KfK 4273 Februar 1988

Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des SNR-300 Strukturwerkstoffes X6CrNi1811 (W.-Nr. 1.4948)

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Institut für Material- und Festkörperforschung

Projekt Schneller Brüter

KfK 4273

Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des SNR-300-Strukturwerkstoffes X6CrNi1811 (W.-Nr. 1.4948)

M. Schirra

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

,

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Kurzfassung

Vom austenitischen Strukturwerkstoff des deutschen Na-gekühlten Schnellen Brüter SNR 300 wurden 6 SNR-spezifizierte Chargen im Temperaturbereich 500-800 °C auf ihr Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten untersucht, wobei insbesondere durch Langzeitversuche der Zeitbereich 104 std bis $\geq 10^5$ std (= > 10 Jahre) experimentell abgedeckt wurde. Von 2 Chargen sind geschweißte Proben und Grundwerkstoffproben von zwei verschiedenen Schweißverbindungen vergleichend getestet worden. Aus den kontinuierlich registrierten Kriechkurven lassen sich klare Aussagen zu den technisch relevanten Zeit-Dehngrenzen und zum Kriechverhalten machen.Änderungen in der T, t-Abhängigkeit der Zeitstandfestigkeits- und Kriechwerte, infolge struktureller Änderungen, werden aufgezeigt und die Konsequenzen für eine Extrapolation diskutiert.

Spezielle Versuchsreihen erlauben Aussagen zum Einfluß der Probenform, Probenlage und Prüfatmosphäre auf die Zeitstandkennwerte, sowie zum Einfluß der Lösungsglühtemperatur und Auslagerungsbehandlungen. Desweiteren wird gezeigt, daß eine vorhergehende Kaltverformung ($\approx 12\%$) in gleicher Weise wie eine vorhergehende Verformung bei Prüftemperatur ($\approx 12\%$), die Zeitstandfestigkeits- und Kriechwerte positiv beeinflußt.

Ein Vergleich der Zeitstandfestigkeitskennwerte der SNR-spezifizierten Chargen mit denen der kommerziellen Chargen ergibt ein deutlich engeres Streuband für die SNR-Chargen.

Abstract

The creep and creep-rupture behaviour of the SNR-300-permanentstructure-material X6CrNi 1811 (DIN 1.4948)

Six SNR-specified melts of the austenitic structure-material of the German Fast Breeder Reactor SNR 300 were investigated on their creep-rupture-strength and crrep-behaviour in a temperature range lasting from 500-800 °C; in particular the time range 10⁴ hours to $> 10^5$ hours (= > 10 years) was experimentally covered by long-term tests. Out of two melts there where welded and unwelded specimens of two different types of weldings comparatively tested.

Based on the continuously registrated creep-curves it is possible to give exact statements relating to technical relevant yield-limits and to the creep-behaviour. Variations of the T,t-relationship of the creep-rupture and creep results, as a result of structure changes, are pointed out and the consequences referring to extrapolation shall be discussed.

Special test series enable to show out the influence of the specimen form, specimen direction and test atmosphere on the creep-rupture values. Also the influence of the solution temperature and annealing treatments. Additionally it is shown, that a previous cold-working ($\approx 12\%$) positively influences the creepand creep-rupture values in the same manner as previous deformation at test temperature.

As a result of a comparison of the creep-rupture results of the SNR-specified melts with those of the commercial material it is obvious that there is a more narrow scatter band given by the SNR-melts.

Resumen

Resistencia a la rotura y comportamiento en termofluencia del acero X6CrNi 1811 (DIN 1.4948); material estructural para el reactor rapido aleman SNR 300

Se estudió la resistencia a la rotura y el comportamiento a la termofluencia en seis lotes del acero estructural austenitítico utilizado en el reactor rápido alemán refrigerado por sodio (SNR 300) en el rango de temperaturas 500-800 °C. Los ensayos, se realizaron, con una duración entre 10 horas y 10^5 horas (= > 10 años). Se compararon dos lotes de probetas soldadas y probetas del material base en dos diferentes tipos de soldadura. A partir de registros continuos de las curvas de termofluencia se puede afirmar los limites de alargamiento, los cuales son relevantes tecnicamente, y el comportamiento de fluencia. Se muestran cambios en la dependencia de la resistencia a la rotura y valores de termofluencia con temperatura y tiempo y su consecuencia para la extrapolación es discutida.

