
"Arbeiten zur Brennelemententwicklung für den Schnellen
Brutreaktor SNR 300"
- 11) H. Böhm, H. Hauck, G. Hess; Journal of Nucl. Mat. 24(1967) S. 198-209
"Untersuchungen über die Hochtemperaturversprödung nach Neutronen-
bestrahlung von 16/13 CrNi-Stählen"
- 12) H. Böhm, H. Hauck, W. Leo; Journal of Nucl. Mat. 33(1969) S.343-346
C. Wassilew
"Postirradiation Creep-Rupture Properties of Austenitic Stainless
Steel and Nickel Base Alloys"

- 13) H. Böhm, H. Schneider; Journ. of Nucl. Mat. 24(1969) S. 188-197
"Über das Zeitstand- und Kriechverhalten von austenitischen CrNi-Stählen in Gegenwart von Natrium"
- 14) H. Laue, H. Böhm, H. Hauck; KFK-814 (1968)
"Multi-axial In-Reactor Stress-Rupture Strength of Stainless Steels and a Nickel-Alloy"
- 15) K.D. Closs, H. Laue; KFK-1152 (1969)
"Das In-pile Zeitstandverhalten einiger austenitischer Stähle und Nickel-Legierungen unter mehrachsiger Beanspruchung. Ergebnisse Mol 2-Versuche"
- 16) K.D. Closs; KFK-1450 (1972)
"Hochtemperaturversprödung"
- 17) H. Böhm, M. Schirra, R. Solano, R. Garcia; KFK-1512 (1971)
"Das Zeitstand- und Kriechverhalten der Legierung X8CrNiMoNb 1616 in verschiedenen Vorbehandlungszuständen"
- 18) M. Schirra; KFK-1535 (1972)
"Einfluß mechanisch-thermischer Vorbehandlungen auf das Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahles X10 NiCrMoTiB 1515"
- 19) F. R. Larson, J. Miller; Transactions of the ASME, Juli 1952, S.765-775
"A Time-Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses"
- 20) K. Bungard, W. Schmitt; DEW-Technische Berichte, 1. Band 1961, Heft 3
"Vergleich verschiedener Verfahren zur Extrapolation von Zeitstandwerten"
- 21) M. Guyette, K.D. Cloß - Persönl. Mitteilung
"A Program for the Determination of the Larson-Miller Master Curve from Stress-Rupture Time Experimental Data"
- 22) F.C. Monkman, N.J. Grant; Proc. ASTM 56 (1956) S. 593-620
"An Empirical Relationship between Rupture Life and Minimum Creep Rate in Creep-Rupture-Tests"
- 23) H. Böhm, M. Schirra; Archiv f. Eisenhüttenwesen 10(1973) S.785-791
"Einfluß der Kaltverformung auf das Zeitstand- und Kriechverhalten einiger warmfester austenitischer Stähle"

- 24) H. Scholz; persönliche Mitteilung
- 25) K. Bungardt, L. Lennartz; Archiv f. Eisenhüttenwesen (1959) S.1-7
"Einfluß des Stabilisierungsgrades auf Ausscheidung und inter-
kristalline Korrosion bei einem hochwarmfesten niob-stabilisier-
ten Stahl mit 16% Cr, 13% Ni, Mo u. V"

Für die Durchführung der umfangreichen metallographischen Arbeiten sei an dieser Stelle Frau Schlenker gedankt. In gleicher Weise danke ich Herrn Seith für die Betreuung der Zeitstandversuche und die Herstellung des Bildteiles sowie den Herren Dindorf und Weis für die Durchführung der Zeitstandversuche.

Tabelle I

Chemische Zusammensetzung X8 CrNiMoVNb 1613 (W.Nr. 4988)

Charge-Nr.	Analyse	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Ta/Nb	Co	Cu	B ppm	N ₂
15 136	IMF	0,068	0,40	1,30	0,02	0,006	16,4	13,35	1,3	0,65	0,96	0,3	0,2	1	0,03
20 924	IMF	0,049	0,51	1,05	0,03	0,01	17,1	13,5	1,31	0,78	0,61	0,1	0,14	1,2	0,085
Richtanalyse		<0,10	0,30	1,0			15,5	12,5	1,1	0,60					0,07
			0,60	1,5	<0,045	<0,030	17,5	14,5	1,5	0,85	>10xC				0,013
Gemeinsch.- Arbeit ⁺)	min	0,03	0,21	1,12	0,012	0,004	15,85	12,85	1,03	0,63	0,47	0,13	0,07		0,058
VDEH	max	0,11	0,88	1,59	0,035	0,012	17,10	14,72	1,54	0,93	1,50	0,30	0,15		0,159

+) Legierungsstreiband von 27 Schmelzen

Tabelle II

	% C	% Si	% Mn	% Cr	% Mo	% Ni	% V	% N ₂	% Nb
Stahl 3	0,06	0,46	1,12	16,22	1,06	14,72	0,79	0,159	0,88
Stahl B	0,054	0,46	1,18	16,84	1,38	13,03	0,85	0,119	1,32

Tabelle III

Zugversuchsergebnisse der Legierung X8 CrNiMoVNb 1613

(W.-Nr. 4988) Chg. 15 136

Zustand	Prüftemp. °C	σ_B kp/mm ²	$\sigma_{0,2}$ kp/mm ²	δ_{5d} %	ψ %
2) Anlieferzustand +15% kv	650	52,0	51,7	18,4	53,7
	700	41,5	40,5	21,2	45,2
3) " +15% kv +700° 170h/L	650	40,4	38,1	30,0	60,5
6) Anl. + 15% kv + 800° 23h/L	650	36,9	34,8	32,0	64,3
17) 1100° 5' + 5% kv + 800° 1h/L	RT	64,6	40,5	28,5 ⁺⁾	65,5
	400	52,5	31,7	19,2 ⁺⁾	67,8
	550	47,8	29,8	19,1 ⁺⁾	57,8
	700	33,1	26,2	21,8 ⁺⁾	67,0
	700	32,3	28,8	34,0 ⁺⁺⁾	67,3

+) δ_{10d}
++) δ_{5d}

Tabelle IV

Sekundäre Kriechgeschwindigkeit von Einzelversuchen

Zustand	T °C	σ kp/mm ²	$\dot{\epsilon}_{abs} \cdot 10^{-6}/Std$
2) Anl.Zustd. + 15% kv	700	20	54
	720	20	200
4) " +15% kv+750° 3h/L	700	18	18
	700	14	14
7) " +8% kv + 750° 3h/L	700	16	5,5
8) " +800° 23h/L+8% kv	700	16	130
6) " +15%kv+800° 23h/L,		20	8000
		16	450
		10	200
		6	25

Tabelle V

Zusammenstellung der n- u. k-Werte (n. Norton)

für X8 CrNiMoVNb 1613 (W.-Nr. 4988)

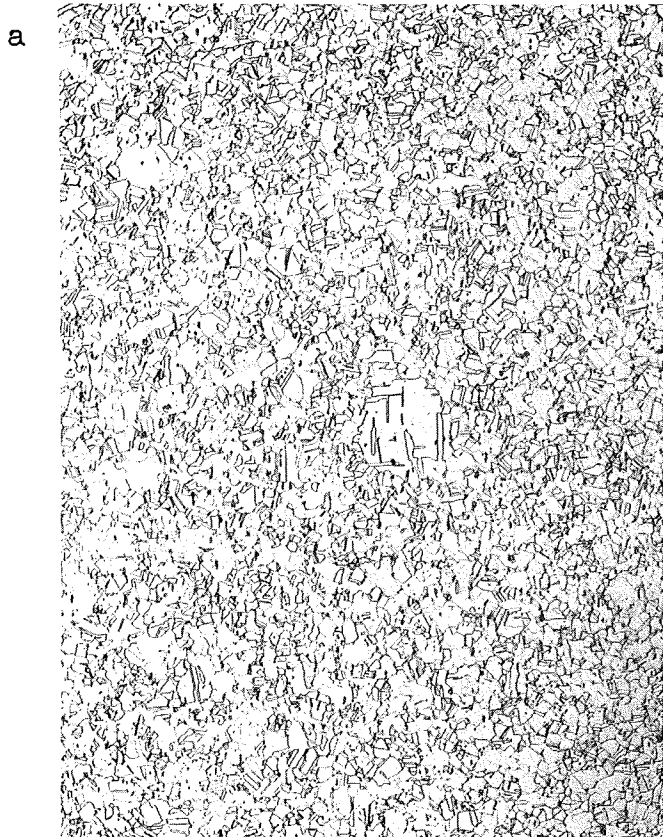
Chg.-Nr.	Zustand	T °C	n	k
15 136	1) = Anlieferzustand = 1050°/W + 750° 3h/L	600	15,0	3·10 ⁻²⁸
		650	8,0	9·10 ⁻¹⁶
		700	7,0	5·10 ⁻¹³
		750	4,0	3·10 ⁻⁸
	2) Anl. + 15% kv	650	6,0	8·10 ⁻¹⁴
	3) " + 15% kv + 700° 170 h/L	650	8,5	7,5·10 ⁻¹⁷
	4) " + 15% kv + 750° 3h/L	650	9,0	1,5·10 ⁻¹⁸
	5) " + 15% kv + 800° 1h/L	650	8,0	4,5·10 ⁻¹⁷
		700	5,0	1,5·10 ⁻¹¹
	6) " + 15% kv + 800° 23h/L	650	5,5	7,5·10 ⁻¹²
	7) " + 8% kv + 750° 3h/L	650	7,5	1,5·10 ⁻¹⁶
	8) " + 800° 23h/L + 8% kv	650	5,0	3,5·10 ⁻¹²
	9) Anl. Mol 1 L	650	8,0	3,5·10 ⁻¹⁶
	10) " + 10% kv "	650	6,5	9·10 ⁻¹⁵
	11) " + 20% kv + 850° 1h/L "	650	8,0	1,5·10 ⁻¹⁵
	12) " + 50% kv + 850° 1h/L "	650	7,0	5·10 ⁻¹⁴
	13) 1050° 1h/W	650	5,0	4,5·10 ⁻¹²
14) 1050° + 700° 170 h/L	650	10,0	6·10 ⁻¹⁸	
15) 1050° + 25% kv + 700° 170h/L	650	4,5	1,5·10 ⁻¹¹	
16) 1050° + 50% kv + 700° 170 h/L	650	4,5	2·10 ⁻⁹	
20 924	17) 1100° 5 min + 5% kv + 800° 1h/L	600	20,0	1,5·10 ⁻³⁶
		650	11,0	2·10 ⁻²⁰
		675	9,5	4,5·10 ⁻¹⁸
		700	6,0	2,5·10 ⁻¹²
		725	5,5	2·10 ⁻¹¹
		750	5,0	6·10 ⁻¹⁰

Tabelle VI

Monkman + Grant - Beziehung m- u. k-Werte

Zustand	Temp. °C	m	k
1) Anl.	650	0,84	-1,18
	600+700	0,84	-0,73
	750	1,20	-1,96
2) " + 15% kv	650-700	1,07	-2,23
3) " + 15% kv + 700° 170 h/L	650	0,95	-1,51
4) " + 15% kv + 750° 3h/L	650-700	0,86	-1,44
5) " + 15% kv + 800° 1h/L	650-700	0,93	-1,55
6) " + 15% kv + 800° 23h/L	650-700	0,82	-0,63
7) " + 8% kv + 750° 3h/L	650-700	0,92	-1,81
8) " + 800° 23h/L + 8% kv	650-700	1,06	-2,18
9) Anl.	650	0,84	-1,18
10) " + 10% kv	650	1,10	-1,48
11) " + 20% kv + 850° 1h/L	650	0,84	-1,03
12) " + 50% kv + 850° 1h/L	650	0,70	-0,40
13) 1050° 1h/W	650	1,22	-2,68
14) 1050° 1h/W + 700° 170 h/L	650	0,87	-0,75
15) 1050° 1h/W + 25% kv + 700° 170 h/L	650	1,04	-1,99
16) 1050° 1h/W + 50% kv + 700° 170 h/L	650	0,93	-1,65
17) 1100° 5 min + 5% kv + 800° 1h/L	600	0,58	-0,13
	650-750	0,75	-0,79

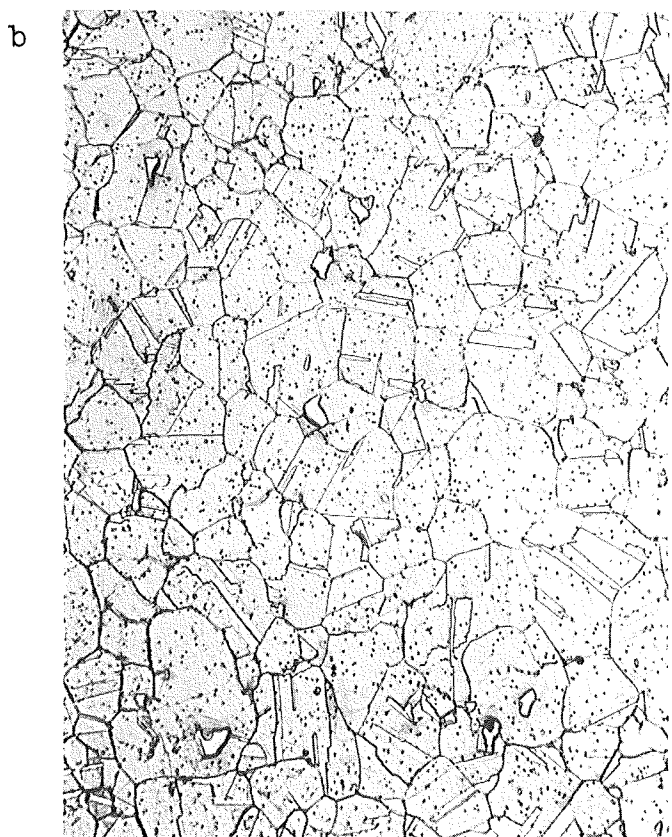
1050°/W + 750°3h/L



5132

x100

HV₃₀ = 160-165

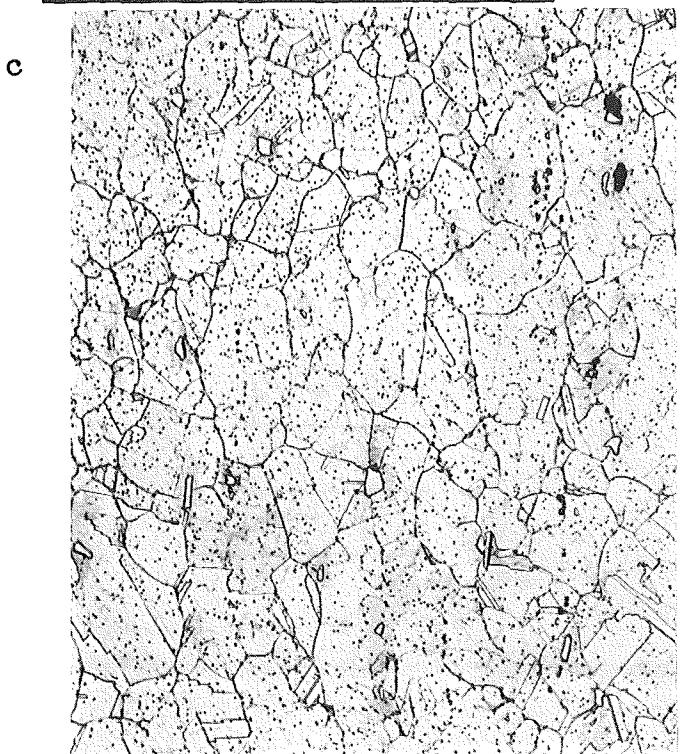


5133

x500

1050°/W+750°3h/L+10%k.v.

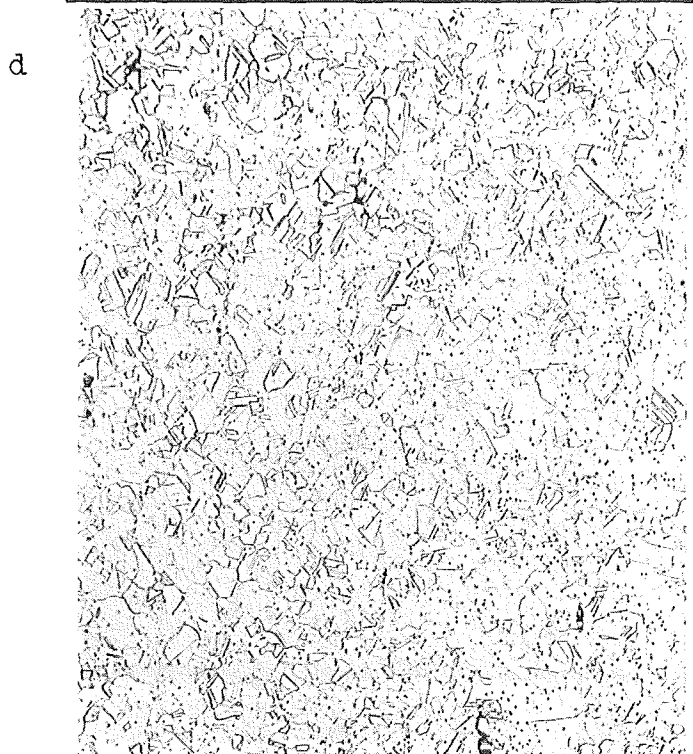
1050°/W+750°3h/L+50%kv+850°1h/L



19486

HV₃₀ = 244-252

x500



19490

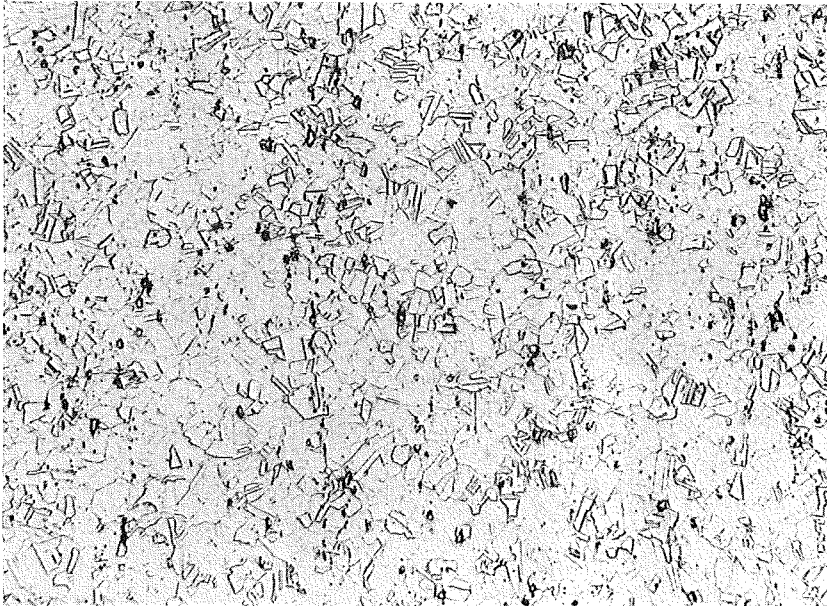
HV₃₀ = 190-195

x500

Bild 2

X8CrNiMoVNb 1613

1.4988 Chg.15136



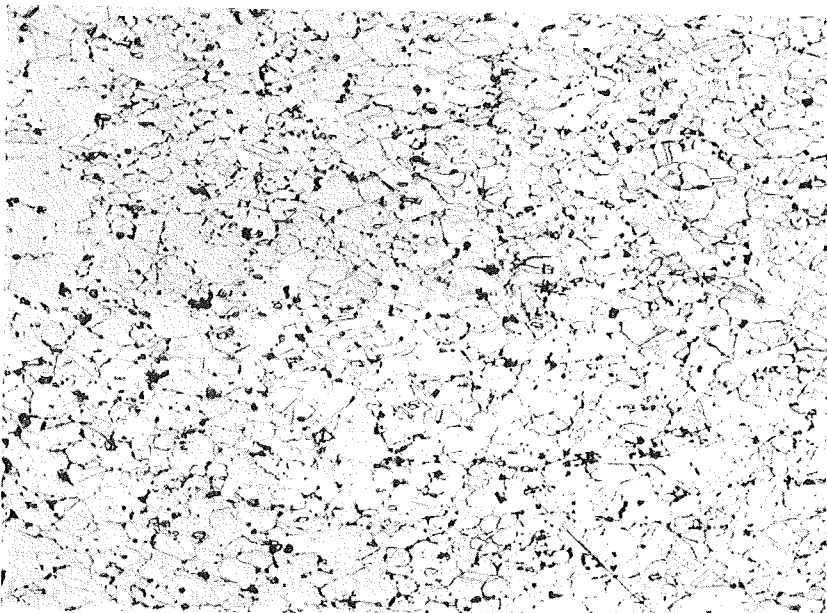
a

1050°1^h/W

2701

HV30=160-170

x150



b

1050°1^h/W

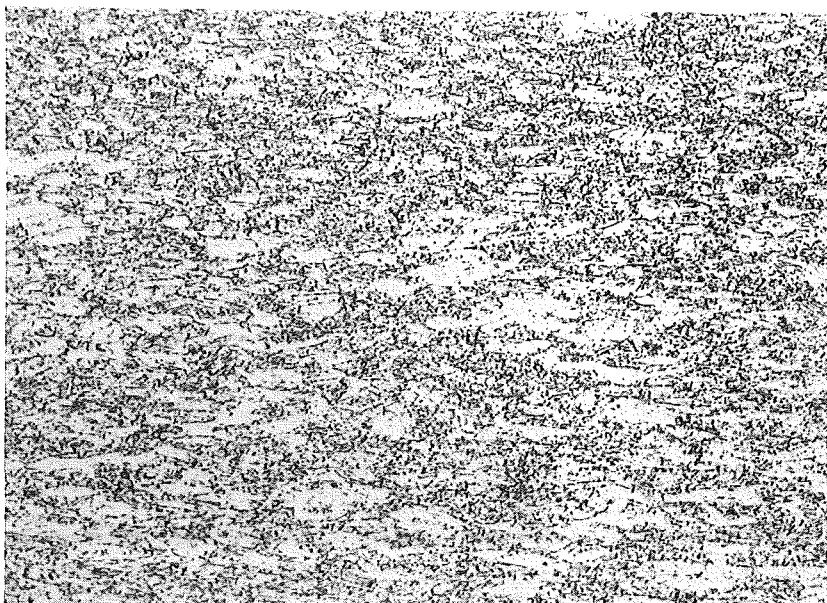
+ 25% k.v.

