

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM  
KARLSRUHE**

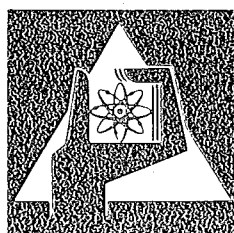
Juni 1976

KFK 2296

Institut für Material- und Festkörperforschung  
Projekt Schneller Brüter

**Einachsige Kriechversuche an Rohrproben  
der Legierungen X10NiCrMoTiB 15 15 (1.4970)  
und X8CrNiMoVnb 16 13 (1.4988)**

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 2296

Institut für Material- und Festkörperforschung  
Projekt Schneller Brüter

Einachsige Kriechversuche an Rohrproben der Legierungen

X10NiCrMoTiB 1515 (1.4970)  
und X8CrNiMoVnb 1613 (1.4988)

von  
M. Schirra

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe



## Übersicht

Im Zentrum der CEN/SCK in Mol werden einachsige Zeitstandversuche bei 700°C an Rohrproben der Legierungen X10NiCrMoTiB1515 (1.4970) und X8CrNiMoVNb1613 (1.4988) durchgeführt, um den Einfluß von strömendem Natrium auf das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten zu untersuchen. Die Vergleichsversuche wurden bei der GfK/IMF im Vakuum gefahren. Die Rohrabschnitte lagen jeweils in einem mechanisch/thermisch vorbehandelten Zustand vor und entsprachen den Abmessungen der SB-Brennelementhüllrohre.

Der vorliegende Bericht beschreibt die Versuchsergebnisse der Vakuumversuche bei 650° + 700°C und bildet die Grundlage für die im Natrium untersuchten Proben. Neben den Zeitstandfestigkeits- und Kriechdaten geben die metallografischen Untersuchungen Aufschluß über das Bruchverhalten. Chemische Untersuchungen zeigen Konzentrationsänderungen der Elemente Bor - Kohlenstoff - Stickstoff im Oberflächenbereich an.

## Abstract

### Uniaxial creep tests on tubular specimens of the stainless steels X10NiCrMoTiB 1515 and X8CrNiMoVNb 1613

Uniaxial creep tests at 700°C were carried out on the tubular specimens to study the effect of dynamic sodium atmosphere on the creep behaviour of X10NiCrMoTiB 1515 (DIN 1,4970) and X8CrNiMoVNb 1613 (DIN 1,4988) steels. For these experiments the facilities at CEN/SCK Research centre in Mol were used. Similar specimens were given thermo-mechanical pretreatment, conforming to the dimensions of FBR - fuel element - claddings, and tested at GfK/IMF.

In this report the results of the creep-tests at 650° and 700°C in vacuum are given and serve as a reference basis for the tests in sodium atmosphere at Mol. The chemical analysis of the surface-layers showed that there is a change in concentration of B,C and N at the surface due to creeping. Metallographic investigations were also employed to study the fracture behaviour.

## Gliederung

1. Einleitung
2. Versuchsmaterial
3. Versuchsdurchführung
4. Versuchsergebnisse
  - 4.1 Zugversuche
  - 4.2 Zeitstandversuche
    - 4.2.1 Zeit - Dehngrenzen und Zeitstandfestigkeit
    - 4.2.2 Kriechverhalten und Bruchdehnung
  - 4.3 Metallografische Untersuchungen und Härtemessungen
  - 4.4 Chemische Nachuntersuchung
5. Besprechung der Versuchsergebnisse
6. Literatur

## 1. Einleitung

Die Kenntnis des Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhaltens der Legierungen basiert allgemein auf Zeitstandversuchen an Vollmaterialproben unter Längszug in normaler Atmosphäre. Für die Auslegung von Bauteilen ist nun allerdings auch die Kenntnis des Langzeitverhaltens der Materialien unter den zu erwartenden Einsatzbedingungen erforderlich. Für die potentiellen Hüllwerkstoffe der Schnell-Brüter-Brennelemente ergibt sich daraus die Notwendigkeit, Zeitstandversuche u.a. an Rohrproben mit BE-Abmessungen durchzuführen und ggf. in der Versuchsführung weitere Parameter wie Atmosphäre, Beanspruchungsart u.s.w. zu variieren.

Im Rahmen der Langzeitfestigkeitsuntersuchungen an Hüllwerkstoffen für die Na-gekühlten SB-Brennelemente war die Frage zu klären, wie sich strömendes Natrium auf das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten auswirkt, infolge der chemischen Wechselwirkung Natrium-Hülle.

Zu diesem Zweck werden im Na<sub>2</sub>-Loop in Mol von CEN/SCK Zeitstandversuche an Rohrproben unter einachsiger Belastung bei 700°C in strömendem Natrium gefahren. Als Vergleichsversuche wurden Rohrproben gleicher Lieferung bei der GfK im Vakuum untersucht. Die Vergleichsversuche erstreckten sich über einen größeren Spannungsbereich als die Na-Versuche und die bei den Na-Versuchen verwendeten Versuchsspannungen wurden bei den Vakuum-Vergleichsversuchen doppelt belegt. Dadurch wird der Streubereich der Versuchsergebnisse verdeutlicht und die Bewertung der Ergebnisse der Na-Versuche erleichtert.

Der vorliegende Bericht enthält alle Angaben, Versuchsergebnisse und Befunde ergänzender Untersuchungen der Vergleichsversuche und ist die Grundlage für die Bewertung der Na-Versuche.<sup>1)</sup>

## 2. Versuchsmaterial

Bei dem Versuchsmaterial handelt es sich um Rohre der Abmessungen  $\varnothing$  6 x 0,38mm von den beiden Stählen

- 1) X10NiCrMoTiB 1515 (1.4970) und
- 2) X8CrNiMoVNB 1613 (1.4988)

Die Lieferung der Fa. Mannesmann entspricht der Reaktorspezifikation. Die chemische Zusammensetzung gem. Werkzeugnis<sup>2)</sup> geht aus Tabelle I hervor. Beide Stähle liegen in allen wesentlichen Legierungselementen innerhalb der engen Reaktorspezifikation von I.A.

Das Versuchsmaterial lag jeweils in dem Zustand  
lösungsgeglüht  
+ kaltverformt  
+ gegläht vor.

Diese Vorbehandlungen, die auch unter dem Begriff "Industriezustände" laufen, sind das Ergebnis verschiedener Versuchsprogramme zur Optimierung des Langzeitfestigkeitsverhaltens.<sup>3,4,5,6)</sup>

Für den Stahl 1.4988 ist noch die Analyse einer weiteren Charge angegeben (SL 733). Von dieser Charge wurden im Rahmen eines früheren Programmes Rohrproben der Abmessung  $\phi$  7 x 0,45mm (l<sub>0</sub> = 50mm) bei 650<sup>0</sup>C untersucht. Das Rohmaterial lag im Zustand 1050<sup>0</sup> 1h/W + 750<sup>0</sup> 3h +  $\geq$  12% k.v. vor. Im Gegensatz zur Charge 70095 wurde durch die Auslagerung bei 750<sup>0</sup>C das Ausscheidungspotential vor der Kaltverformung weitgehend ausgeschöpft. Ein Vergleich der Versuchsergebnisse sollte also den Unterschied zwischen mechanisch/thermischer Vorbehandlung und kaltverformtem Zustand zeigen.

Das Gefüge der beiden Vergleichsstähle für die Na-Versuche ist in der Bildtafel 1 wiedergegeben. Die Korngröße liegt jeweils bei 10 - 20 $\mu$ m. Die Korngröße der Charge SL 733 (ohne Bild) liegt ebenfalls bei 10 - 20 $\mu$ m.

Die Härtewerte, einschließlich der vom Lieferanten im Werkzeugeugnis angegebenen, zeigen, daß die Kaltverformung nicht zu einer gleichmäßigen Matrixverfestigung führte. Im Vergleich zu der jeweiligen Verfertigungskurve im Bild 2 ist festzustellen, daß die 800<sup>0</sup>-Glühung bei 1.4970 nicht zu einer Entfestigung führte. Diese Aussage stimmt mit Ergebnissen anderer Programme überein. Die Härtewerte des Versuchsmaterials von 1.4988 zeigen, daß



einmal die 800<sup>0</sup>-Glühung die Härte des kaltverformten Zustandes erniedrigt, was ebenfalls in früheren Arbeiten beobachtet wurde, und daß der angegebene k.v.-Grad nicht gleichmäßig in dieser Höhe wirksam ist. Ergänzt werden diese Befunde durch die Ergebnisse von Zugversuchen.

### 3. Versuchsdurchführung

Rohrabschnitte von 40mm Länge (=  $l_0$ ) wurden beidseitig mit Gewindestopfen durch Elektronenstrahlschweißen versehen. Die Gewindestopfen hatten zusätzlich Meßkragen zur Anbringung der induktiven Wegaufnehmer. Diese Aufnehmer erlauben die kontinuierliche Erfassung und Registrierung der Kriechkurve mit einer Genauigkeit von  $\sim 2\mu\text{m}$ . Die Teststrecke befindet sich innerhalb eines Rezipienten, der durch die Kombination Drehschieber/Diffusionspumpe auf  $\approx 1 \cdot 10^{-5}$  Torr evakuiert wird.

Die Versuchstemperatur wird mit 3 Pt/Rh-Pt-Thermoelementen, die über die Probenlänge verteilt sind, kontrolliert. Die Verwendung eines 3-Zonen Ofens mit PID-Regler garantiert eine Genauigkeit der Prüftemperatur über die Probenlänge von  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  und über die Prüfzeit von  $\pm 2^{\circ}\text{C}$ .

### 4. Versuchsergebnisse

#### 4.1 Zugversuche

Neben den im Werkszeugnis angegebenen Zug Versuchsergebnissen liegen durch eigene Versuche weitere Werte vor. (Bild 3, Tabelle 2) Für den Stahl 1.4970 sind die Werte der Rohrproben mit denen vergleichbar, die an Vollproben für den sog. "Industriezustand" gefunden wurden.

Dagegen zeigt der Vergleich der Ergebnisse von Rohrproben des Stahles 1.4988 (Bild 3, Tabelle II) mit Rundproben dieses Vorbehandlungszustandes<sup>3)</sup>, daß die Zugfestigkeit im Bereich RT-700<sup>0</sup> gut übereinstimmt, die Streckgrenze der Rohrproben jedoch durchweg 8 - 10  $\text{kp/mm}^2$  tiefer liegt. Gerade die Streckgrenze ändert sich in Abhängigkeit vom Kaltverformungsgrad deutlich. Die niedrigeren Werte von 1.4988 erhärten die Aussage, daß der angegebene bzw. angestrebte Kaltverformungsgrad von 7% nicht

erreicht wurde. Damit verbunden ist eine größere Duktilität dieser Proben, was sich besonders durch den größeren Anteil der Gleichmaßdehnung  $\delta_{GL}$  ausdrückt.

#### 4.2 Zeitstandversuche

##### 4.2.1 Zeit-Dehngrenzen und Zeitstandfestigkeit

In den Bildern 4 und 5 sind für die zwei Stähle in den jeweiligen Teildiagrammen a-d die Zeiten für 0,2 bis 1% Kriechdehnung und im Teildiagramm e die Standzeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen. Die Spannungen, die bei SCK für die NA-Versuche bei 700°C gewählt werden, sind bei den Vergleichsversuchen doppelt belegt.

( 1.4970 = 11-13-22 kp/mm<sup>2</sup>, 1.4988 = 8-9-10 kp/mm<sup>2</sup>)

Dies und die Tatsache, daß die Vergleichsversuche über einen größeren Spannungsbereich verteilt sind, vermittelt einen Überblick über die Streubreite der Versuchsergebnisse. Der dargestellte Kurvenverlauf ist als Mittelwertkurve zu betrachten, mit der die Ergebnisse der Na-Versuche verglichen werden sollten. Die Versuche mit den niedrigen Spannungen wurden teilweise nur bis zu bestimmten Kriechbeträgen gefahren. Die bei 650°C untersuchten Proben stehen nicht in unmittelbarem Zusammenhang mit dem SCK/GfK-Programm, ergänzen jedoch andere Untersuchungsprogramme und werden im Rahmen dieses Berichtes zu Vervollständigung mit aufgeführt. Für den Stahl 1.4988 sind als Vergleich zu den bei 650°C ermittelten Werten die Ergebnisse der Charge SL 733 mit eingezeichnet (Bild 5). Während die Standzeiten nur geringfügig über denen der Charge 70095 liegen, sind die Zeiten für 0,2 bis 1% Kriechdehnung deutlich größer, d.h. das Zeit-Dehngrenzen-Verhältnis wird günstiger.

Die folgende Tabelle gibt Aufschluß über die Werte für das Zeit-Dehngrenzen-Verhältnis der untersuchten Stähle. Bezogen auf 10<sup>3</sup> bzw. 10<sup>4</sup> Std. Standzeit kann man genau erkennen, welcher Anteil der Standzeit nutzbar ist, bis 0,5-1,0 bzw. 2,0 % Kriechdehnung erreicht ist. Diese Dehnbeträge enthalten nicht die bei

Versuchsbeginn auftretende Belastungsdehnung  $\epsilon_{Bd}$ , die in den Tabellen III + IV neben den weiteren Resultaten separat aufgeführt ist.

1.4970 Chg. 78419

<u>650°C</u>	$t_{0,5\%}/t_B 10^3 \text{Std.} = 0,35$	$t_{0,5\%}/t_B 10^4 \text{Std.} = 0,40$
	$t_{1\%}/t_B 10^3 \text{Std.} = 0,50$	$t_{1\%}/ \text{ " } = 0,60$
	$t_{2\%}/t_B 10^3 \text{Std.} = 0,60$	$t_{2\%}/ \text{ " } = 0,65$
<u>700°C</u>	$t_{0,5\%}/ \text{ " } = 0,45$	$t_{0,5\%}/ \text{ " } = 0,60$
	$t_{1\%}/ \text{ " } = 0,80$	$t_{1\%}/ \text{ " } = 0,80$
	$t_{2\%}/ \text{ " } = 0,90$	$t_{2\%}/ \text{ " } \Rightarrow 0,90$

1.4988 Chg. 70095

<u>650°C</u>	$t_{0,5\%}/t_B 10^3 \text{Std.} = 0,30$	$t_{0,5\%}/t_B 10^4 \text{Std.} = 0,20$
	$t_{1\%}/ \text{ " } = 0,40$	$t_{1\%}/ \text{ " } = 0,30$
	$t_{2\%}/ \text{ " } = 0,55$	$t_{2\%}/ \text{ " } = 0,50$
<u>700°C</u>	$t_{0,5\%}/ \text{ " } = 0,14$	$t_{0,5\%}/ \text{ " } = 0,15$
	$t_{1\%}/ \text{ " } = 0,25$	$t_{1\%}/ \text{ " } = 0,28$
	$t_{2\%}/ \text{ " } = 0,40$	$t_{2\%}/ \text{ " } = 0,50$

1.4988 Chg. SL 733

<u>650°C</u>	$t_{0,5\%}/t_B 10^3 \text{Std.} = 0,55$	$t_{0,5\%}/t_B 10^4 \text{Std.} = 0,65$
	$t_{1\%}/t_B 10^3 \text{Std.} = 0,80$	$t_{1\%}/t_B 10^4 \text{Std.} = 0,90$

Die Verhältniszahlen zeigen, daß zwischen den Stählen 1.4970 und 1.4988 (Chg. 70095) in bezug auf die Temperaturabhängigkeit ein wesentlicher Unterschied besteht. Während bei 1.4970 von 650°C auf 700°C das jeweilige Zeit-Dehngrenzenverhältnis sich günstiger gestaltet, zeigt ein entsprechender Vergleich bei 1.4988, daß das Verhältnis ungünstiger wird. Ob sich das Zeit-Dehngrenzenverhältnis auf  $10^3$  oder  $10^4$  bezieht, ist ohne Einfluß.

#### 4.2.2 Kriechverhalten und Bruchdehnung

Die kontinuierliche Registrierung des Kriechverlaufes erlaubt (Kriechkurven als Anhang Bild-Nr. 22-26) die sichere Bestimmung der sekundären Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}$ . Trägt man, wie in den Bildern 6+7 dargestellt, die sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der jeweiligen Spannung auf, so lassen sich aus Neigung und Lage der Geraden die Konstanten  $n$  und  $k$  bestimmen, deren Kenntnis bei Anwendung des Norton'schen Kriechgesetzes der Form  $\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^n$  erforderlich ist.

<u>1.4970</u>	<u>Chg.78419</u>	650 <sup>0</sup>	$n = 22$	$k = 1 \cdot 10^{-36}$
		700 <sup>0</sup>	$n = 6,5$	$k = 8 \cdot 10^{-14}$
<u>1.4988</u>	<u>Chg.70095</u>	650 <sup>0</sup>	$n = 3,5$	$k = 4 \cdot 10^{-10}$
		700 <sup>0</sup>	$n = 6,5$	$k = 2 \cdot 10^{-12}$
<u>1.4988</u>	<u>Chg.SL 733</u>	650 <sup>0</sup>	$n = 6,0$	$k = 2 \cdot 10^{-13}$

Die  $n$ - u.  $k$ -Werte des Stahles 1.4970 stehen in guter Übereinstimmung mit Werten, die an Rundproben im sogenannten "Industriezustand" ermittelt wurden.<sup>7)</sup> Bemerkenswert ist die extrem starke Spannungsabhängigkeit von  $\dot{\epsilon}$  bei 650<sup>0</sup>, was sich in dem hohen Wert für  $n$  ausdrückt und den Werten anderer Versuchsprogramme bei dieser Prüftemperatur entspricht.<sup>3)</sup>

Die für den Stahl 1.4988 bei 700<sup>0</sup> an der Charge 70095 ermittelte Spannungsabhängigkeit der sekundären Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}$  deckt sich ebenfalls gut mit den Ergebnissen anderer Arbeiten.<sup>4)</sup> Dagegen fallen die 650<sup>0</sup>-Werte dieser Charge auch im Vergleich zu den Werten der Charge SL 733 aus dem Rahmen bisher ermittelter Resultate.