Ensayos especiales permiten mostrar la influencia de la forma y la posición de la probeta y la atmosfera del ensayo (aire o vacio) sobre los valores de la resistencia a la rotura, como asi tambien la influencia de los tratamientos termomecánicos previos. De estos resultados se desprende que una deformación en frio ($\approx 12\%$) previa influye positivamente los resultados de resistencia a la rotura y termofluencia en la misma forma en que lo hace una deformación previa ($\approx 12\%$) a la temperatura del ensayo.

La comparación de los resultados de resistencia a la rotura de los lotes especificos del SNR con aquellos de los lotes comerciales muestra una menor dispersión a favor de los lotes del SNR.

Gliederung

	S	Seite	Bild
1.	Einleitung	1	-
2.	Versuchsmaterial	3	1-4
3.	Versuchsdurchführung	3	5 + 6
4.	Versuchsergebnisse	4	-
4.1.	Zugversuche	4	-
4.1.1.	Einfluß der Prüftemperatur	4	7 + 8
4.1.2.	Einfluß der Lösungsglühbehandlung	5	9
4.1.3.	Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit	5	10
4.2.	Zeitstandversuche	6	-
4.2.1.	Belastungsdehnung	6	11
4.2.2.	Zeitstandfestigkeit u. Zeit-Dehngrenzen	7	12 - 17
4.2.3.	Kriechverhalten	8	18-24
4.2.4.	Aktivierungsenergie des Kriechens	12	-
4.2.5	Bruchdehnung u. Brucheinschnürung	12	25-28
4.2.6.	Härtemessungen	14	29 + 30
4.2.7.	Bruchverhalten	15	31
4.2.8.	Extrapolation	15	32-40
4.2.9.	Vergleich SNR u. VDEH-Chargen	19	41-44
4.3.	Beeinflussung des Zeitstandverhaltens	20	-
4.3.1.	Einfluß d. Probenform u. Prüfatmosphäre	20	45-47
4.3.2.	Einfluß der Probenlage	21	48-50
4.3.3.	Einfluß der Lösungsglühtemperatur	22	51-57
4.3.4.	Einfluß der Auslagerungstemperatur	24	58-65
4.3.5.	Einfluß der Kaltverformung bzw. Warmverformung	; 26	66-72
4.4.	Zeitstandverhalten von Schweißverbindungen	29	73-83
4.5.	Lfd. Langzeitversuche	32	84-90
5.	Diskussion der Versuchsergebnisse	33	91-96

33

1. Einleitung

Der unstabilisierte austenitische Stahl X6CrNi 1811 ist seit Ende der sechziger Jahre in Deutschland im Kesselbau auch für höhere Temperaturen zugelassen. Aufgrund seiner besseren Schweißbarkeit bei dickewandigeren Teilen ist er bis zu bestimmten Einsatztemperaturen u.a. eine Alternative zu den stabilisierten austenitischen Stählen.