+ 700°170^h/L

2746

HV30=275-289

x150



c

1050°1^h/W

+ 50% k.v.

+ 700°170^h/L

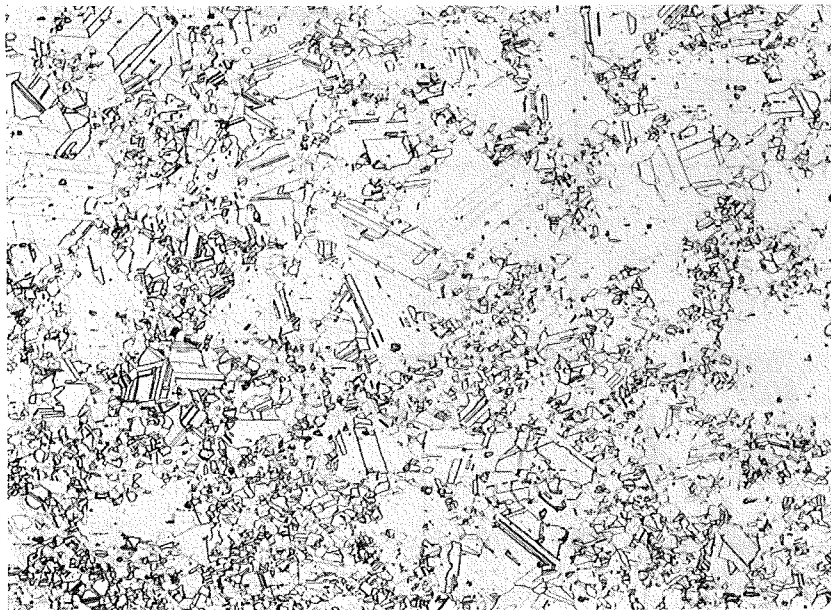
2807

HV30=243-246

x150

X8CrNiMoVNB 1613 (1.4988) Chg.20924

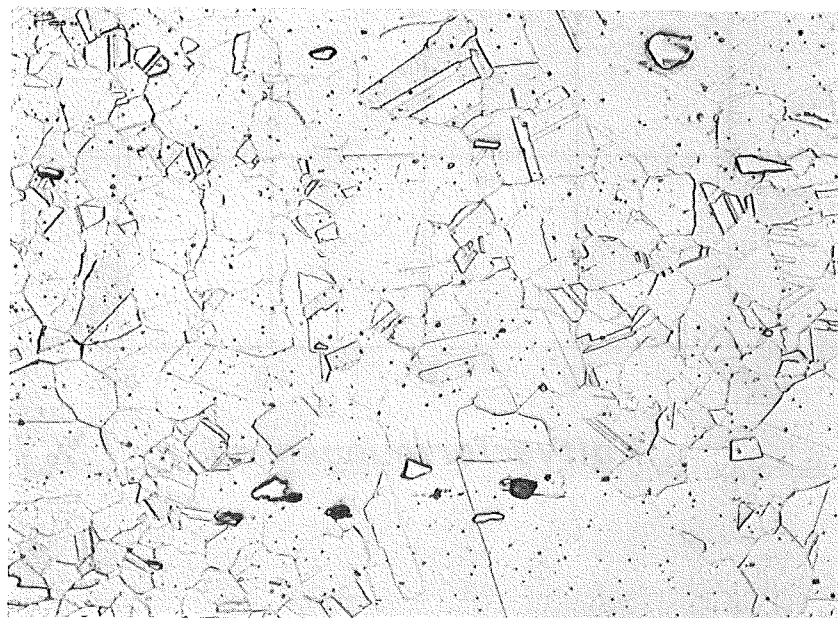
1100°5min + 5% k.v. + 800°1h/L



9622

HV₁₀ = 196-201

x100



9623

x500

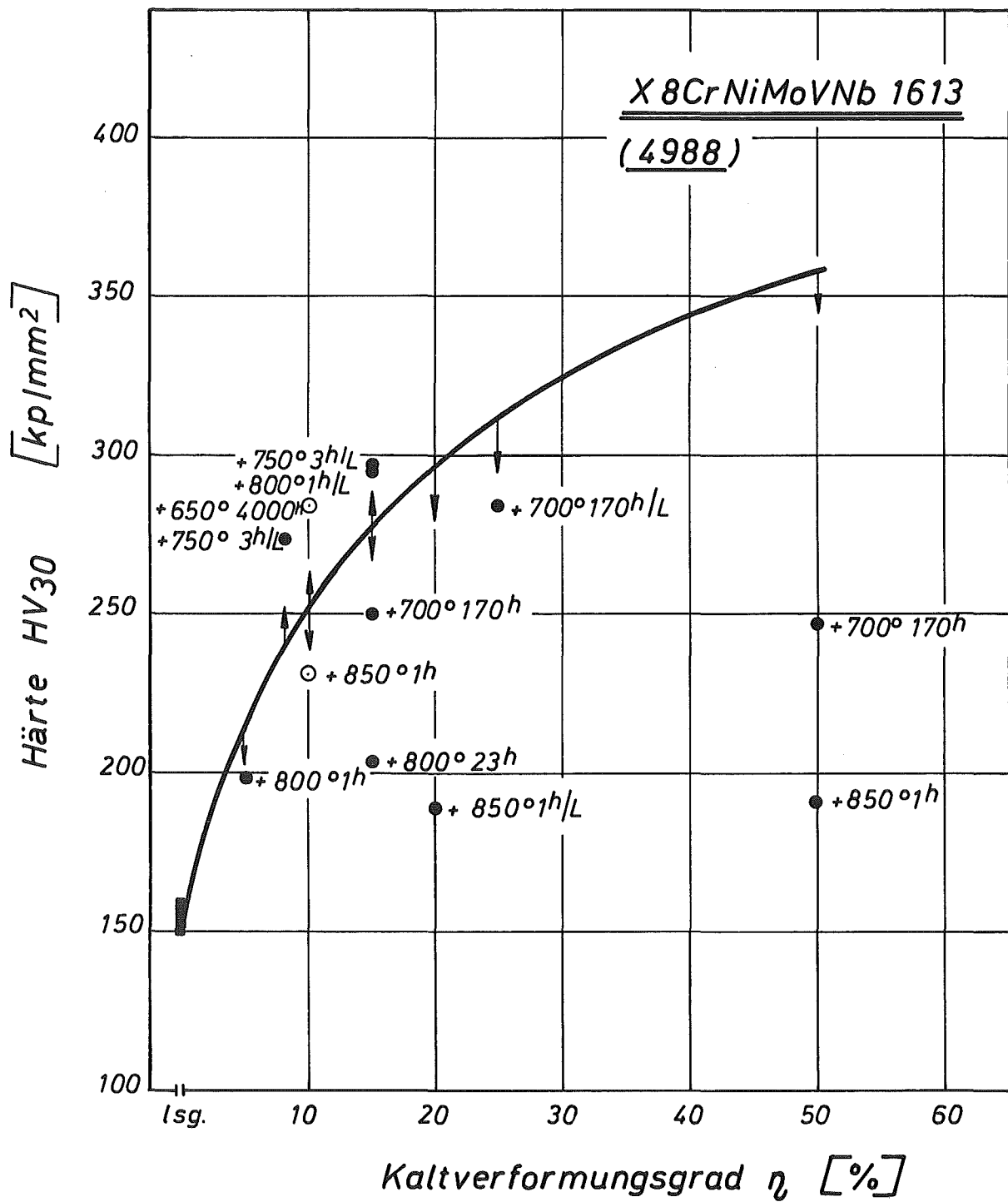
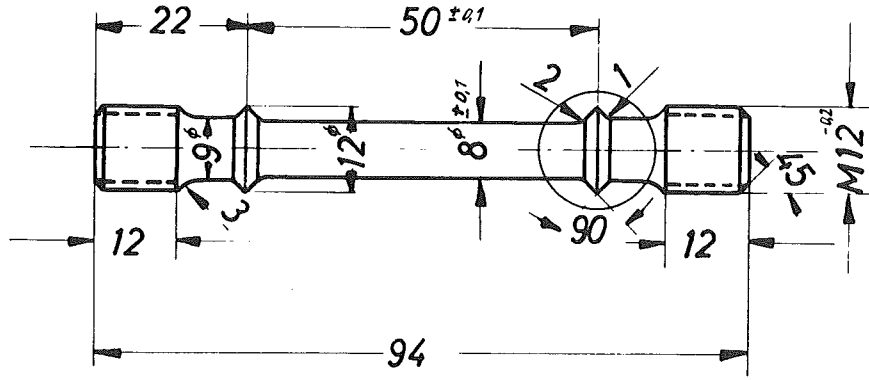


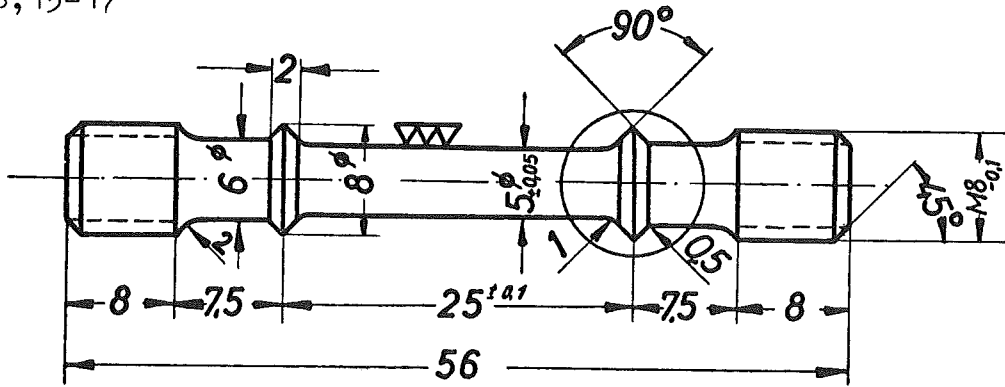
Bild 4: Verfestigungskurve

Zustand 1



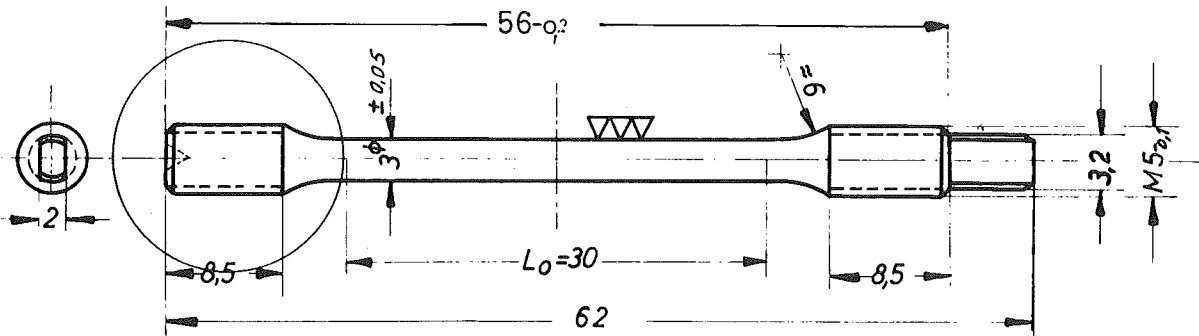
M 1:1

Zust. 1, 2, 8, 13-17



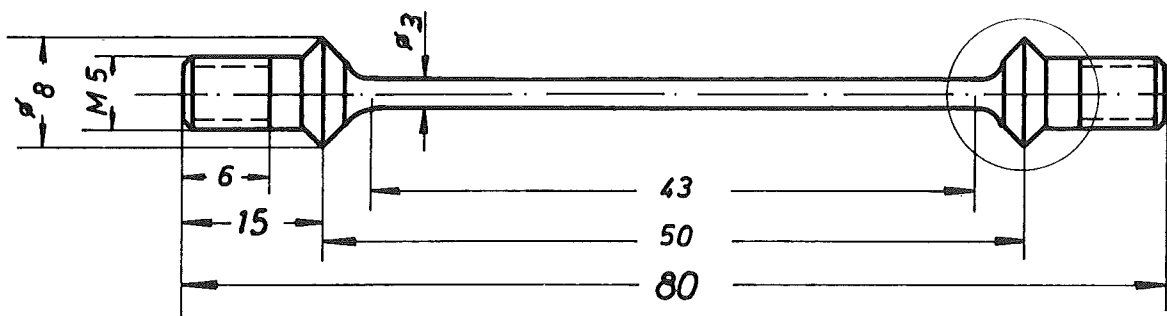
M 2:1

Zust. 9-12



M 2:1

Zust. 17



M 2:1

Zustand:

- 9 1050 °/W + 750 ° 3h/L
- ▲ 10 " " " + 10% k.v.
- 11 " " " + 20% k.v. + 850 ° 1h/L
- × 12 " " " + 50% k.v. + 850 ° 1h/L

X8CrNiMoVNb 1613

Chg.15136 (4988)

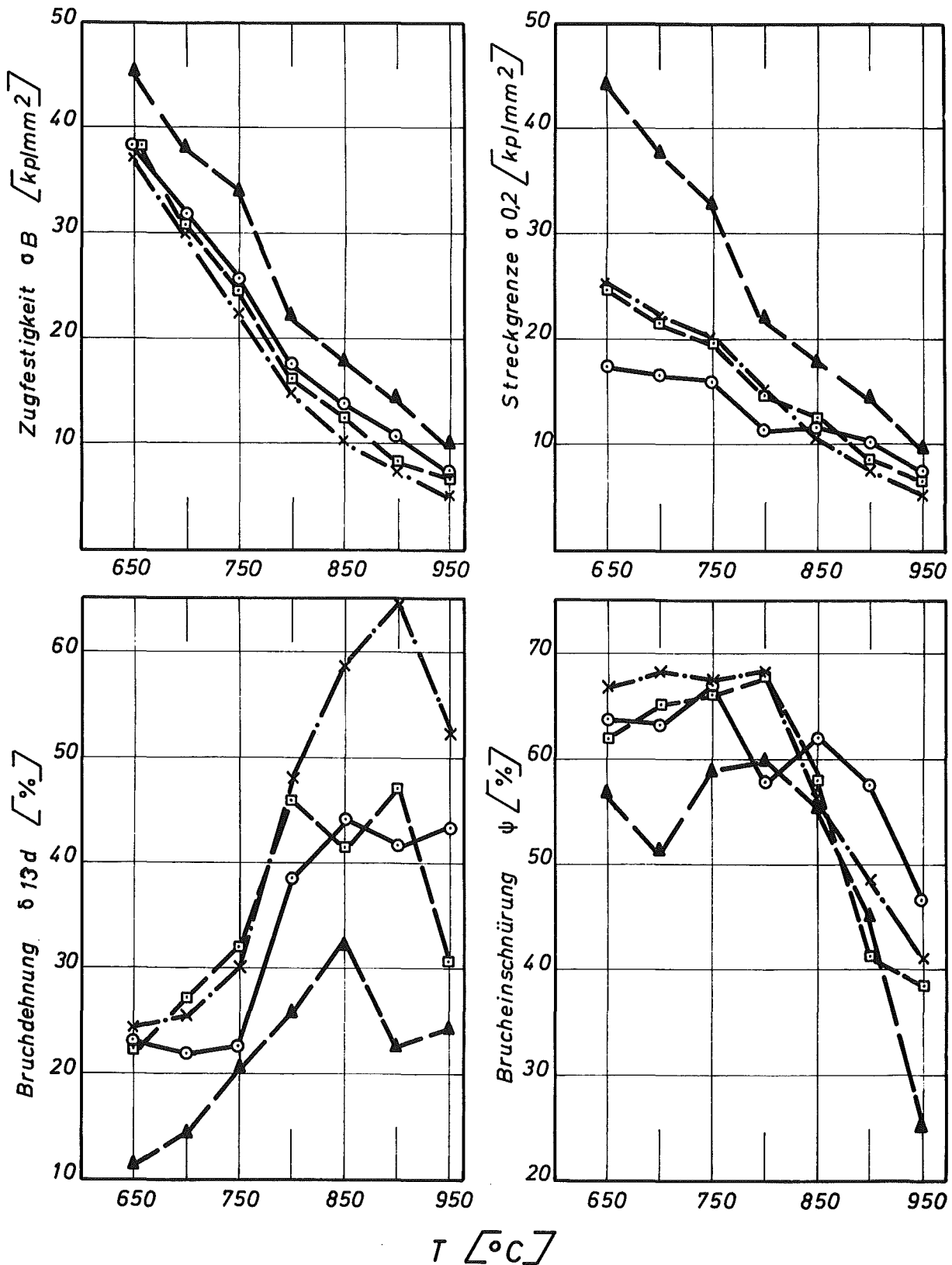


Bild 6: Einfluß mechanisch - thermischer Vorbehandlung auf die mechanischen Eigenschaften ($l_0=39\text{mm}$, $d_0=3\text{mm}$)

X 8CrNiMoVNb 1613 (W.Nr. 4988) Chg. 20924
1100° 5 min. + 5% k.v. + 800° 1h/L (Zustand 17)