Dieses abnormale Verhalten gerade im Vergleich zu der Charge SL 733 wird auch im Bild 8 verdeutlicht, in dem die sekundäre Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}$  gegen die jeweilige Standzeit aufgetragen ist. Monkman und Grant<sup>8)</sup> haben rein empirisch die Beziehung der Form

$$\log t_B + m \cdot \log \dot{\epsilon} = K$$

gefunden, wobei  $m$  und  $K$  Konstanten sind, die legierungs- und

z.T. auch temperaturabhängig sind und sich aus der Neigung und Lage der Geraden in den Bildern 8 und 9 bestimmen lassen. Nimmt man eine Proportionalität zwischen  $t_B \cdot \dot{\epsilon}$  und der Gesamtdehnung  $\epsilon$  ges. an, so sollte bei  $m \approx 1$  die Bruchdehnung von der Standzeit unabhängig sein, bei  $m < 1$  sollte sie mit der Standzeit abnehmen und bei  $m > 1$  mit der Standzeit zunehmen.

Tatsächlich ist diese Beziehung im vorliegenden Falle erfüllt. Vergleicht man Bild 8 mit Bild 9b so erkennt man für 1.4988, daß m-Werte von 0,99 (Chg.70095 - 700<sup>0</sup>) und 0,88 (SL 733 - 650<sup>0</sup>) einer Abnahme der Bruchdehnung mit der Zeit und für 650<sup>0</sup> bei der Charge 70095 der m-Wert von 1,44 einer Zunahme der Bruchdehnung entspricht. In gleicher Weise ergibt sich für 1.4970 (Bild 9 und 10a) eine gute Übereinstimmung dergestalt, daß entsprechend der Abnahme der Bruchdehnung mit der Standzeit m-Werte  $< 1$  ermittelt werden.

#### 4.3 Metallografische Untersuchungen und Härtemessungen

Die im IMF/GfK durchgeführten metallografischen Untersuchungen dienten lediglich der Bestimmung des Bruchverhaltens. Weitergehende Untersuchungen in bezug auf Gefügeänderungen und Bruchausbildung werden bei SCK/Mol gemeinsam mit im Natrium gefahrenen Zeitstandproben durchgeführt.

Die Proben des 15/15CrNi-Stahles 1.4970 brechen bei 650<sup>0</sup> und 700<sup>0</sup> Prüftemperatur unabhängig von der Versuchszeit rein transkristallin ohne Anrisse in der Meßlänge. Lediglich im Einschnürbereich bilden sich einzelne Hohlräume durch die Verschiebung der Primärkarbide infolge starker Deformation. (Bild 11+12)

Die Proben des 16/13CrNi-Stahles 1.4988 brechen bei 650<sup>0</sup> zwar transkristallin, jedoch sind im Bereich der Bruchzone erste interkristalline Anrisse erkennbar. (Bild 13+14). Deutlicher kommt das bei den bei 700<sup>0</sup> untersuchten Proben zum Ausdruck. Bei Standzeiten  $> 10^3$  Std. erfolgt auch der Bruch interkristallin. (Bild 15-17)

Die an den metallografisch nachuntersuchten Proben gemessenen Härtewerte sind in den Bildern 18+19 in Abhängigkeit von der Beanspruchungszeit eingezeichnet. Für 1.4970 (Bild 18) erkennt man, daß trotz der stark streuenden Ausgangshärte nur eine schwache Entfestigung des Ausgangszustandes im Laufe der Versuchszeit auftritt. Die Proben von 1.4988 zeigen bei kürzeren Beanspruchungszeiten noch eine deutliche Verfestigung durch die Kriechdeformation. Bei Zeiten  $\geq 10^3$  Std. entsprechen die Härte-  
werte jedoch denen des Ausgangszustandes.

#### 4.4 Chemische Nachuntersuchung

Von wesentlicher Bedeutung ist, in welchem Maße die interstitiell gelösten Elemente wie B-C-N, die ja für die Gewährleistung der speziellen mechanischen Eigenschaften von Bedeutung sind, durch die Einwirkung der Versuchsatmosphäre verändert werden.

Von dem Stahl 1.4970 wurden an Proben mit verschiedenen Versuchszeiten sowohl das Bor- als auch das C-Profil von der Oberfläche her bestimmt. (Bild 20) Aus dem Teilbild a ist ersichtlich, daß die Proben mit 90 bzw. 1727 Std. bis 2  $\mu\text{m}$  einen erhöhten Bor-  
gehalt aufweisen, der bei  $\approx 3\mu\text{m}$  wieder in den Bereich des Ausgangsmaterials kommt. (30 bzw. 46 ppm). Die Proben mit den längeren Standzeiten (> 4000 h) zeigen bei 3-5  $\mu\text{m}$  mit rd 10ppm ein deutliches Minimum. Erst ab 7  $\mu\text{m}$  von der Oberfläche wird der Ausgangswert wieder erreicht.

Eine Analyse des Stopfenmaterials der Rohrproben ergab einen B-Gehalt von 94-98 ppm. Von diesem Material erfolgte in der Oberfläche in dem Bereich bis  $\sim 2\mu\text{m}$  durch Diffusion eine Erhöhung des Boranteils. Bei den längerlaufenden Versuchen überwog der Verlust durch die Prüf-atmosphäre, sodaß es zur Ausbildung des Minimums kommt.

Das C-Profil (Bild 20 b) zeigt, daß erst bei langen Versuchszeiten (> 5000 h) eine deutliche C-Verarmung erkennbar ist. Allerdings nur in Tiefen bis  $\sim 5\mu\text{m}$ . Der geringfügig höhere

C-Gehalt gegenüber dem Ausgangsmaterial der Probe mit 90 Std. Standzeit liegt innerhalb der Bestimmungsgenauigkeit.

An 2 Proben des Stahles 1.4988 wurde in verschiedenen Oberflächenschichten der Stickstoffgehalt bestimmt. Wie aus Bild 21 hervorgeht, ist selbst nach >5000 Std. Versuchszeit im Vakuum lediglich bis 50µm ein geringfügiger N-Verlust feststellbar, wenn man den IMF-Matrix-Wert als Vergleich heranzieht. Der vom Hersteller angegebene Matrixwert liegt allerdings noch erheblich unter dem gemessenen Minimalwert in der Oberflächenzone der Zeitstandprobe.

#### 5. Besprechung der Versuchsergebnisse

Eine wesentliche Voraussetzung für vergleichende Untersuchungen in unterschiedlicher Prüfatmosphäre ist, daß die zum Einsatz kommenden Prüflinge in bezug auf Ausgangsmaterial und Abmessung identisch sind. Im vorliegenden Versuchsprogramm entstammen die Rohrab-schnitte der Prüflinge für Versuche im Vakuum bei der GfK/IMF und für die Versuche in strömendem Natrium bei SCK/MoI für jeden Stahl einer Chargen-Nr. aus einer Lieferung von der Fa. Mannesmann an Interatom. Dadurch sind Analysenunterschiede gänzlich und Einflüsse des Herstellungsprozesses weitgehend ausgeschaltet. Trotzdem treten gerade bei Verwendung von kleineren Probenquer-schnitte in der Regel noch erhebliche Streuungen in den Versuchsergebnissen auf, die bei einem direktem Vergleich von Einzelversuchen bei unterschiedlichen Versuchsbedingungen leicht zu Fehlschlüssen führen. Die Probenzahl in strömendem Natrium ist notwendigerweise begrenzt und beschränkte sich auf 4 Versuchsspannungen bei 1.4970 und 3 Versuchsspannungen bei 1.4988. Die jeweils niedrigste(n) Spannung(en), bei 1.4970-11 kp/mm<sup>2</sup> und bei 1.4988- 8+9 kp/mm<sup>2</sup>, führten bei Versuchszeiten bis rd. 5000 Std. nicht zum Bruch.

Daraus ergab sich, daß für die Vergleichsversuche eine wesentlich größere Anzahl von Proben gefahren werden sollte. Die Verteilung über einen großen Spannungsbereich sowie die doppelte

Belegung der Referenzspannungen verdeutlichen klar den jeweiligen Streubereich der Meßwerte. Diese Streubereiche sind die Grundlage für die Bewertung der Meßergebnisse der in strömendem Natrium untersuchten Proben, wenn der Einfluß des Natriums auf die mechanische Langzeiteigenschaften erfaßt werden soll.

Die Zugversuchsergebnisse und Härtemessungen dienen der Charakterisierung des Versuchsmaterials. Die gemessenen Härtewerte zeigen, daß die Matrixverfestigung durch die aufgebrachte Kaltverformung sehr unterschiedlich ausfiel und im Falle von 1.4988 stellenweise garnicht erreicht wurde. Die nachfolgende Auslagerung bei 800<sup>0</sup> führt, wie Ergebnisse aus anderen Versuchsprogrammen gezeigt haben, sowohl bei 1.4970 als auch bei 1.4988 zu keiner wesentlichen Änderung der Matrixhärte. Der hohe Anteil der Gleichmaßdehnung in den Zugversuchsergebnissen der Legierung 1.4988 bei 600-700<sup>0</sup>C in Verbindung mit Streckgrenzenwerten zwischen 18-20 kp/mm<sup>2</sup> weisen ebenfalls daraufhin, daß der angestrebte Kaltverformungsgrad nicht bzw. nicht homogen wirksam ist.

Die bei 650<sup>0</sup> an 1.4988 im Zeitstandversuch ermittelten Kriechdaten zeigen eine wesentlich geringere Spannungsabhängigkeit als die bei 700<sup>0</sup> und bei 650<sup>0</sup> an einer weiteren Charge erzielten Ergebnisse. Die Erklärung für dieses Verhalten dürfte in dem Ablauf der Vorbehandlungsschritte liegen. Handelsübliche Wärmebehandlung für den Stahl 1.4988 ist eine Lösungsglühbehandlung (1050-1150<sup>0</sup>) mit nachfolgendem Auslagern bei 750<sup>0</sup> 3-5 Std., um das durch die chemische Zusammensetzung mögliche Ausscheidungspotential auszuschöpfen. Dies war bei dem Material der Charge SL 733 der Fall, das zusätzlich noch um ~13% kaltverformt wurde. Das für die Vergleichsversuche verwendete Material der Charge 70095 wurde dagegen nach dem Lösungsglühen kaltverformt und bei einer etwas überhöhten Temperatur (800<sup>0</sup>) nur für 1 Std. ausgelagert. Nach der Kenntnis des Ausscheidungsverhaltens dieser Legierung kann unterstellt werden, daß diese Auslagerungstemperatur und -zeit nicht optimal sind und bei 700<sup>0</sup> Prüftemperatur eine Nachauslagerung erfolgt, die bei 650<sup>0</sup> Prüftemperatur in dem Maße nicht möglich ist. Dies erklärt das abnormale relative Verhalten



dieser Charge bei 650<sup>o</sup> gegenüber 700<sup>o</sup> und der Charge SL 733. Die absolut günstigeren Zeitstandfestigkeits- und Kriechdaten dieser Charge resultieren aus der höheren Kaltverformung und werden mit einer geringen Duktilität erkauft. (Bild 10b)

Die Ergebnisse des Stahles 1.4970 liegen sowohl quantitativ als auch qualitativ im Rahmen anderer Versuchsprogramme. Dazu zählt auch die extrem starke Spannungsabhängigkeit der Zeitstandfestigkeits- und Kriechdaten bei Prüftemperaturen < 700<sup>o</sup>C.

Die metallografische Nachuntersuchung der Vergleichsproben beschränkte sich auf das Bruchverhalten und bestätigte frühere Erkenntnisse. Weitergehende Untersuchungen an Vergleichsproben mit dem Raster-Elektronenmikroskop erfolgen bei SCK/Mol gemeinsam mit den im Natrium gefahrenen Proben.

Die Beeinflussung einzelner Legierungselemente durch strömendes Natrium, die für die mechanischen Eigenschaften von entscheidender Bedeutung sind, ist bekannt und beschrieben worden.<sup>5,6)</sup>

Der bei den Vergleichsproben von 1.4970 bei längeren Beanspruchungszeiten festgestellte Verlust an Bor und Kohlenstoff und von Stickstoff bei den 1.4988 Proben erfolgt nur bis in sehr geringe Tiefen von der Oberfläche, sollte allerdings bei der Bewertung entsprechender Untersuchungen an den Na-Proben berücksichtigt werden.

Die Bor-Profile von Proben des Stahles 1.4970 (Bild 20a) zeigen unmittelbar an der Probenoberfläche (bis 2µm) eine deutliche Erhöhung des Boranteils über den Matrixwert bzw. dem Minimalwert bei 4µm. Die Analyse des Stopfenmaterials mit 94-98 ppm bestärkt die Vermutung, daß die relative Anreicherung über Diffusion erfolgt.

## Danksagung

Für die zuverlässige Betreuung und Durchführung der Zeitstandversuche danke ich den Herren Seith, Dindorf und Weis.

Für die umfangreichen metallografischen Untersuchungen sei an dieser Stelle Frau Schlenker und H. Simon und für die chemischen Schichtenanalysen Frau Dr. Schneider und Fr1. Schumann gedankt.

## 6. Literatur

- [1] H.Tas, F.Casteels, M.Schirra  
"Influence of dynamic sodium on the creep properties of  
stabilized austentic steels".  
International Conference on Liquid Metal  
Seven Springs USA 3.-6.5.76
- [2] Werksabnahmezeugnis 837/0151 LA 0002 v.13.1.72  
- " - 837/0151 LA ... v.29.2.72
- [3] M.Schirra KFK 1535 Jan.72  
"Einfluß mechanisch-thermischer Vorbehandlungen auf das  
Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahles X10NiCrMoTiB 1515"
- [4] M.Schirra KFK 2040 Okt.74  
"Der Einfluß des Vorbehandlungszustandes auf das Zeitstand-  
und Kriechverhalten des Stahles X8CrNiMoVNb 1613".
- [5] H.Böhm, W.Dienst, K.Kummerer KFK 1999 Sept.74  
"Arbeiten zur Brennelement-Entwicklung für den Schnellen  
Brutreaktor SNR 300".
- [6] W. Dietz - H.J. Bergmann, W. Ohly Sept. 74  
"Hüllmaterialauswahl SNR"  
unveröffentlicht
- [7] H.Böhm, L.Schäfer, M.Schirra  
Beitrag in KFK 1274/1  
PSB 1.Vierteljahresbericht 1974
- [8] 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".

Tabelle I Chemische Zusammensetzung -Rohrmaterial

Legierung u. Zustand	Charge Nr.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Nb	Ti	N <sub>2</sub>	B
X10NiCrMoTiB 1515 (1.4970) 1100 <sup>o</sup> 5 min + 13%k.v. + 800 <sup>o</sup> 2h	78419	0,11	0,43	1,51	0,005	0,007	15,02	14,91	1,18	0,01	-	0,40	0,009	0,0046
	Kontrolle	0,11	0,40	1,36	0,006	0,009	15,02	14,03	1,19	0,01	-	0,41	0,041	0,0030
	Spezifikation	<u>0,08</u> 0,12	<u>0,3</u> 0,55	<u>1,5</u> 2,0	<0,015	<0,015	<u>14,5</u> 15,5	<u>14,5</u> 15,5	<u>1,0</u> 1,4	<0,05		<u>0,3</u> 0,55	<0,01	<u>0,004</u> 0,006
X8CrNiMoVNb1613 (1.4988) 1100 <sup>o</sup> + 7%k.v. + 800 <sup>o</sup> 1h	70095	0,057	0,39	1,30	0,005	0,006	16,02	12,74	1,34	0,76	0,78	0,01	0,071	0,0014
	Kontrolle	0,065	0,50	1,18	0,008	0,005	15,92	12,95	1,36	0,72	0,95	-	-	
	Spezifikation	<u>0,05</u> 0,07	<u>0,3</u> 0,6	<u>1,1</u> 1,5	<0,015	<0,015	<u>15,5</u> 16,5	<u>12,5</u> 13,5	<u>1,1</u> 1,5	<u>0,60</u> 0,85	(8-11) xC	<0,05	<u>0,06</u> 0,10	<u>&lt;0,0010</u>
1050 <sup>o</sup> 1h/W + 750 <sup>o</sup> 3h + $\sqrt{v}$ 12%k.v.	SL 733	0,07	0,40	1,22	0,018	0,007	17,10	13,6	1,30	0,70	0,85			

Tabelle II Zugversuchsergebnisse

Rohrproben  $\varnothing$  6 x 0,38mm  $l_0 = 40\text{mm}$ 1.) X10NiCrMoTiB 1515 (1.4970) Chg.78419  
1100<sup>0</sup>5' + 13%k.v. + 800<sup>0</sup>2h

T	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_B$	$\delta$	$\delta_{G1}$
<sup>0</sup> C	kp/mm <sup>2</sup>	kp/mm <sup>2</sup>	%	%
RT	58,1	77,7	17,6	-
600 <sup>0</sup>	45,1	48,2	10,5	-
650 <sup>0</sup>	40,2	42,0	22,5	2,3
700 <sup>0</sup>	36,5	37,2	25,0	0,75
RT <sup>+</sup>	59,5-62,6	77,2-79	22,6-26,3 <sup>++</sup>	
600 <sup>0+</sup>	39,5-44,4	-	-	

2.) X8CrNiMoVNb 1613 (1.4988) Chg.70095  
1100<sup>0</sup> + 7%k.v. + 800<sup>0</sup>1h

T	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_B$	$\delta$	$\delta_{G1}$
<sup>0</sup> C	kp/mm <sup>2</sup>	kp/mm <sup>2</sup>	%	%
RT	30,6	62,1	32,2	30,0
600 <sup>0</sup>	20,0	47,6	23,9	21,6
650 <sup>0</sup>	17,9	42,1	23,6	18,6
700 <sup>0</sup>	18,6	38,0	23,4	14,6
RT <sup>+</sup>	30,3-32,5	64,5-66,5	43,3-46,6 <sup>++</sup>	
600 <sup>0</sup>	17,8-19,3	-	-	

+ Hersteller

++ 5 x ä  $\varnothing$

Tabelle: III

Zeitstandversuche

X10NiCrMoTiB 1515

Chg.78419

(1.4970)

Rohr  $\phi$  6 x 0,38mm  $l_0 = 40$ mm

Zustand	T <sub>0C</sub>	Pr. Nr.	Vers. Nr.	$\sigma$ kpl/mm <sup>2</sup>	t B Std.	$\epsilon$ mm	Bel. %	t 0,1% Std.	t 0,2 Std.	t 0,5 Std.	t 1% Std.	t 2% Std.	$\dot{\epsilon}_{abs} \cdot 10^{-6}$ Std.	$\delta$ %
1100 <sup>0</sup> 5' + 13%k.v.	650	114a	ZSV 1179	30	43	0,13	0,33	<1	2,5	11	21	29	337	17
+ 800 <sup>0</sup> 2h	"		1048	28	173	0,105	0,26	3,5	15	79	121	147	46	<b>7,5</b>
	"													
	"	74b	1168	25	1506	0,10	0,25	14	96	698	1178	1417	4,5	6,8
	"		1008	24	4662	0,05	0,125	47	792	3670	4480	4610	0,73	3,0
	"		1009	22	3784	0,06	0,15	144	735	2752	3464	3680	1,25	5,75
	700		965	26	20	0,09	0,25	0,5	2	8	13,5	17	525	10,5
	"		969	24	56	0,08	0,20	3	10	27	42	51	156	12,0
	"		968	22	90	0,06	0,15	3	7	33	61	83	116	7,0
	"		966	22	304	-	-	-	22	183	265	-	28	5,5
	"		970	20	344	0,075	0,19	17	29	136	246	302	27,5	8,5
	"	114b	1164	19	1261	0,04	0,10	19	86	492	914	1145	8,0	9,8
	"		967	18	1728	0,04	0,10	23	193	863	1543	1696	4,6	4,75
	"		1002	17	1155	0,055	0,14	10	120	595	930	1088	5,1	7,5
	"	62a	1182	16	1806	0,07	1,18	21	141	715	1245	1573	4,8	15,3
	"	22b	1147	13	4071	0,05	0,125	92	476	1799	2929	3671	1,8	11,3
	"	74a	1161	13	5481 <sup>+</sup>	0,04	0,10	72	792	3216	5327	(6500) <sup>++</sup>	1,0	∅
	"	22a	1146	11	4425 <sup>+</sup>	0,025	0,06	527	1918	(8000) <sup>++</sup>			0,65	∅
	"	62b	1163	11	5136 <sup>+</sup>	0,045	0,11	144	1104	4986	(9000) <sup>++</sup>		0,64	∅
+ ohne Bruch / ++ extrapol.														