Die verschiedenen Eigenschaften, sowie das Kurz- und Langzeitfestigkeitsverhalten des unter der Werkstoffnummer 1.4948 bekannten Stahles, sind durch die Schriften der Hersteller /1/ und DIN-Norm /2/ bekannt und für konventionelle Anwendungsfälle durch positive Erfahrungen bestätigt /3/4/5/.Für den Schnellen Natriumgekühlten Reaktor SNR 300 wurde dieser Stahl als Anlagenstrukturwerkstoff (Tank, Rohrleitungen usw.) gewählt. Die Verwendung im Reaktorbau erfordert weitere Untersuchungen in bezug auf spezielle Fragenstellungen, insbesondere dann, wenn im Hochtemperaturbereich amerikanische Auslegungsvorschriften übernommen werden /6/. Die Auslegung der temperaturbeanspruchten Strukturteile des Schnellen Brüters beruht wesentlich auf den Kennwerten aus Zeitstandversuchen. Zur Verbreiterung der Datenbasis, insbesondere zu langen Standzeiten hin ($\geq 10^5$ std), wurde im Auftrag des KfK/PSB vom VDEH - "Arbeitsgemeinschaft Warmfeste Stähle" ein Zeitstandversuchsprogram an 8 handelsüblichen Schmelzen verschiedener Hersteller in Angriff genommen, deren Ergebnisse mittlerweile im Temperaturbereich 500-800 °C den Standzeitbereich 104 bis 10⁵ std gut abdecken /7/. Unabhängig von der Datenbasis der Stahlhersteller war es notwendig, an dem beim Bau verwendeten, nach SNR-Spezifikation hergestelltem Material, entsprechende Untersuchungen durchzuführen. Desweiteren wurden nach SNR-Spezifikation mehrere Schmelzen für die Abwicklung der verschiedenen Versuchsprogramme hergestellt. So sind z.B. Vergleichsversuche an identischen, unbestrahlten Proben erforderlich, wenn bestrahlte Proben untersucht werden; oder Versuche in Normalatmosphäre als Vergleich zu Versuchen in strömendem Natrium; oder chargengleiche Proben geschweißt und ungeschweißt. Im Zusammenhang mit den verschiedenen Versuchsprogrammen wurden so im Laufe der Jahre im KfK/IMF II Zeitstanduntersuchungen an 6 verschiedenen SNR-spezifizierten Chargen durchgeführt. Die Vergleichs- und Charakterisierungsversuche decken in der Regel den Standzeitbereich bis ≈ 104 std ab. Gemessen an der Anlagenlebensdauer von ≈ 2.105 std reichen diese experimentell abgedeckten Zeiträume nicht aus, zumal einer Extrapolationenge

Grenzen gesetzt sind, oder wenn Auslegungskennwerte durch Versuche abgestützt werden sollen mit Proben, die Chargen entstammen, die auch beim Bau des SNR-300 eingesetzt wurden. Daraus ergab sich die Notwendigkeit, im Bereich auslegungsrelevanter Temperaturen und Spannungen, auch Langzeitversuche durchzuführen, die den Bereich 10 4 bis $\geq 10^5$ std experimentell abdecken. So haben z.B. zwei Versuche mit Proben der SNR-Charge GW206 bei 550 °C Prüftemperatur 1986 die 100 000 std-Marke ($\approx 11,5$ Jahre) überschritten /8/ und 3 Versuche des gleichen Materials befinden sich bei 600 °C Prüftemperatur im Versuchsbereich von 70-80 000 std.

Die vorliegende Arbeit faßt alle Ergebnisse von Zeitstandversuchen des KfK/IMF II seit 1974 an 6 SNR-Chargen zusammen. Als Chargenvergleich werden zunächst die verschiedenen Kenngrößen zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten behandelt, ehe auf verschiedene Einflußgrößen und Versuchsbedingungen eingegangen wird. Die Primärdaten aller Zeitstandversuche sind in den Wertetabellen 7-48 zusammengestellt. Teilweise sind Ergebnisse im Zusammenhang mit der detaillierten Beschreibung eines Versuchsprogrammes schon publiziert worden / 9,10,11,12,13,14/ und teilweise handelt es sich um unveröffentlichte Ergebnisse.

Bei der Darstellung und Bewertung der verschiedenen Kenngrößen stößt man vielfach auf sich ändernde Abhängigkeiten von Prüftemperatur und/oder Prüfspannung während der Versuchszeit. Die Ursache sind strukturelle Änderungen . Bei dem hier untersuchten Stahl 1.4948 ist es in erster Linie die Bildung von $M_{23}C_6$ -Karbiden, die sich aber in unterschiedlicher Abhängigkeit von Prüftemperatur- und -zeit sowohl als Korngrenzenkarbide als auch als Matrixkarbide ausscheiden. Dies noch in verschiedener Orientierung (mikroskopisch in verschiedenen Formen erkennbar) und noch von Charge zu Charge in unterschiedlicher Konzentration und zeitlicher Abfolge, aufgrund der geringen chemischen und metallurgischen Unterschiede zwischen den Chargen. Das Ausscheidungsverhalten ist von R.Groß et al. an der Charge GW206 examplarisch für diesen Stahltyp und von M.Pohl an den VDEH-Chargen beschrieben worden/12,16,17,18/.