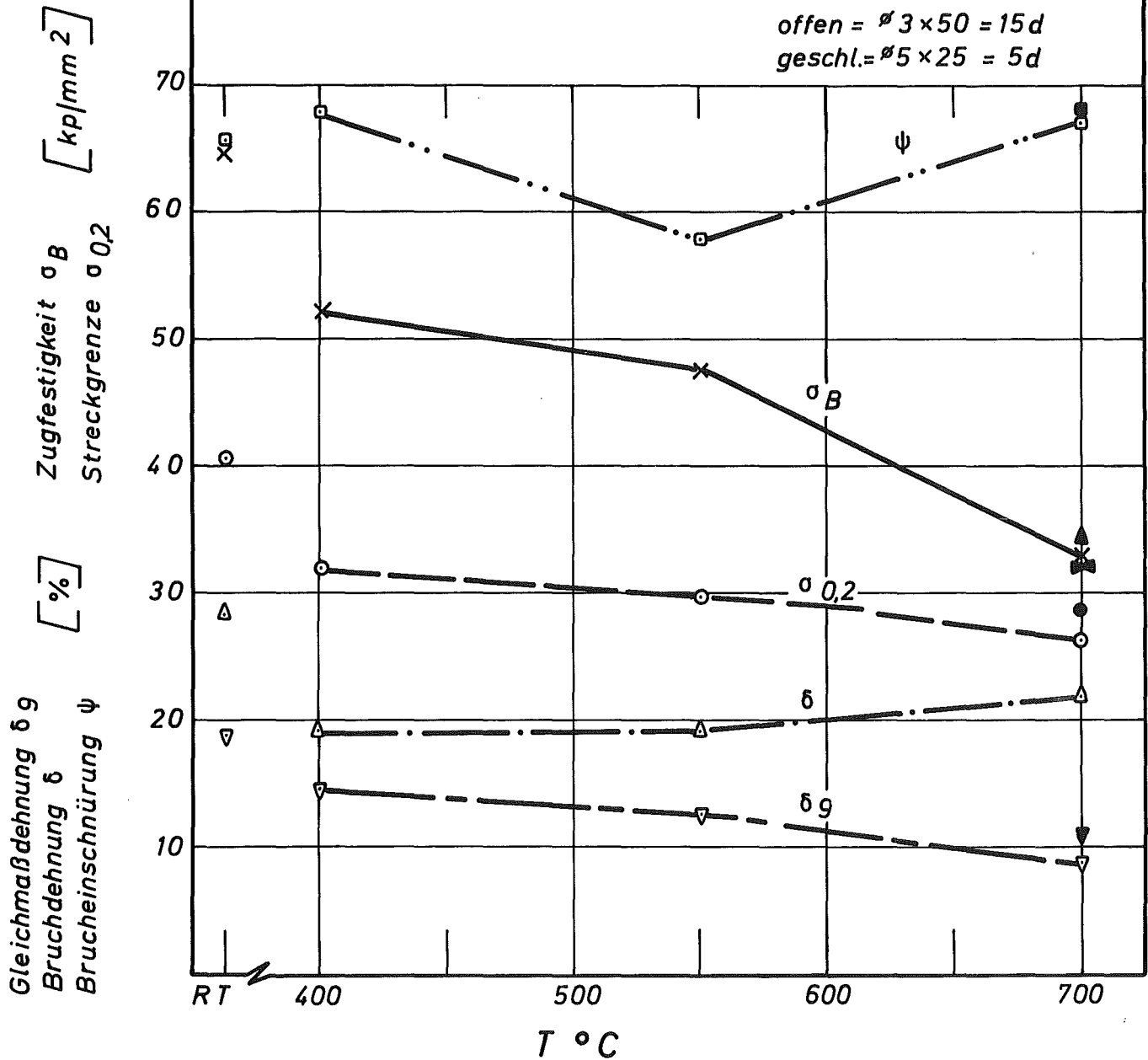


Bild 7: Zugversuchsergebnisse in Abhängigkeit von der Prüftemperatur

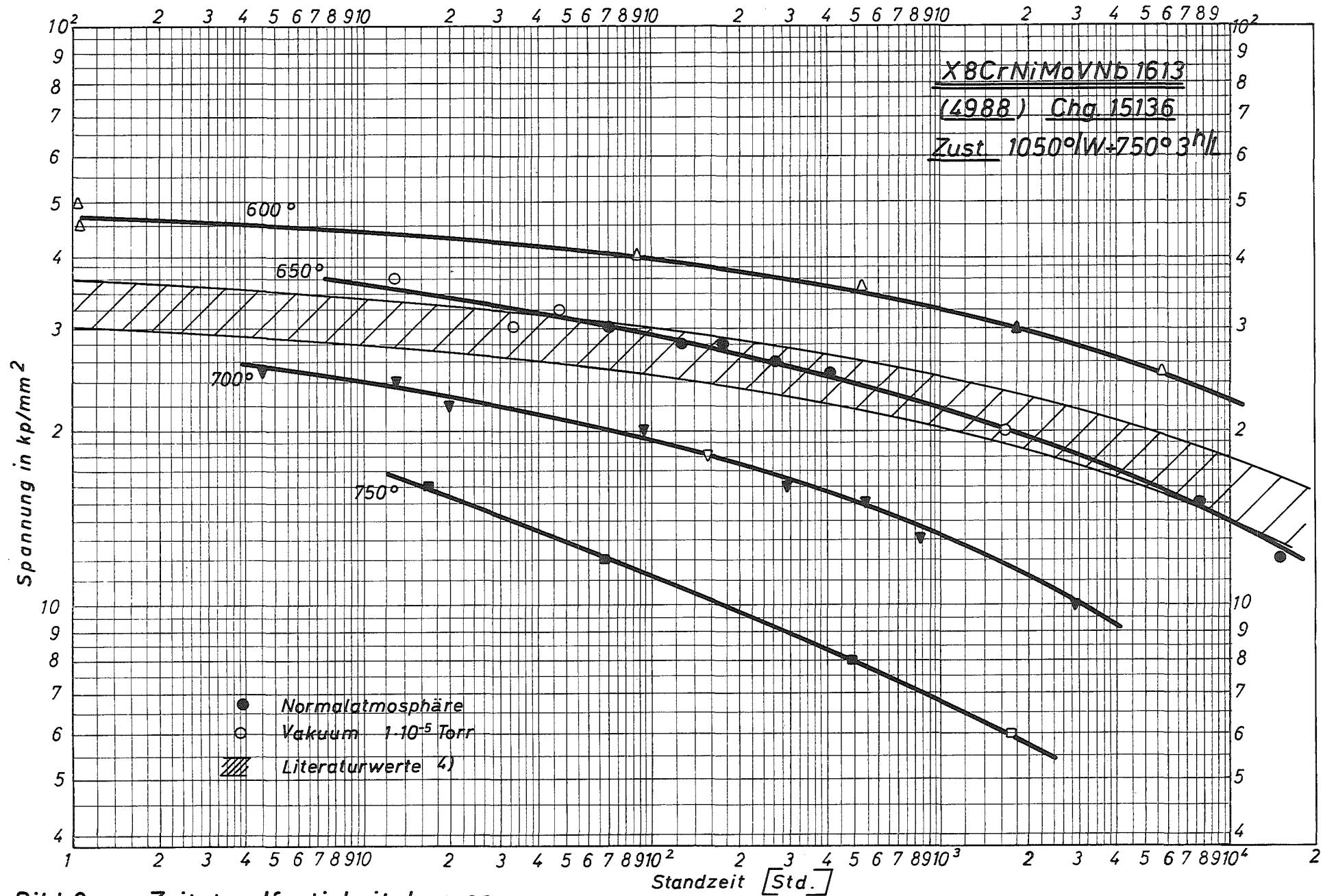


Bild 8: Zeitstandfestigkeitskurven

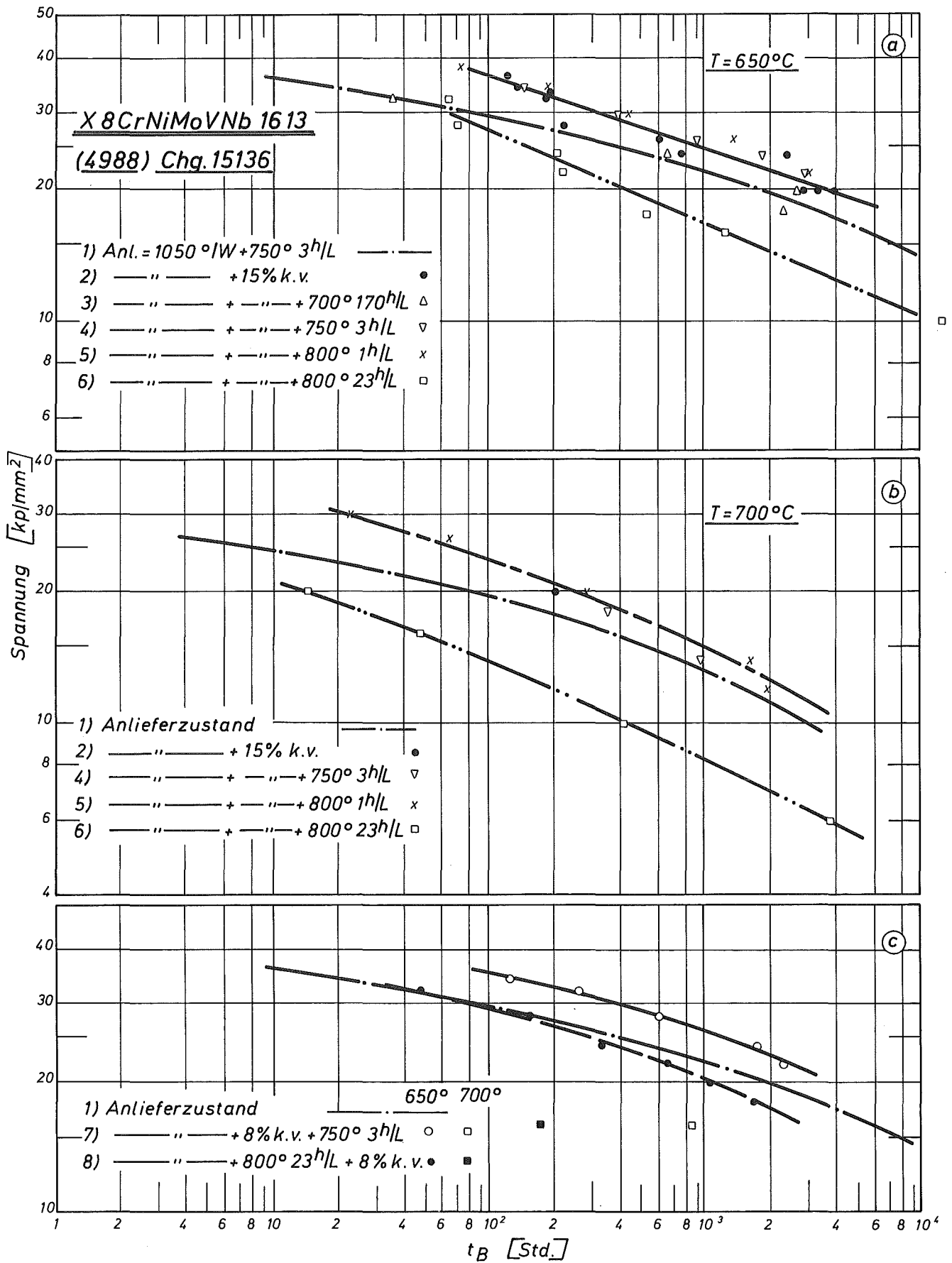


Bild 9: Zeitstandfestigkeitskurven

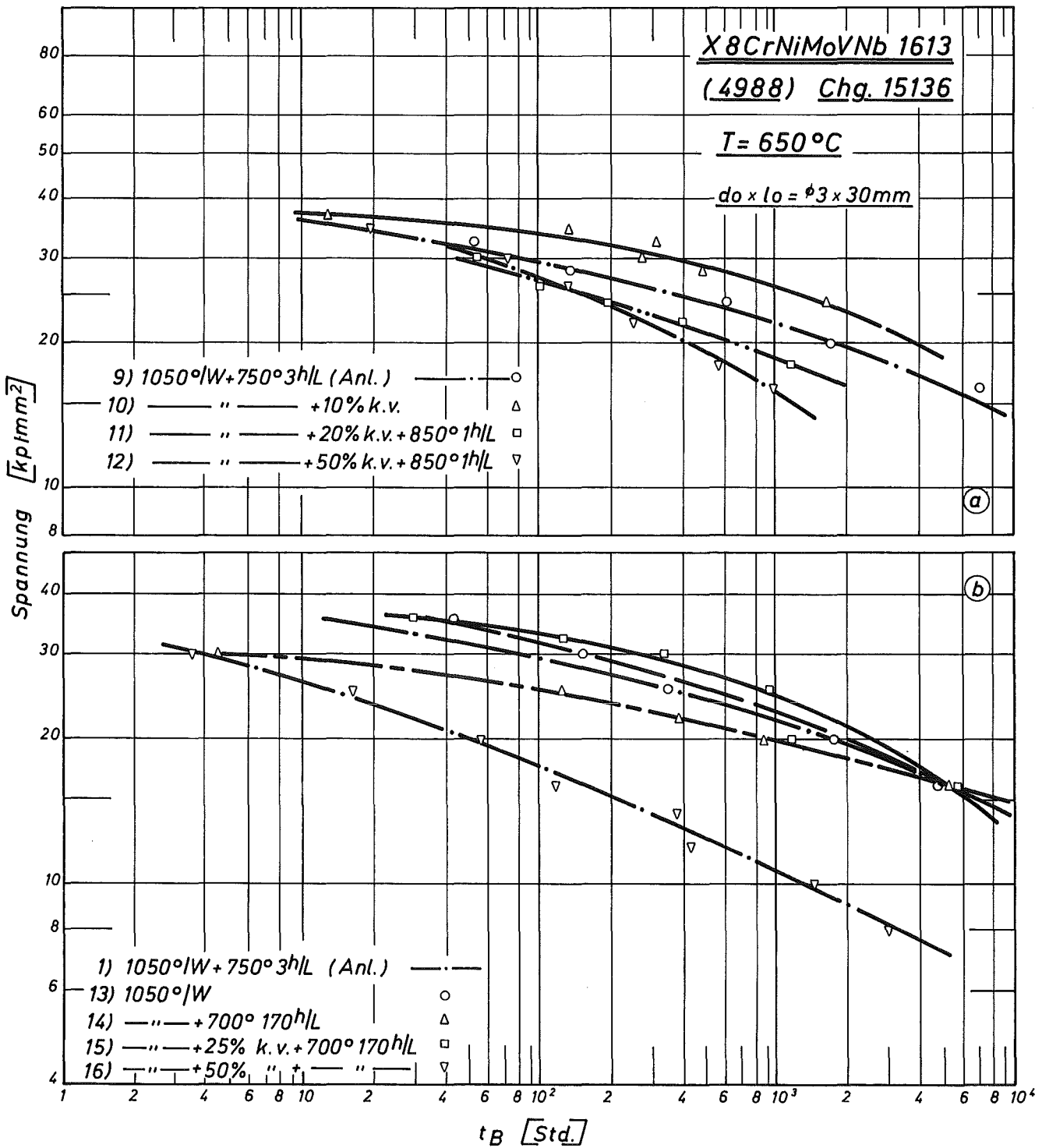


Bild 10: Zeitstandfestigkeitskurven

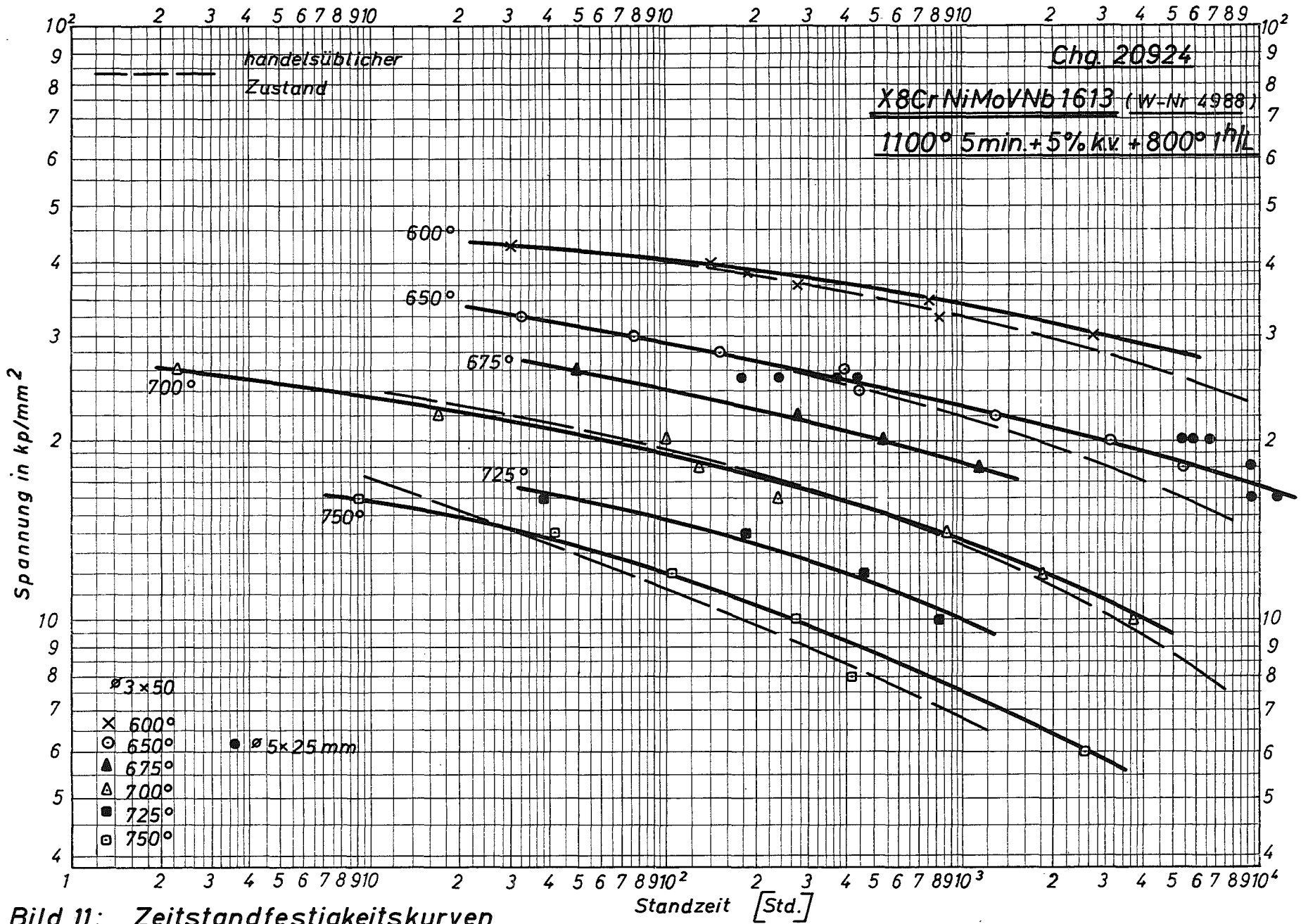


Bild 11: Zeitstandfestigkeitskurven

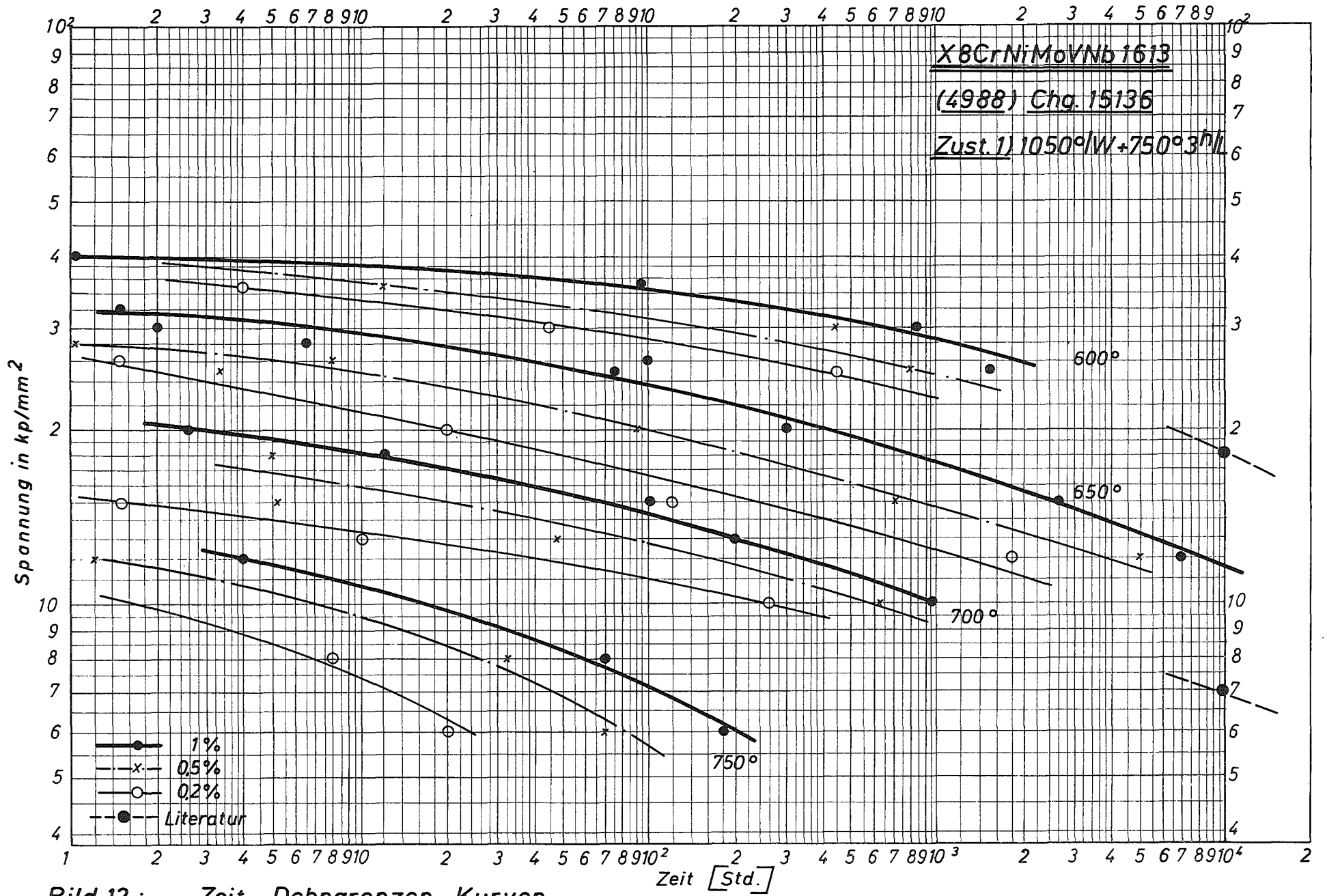


Bild 12: Zeit - Dehngrenzen - Kurven

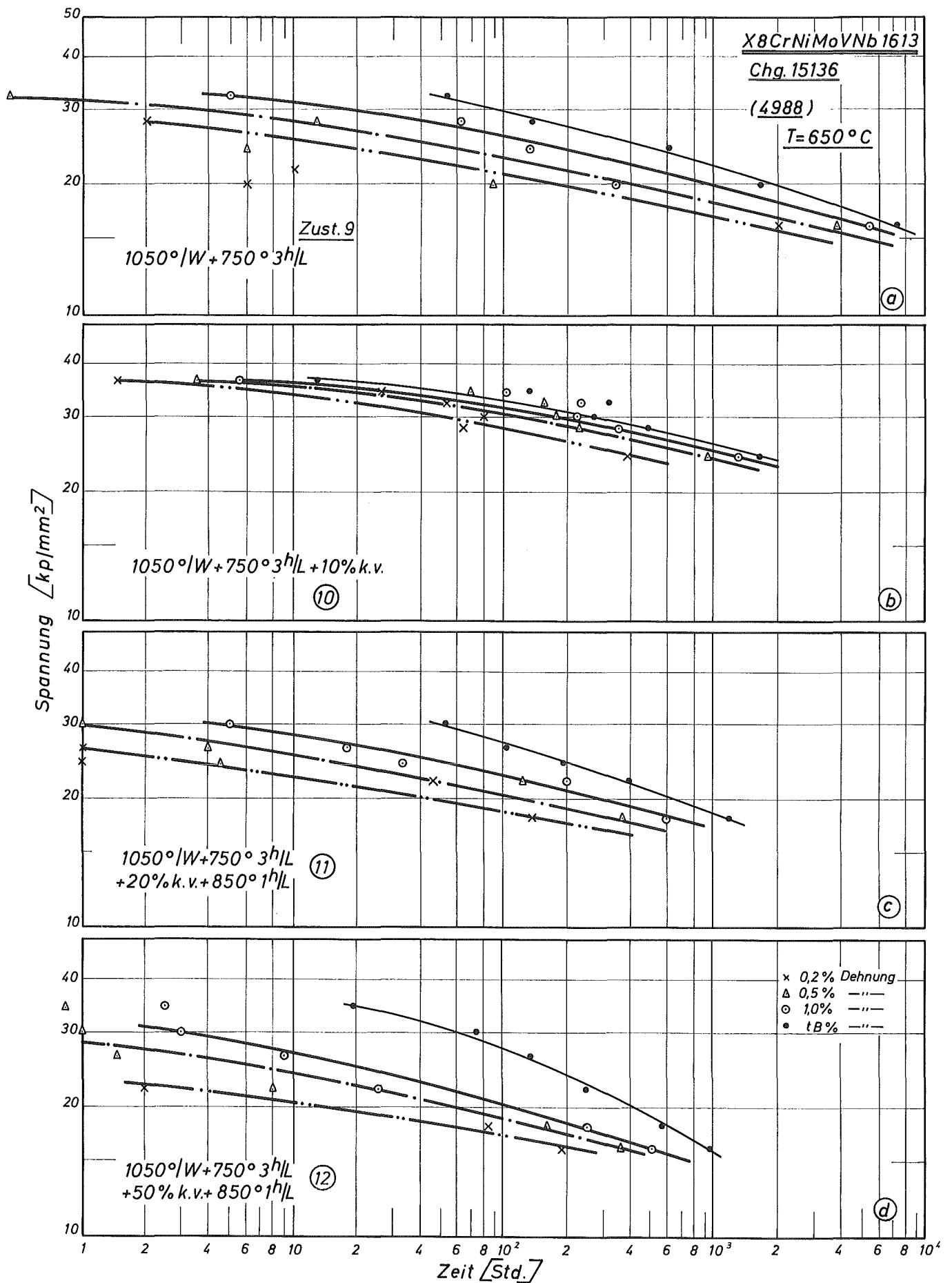


Bild 13: Zeit - Dehngrenzenkurven

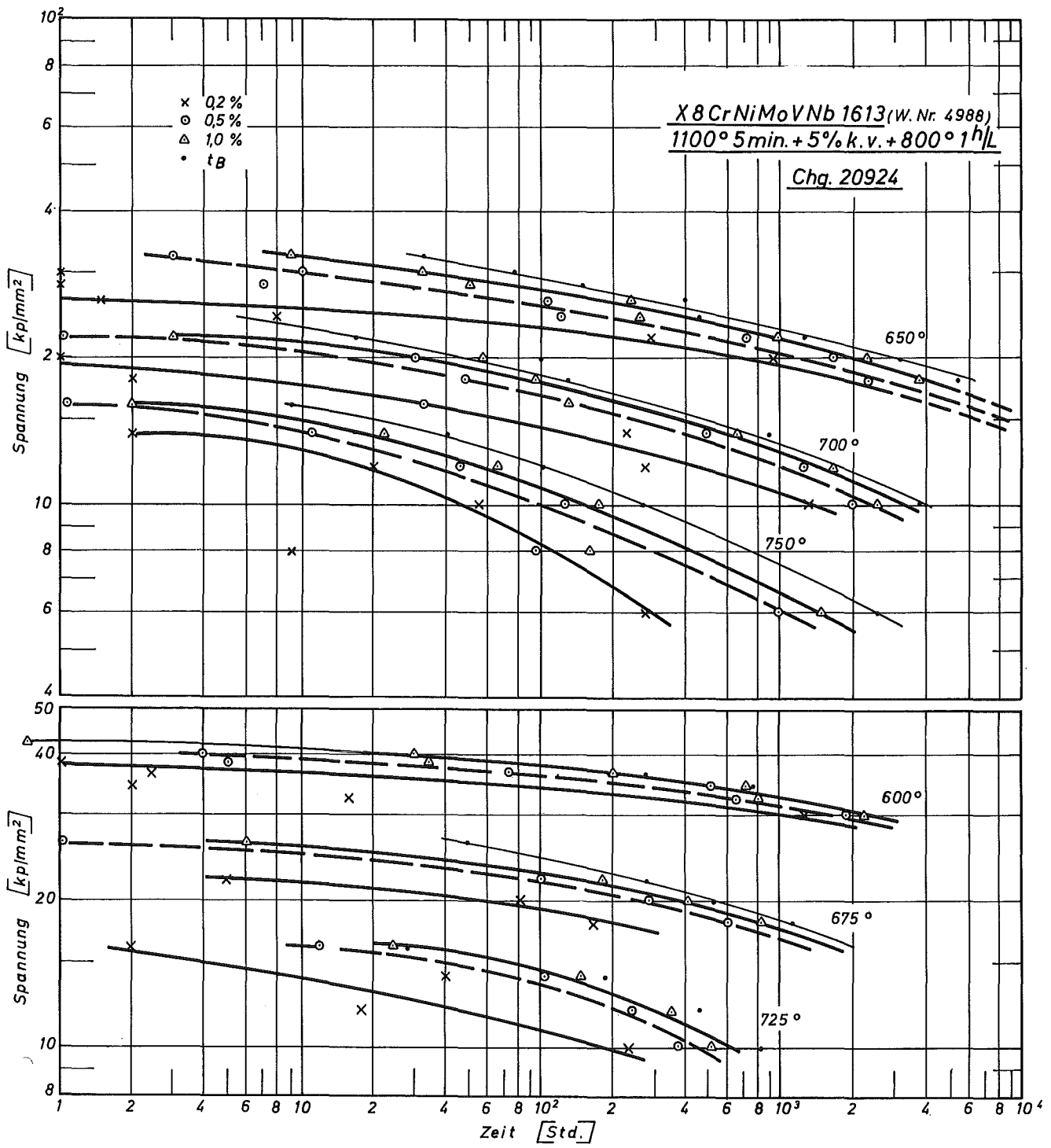


Bild 14: Zeit - Dehngrenzen

Chg. 20924

X 8 CrNiMoVNb 1613 (W.Nr. 4988)