Tabelle: IV

## Zeitstandversuche

X8CrNiMoVNb 1613

Chg.70095

(1.4988)

Rohr  $\varnothing$  6 x 0,38mm  $l_0 = 40\text{mm}$ 

Zustand	T °C	Pr. Nr.	Vers. Nr. ZSV	$\sigma$ kpl/mm <sup>2</sup>	t B Std.	E Bel.		t 0,1% Std.	t 0,2 Std.	t 0,5 Std.	t 1% Std.	t 2% Std.	$\dot{\epsilon}_{abs}$ · 10 <sup>-6</sup> Std.	$\delta$ %
						mm	%							
1100 <sup>o</sup> + 7%k.v. + 800 <sup>o</sup> 1h	650 <sup>o</sup>	130a	1114	26	162,5	0,86	2,15	2	20	65	85,5	108,5	42	14,2
			1181	20	834	0,32	0,80	20	123	238	332	437	13	18,0
^	"		1120	22	504	0,35	0,875	1,5	49	183	239	297	19	16,25
			1119	18	1286	0,105	0,265	117	206	355	472	628	10	18,3
	"		1113	16	1709	0,05	0,125	131	223	368	506	698	7,5	21,7
			1129	14	5119	0,06	0,15	276	506	1201	1823	2741	3,9	28,2
	700 <sup>o</sup>		1112	20	51	0,23	0,58	-	0,3	3,5	12	20	560	21,8
			1110	16	191	0,06	0,15	2	4,5	19	35	57	210	22,5
	"		1111	14	629	0,05	0,12	20	50	99,5	158	241	47	20,7
			122a	13	473	0,065	0,16	10	24	51	83	134	90	29,0
	"		1109	12	737	0,04	0,10	20	41	87	142	230	36	24,0
			770b	11	3058	0,035	0,09	168	359	647	985	1446	13	13,3
	"		1108	10	5061 <sup>+</sup>	0,02	0,05	124	361	995	1699	2788	5	-%
			122b	10	2693	0,025	0,62	128	230	393	626	984	12,5	18,2
	"		1136	9	3324	0,04	0,10	120	240	509	844	1464	8,8	15,3
			130b	9	2977 <sup>+</sup>	0,035	0,09	427	960	1464	2062	2904	2,2	-%
	"		1135	8	5406 <sup>+</sup>	0,035	0,09	408	655	1417	2468	4395	3,5	-%
			770a	8	5230 <sup>+</sup>	0,03	0,08	528	936	1914	3133	5230	2,5	-%
	650 <sup>o</sup>		1186	24	315	0,64	1,60	2	40	126	162	196	22	18,8
			1190	11		0,025	0,62	95	263	521	827	1295	15	
<sup>+</sup> ohne Bruch	700 <sup>o</sup>		1192	15	498	0,065	0,16	15	36	76	119	179	60	29,5





15/15 CrNi (1.4970) Chg.78419

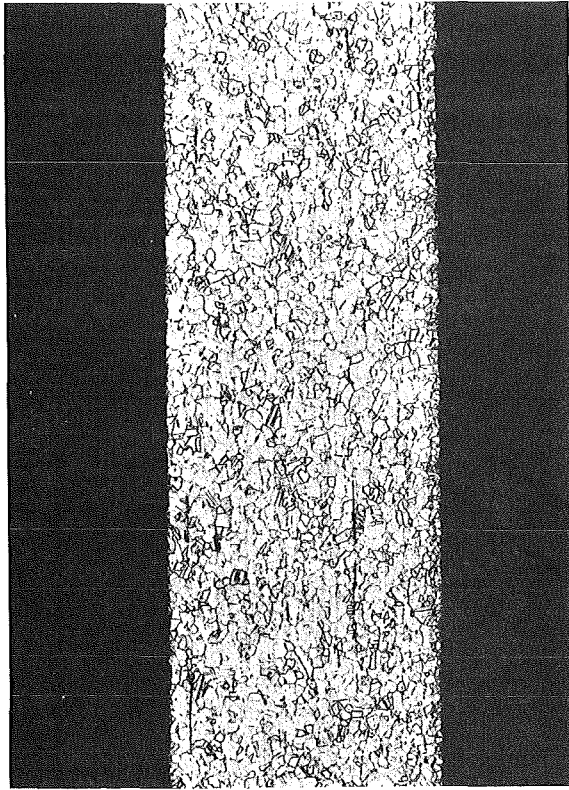
Bild 1

1100<sup>0</sup>5' + 13%k.v. + 800<sup>0</sup>2h

Rohr  $\varnothing$  6 x 0,38mm

längs

quer



17567

x 100



17568

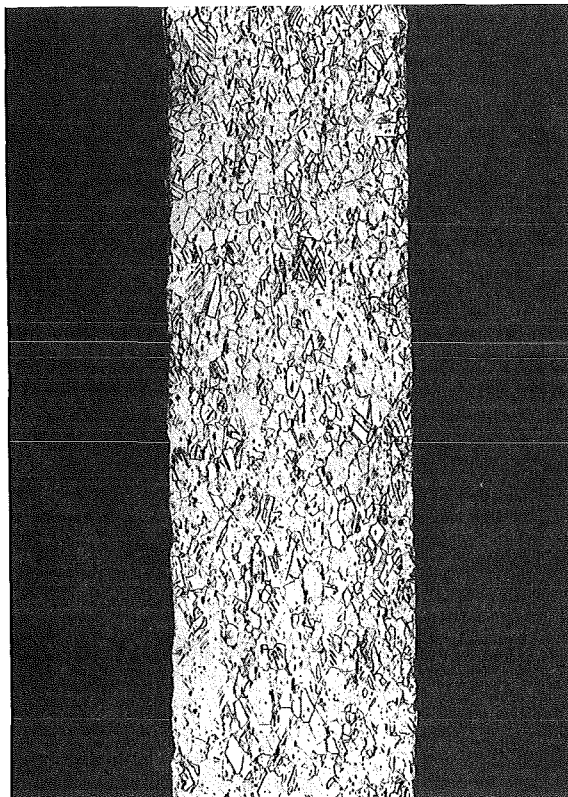
x 500

16/13 CrNi (1.4988) Chg.70095

1100<sup>0</sup> + 7%k.v. + 800<sup>0</sup>1h

Rohr  $\varnothing$  6 x 0,38mm

längs



30967

x 100

100µm



30968

x 500

100µm

# Verfestigungskurven

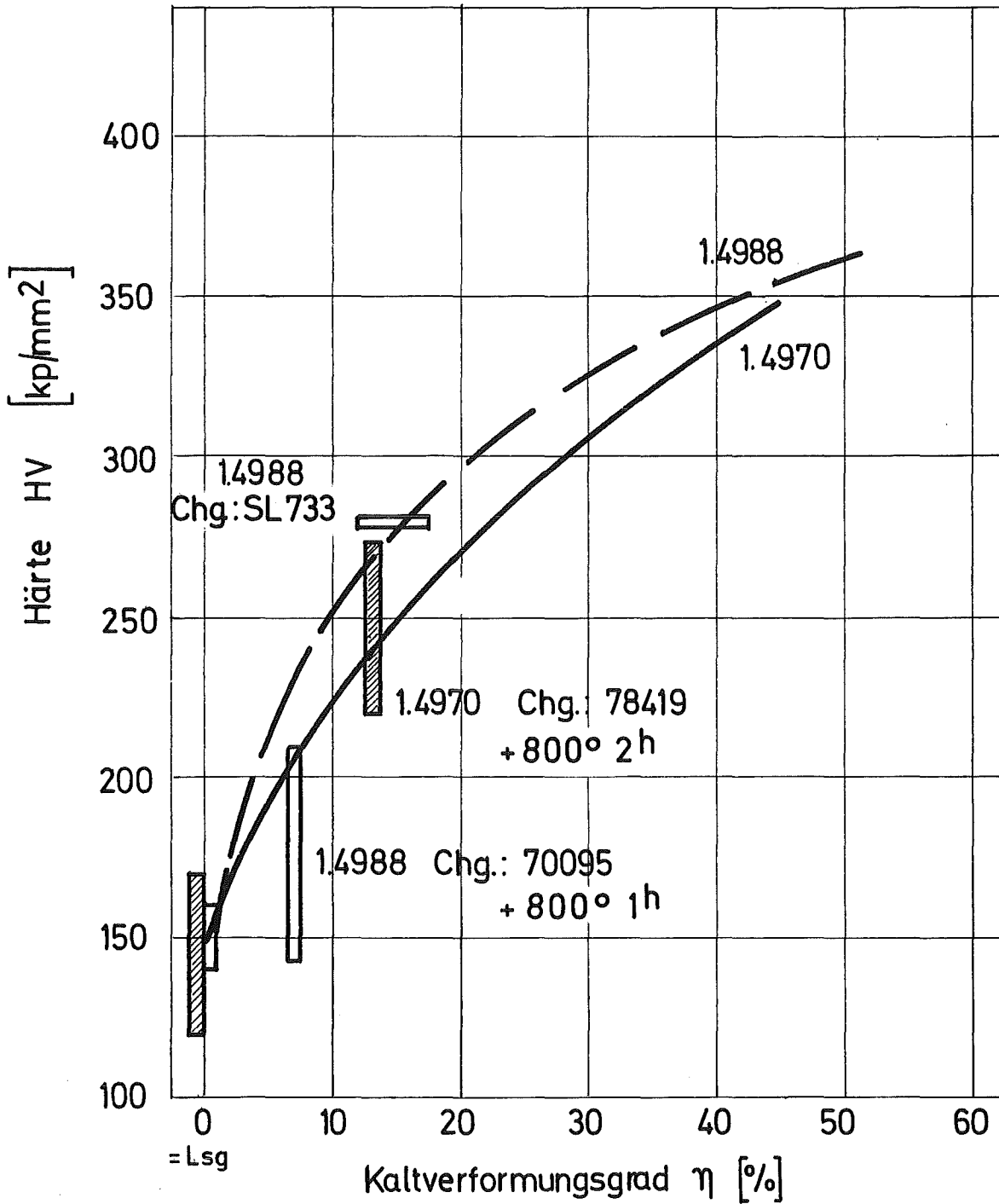


Bild 2: Härte in Abhängigkeit vom Kaltverformungsgrad

▲ - Werkszeugnis

1)  $\delta = 5 \times \ddot{\alpha}$

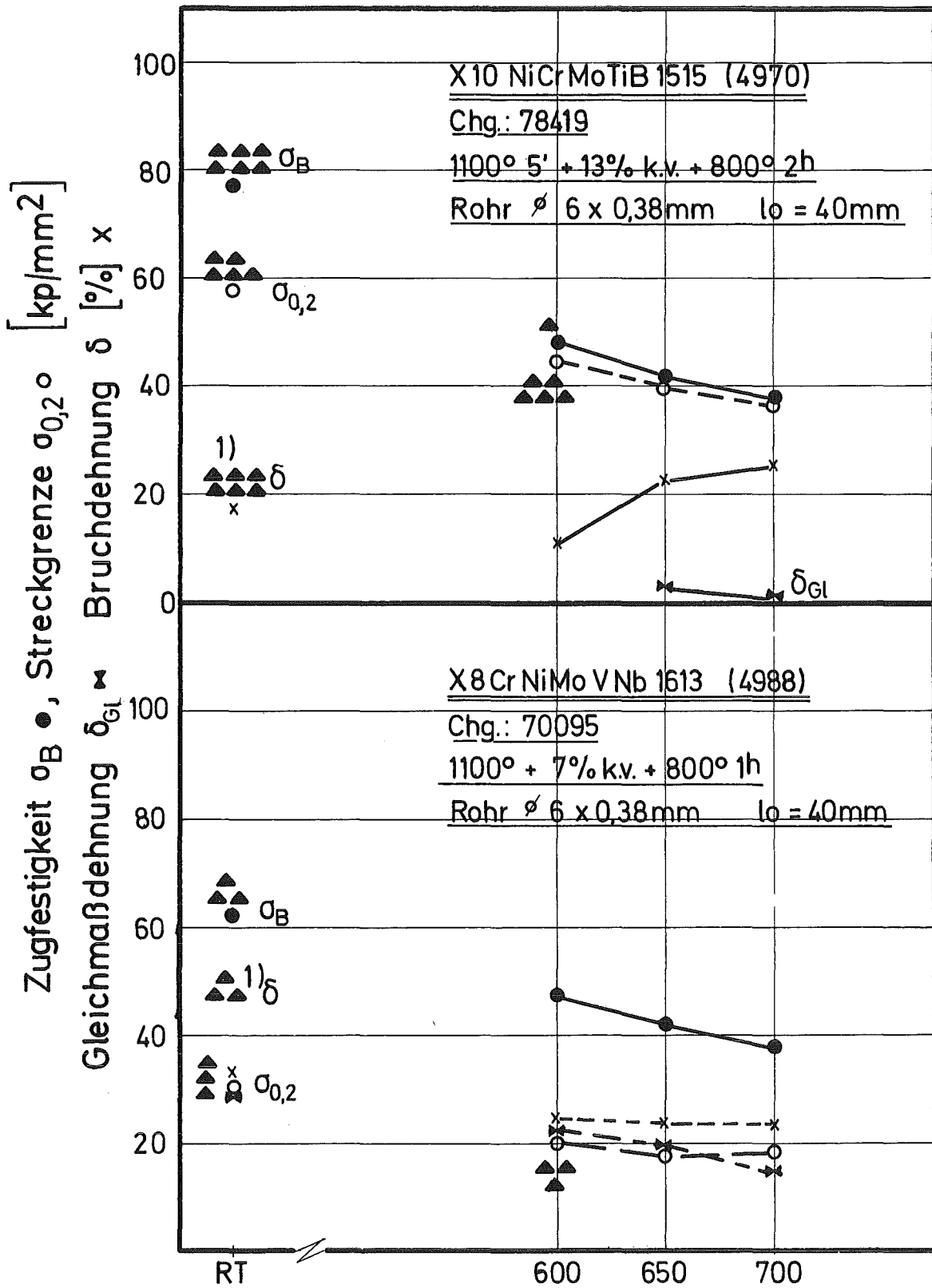


Bild 3: Zugversuchsergebnisse

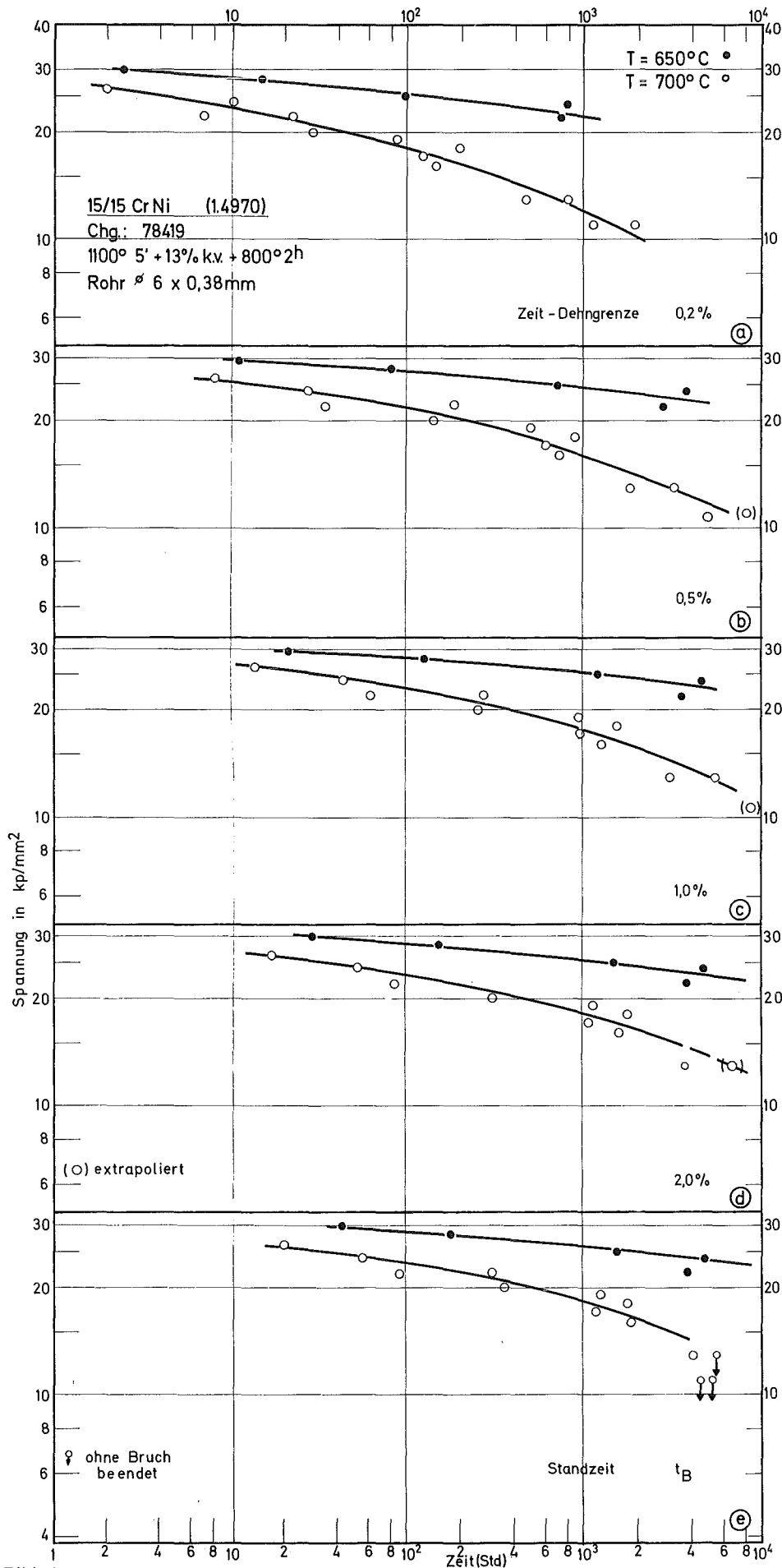


Bild 4a-e

Zeit-Dehngrenzen und Standzeit in Abhängigkeit von der Spannung.