×)/45/

2. Versuchsmaterial

Die vom KfK/IMF untersuchten Chargen des Strukturwerkstoffes 1.4948 sind in der Tabelle 1 zusammengestellt. Die mit GW bezeichneten Chargen wurden von der Fa. IA beschafft und entsprechendes Material in Form von 20mm- bzw. 40mm- Blechen für die Durchführung der verschiedenen Versuchsprogramme an die beteiligten Laboratorien geliefert. Das Material der Charge D21547 wurde vom IMF II direkt von der Fa.Uddeholm bezogen und ist nach deren Aussage nach SNR-Spezifikation hergestellt. Alle Chargen lagen im lösungsgeglühten Zustand vor. Die Lösungsglühbehandlung erfolgte beim Hersteller unter normalen Betriebsbedingungen und, wie aus der Tabelle ersichtlich, bei teils sehr unterschiedlichen Temperaturen. Daraus resultieren dann auch unterschiedliche Korngrößen (Bilder 1-3) und unterschiedliche Härtewerte des Ausgangsmaterials (Bild 4). Die Darstellung im Bild 4 zeigt auch, wie sich die Härte des Anlieferzustandes ändert, wenn anschließend noch Auslagerungsbehandlungen erfolgten bzw. erneut lösungsgeglüht wurde. Die chemische Zusammensetzung aller Chargen liegt innerhalb der Analysenspezifikation, bis auf den etwas erhöhten Mn-Gehalt bei der Charge GW206.

3. Versuchsdurchführung

Die angelieferten Platten der Versuchsmaterialien wurden in Streifen unterteilt, aus denen die Versuchsproben herausgearbeitet wurden, wie es im Bild 5a schematisch dargestellt ist. Als Probenform wurden für Zeitstandversuche normalerweise die unter A und B dargestellten Gewindekopfproben mit 8mm bzw. 5mm Durchmesser verwendet, die als Meßlängenbegrenzung jeweils umlaufende Kragen für die Befestigung der induktiven Wegaufnehmer aufweisen. Desweiteren wurden Zeitstandversuche mit Probenformen durchgeführt, die primär zur Durchführung anderer Versuche verwendet werden. So z.B. die Probe C, die als hour-glas-Probe in low-cycle-fatigue-Versuchen verwendet wird oder die Probe D, die im IMF-Natriumkreislauf und die Probe E, die bei verschiedenen Bestrahlungsprogrammen eingesetzt werden. Ein Vergleich der Versuchsergebnisse verschiedener Probenformen beim Grundwerkstoff ist unproblematisch. Bei den geschweißten Proben jedoch ist der Anteil der Schweißzone in der Meßlänge bzw. am Probendurchmesser sehr unterschiedlich. Darauf wird im Kapitel 4.3.1 näher eingegangen. Die Gewindekopfproben werden über die Einspannbolzen und eine einfache Hebelübersetzung (1:15) durch Gewichte belastet.

Die Probendehnung wird durch ein Meßgestänge mit einem induktiven Spulenpaar erfaßt und kontinuierlich registriert (Auflösung 2µm). Ein 3-Zonen-Ofen mit separat regelbaren Heizzonen garantiert eine konstante Temperatur über die Probenlänge bei einer Schwankung von \pm 2 °C über die Versuchszeit. Die Temperaturmessung erfolgt durch 3 über die Probenlänge verteilte Pt/Rh-Pt-Thermoelemente. Der grundsätzliche Aufbau der Teststrecke geht aus Bild 6 hervor.

Aus Kapazitätsgründen wurde ein Teil der Versuche in Vakuum-Teststrecken durchgeführt (ZSV-Versuche). Dies hat den Vorteil, insbesondere bei den höheren Prüftemperaturen (≥ 700 °C), daß bei Versuchen längerer Dauer mit kleineren Probendurchmessern eine unzulässig starke Oxidation vermieden wird.

Verschiedene Programme wurden im Rahmen der deutsch-spanischen Zusammenarbeit durchgeführt. Die spanischen Zeitstandprüfanlagen sind z,.T. baugleich mit den KfK/IMF-Anlagen und von gleicher technischer Ausstattung. Die in Spanien gefahrenen Versuche sind mit EP bzw. JEN als Versuchsnummer gekennzeichnet.