Zustand 17: 1100° 5min. + 5% k.v. + 800° 1h/L

1) ||||| handelsüblicher Zustand

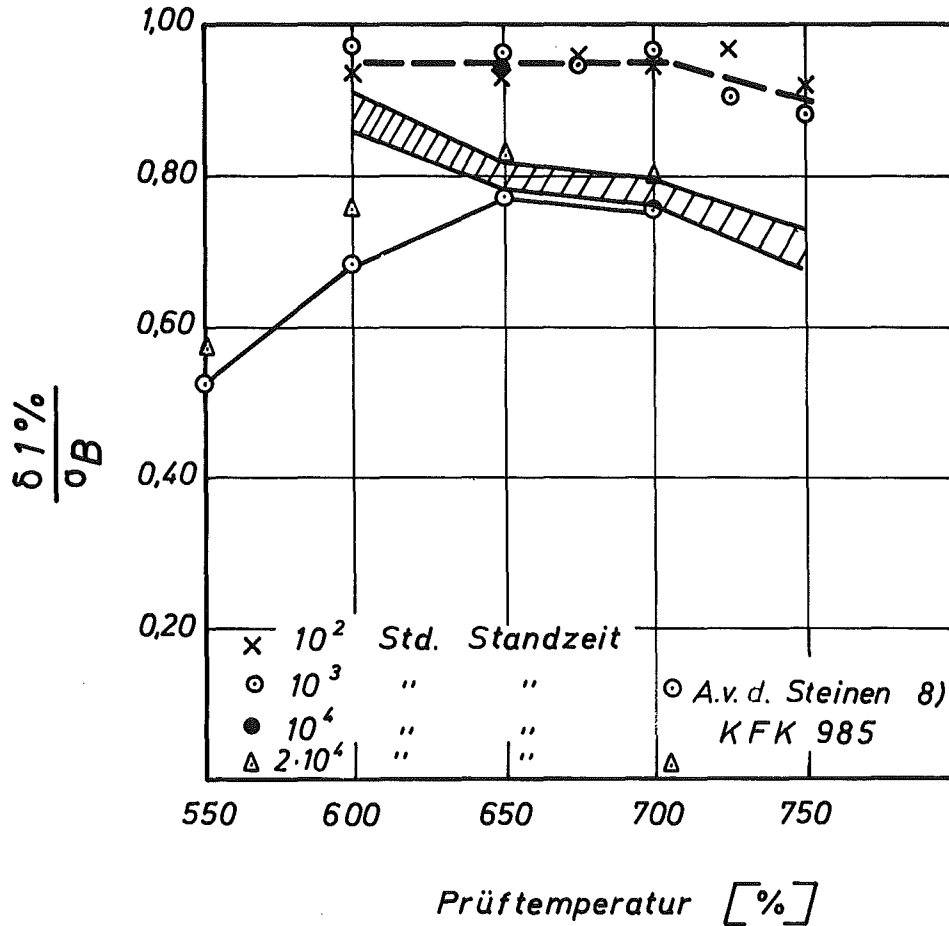
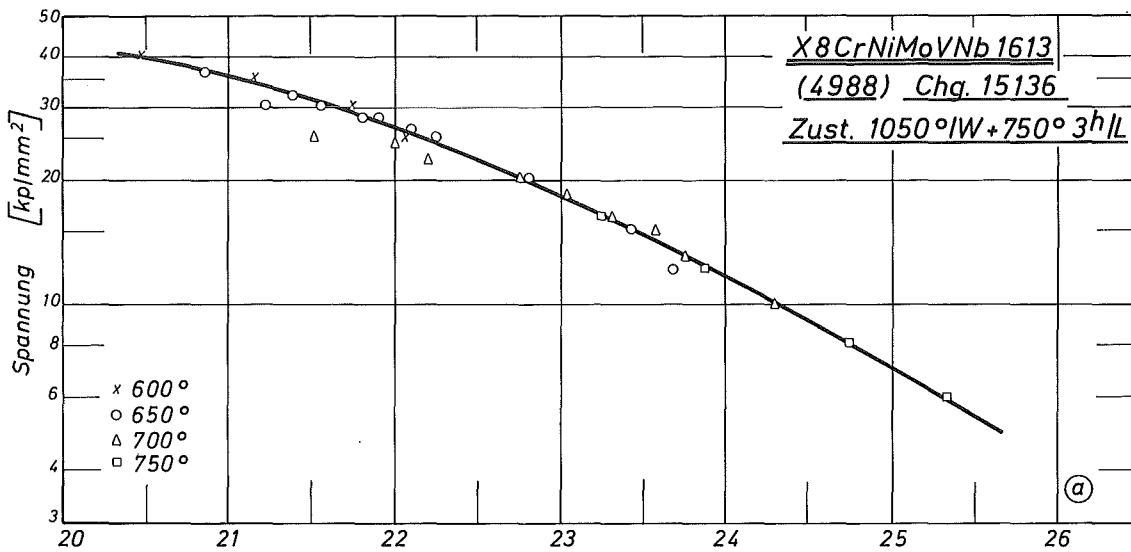
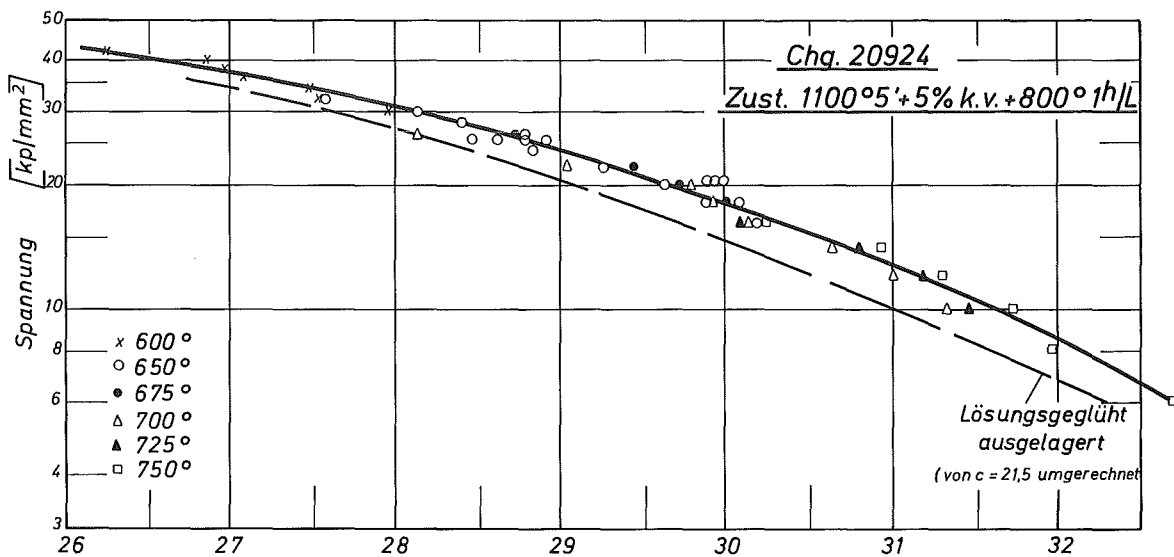
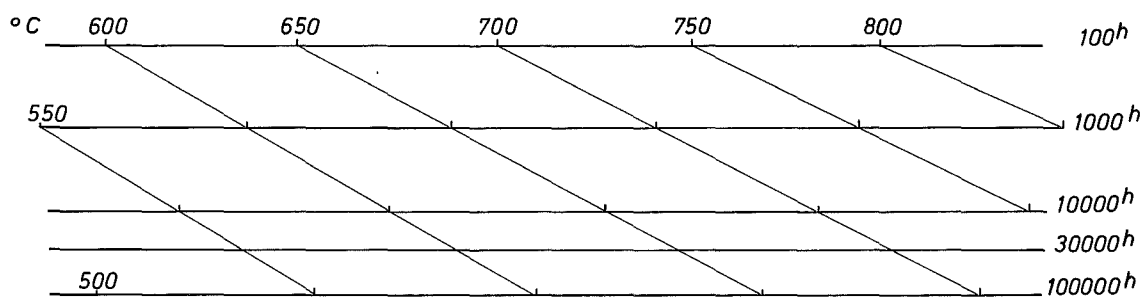


Bild 15: Verhältnis Zeit-Dehngrenze zu Zeitstandfestigkeit in Abhängigkeit von der Prüftemperatur für 1% Kriechdehnung



$$P = T_{0K} \cdot (21,5 + \log t_B) 10^{-3}$$



$$P = T_{0K} \cdot (28,6 + \log t_B) 10^{-3}$$

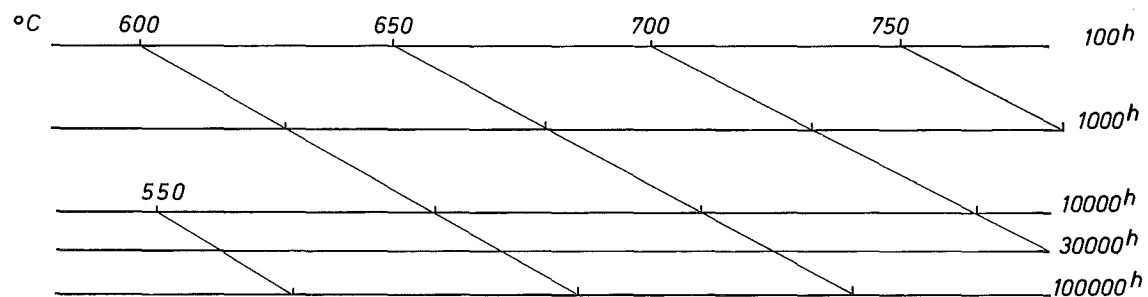


Bild 16:

Zeitstand-Hauptkurve
(Larson-Miller-Parameter)

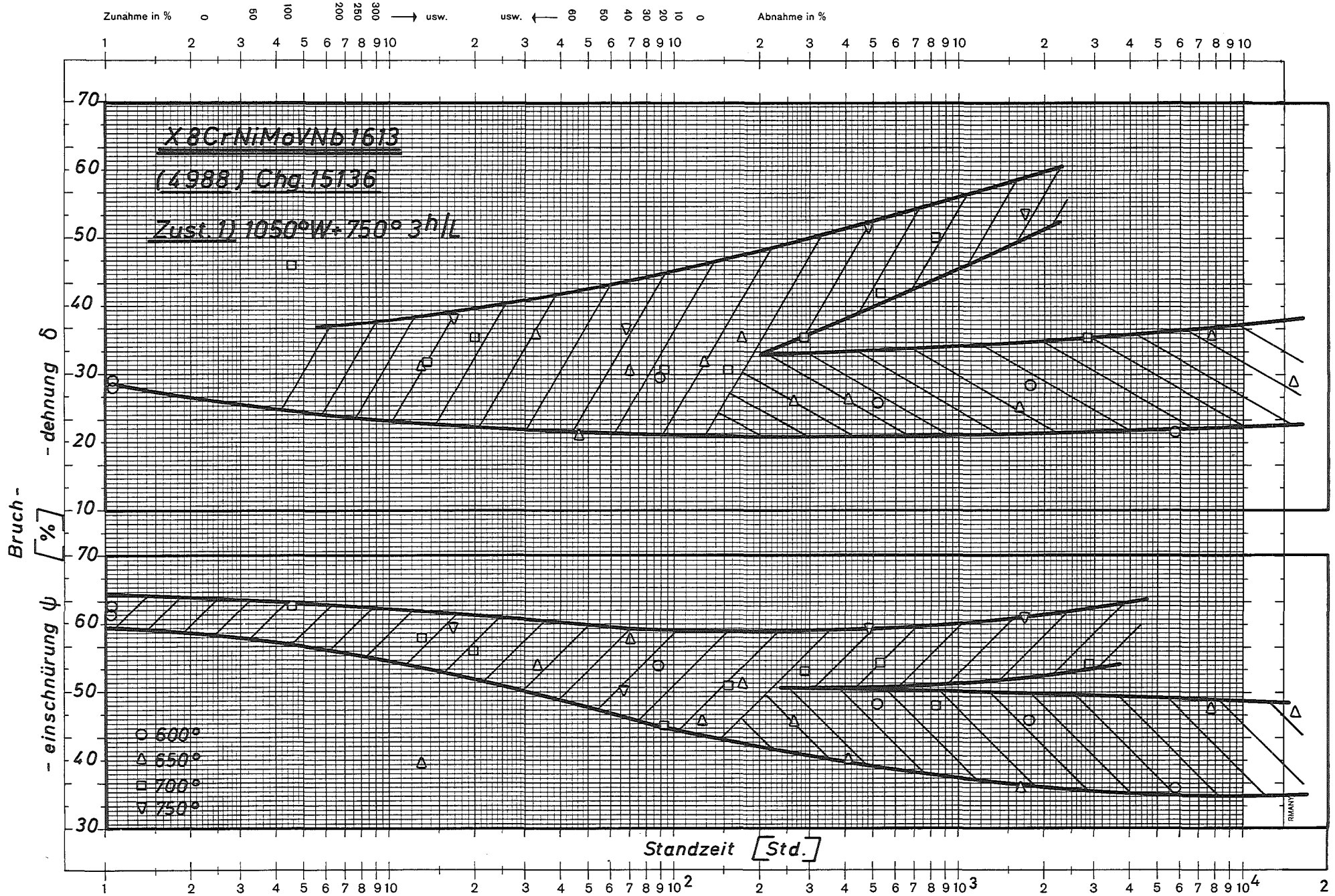


Bild 17: Bruchdehnung u. -einschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit

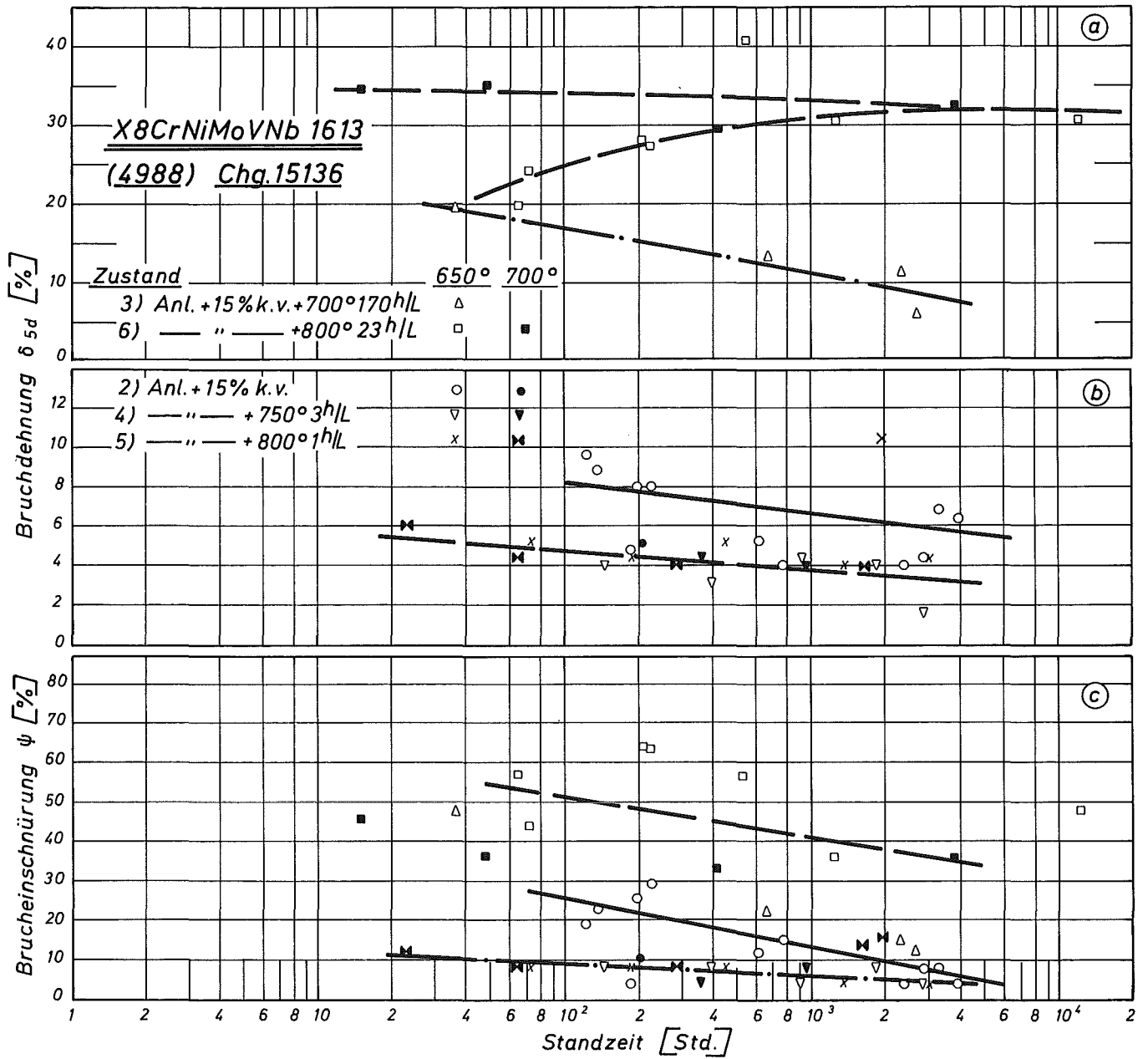


Bild 18: Bruchdehnung u. -einschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit

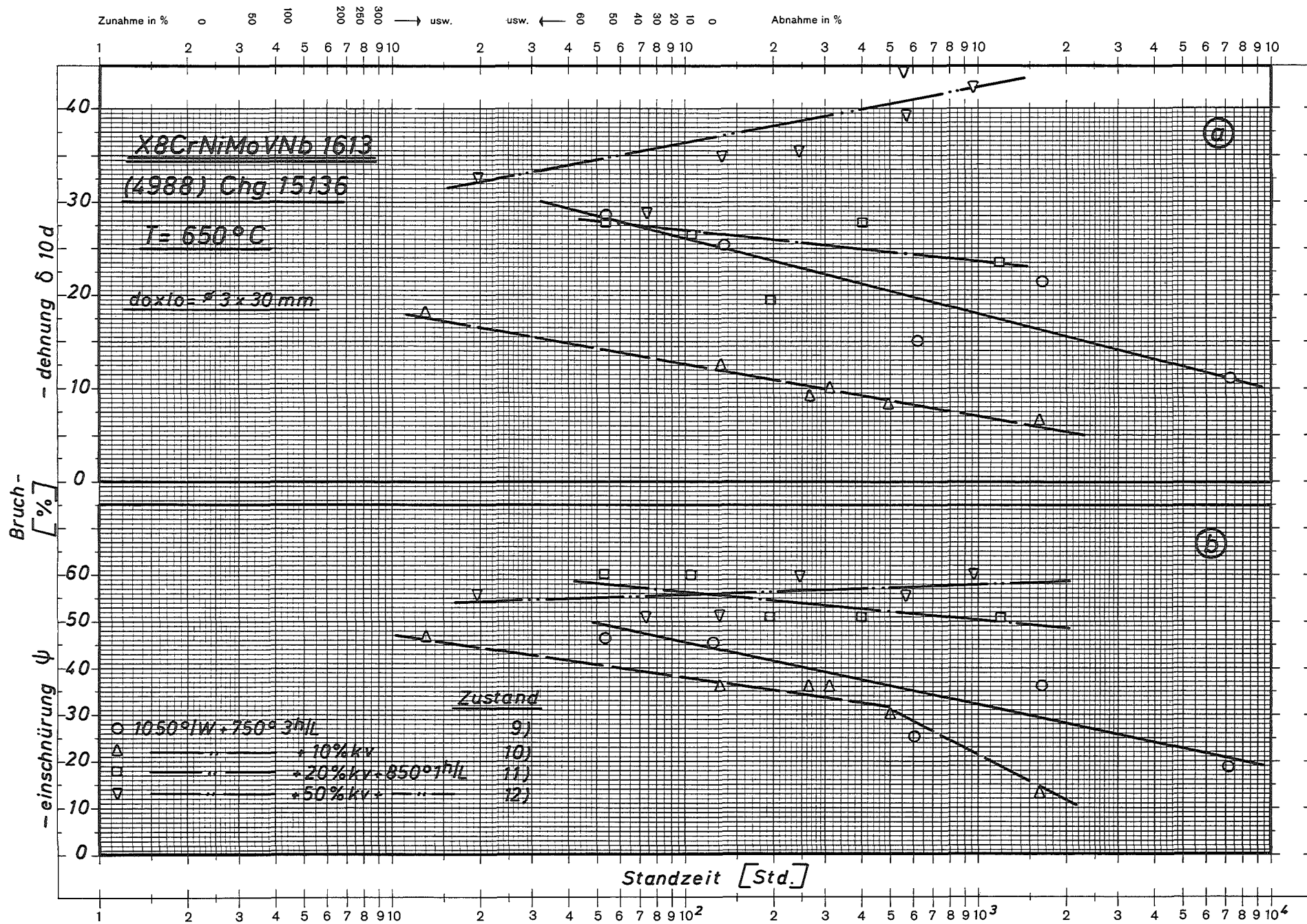


Bild 20: Bruchdehnung und -einschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit

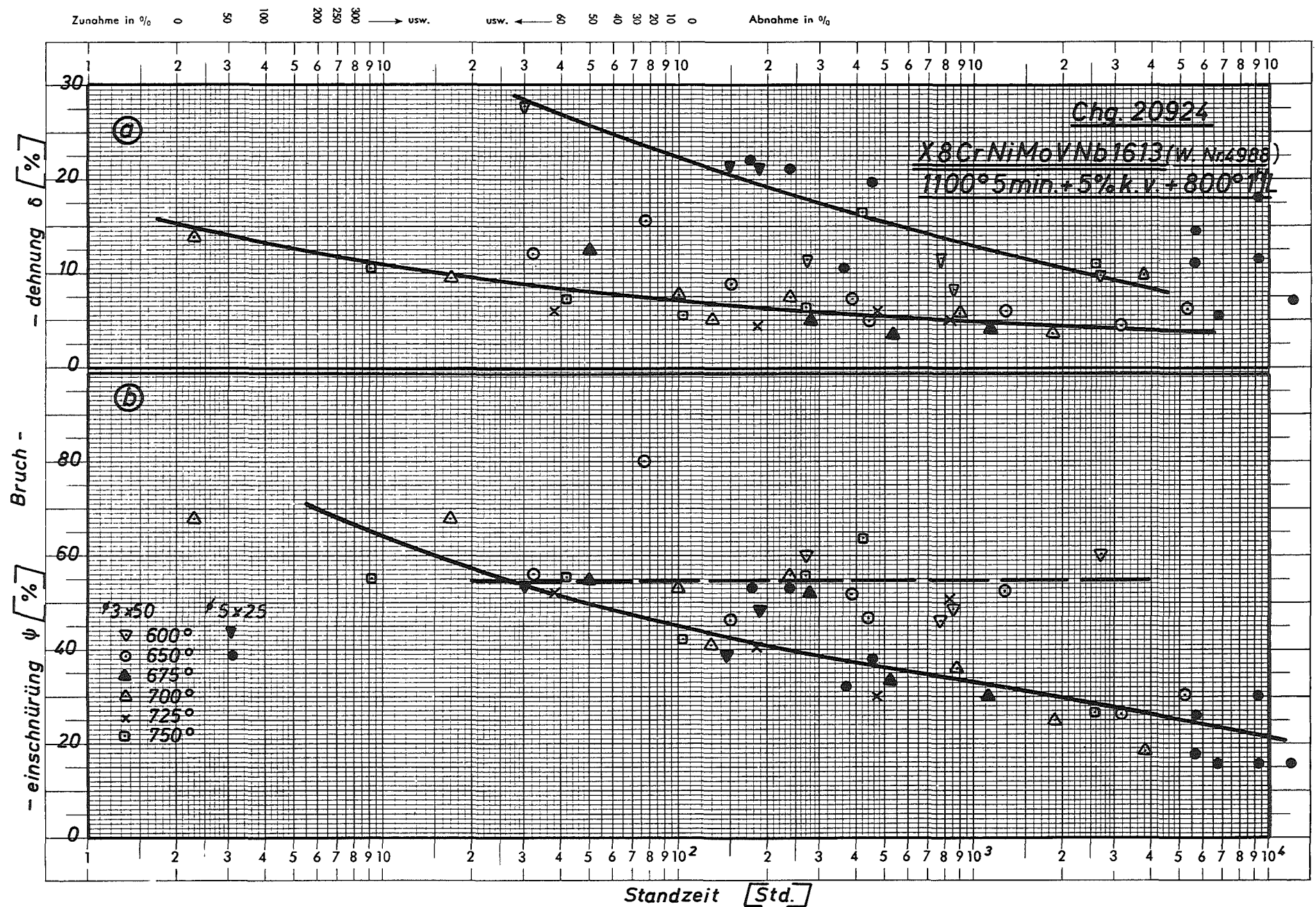


Bild 22: Bruchdehnung und-einschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit

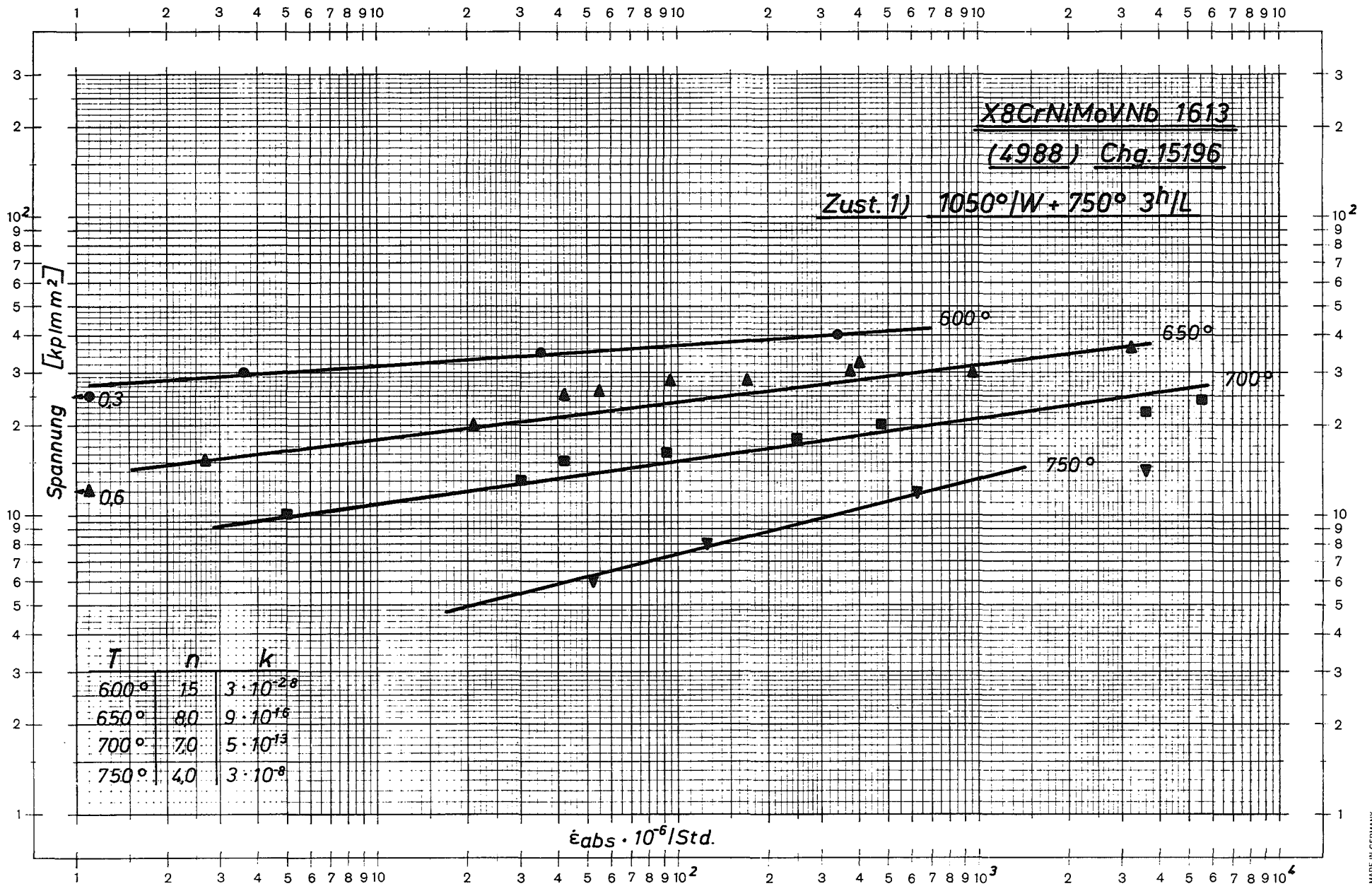


Bild 23: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Spannung

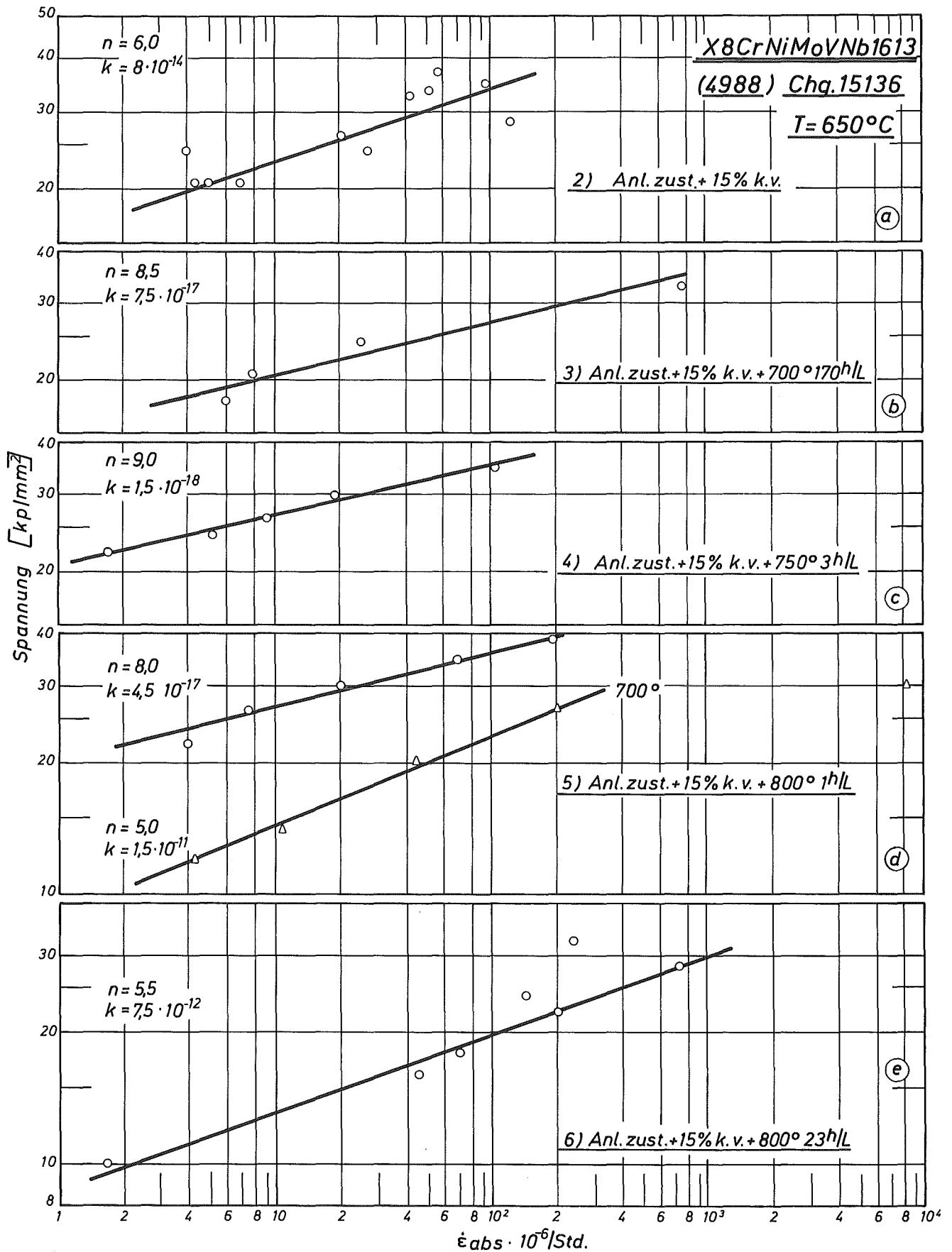


Bild 24: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Spannung

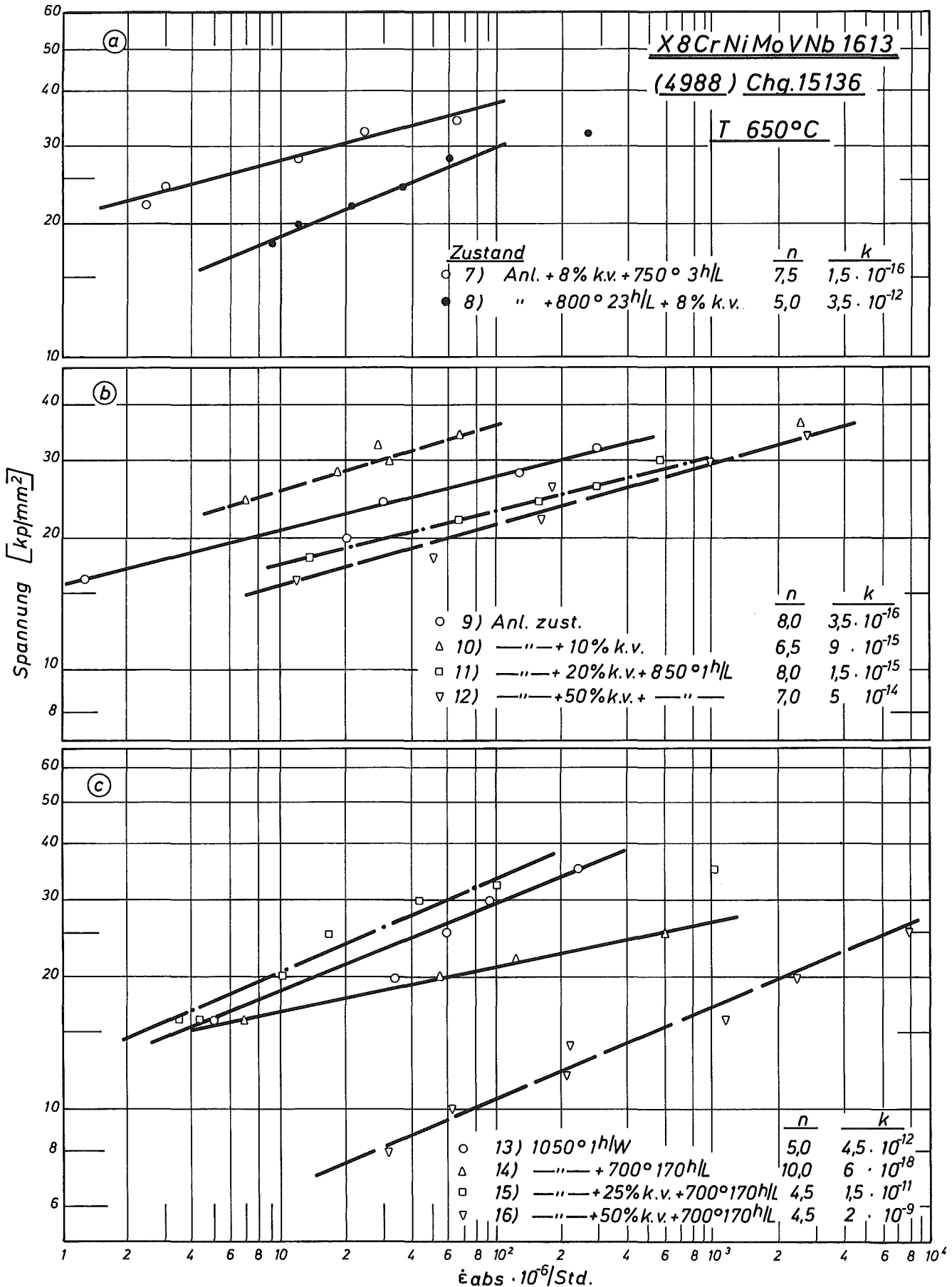


Bild 25: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Spannung

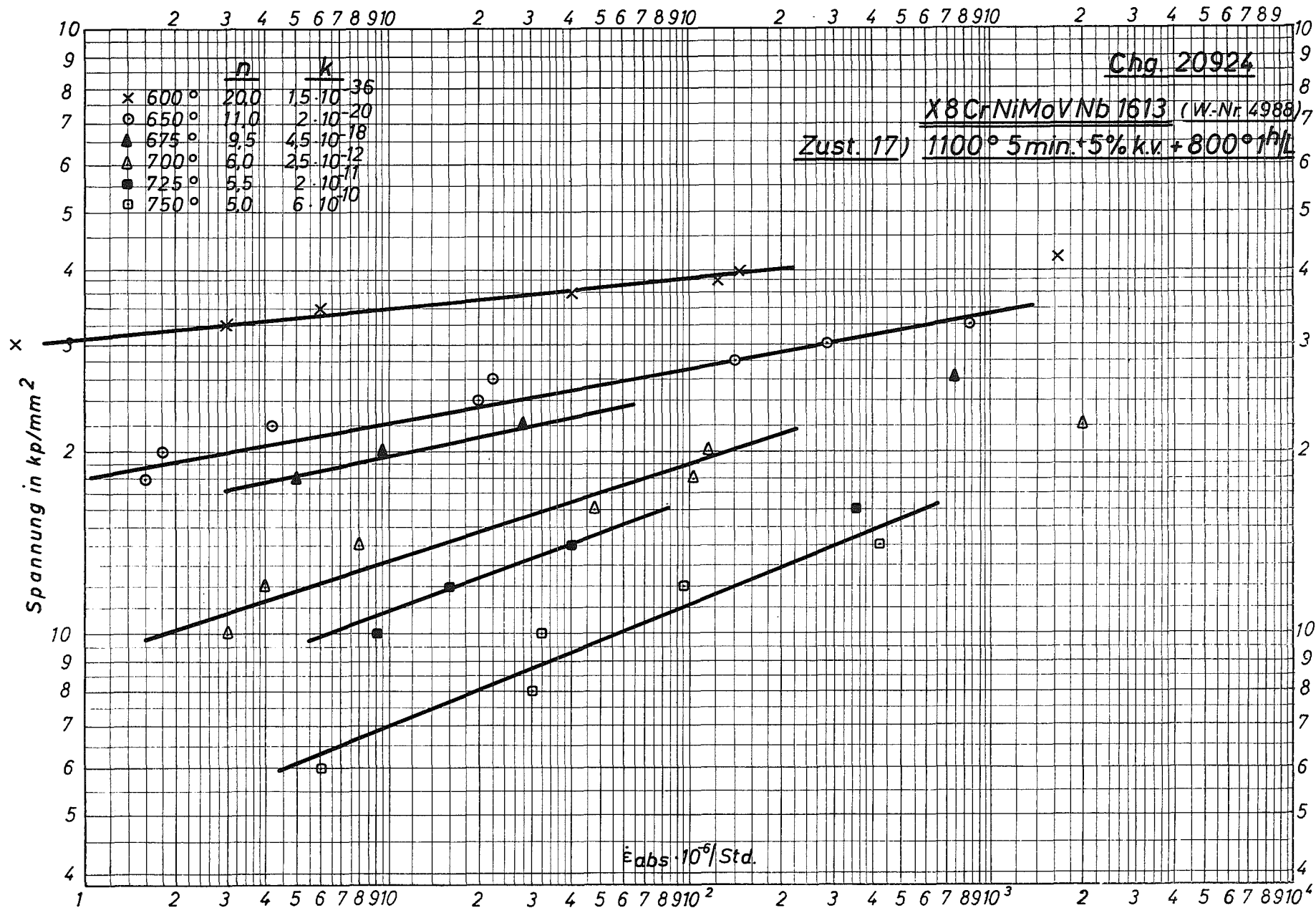
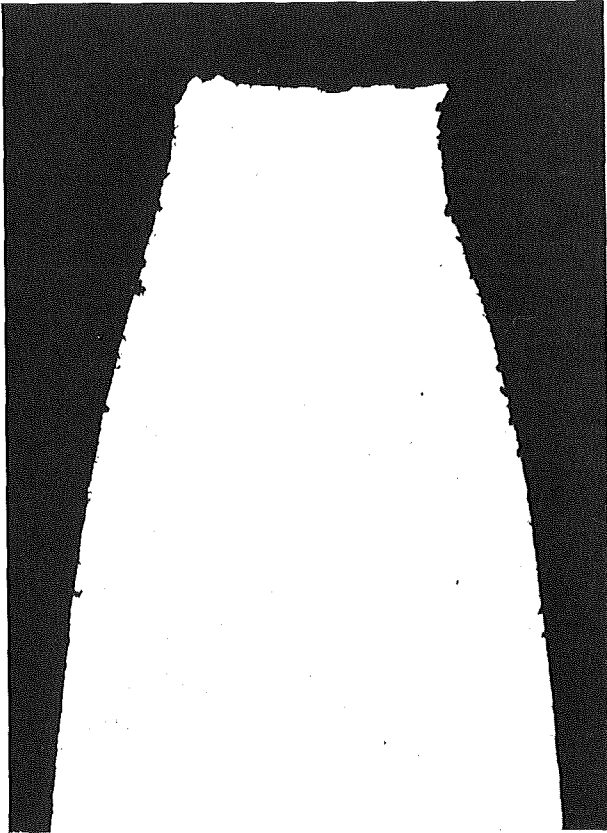


Bild 26: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Spannung

Zust. 17) 1100° 5min + 5%kv + 800° 1h/L

600° 30 kp/mm² 2682 Std

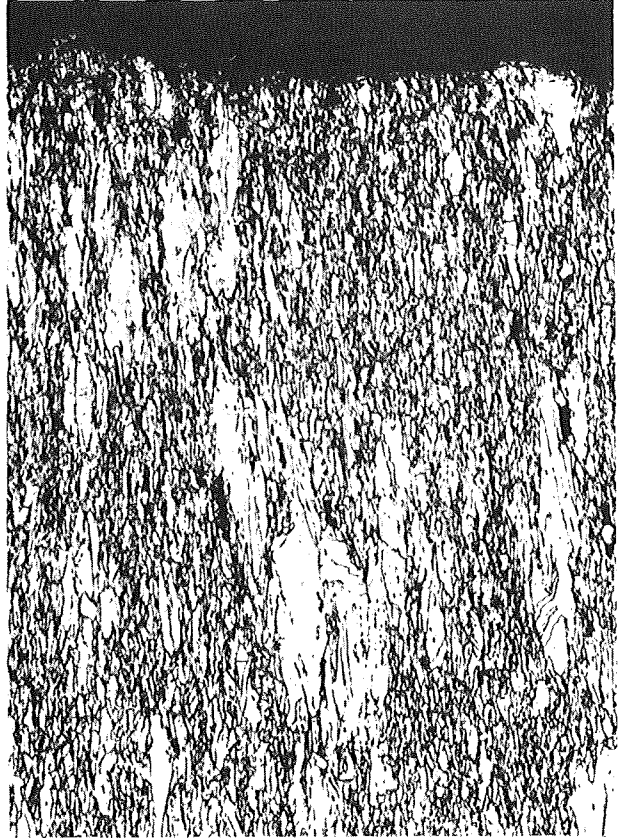
a



18890

x30

b



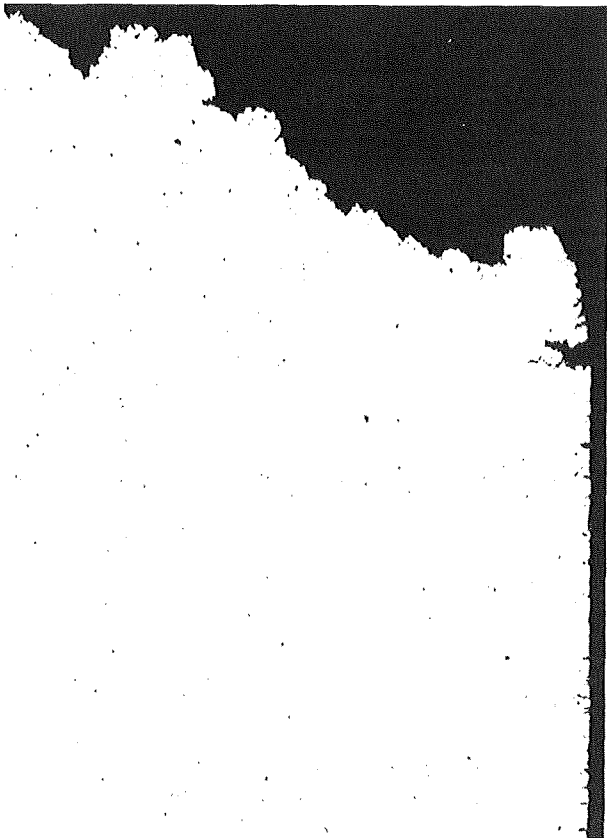
18891

x150

Chg. 15136

Zust. 1) 1050°/W + 750° 3h/L

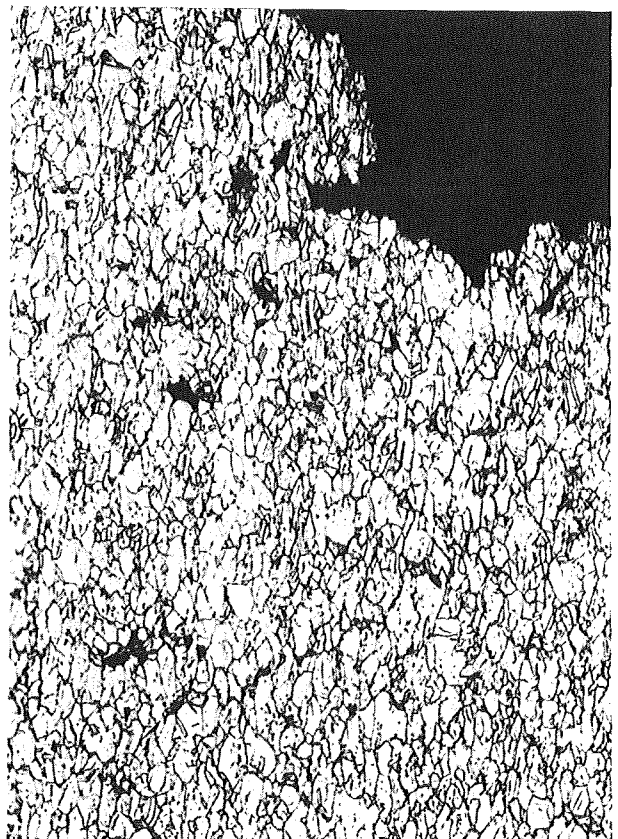
c



4331

x30

d



4332

x150

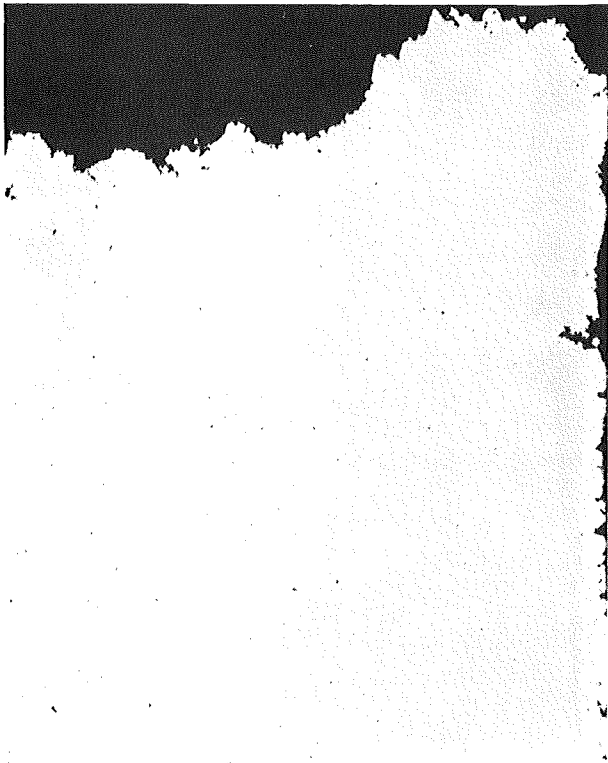
600° 25kp/mm²

5836 std

Zust. 4) 1050°/W +750°3^h/L

650° 12kp/mm² 14791std

a

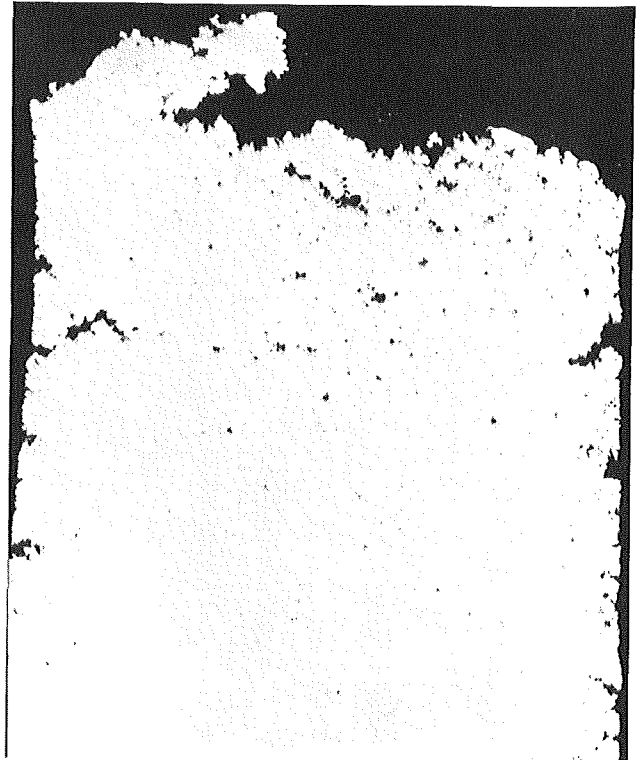


6044

x30

750° 6kp/mm² 1711std

b

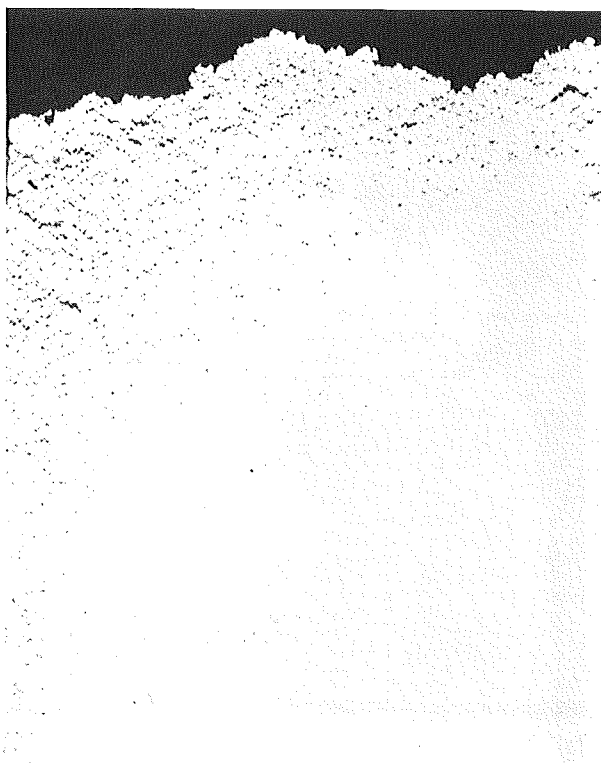


3495

x30

Zust. 2) Anl. +15%kv

700° 20kp/mm² 204std



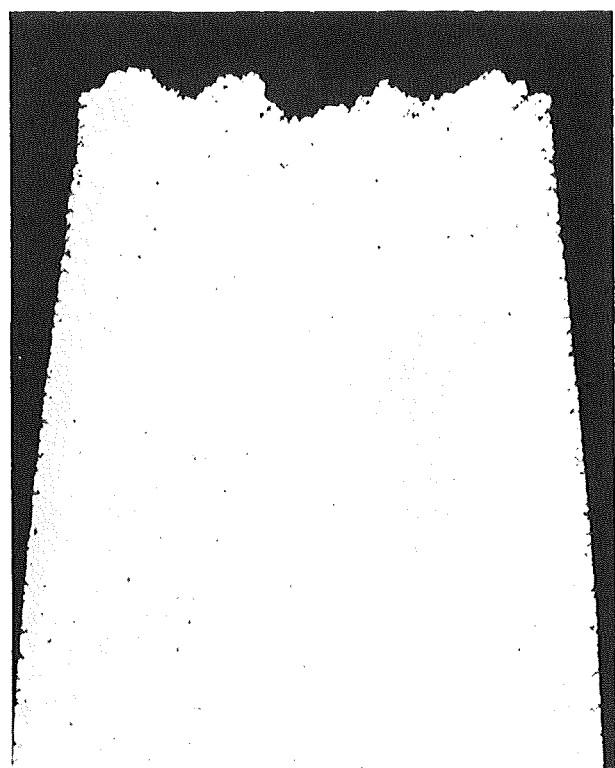
13021

x20

Zust. 6) Anl. +15%kv +800°23^h/L

650° 10kp/mm² 12638 std

a



15649

x20

X8CrNiMoVNb 1613 (1.4988)