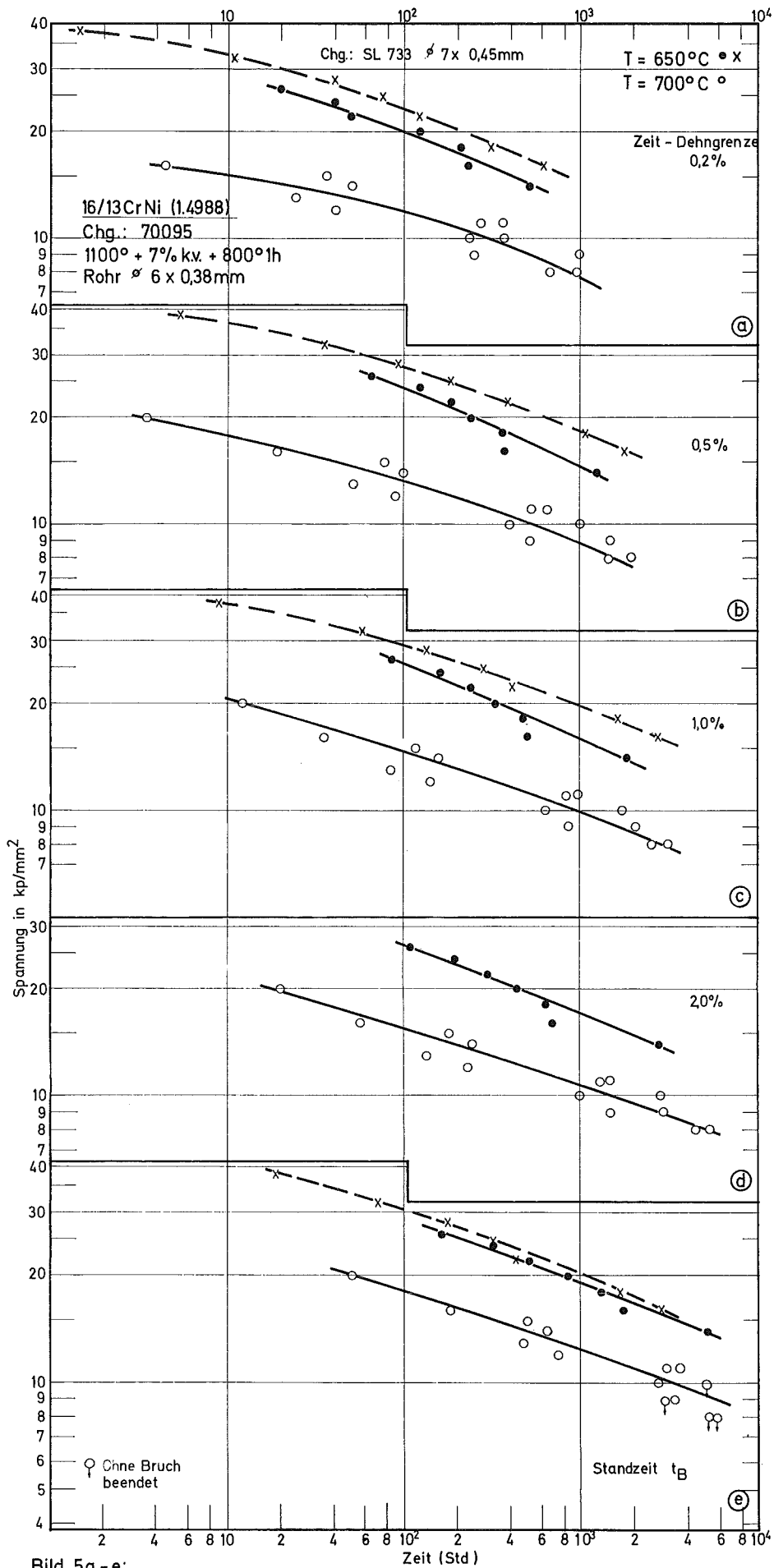


Bild 5a - e:

Zeit - Dehngrenzen und Standzeit in Abhängigkeit von der Spannung.

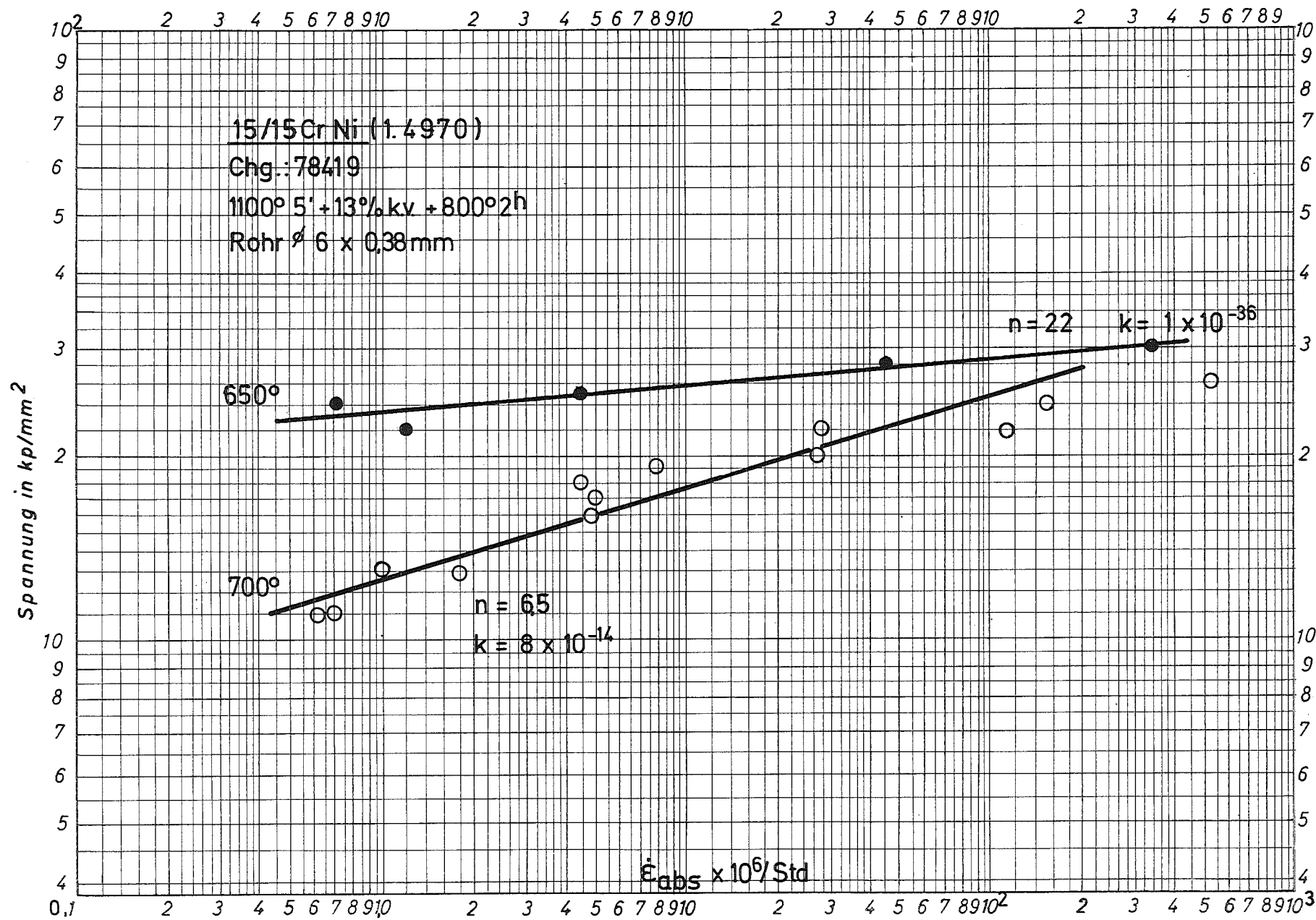


Bild 6: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Spannung.

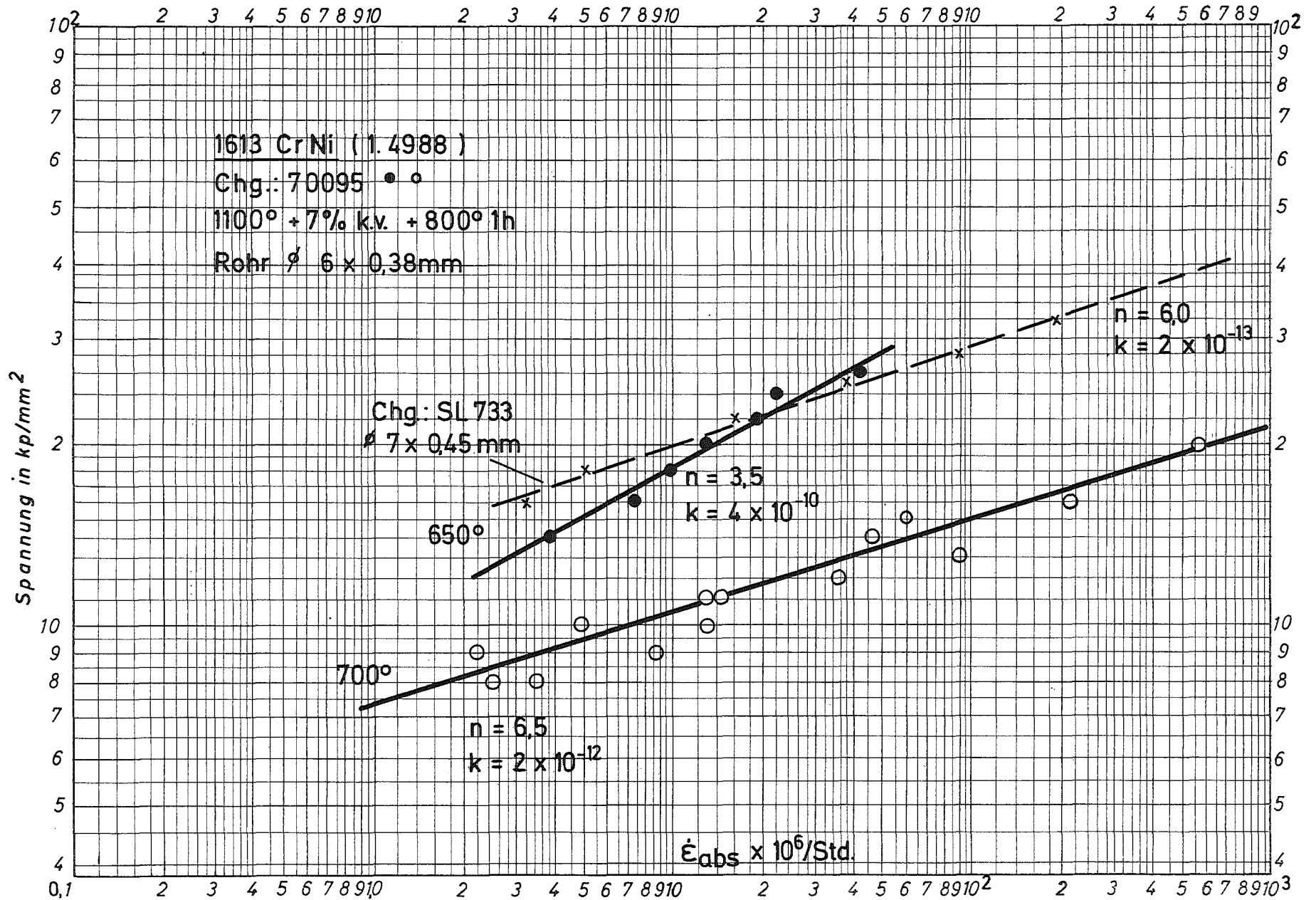


Bild 7: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Spannung.