4. Versuchsergebnisse

- 4.1. Zugversuche
- 4.1.1. Einfluß der Prüftemperatur

In der Regel werden Zugversuche als Eingangskontrolle und zur Materialcharakterisierung vom Materialbesteller durchgeführt. Als Beispiel sind im Bild 7a die Zugfestigkeitseigenschaften der Charge GW206 im Temperaturbereich RT bis 900 °C dargestellt, wie sie von IA ermittelt und in /15/ veröffentlicht wurden. Im unteren Teilbild b sind die entsprechenden Werte für geschweißte Proben dargestellt, auf die im Kapitel 4.4. noch näher eingegangen wird. Die Ergebnisse des Grundwerkstoffes der Charge GW206 bilden mit den Werten, die der VDEH an mehreren Schmelzen dieses Stahltyps im Auftrag des KfK/PSB erarbeitet hat, Streubänder, wie sie im Bild 8 dargestellt sind und für diesen Stahl als repräsentativ angesehen werden können. Die an der Charge GW402 im Anlieferzustand ermittelten Werte für die Zugfestigkeit R_m liegen deutlich über dem entsprechenden Streuband, ebenso die Werte für die Brucheinschrürung Z. Die Werte für die Streckgrenze $R_{p0,2}$ liegen im oberen Bereich und die Bruchdehnungswerte A deutlich unter den von IA an der Charge GW206 gemessenen Werten. Die Ursache liegt in der unter Betriebsbedingungen erfolgten Lösungsglühbehandlung, die zu einem nicht vollständig lösungsgeglühten Gefüge führte, das auch mit HV30 = 138-165 eine große Bandbreite in der Matrixhärte (s. Bild 4) aufweist.

4.1.2 Einfluß der Lösungsglühbehandlung

Der zuvor angesprochene Anlieferzustand der Charge GW402 führte als Ergebnis von 4 Zugversuchsreihen bei den Zugversuchskennwerten zu erheblichen Streubreiten, analog der Matrixhärte, wie im Bild 9 gezeigt ist. Lösungsglübehandlungen von fertigen Proben bei 1020 °C30'/W und 1050 °C30'/W ergaben eine deutliche Erniedrigung der Zugfestigkeits- und Streckgrenzenwerte, ohne daß ein Einfluß zwischen 1020 °C und 1050 °C erkennbar wäre. Die Werte liegen auch nun besser in den Streubändern des Bildes 8. D.h., das angelieferte Material dürfte zum Abschluß des Herstellungsprozesses nicht lange genug auf 1020 °C als Lösungsglühtemperatur gewesen sein.

4.1.3 Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit

Die Verformungsgeschwindigkeit der Zugversuche bei RT - 850 °C mit 0.5 mm/min liegt im Bereich der Norm von $\approx 1\%/min$ (Lo). Bei 550 °C wurden nun Versuche mit niedrigeren Verformungsgeschwindigkeiten bis zu 0.01 mm/min durchgeführt, die also praktisch den Anschluß bilden an Deformationsgeschwindigkeiten im Zeitstandversuch.

Im Bild 10a sind die Zugversuchsergebnisse im Bereich V = 0.5mm/min bis V =0.01 mm/min dargestellt (rechter Teil). Im linken Teil, die Dekade von V = 0.001bis 0.01, sind Bruchdehnungs- und -einschnürungswerte von Zeitstandversuchen eingezeichnet mit Standzeiten zwischen 208 bis 22 std. Wenn man in erster Zeitstandversuch einfach eine mittlere Näherung für den Verformungsgeschwindigkeit annimmt, schließt der Zeitstandversuch mit 22 std. die Versuchszeit des Zugversuches mitder an kleinsten Verformungsgeschwindigkeit an. Zu berücksichtigen ist allerdings, daß der

Deformationsprozeß im Zeitstandversuch (konstante Last) nicht gleichzusetzen ist mit dem Zugversuch (ansteigende Kraft).

Die Zugfestigkeit R_m fällt von 425 N/mm² bei V = 0.5 auf 395 N/mm² bei V = 0.01, wohingegen die Streckgrenzen $R_{p0,2}$ im gleichen Bereich von 130 auf 165 N/mm² ansteigen.