Chg. 15136

Bild 30

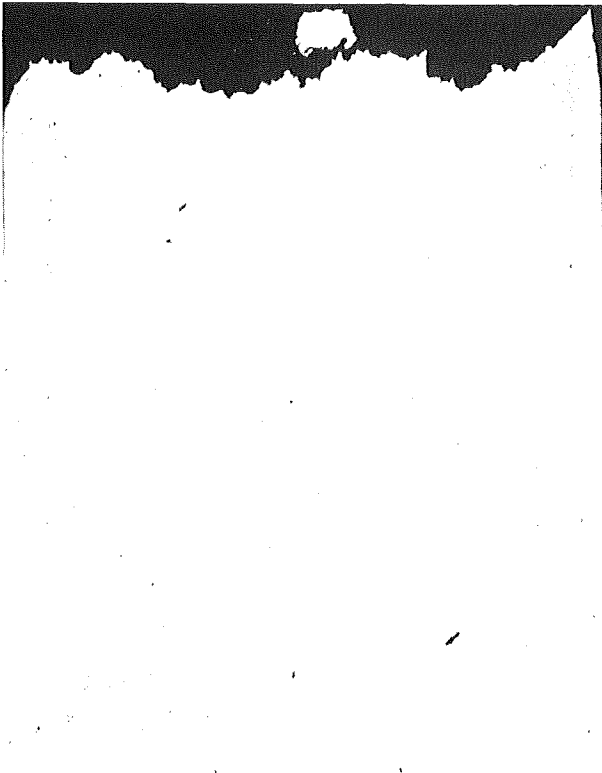
Zust. 7) Anl. +8%kv +750°3^h/L

Zust. 14) 1050°1^h/W +700°170^h/L

700° 16kp/mm² 855std

650° 20kp/mm² 875sta

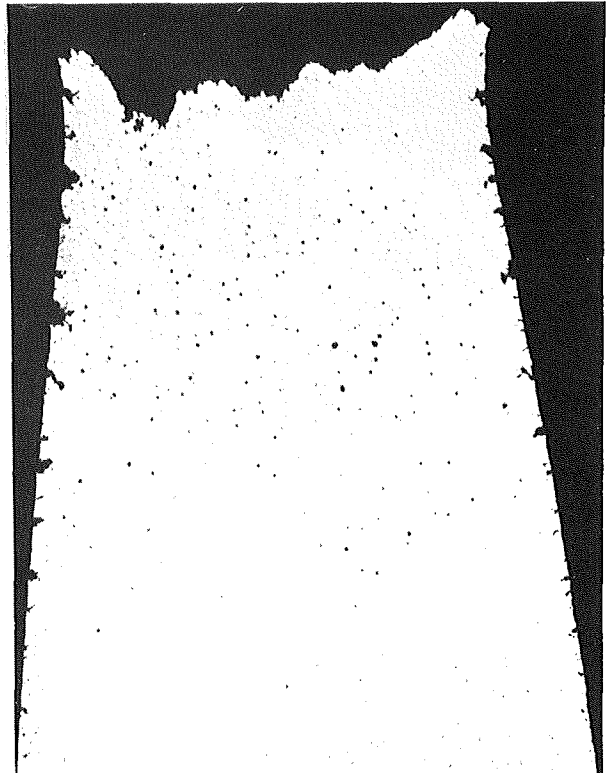
a



18355

x20

b



3681

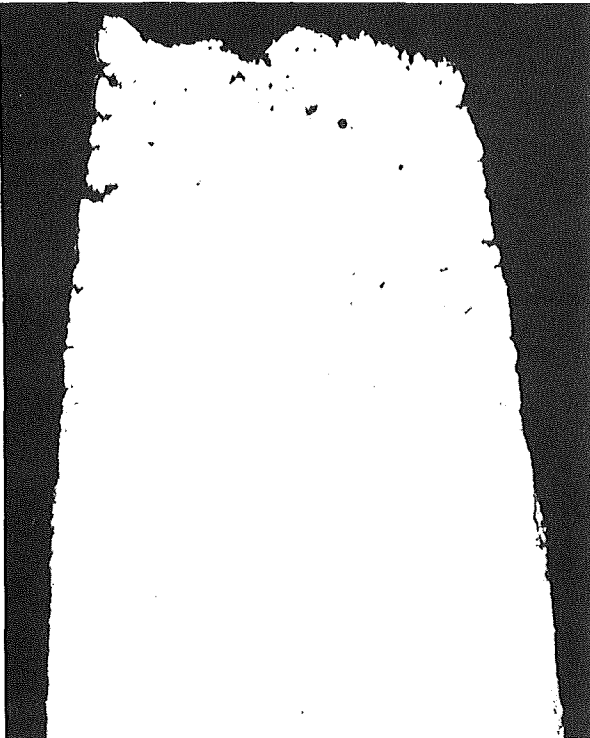
x20

Chg. 20924 Zust. 17) 1100°5min +5%kv +800°1^h/L

675° 18kp/mm² 1110std

750° 6kp/mm² 2512std

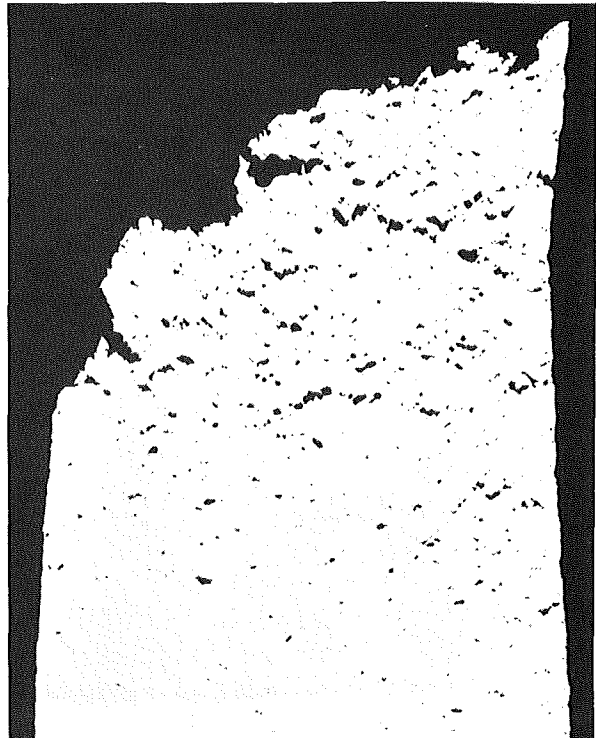
c



18226

x30

d



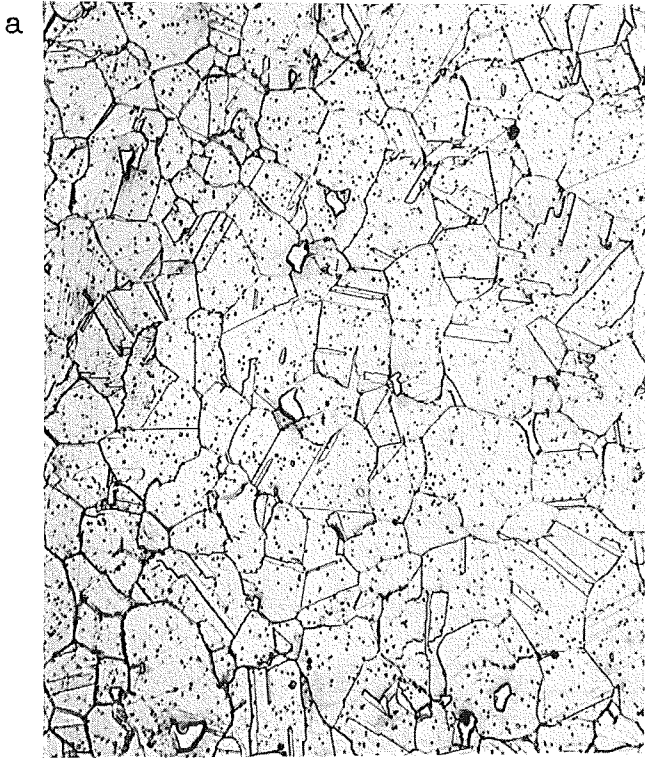
18261/1

x30

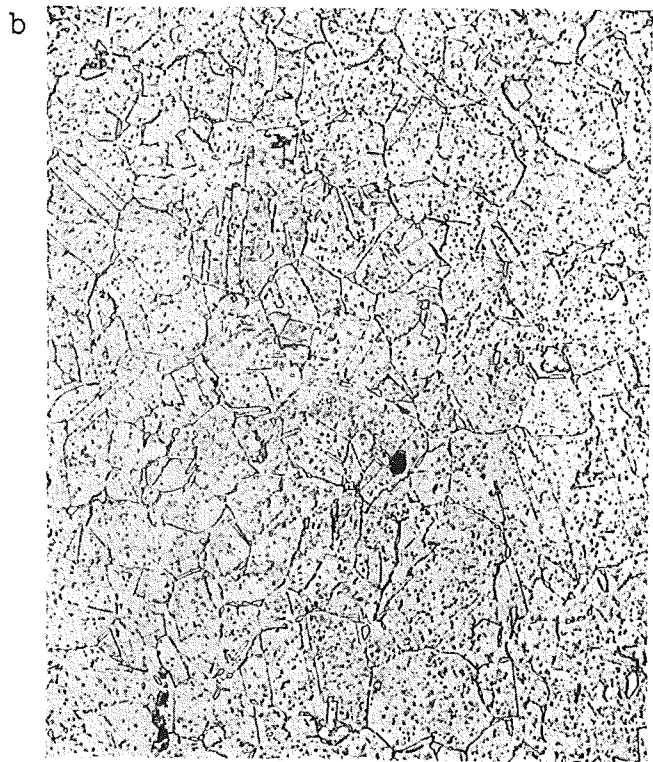
Chg.15136 Zust.1) 1050°/W +750°3h/L

Ausgangsgefüge

Probenkopf
650° 12kp/mm² 14791std



5133 HV30=160-165

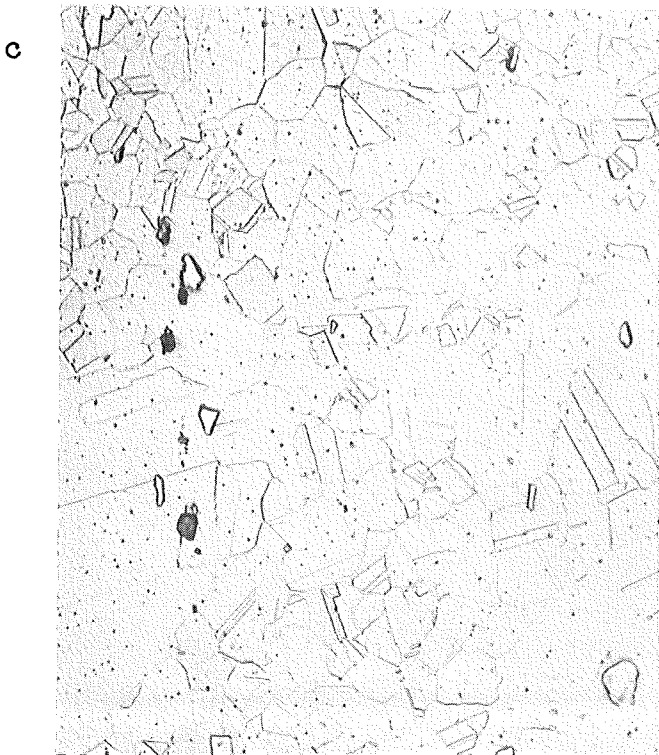


6048 HV30=170-177

Chg.20924 Zust.17) 1100°5min +5%kv +800°1h/L

Ausgangsgefüge

Probenkopf
700° 10kp/mm² 3735std



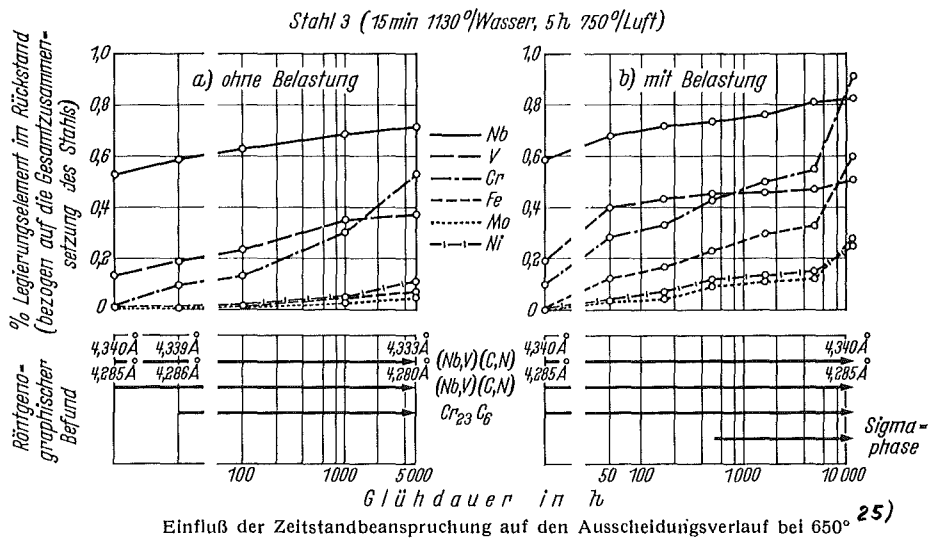
9623 HV10=196-201



19208 HV30=182-184

x500

X 8 CrNiMoVNb 1613 (1.4988)



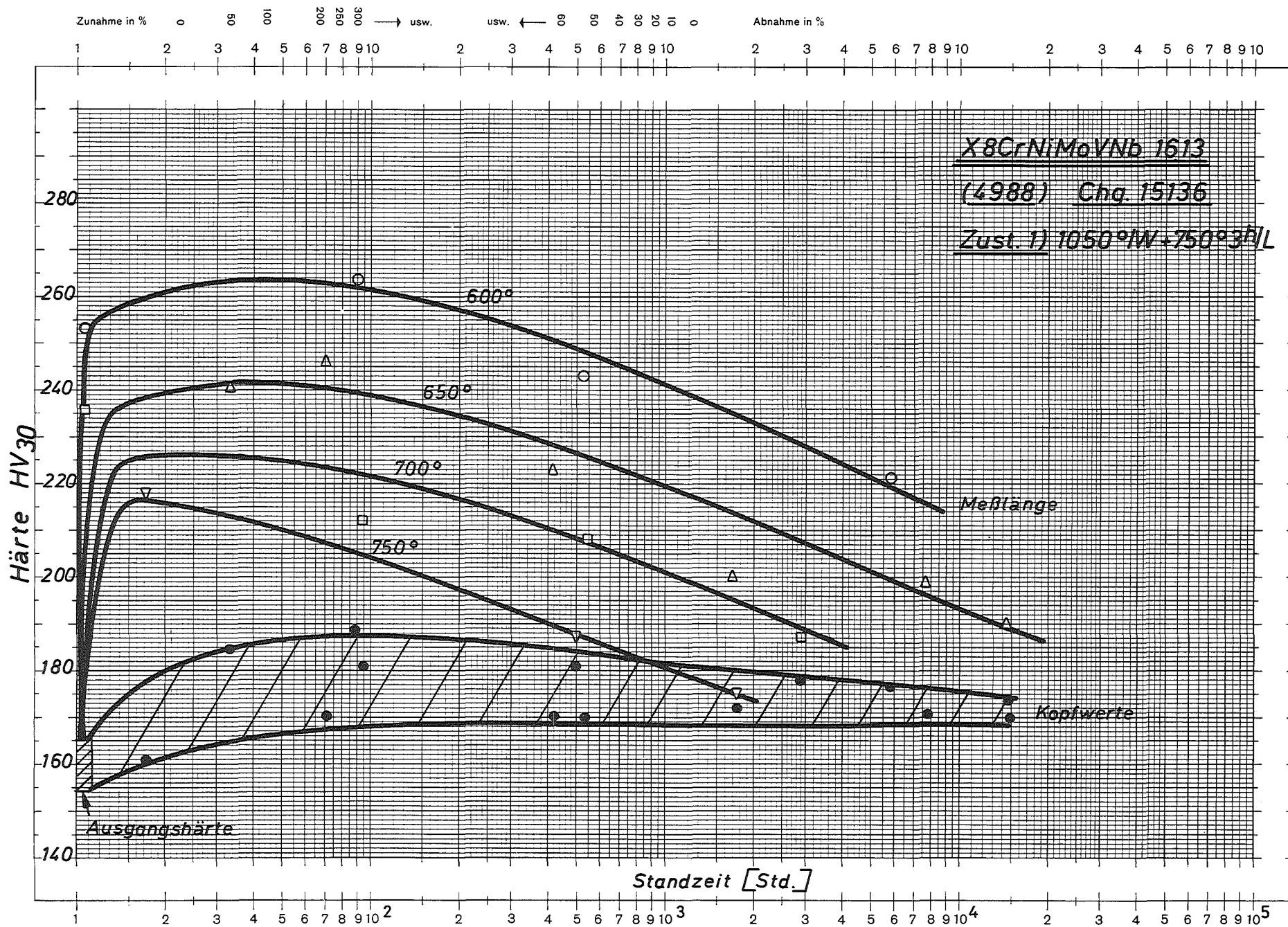


Bild 33: Härte nach dem Zeitstandversuch

Eine Achse logar. geteilt von 1 bis 10000, Einheit 62,5 mm, die andere in mm mit Prozentmaßstab

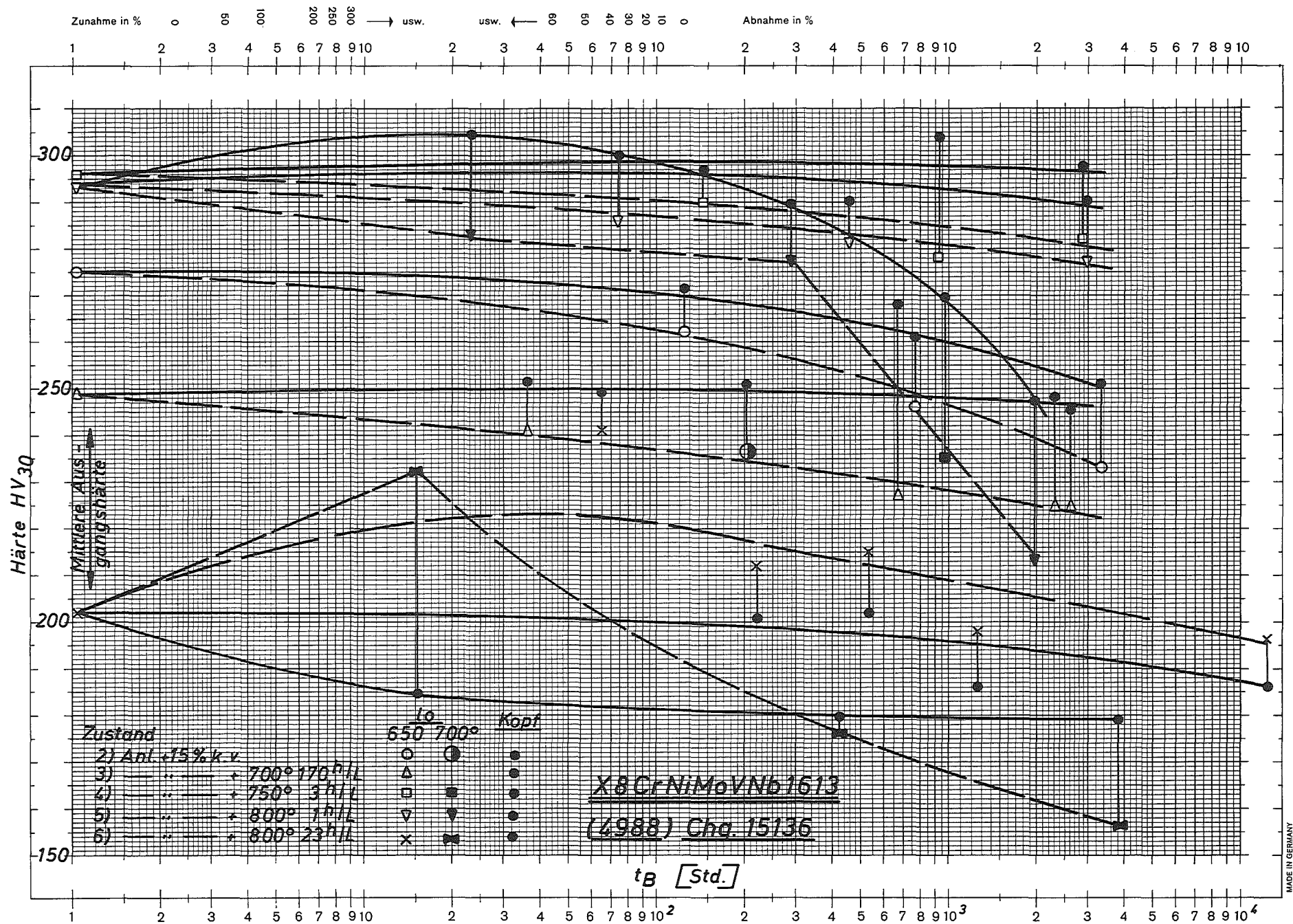


Bild 34: Härte nach dem Zeitstandversuch

Eine Achse logar. geteilt von 1 bis 10000, Einheit 62,5 mm, die andere in mm mit Prozentmaßstab

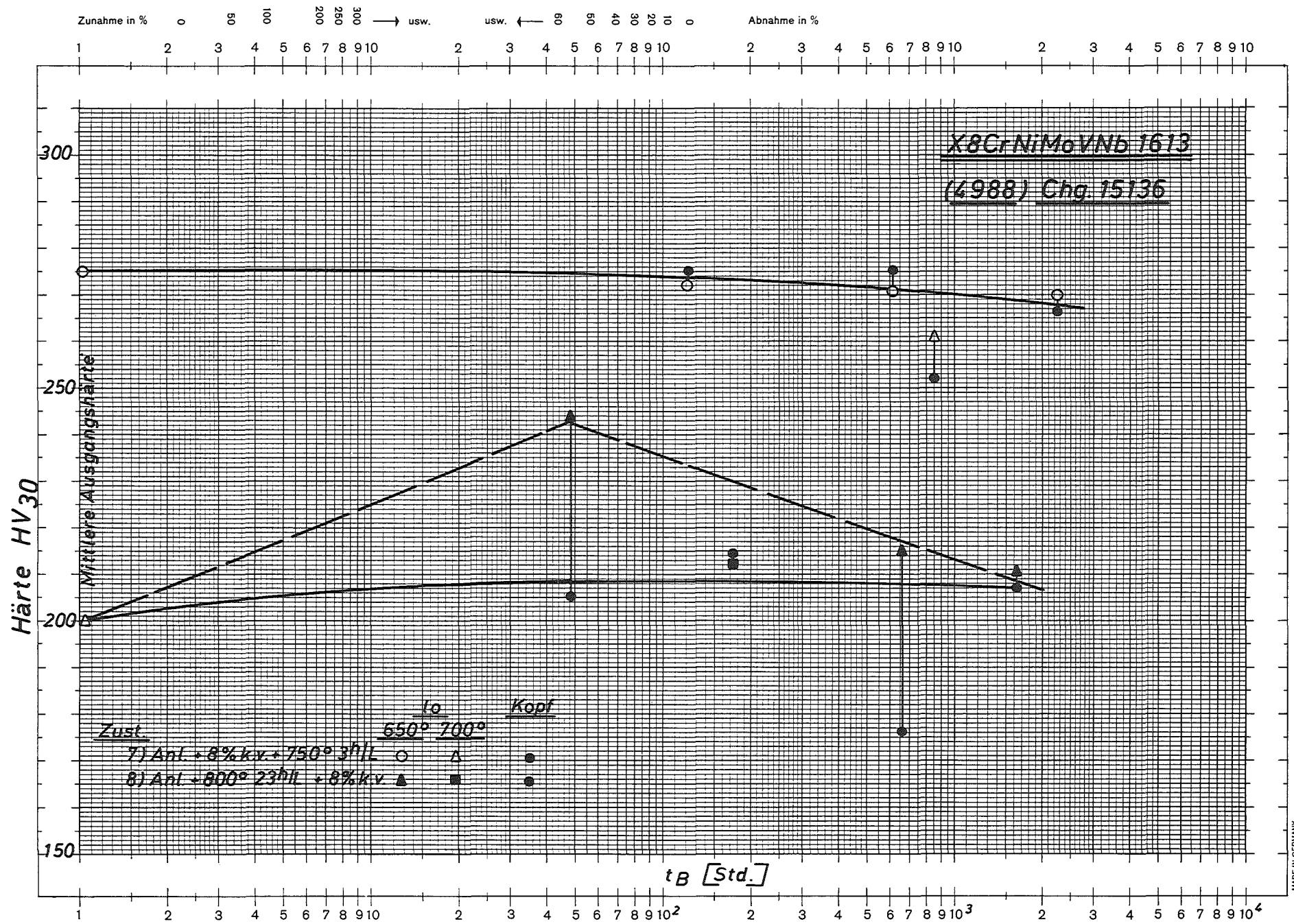


Bild 35: Härte nach dem Zeitstandversuch

Eine Achse logar. geteilt von 1 bis 10000, Einheit 62,5 mm, die andere in mm mit Prozentmaßstab