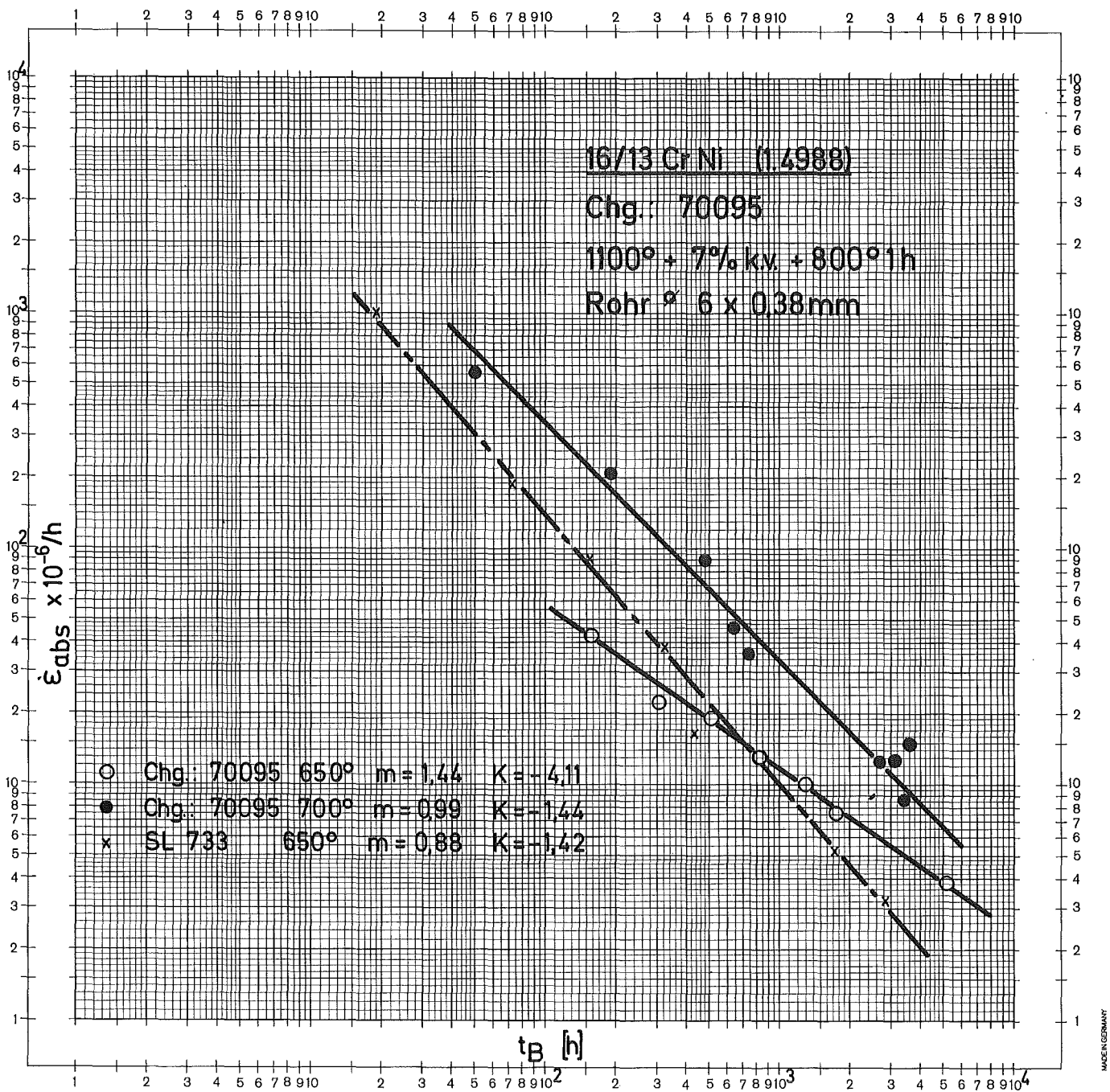


Bild 8: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Standzeit



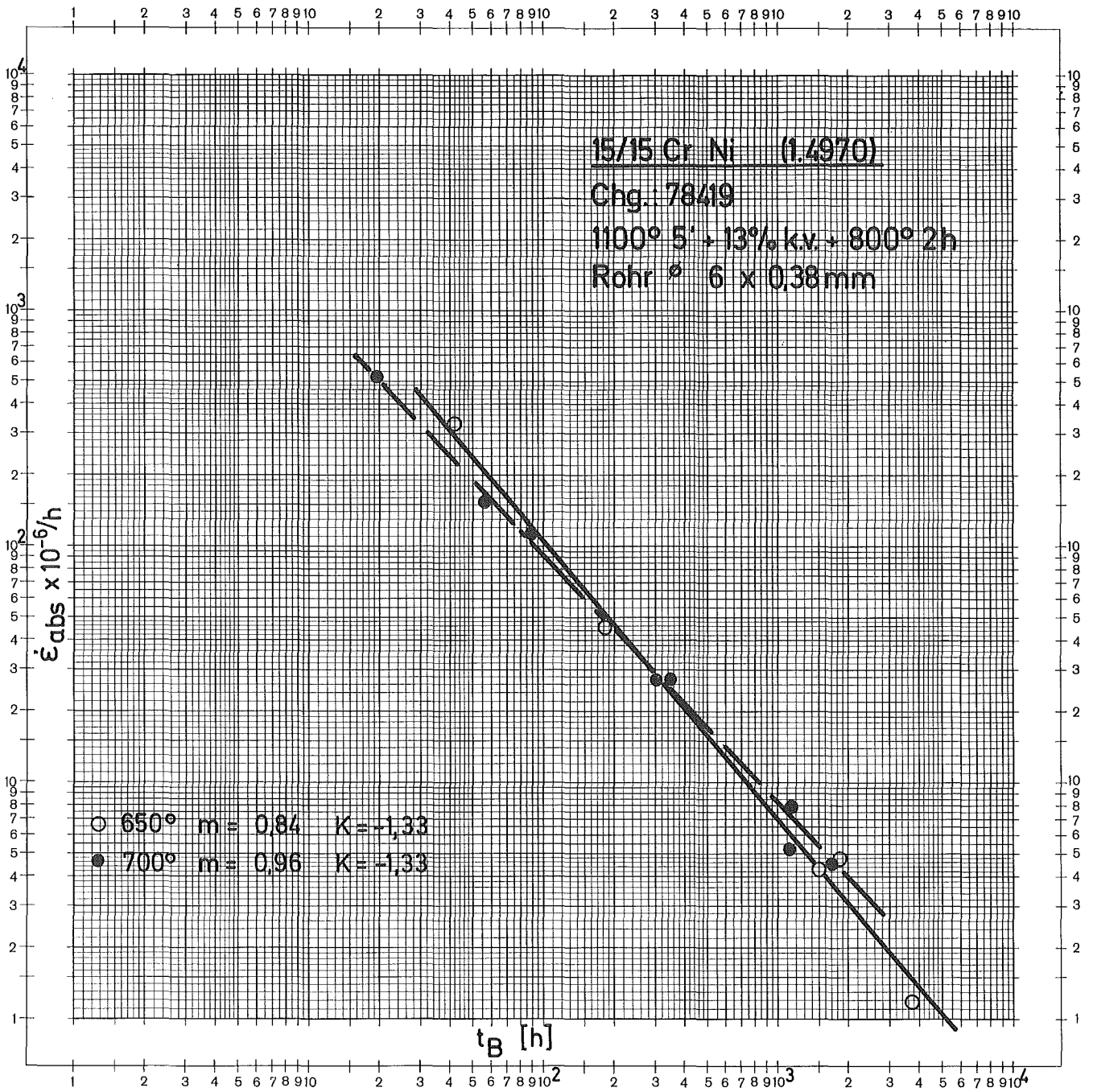


Bild 9: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Standzeit

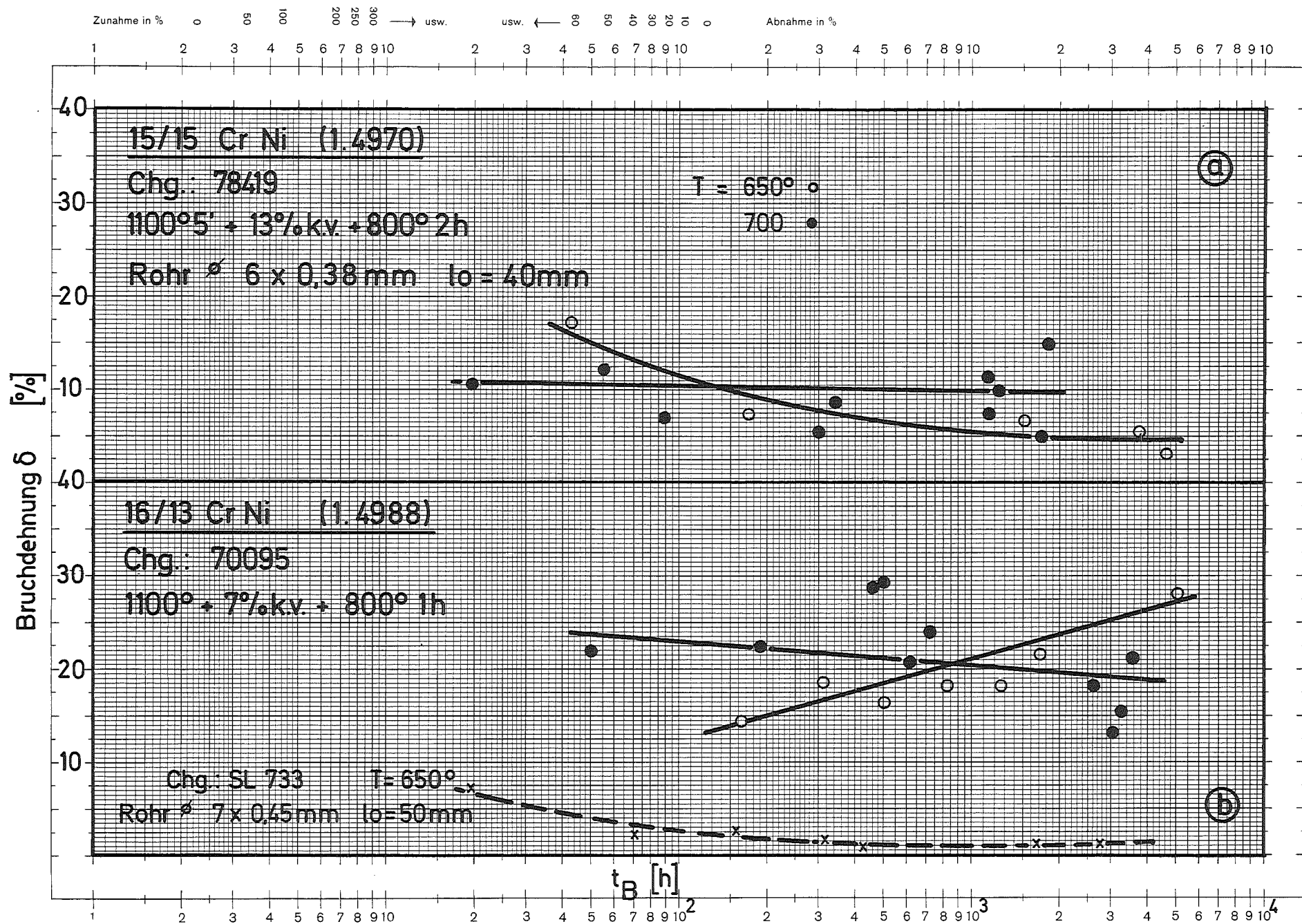


Bild 10: Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit

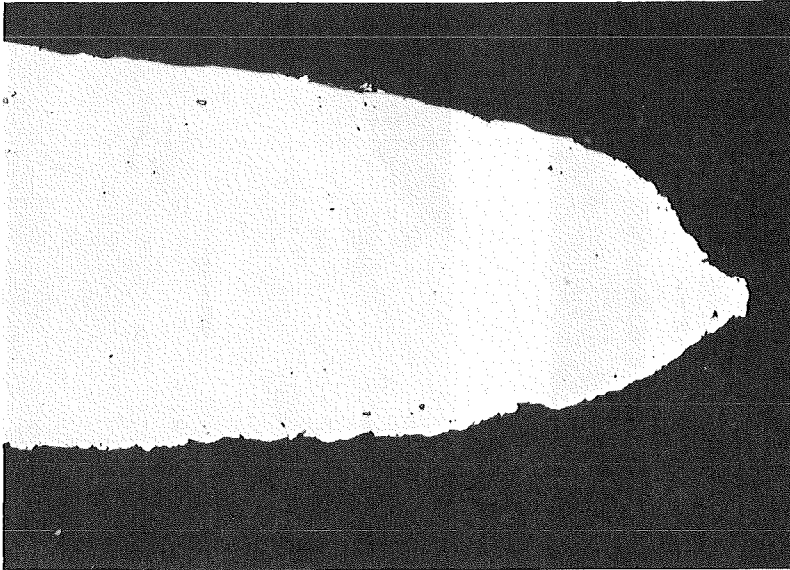
15/15 CrNi (1.4970)

Bild 11

Chg.78419

Rohr  $\varnothing$  6 x 0,38mm

1100<sup>0</sup>5' + 13%k.v. + 800<sup>0</sup>2h/L



650<sup>0</sup>

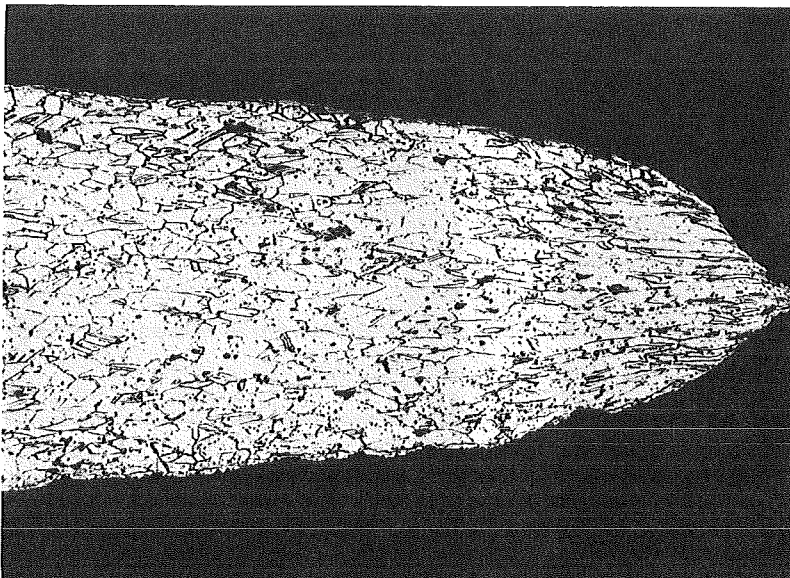
24 kp/mm<sup>2</sup>

4662 Std.

21928

x 200

HV<sub>1</sub> = 207 - 212



21929

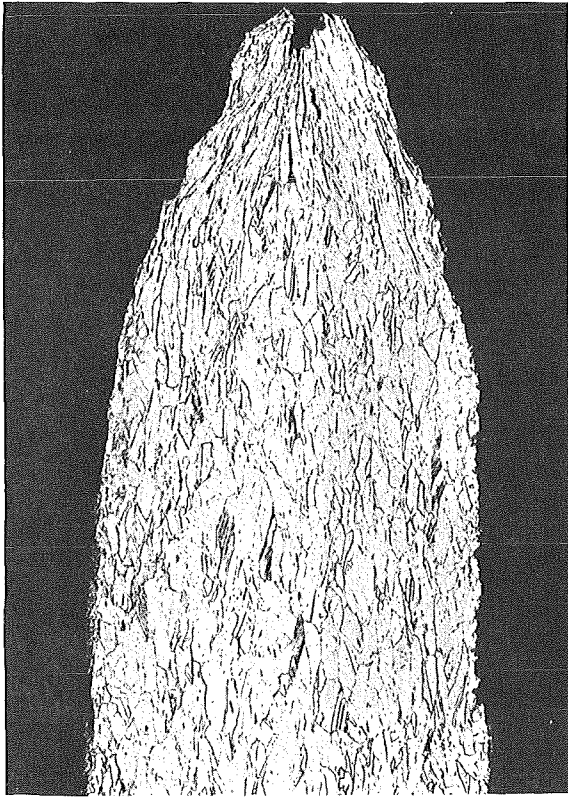
x 200

100µm

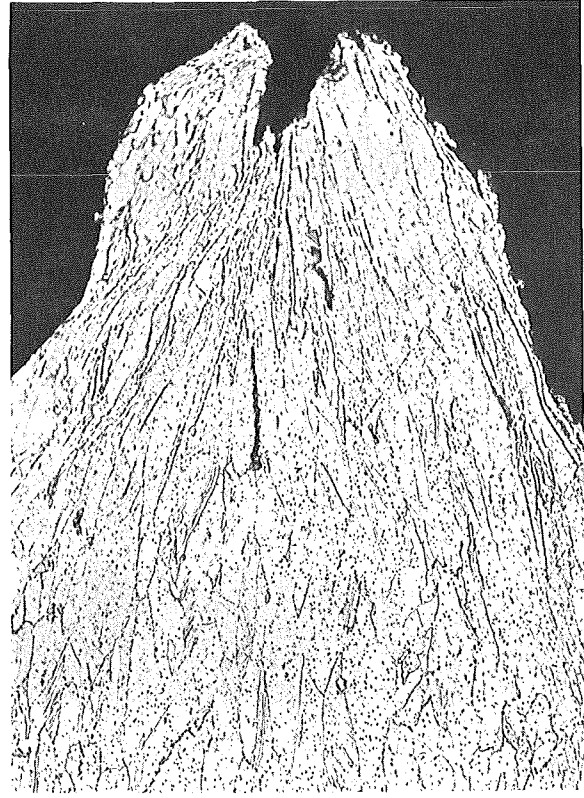
1100<sup>0</sup>5' + 13%k.v. + 800<sup>0</sup>2h/L

700<sup>0</sup> 22kp/mm<sup>2</sup>

90h



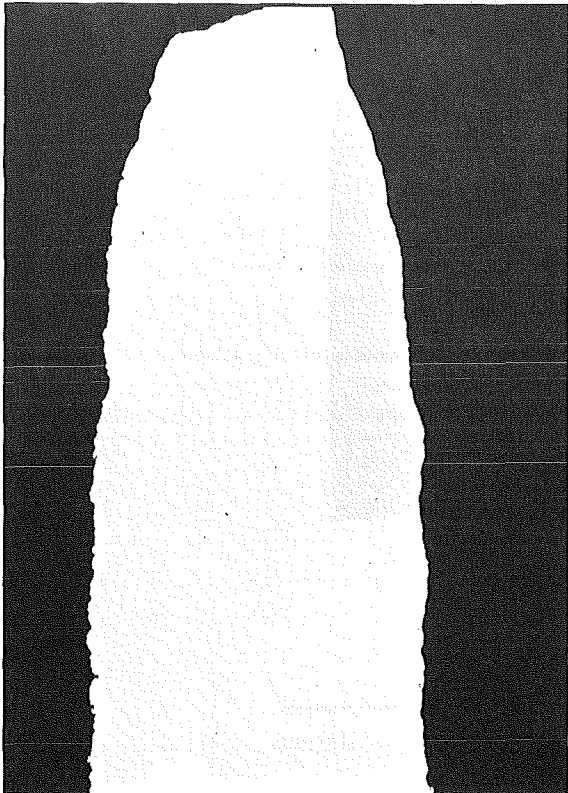
19037 HV<sub>1</sub> = 219 - 221 x 200



19038 x 500

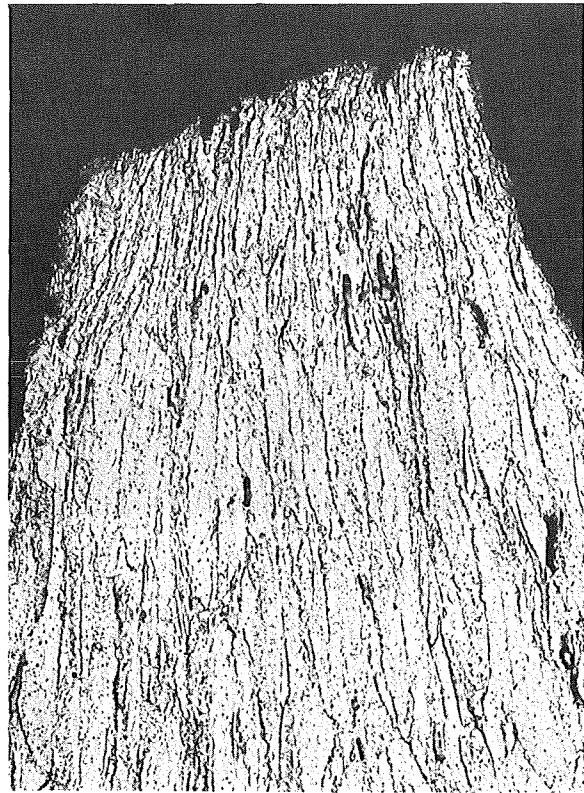
700<sup>0</sup> 13kp/mm<sup>2</sup>

4071 Std.



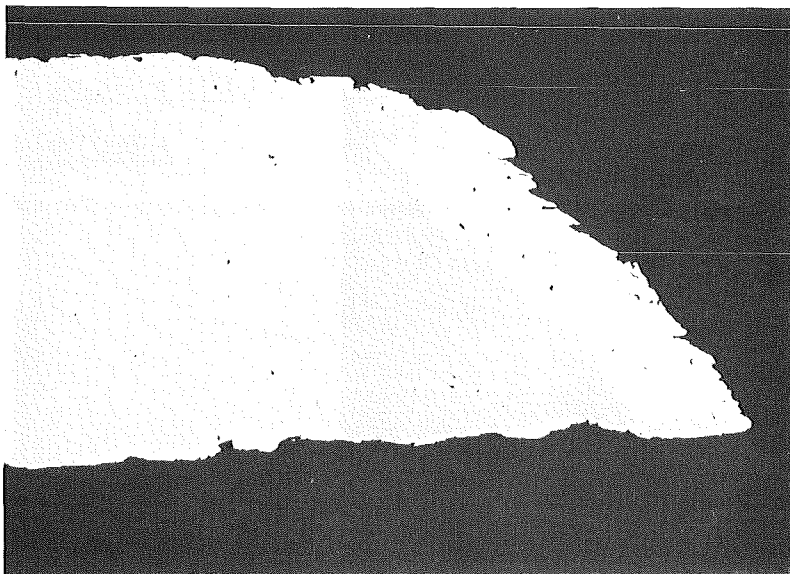
28574 HV<sub>1</sub> = 177 - 188 x 200

100μm



28576 x 500

100μm



25757

× 200

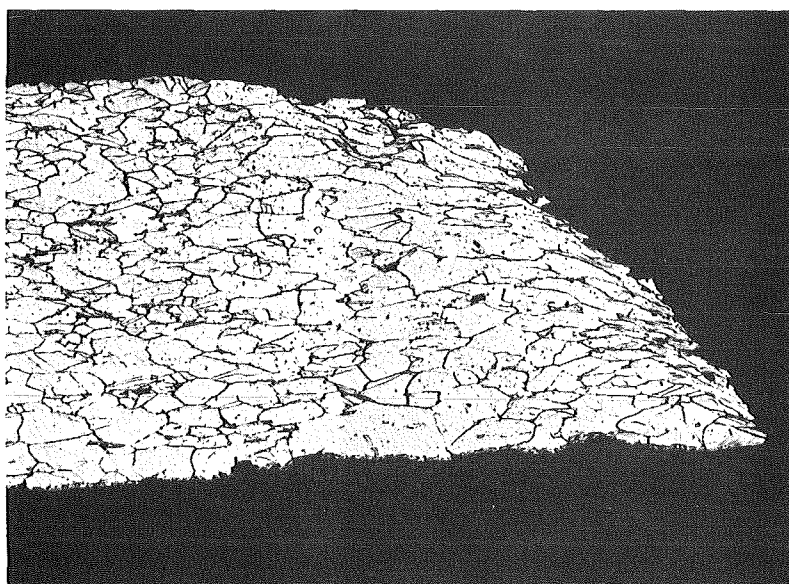
Rohr  $\varnothing$  6 × 0,38mm

1100<sup>0</sup> + 7%k.v.