Die Werte für Bruchdehnung A und Gleichungmaßdehnung A_g steigen zunächst etwas an, um ab V = 0.1 bis V = 0.01 mm/min wieder etwas abzunehmen. Die Brucheinschnürung Z fällt dagegen von rd. 75% auf rd. 50% ab.

Die entsprechenden Werte aus dem Zeitstandversuch (Bruchdehnung A_u , Brucheinschnürung Z_u) zeigen für den relativ engen Standzeitbereich von 22-208 std. keine eindeutige Tendenz in dieser Darstellung. Nach dem bisherigen Stand des Zeitstandversuchsprogrammes kann gesagt werden, daß bei 550 °C zwischen 22 und 15000 std. die Werte für A_u zwischen 30-49% und für Z $_u$ zwischen 31-61% unregelmäßig streuen; also als weitgehend standzeitunabhängig angesehen werden können.

4.2. Zeitstandversuche

4.2.1. Belastungsdehnung

Ein typisches Merkmal der austenitischen Stähle im lösungsgeglühten Zustand ist ihre relativ niedrige Streckgrenze Rp0.2, die zudem noch im Temperaturbereich $\approx 300-800$ °C schwach temperaturabhängig ist, wie aus den Bildern 7-9 ersichtlich war. Im Falle des hier betrachteten Stahles X6CrNi1811 liegen die Werte für R_{p0.2} im Temperaturbereich 500-750 °C zwischen 130-80 MPa für den Grundwerkstoff. Um im Zeitstandversuch bei Prüftemperaturen von 500-650 °C und teilweise noch bis 750 °C überhaupt Standzeiten <104 std zu erzielen, sind Versuchsspannungen erforderlich, die z.T. erheblich über der jeweiligen Warmstreckgrenze liegen (bis zu 400 MPa). Das bedeutet, daß zu Versuchsbeginn als Belastungsdehnung eine plastische Verformung >0,2% (= $R_{p0,2}$) auftritt, die bei 200 MPa zwischen 2-6% und bei 330 MPa 10-20% beträgt. Mit 330 MPa werden bei 500 °C rd 3000std Standzeit und bei 550 °C bis zu 100 std Standzeit erzielt. Im Bild 11 ist für die untersuchten SNR Chargen durch die schraffierten Bereiche dargestellt, wie hoch die plastische Verformung bei Versuchsbeginn ist. Beispielhaft sind für die Charge GW206 die Einzelwerte verschiedener Probenformen eingezeichnet. Das untere Streuband gilt für Proben des Grundwerkstoffes im lösungsgeglühten Zustand, wobei die Probenform praktisch keine Rolle spielt.

Die beiden oberen Streubänder gelten für geschweißte Proben, wobei je nach Schweißnahtanteil an der Meßlänge die Belastungsdehnungswerte sehr unterschiedlich sind. So liegen die geschweißten GRIM-Proben (Form C - Bild 5), deren kleinster Querschnitt nur aus der Schweiße besteht, erheblich unter den Werten der geschweißten \oslash 8x50mm Proben (Form A) im oberen Streuband. Die Na-Vergleichsprobe mit \oslash 4x20mm (Form D) liegt dazwischen. Als Bezugspunkt für den jeweils <u>elastischen</u> Anteil sind nach dem Hook'schen Gesetz $\varepsilon = \sigma/E$ zwei Gerade eingezeichnet für E-Module von 200 und 150 kN/mm². (RT bis 750 °C)

Die <u>plastische</u> Verformung bei Versuchsbeginn ist zu beachten, wenn Zeit-Dehngrenzenwerte betrachtet werden. Diese geben die Zeit an, bis ein bestimmter Kriechbetrag (z.B. 1%) erreicht ist, also ohne die bei Versuchsbeginn aufgetretene Belastungsdehnung, die deshalb auch in den Wertetabellen separat aufgeführt ist.