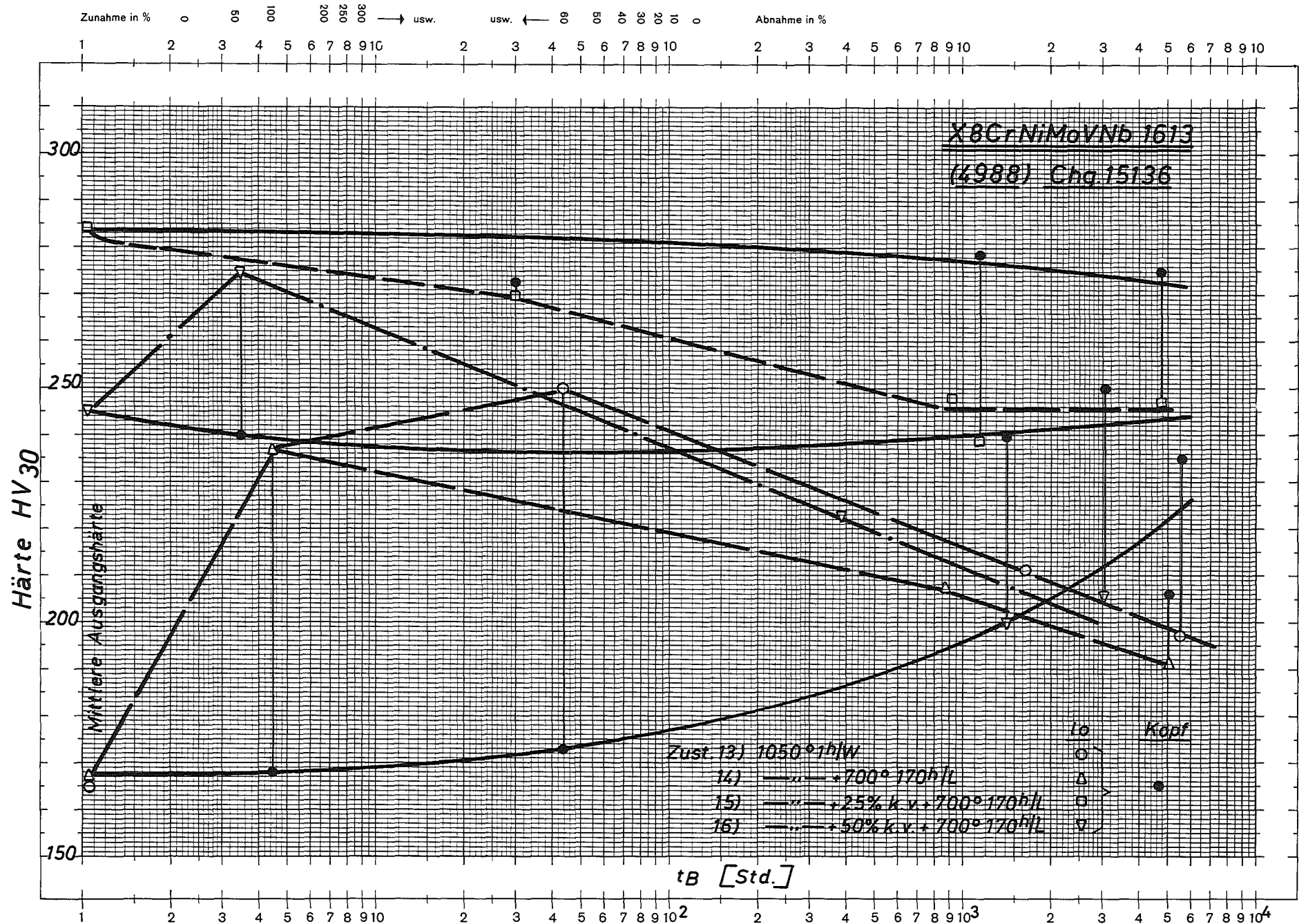


Bild 37: Härte nach dem Zeitstandversuch

Eine Achse logar. geteilt von 1 bis 10000, Einheit 62,5 mm, die andere in mm mit Prozentmaßstab

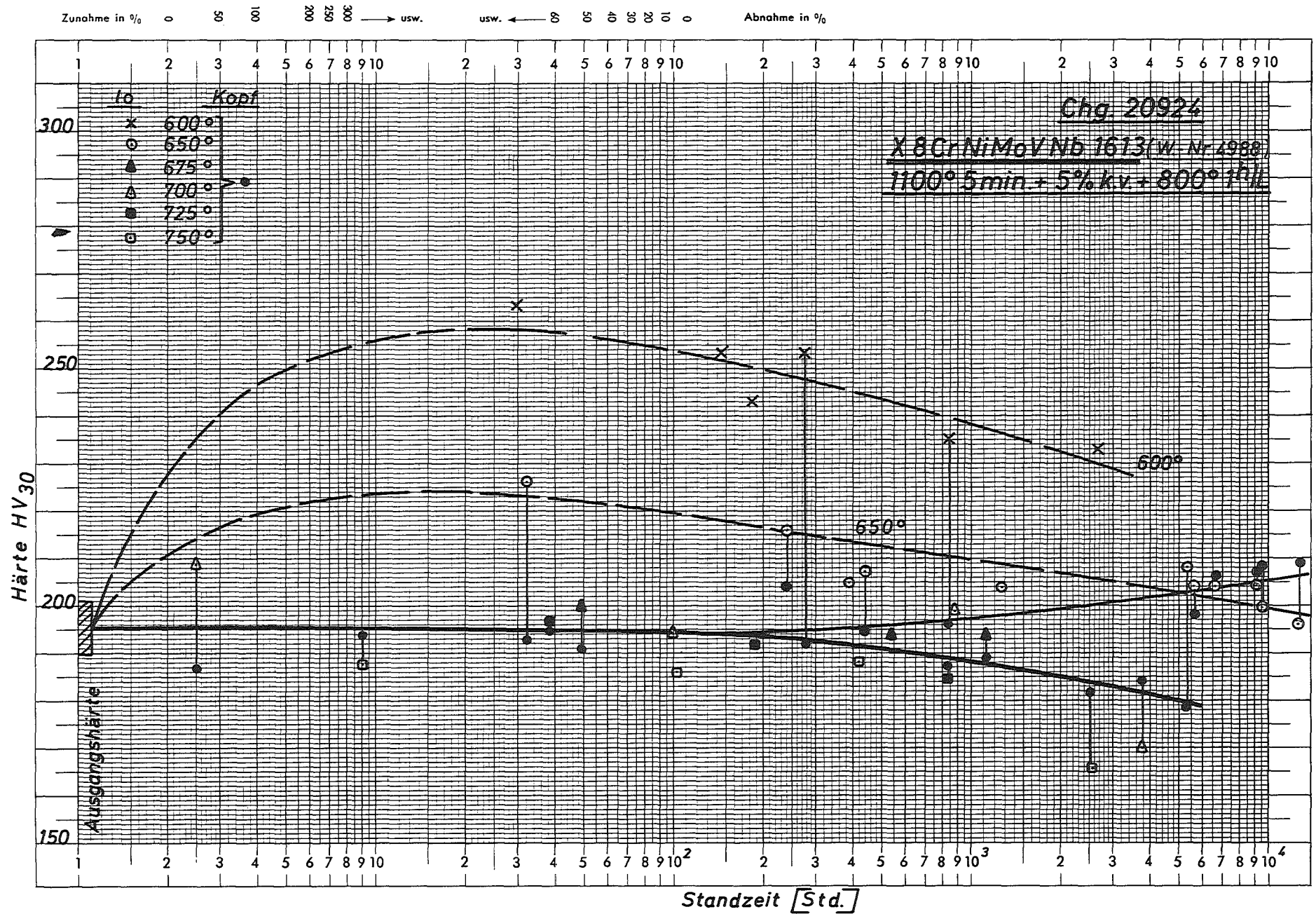


Bild 38: Härte nach dem Zeitstandversuch

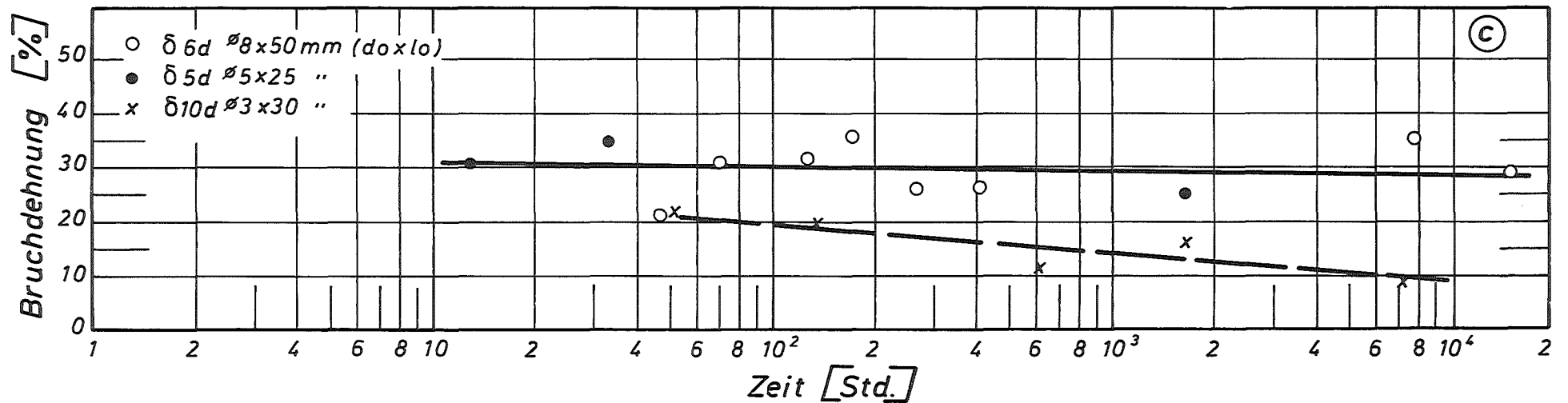
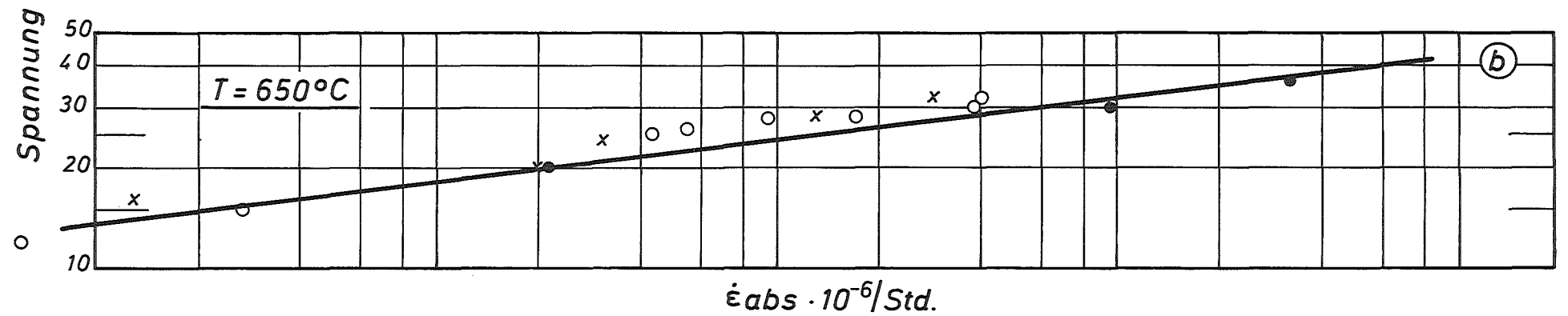
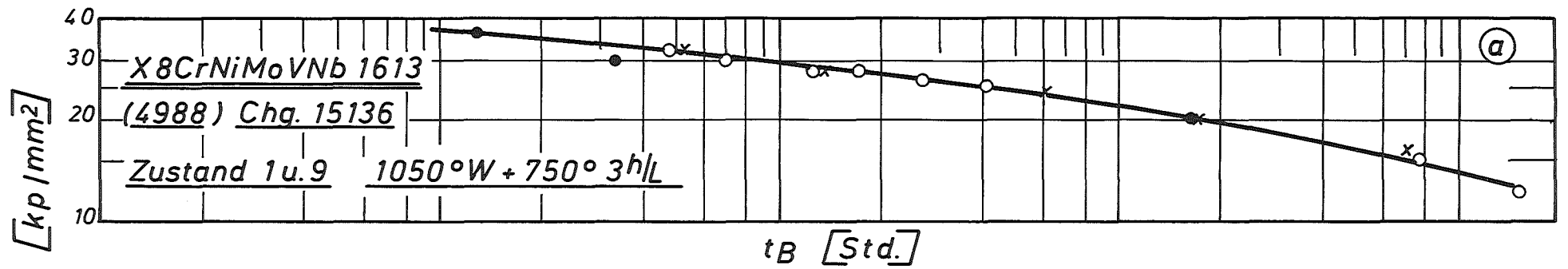


Bild 39: Einfluß der Probenform auf Standzeit, sek.-Kriechgeschwindigkeit u. Bruchdehnung

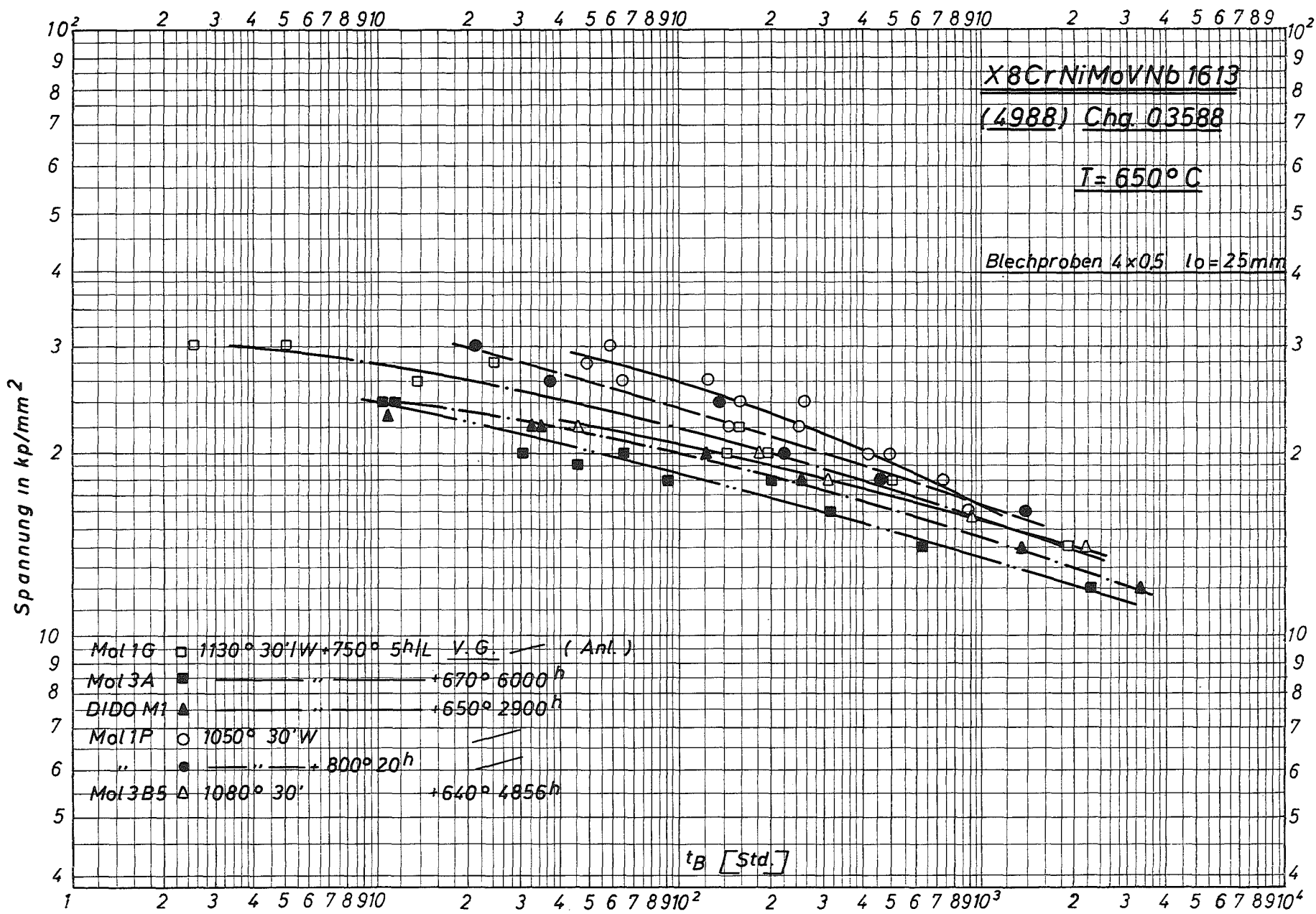


Bild 40: Zeitstandfestigkeitskurven verschieden wärmebehandelter Blechproben

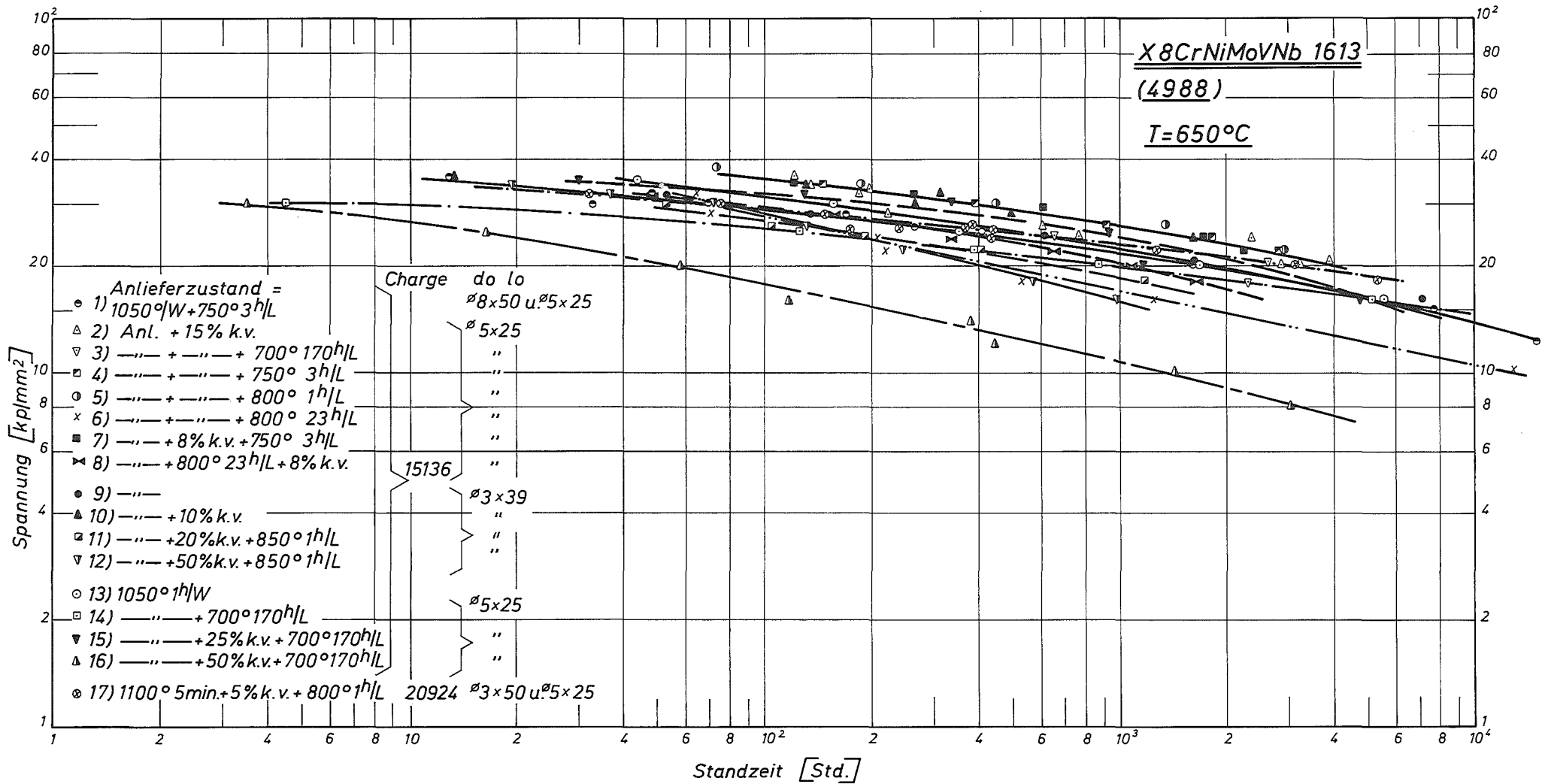


Bild 41: Zeitstandfestigkeitskurven