+ 800<sup>0</sup>1h

650<sup>0</sup> 26kp/mm<sup>2</sup>

162,5 Std.

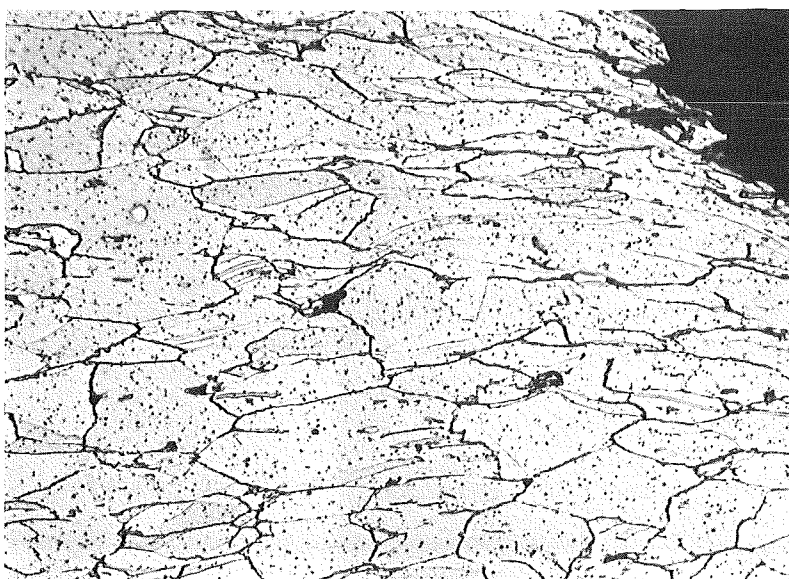


25758

100µm

× 200

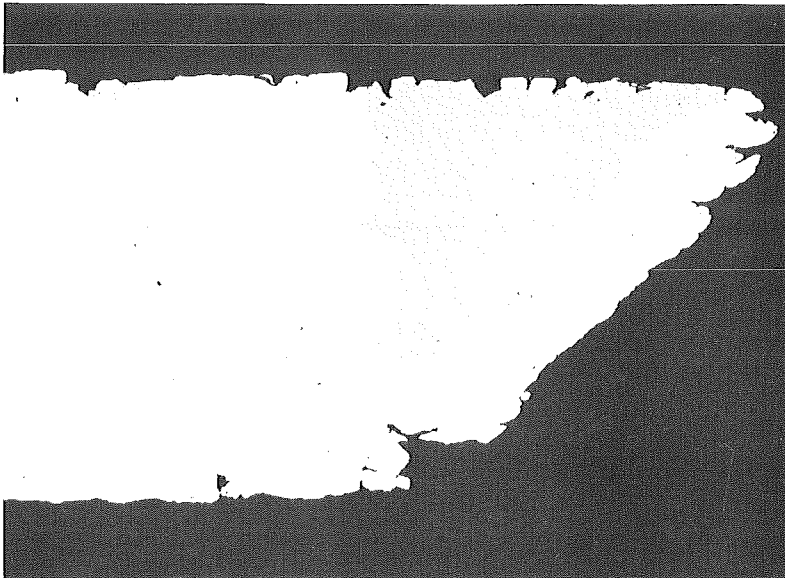
HV<sub>1</sub> = 217 - 219



25759

100µm

× 500



28301

x 200

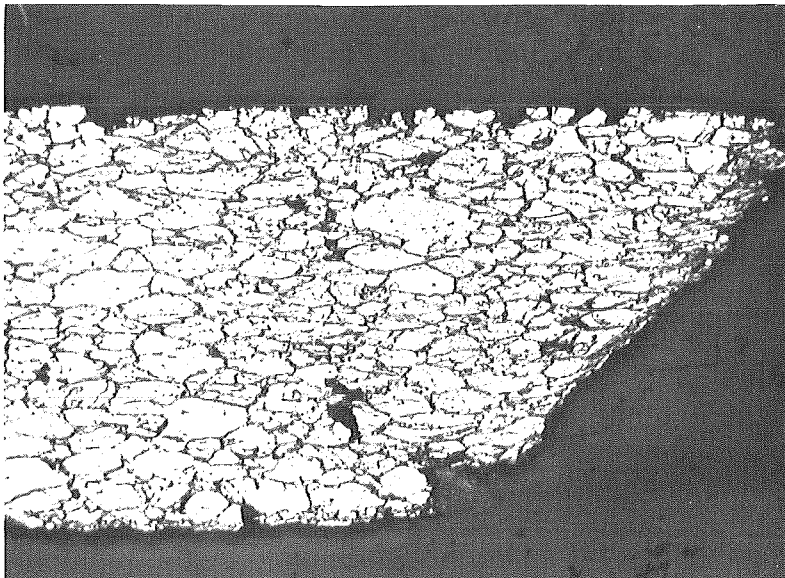
Rohr  $\varnothing$  6 x 0,38mm

1100<sup>o</sup> + 7%k.v.

+ 800<sup>o</sup>1h

650<sup>o</sup> 14kp/mm<sup>2</sup>

5119 Std.

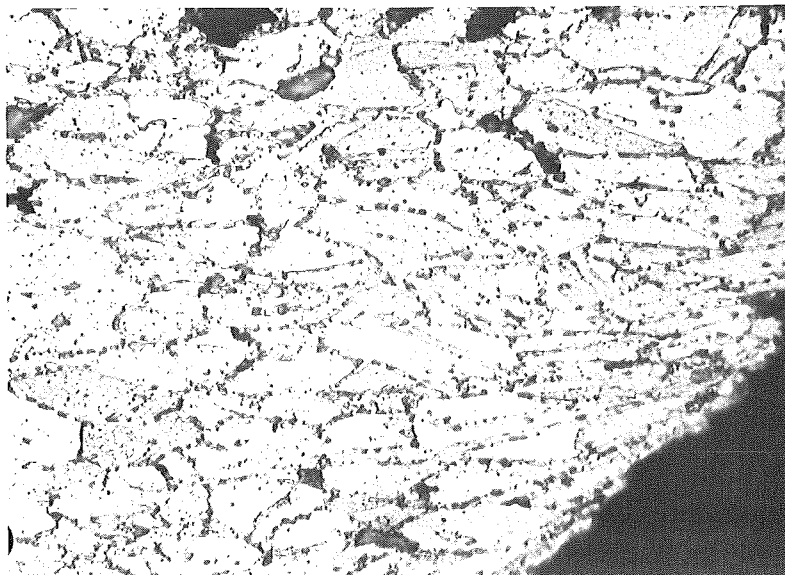


28302

x 200

100 $\mu$ m

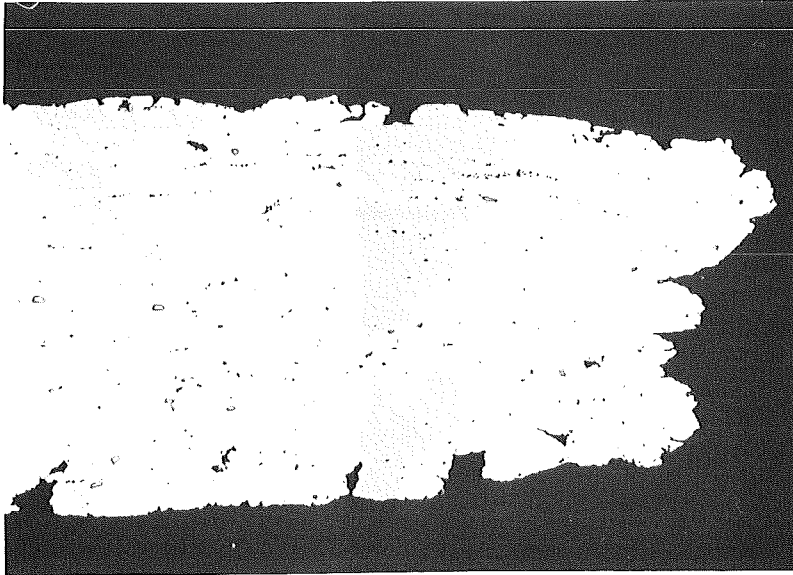
HV<sub>1</sub> = 191 - 195, 179



28303

x 500

100 $\mu$ m



25766

x 200

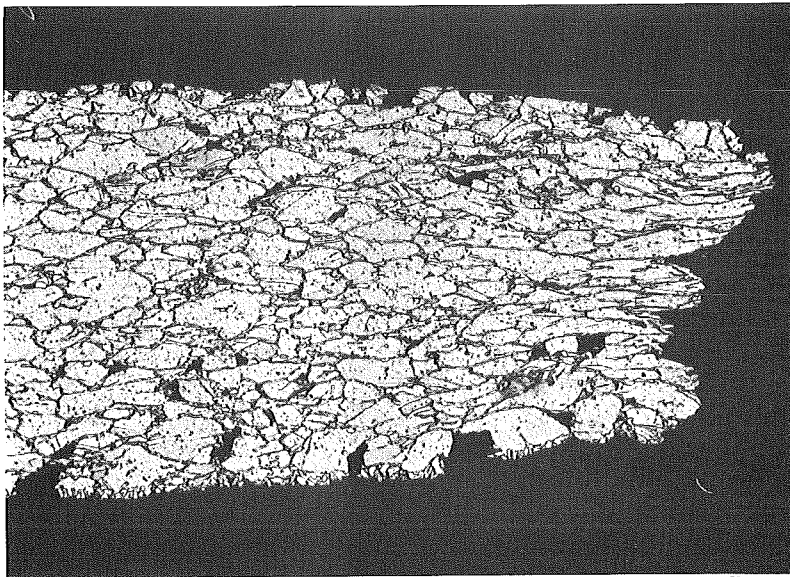
Rohr  $\varnothing$  6 x 0,38mm

1100<sup>0</sup> + 7%k.v.

+ 800<sup>0</sup>1h

700<sup>0</sup> 14kp/mm<sup>2</sup>

629 Std.

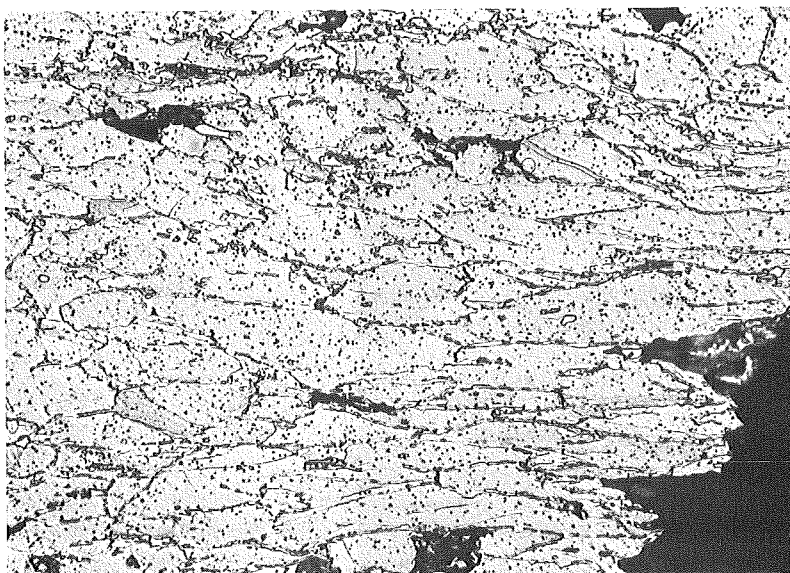


25767

x 200

100µm

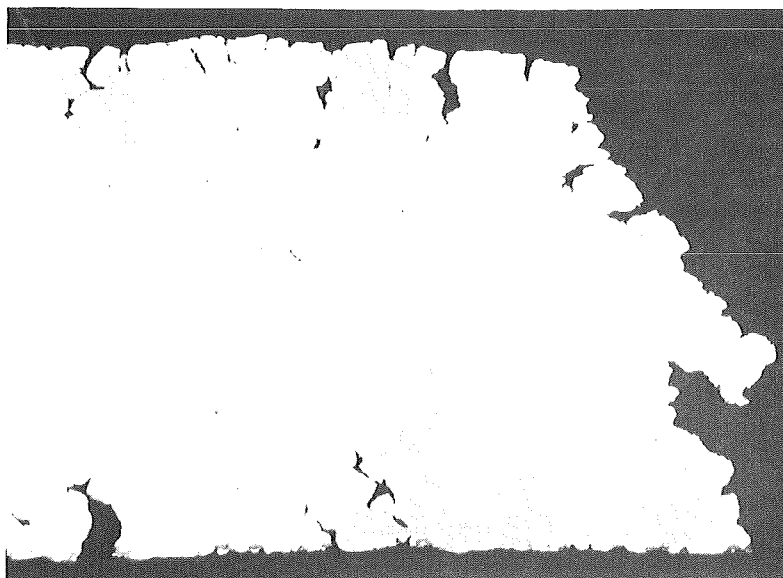
HV<sub>1</sub> = 193 - 195



25768

x 500

100µm



28309

x 200

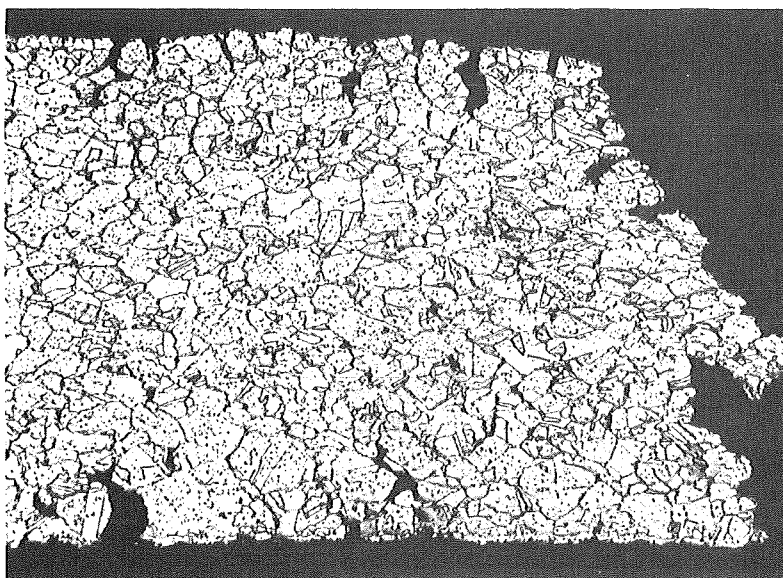
Rohr  $\varnothing$  6 x 0,38mm

1100<sup>0</sup> + 7%k.v.

+ 800<sup>0</sup>1h

700<sup>0</sup> 9kp/mm<sup>2</sup>

3324 Std.

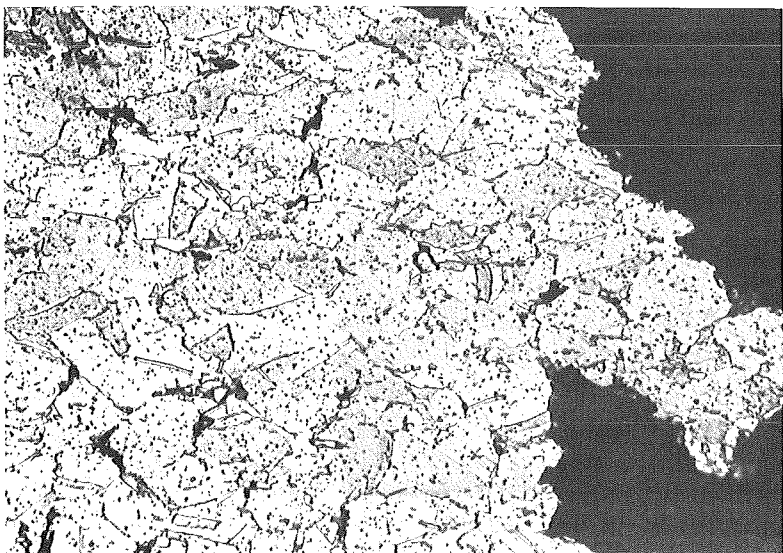


28310

x 200

100µm

HV<sub>1</sub> = 178 - 182

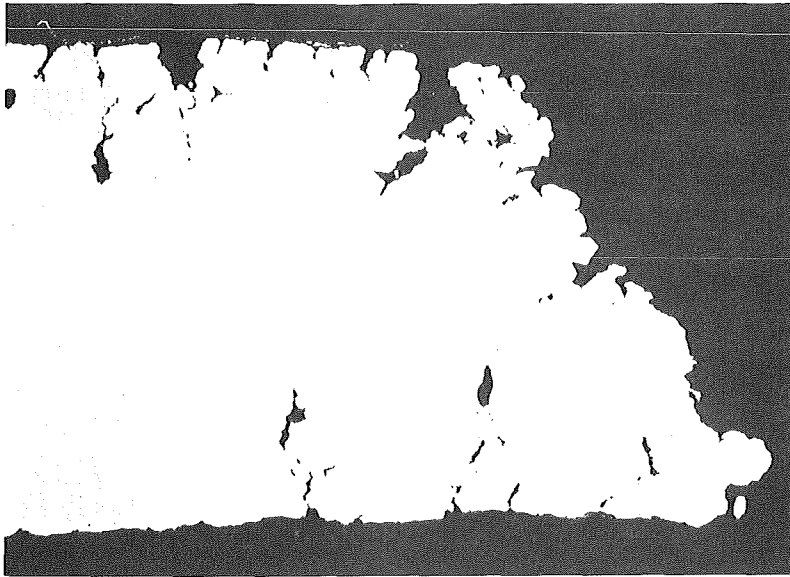


28311

x 500

100µm





28583 x 200

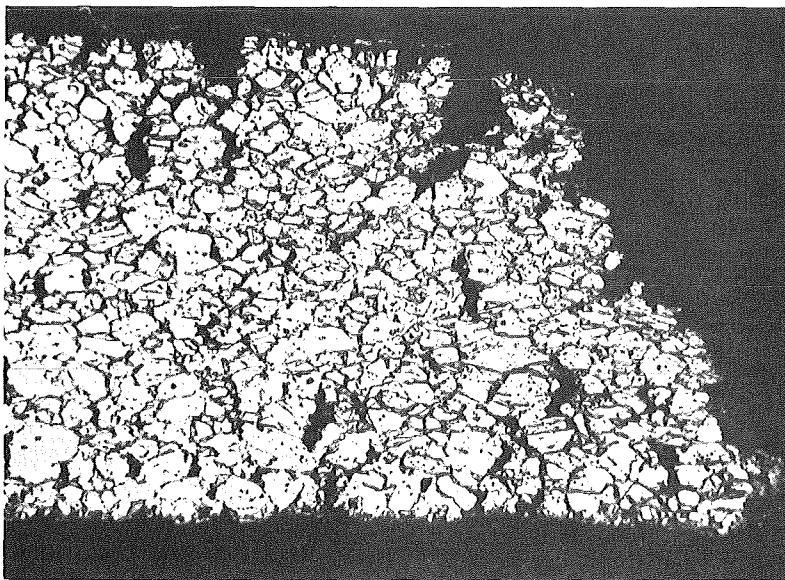
Rohr  $\varnothing$  6 x 0,38mm

1100° + 7%k.v.

+ 800°1h

700° 10kp/mm<sup>2</sup>

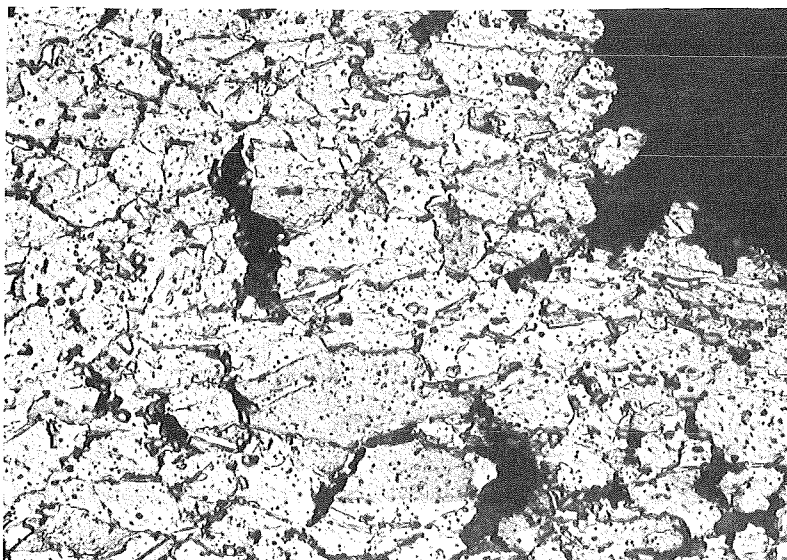
2693 Std.



28584 x 200

100µm

HV<sub>1</sub> = 179 - 180



28585 x 500

100µm

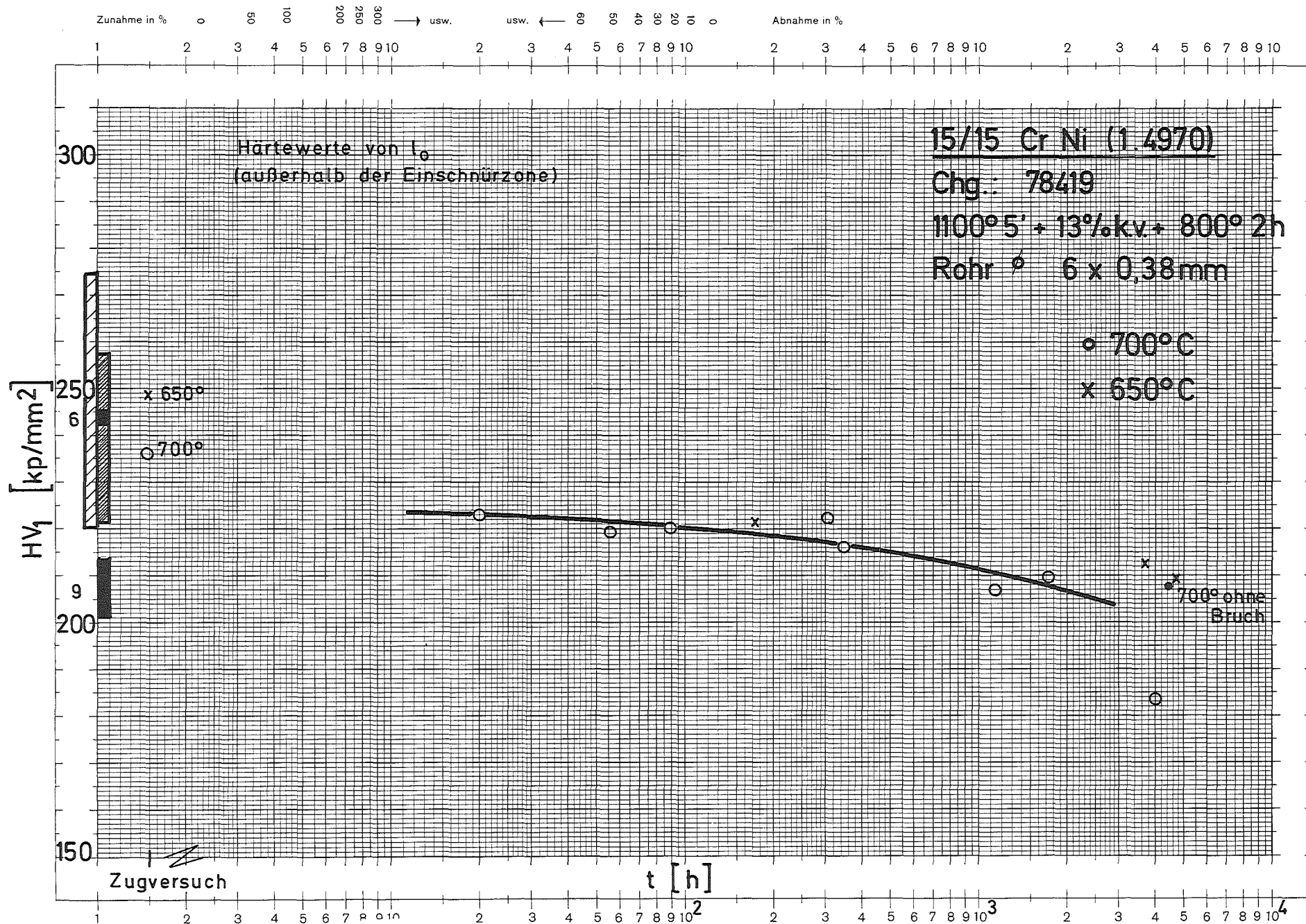


Bild 18: Härte in Abhängigkeit von der Standzeit

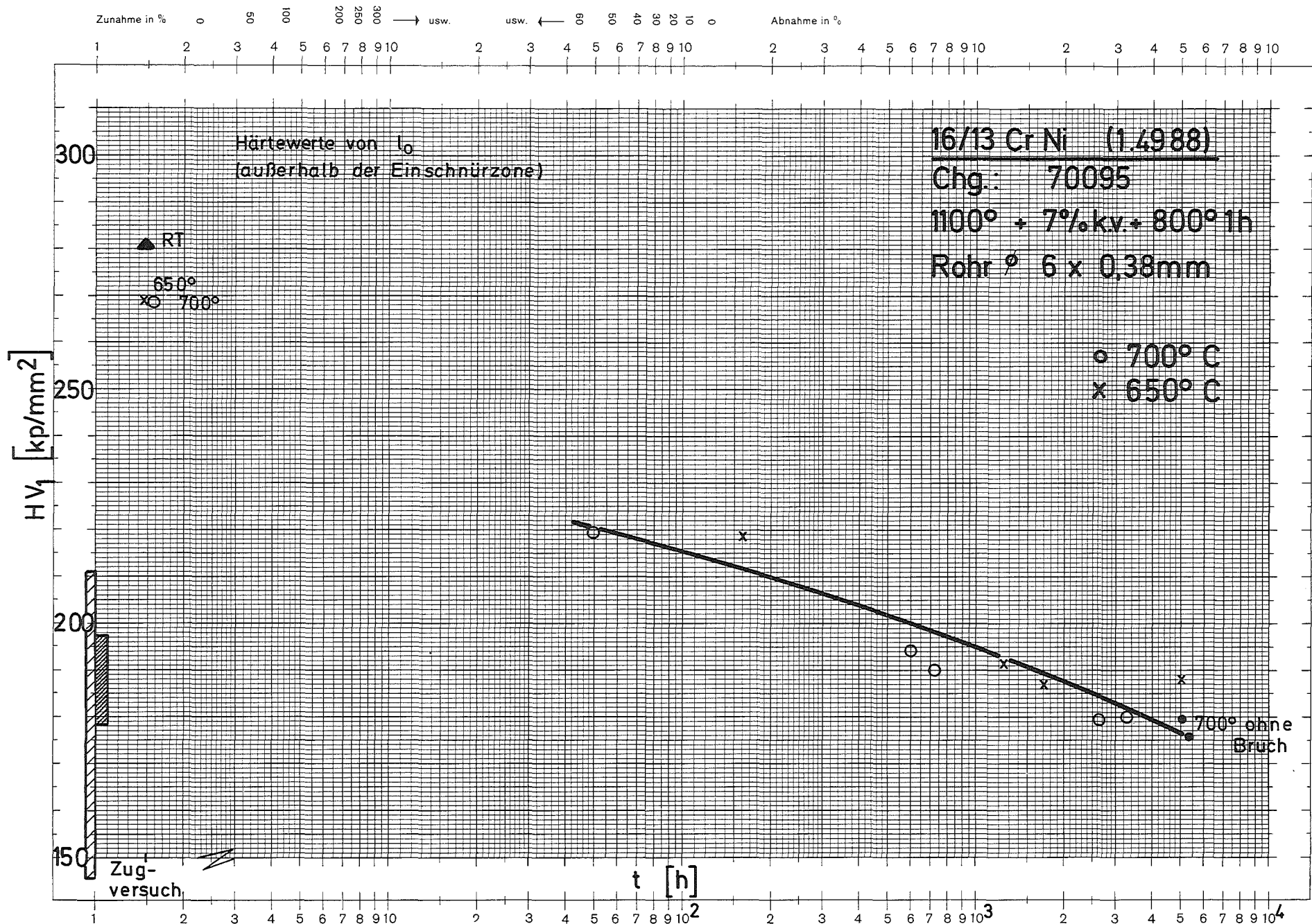


Bild 19: Härte in Abhängigkeit von der Standzeit

Bor  
ppm

15/15 Cr Ni (1. 4970)

Chg.: 78419

1100° 5' + 13% k.v. + 800° 2h

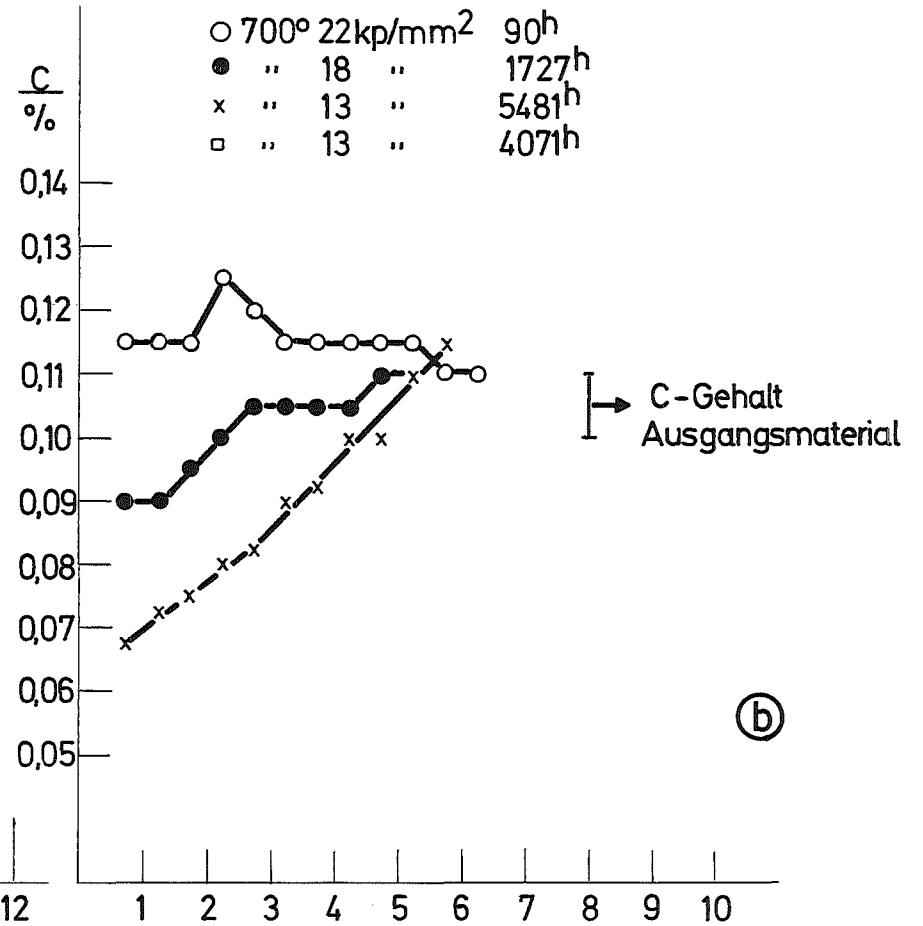
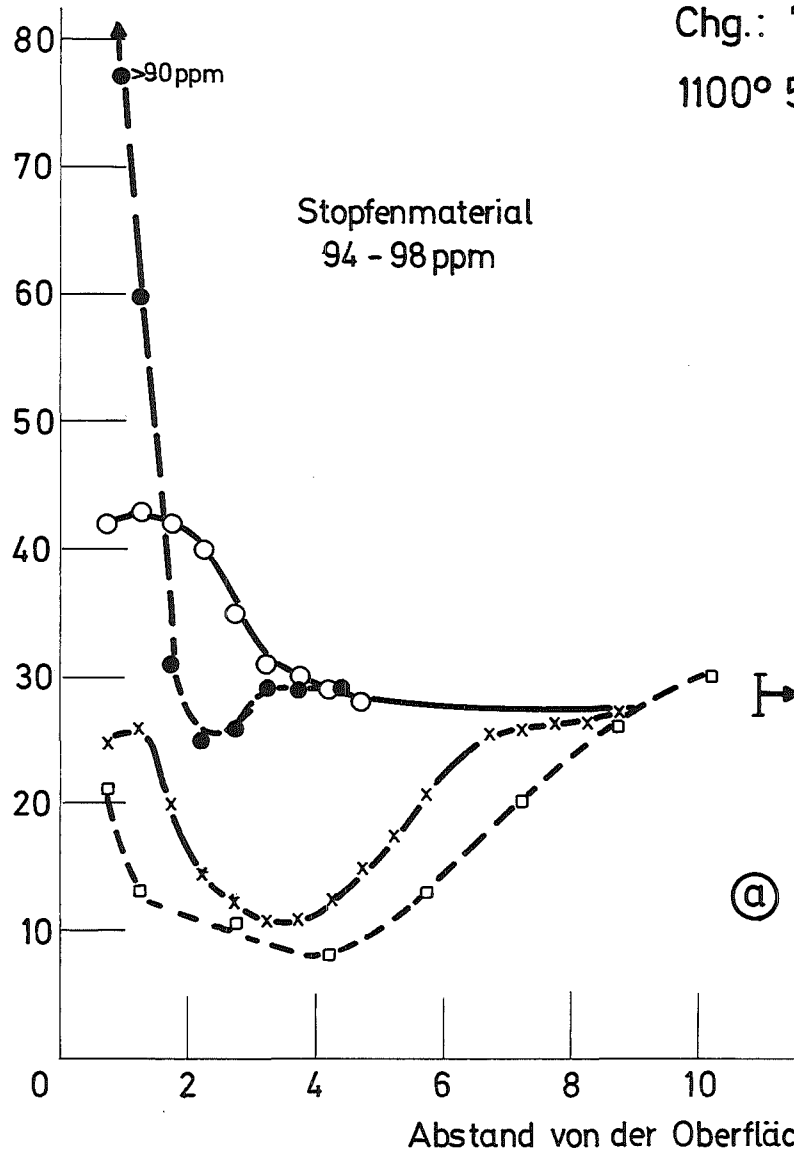


Bild 20: Bor- und Kohlenstoffprofile nach dem Zeitstandversuch

16|13 Cr Ni (1.4988)

Chg.: 70095

1100° + 7%k.v.+ 800° 1 h

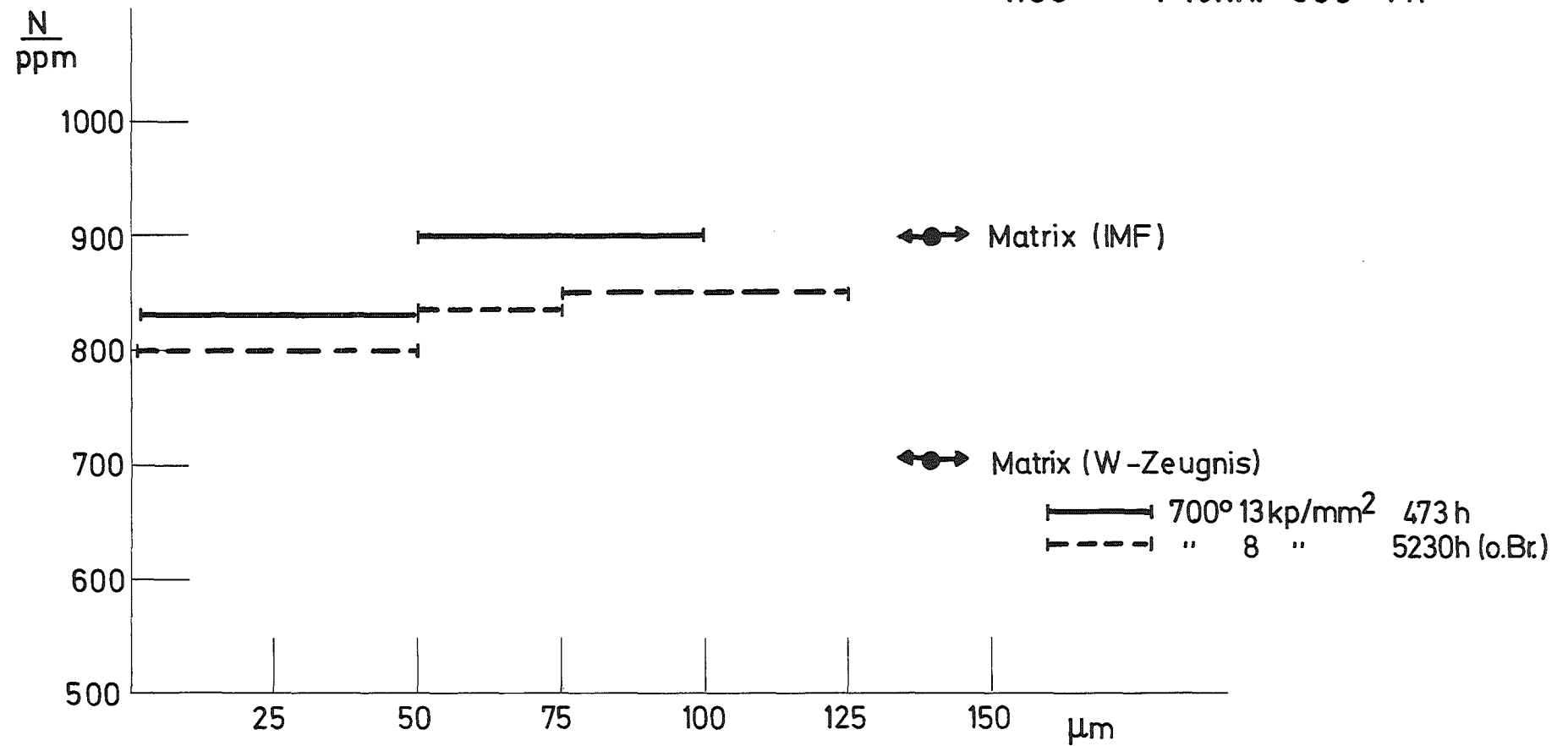


Bild 21: Stickstoffprofile nach dem Zeitstandversuch

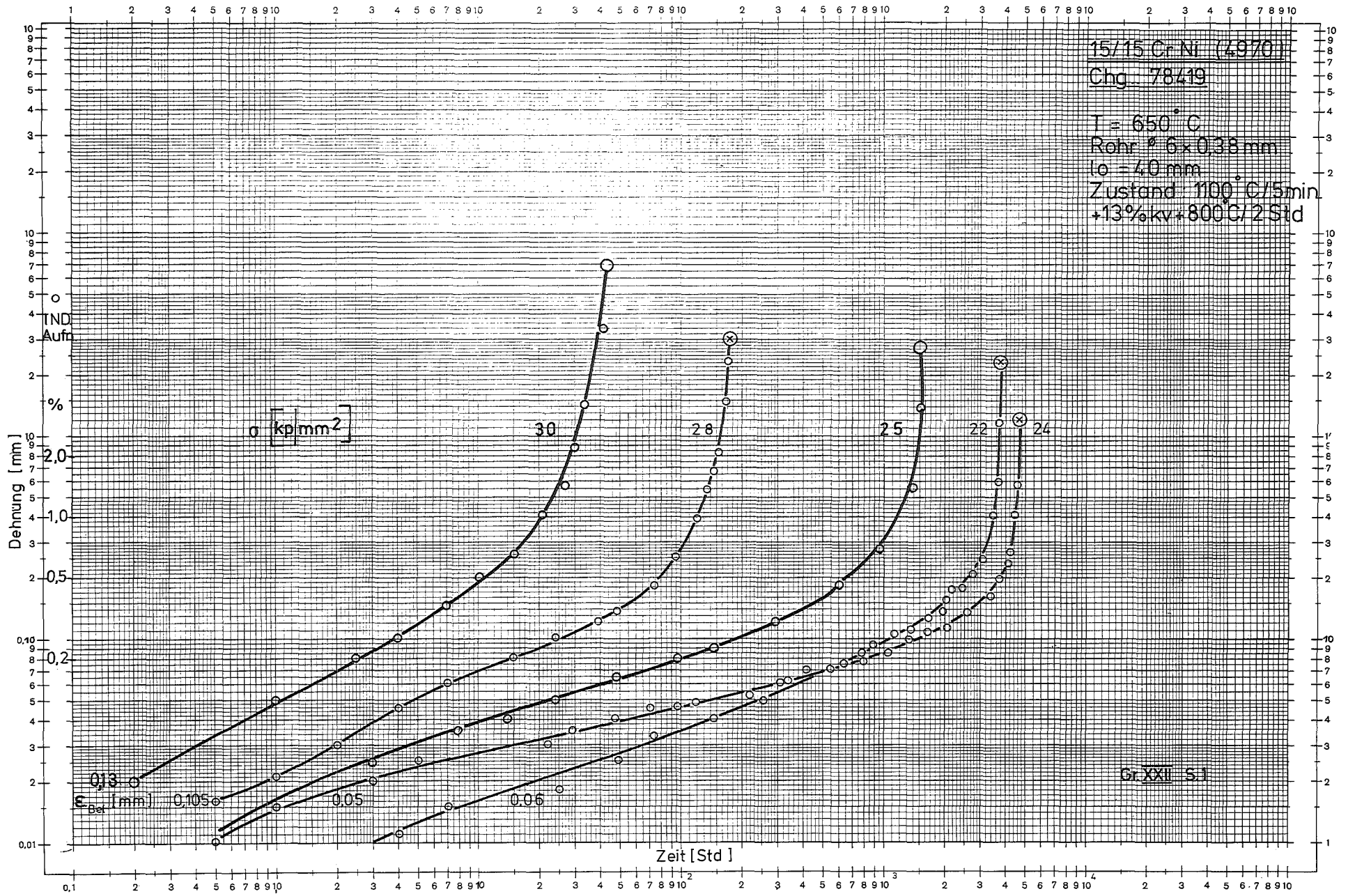


Bild:22 Kriechkurven

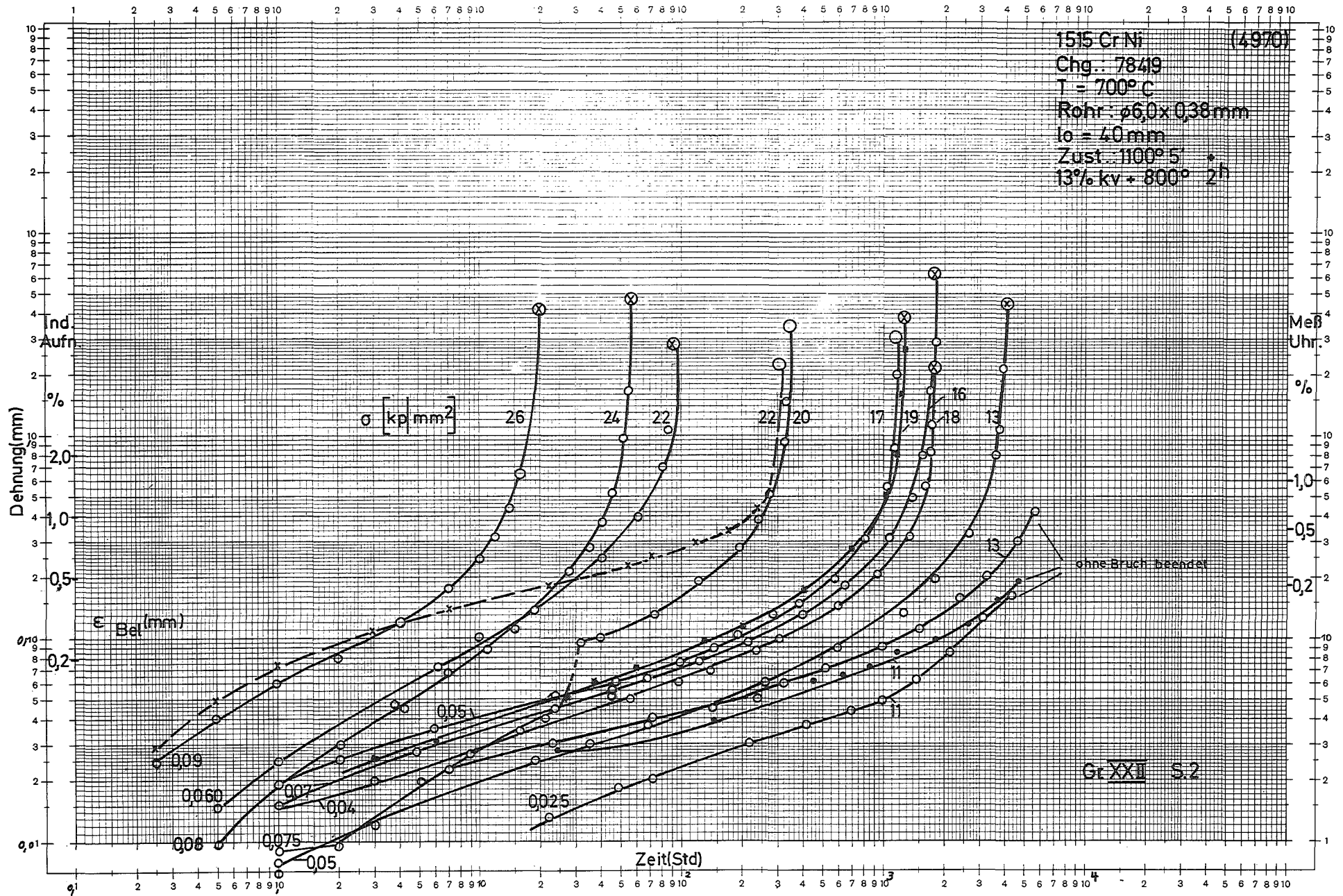


Bild 23 Kriechkurven

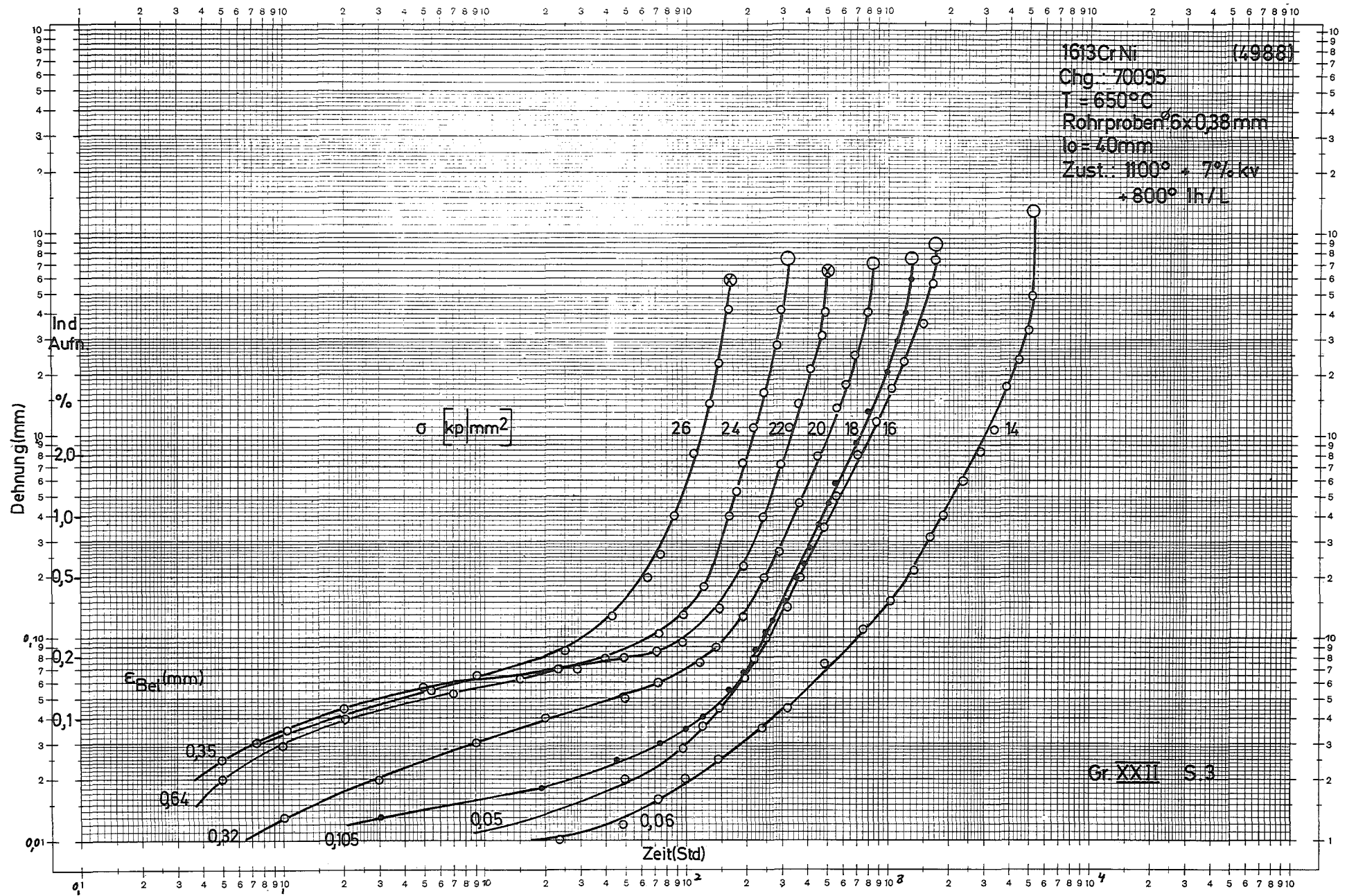


Bild 24 Kriechkurven





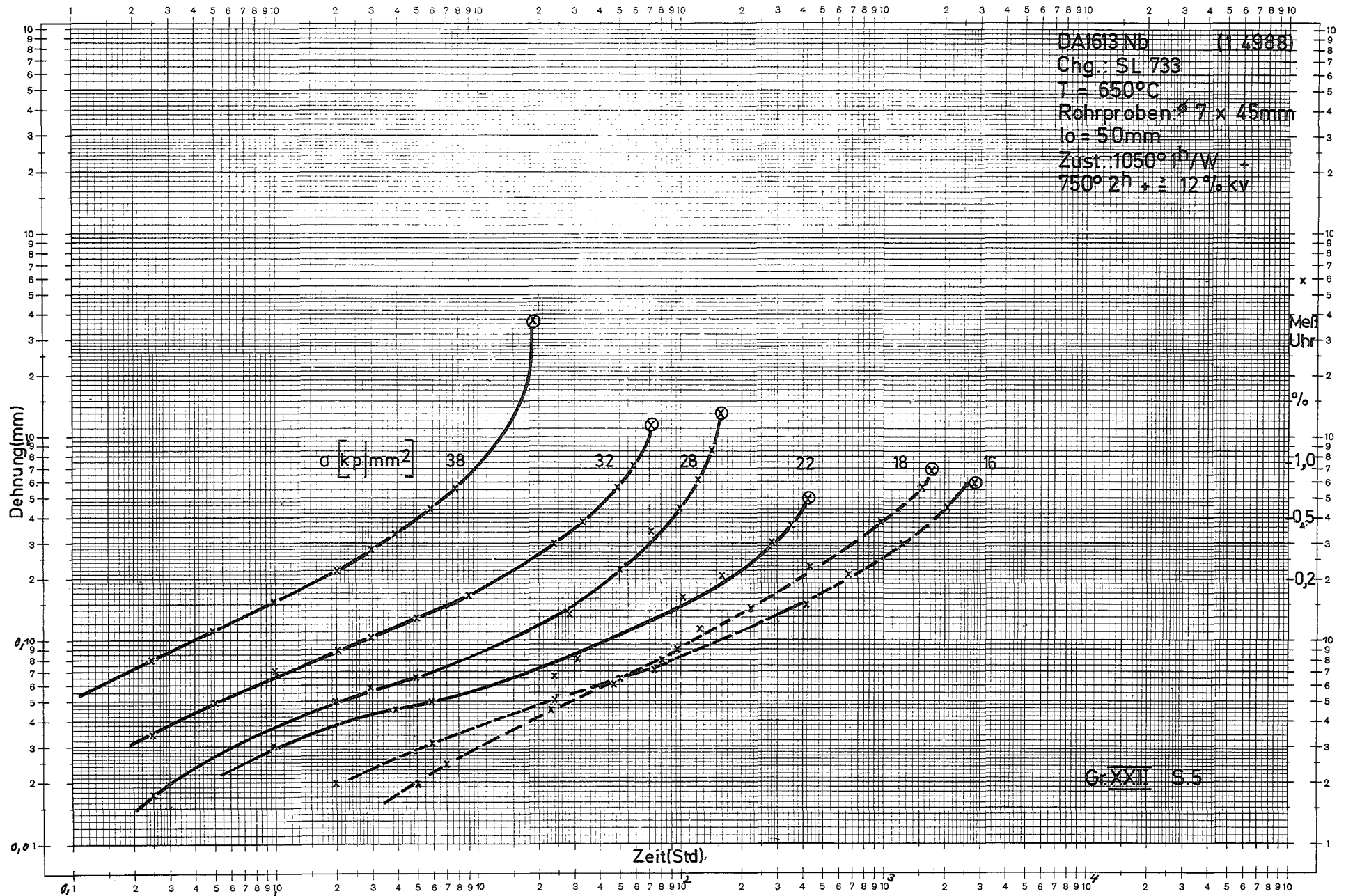


Bild 26 Kriechkurven