4.2.2. Zeitstandfestigkeit und Zeit-Dehngrenzen

Im Bild 12 sind alle bisher ermittelten Standzeitwerte in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung aufgetragen. Bemerkenswert ist, daß innerhalb einer Charge die Werte nur eine geringe Streuung aufweisen und sich gut durch eine Zeitstandfestigkeitskurve darstellen lassen. Die Streubreite, die sich aus der Anzahl der Chargen bei den einzelnen Prüftemperaturen ergibt, ist als normal anzusehen. Im Temperaturbereich 550 °C bis 750 °C bildet die Charge GW206 die untere Begrenzung und die Charge GW430 die obere Begrenzung des Streubandes, ohne daß aus den Angaben in der Tabelle 1 eine eindeutige Ursache für das deutlich unterschiedliche Verhalten der beiden Chargen abgeleitet werden kann. Die noch lfd. Langzeitversuche sind in dieser Darstellung nicht berücksichtigt und werden im Kapitel 4.5. behandelt.

Durch die kontinuierliche Dehnungsmessung und Registrierung der gesamten Kriechkurve bis weit in den tertiären Kriechbereich ist die genaue Bestimmung derverschiedenen Kriechgrenzen (z.B. 0,1% bis 10%) möglich. So lassen sich in gleicher Weise wie die Zeitstandfestigkeitskurven die Zeiten bis zum Erreichen bestimmter Dehngrenzen in Abhängigkeit von der Versuchsspannung als Zeit-Dehngrenzenkurven darstellen. Als Beispiel sind in den Bildern 13 und 14 für die beiden Chargen GW206 und GW430 Zeit-Dehngrenzenkurven dargestellt, für den Temperaturbereich 500-800 °C und für Kriechbeträge von 0,2-5%. Die für die Auslegung wichtigen 1%-Zeit-Dehngrenzenkurven sind als Chargenvergleich in den Bildern 15 und 16 einander gegenübergestellt. Analog den Zeitstandfestigkeitskurven ergeben sich ähnliche Bandbreiten, in denen die Charge GW430 die obere Begrenzung und die Charge GW206 mit GW402 die untere Begrenzung bilden.

Aus einer direkten Gegenüberstellung der Zeitstandfestigkeitskurve mit einer Zeit-Dehngrenzenkurve läßt sich das Zeit-Dehngrenzen-Verhältnis R_{pe}/R_m (bei vorgegebener Standzeit) bzw. das Verhältnis t_{pe}/t_m (bei vorgegebener Spannung) bilden. Das Zeit-Dehngrenzen-Verhältnis gibt den technisch nutzbaren Anteil der Zeitstandfestigkeit bzw. der Bruchzeit an und ist gleichzeitig ein Maß für den "Sicherheitsabstand" zwischen einer tolerierbaren Deformation und dem Bruch. Bei der Auslegung von Bauteilen wird mit der Bruchlast/-zeit gerechnet mit einem Sicherheitsabschlag oder mit einer tolerierbaren plastischen Verformung. Bei der Auslegung von Strukturteilen des SNR 300 galt bei Zugrundelegung des Zeitstandverhaltens für den Auslegungskennwert $S_t = 0.67 R_m$ (T,t) bzw. $1 \cdot R_{p1,0}$ (T,t) /19/. D.h., ist das Verhältnis $R_{p1,0} R_m < 0.67$ wird $R_{p1\%}$, und ist das Verhältnis > 0.67 wird R_m als kleinerer Spannungswert herangezogen.

Im Bild 17 sind für 5 SNR-Chargen die Verhältniswerte $R_{p1\%}/R_m$ für 10³ std und 10⁴ std Standzeit für den Prüftemperaturbereich 500-800 °C aufgetragen. Deutlich ist der z.T. beträchtliche Unterschied zwischen den einzelnen Chargen erkennbar. Im SNR-relevanten T-Bereich von 500-650 °C liegen die Verhältniswerte für 10⁴ std zwischen 0,65 und 0,90.

4.2.3. Kriechverhalten

Bei Anwendung der Norton'schen Kriechbeziehung /20/ der Form $\dot{\varepsilon} = k \cdot \sigma^n$ ist die Spannungsabhängigkeit der sekundären bzw. minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}_{pmin}$ von Bedeutung. Wenn von sekundärer Kriechgeschwindigkeit gesprochen wird, geht man davon aus, daß bei Versuchen mit konstanter Last ein Bereich mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit vorliegt. Bei einfachen Legierungen und geringerer Auflösung des Kriechverlaufes liegt dann die sogenannte klassische Kriechkurve vor, die sich in drei Kriechbereiche unterteilen läßt (Bild 18).

Tatsächlich zeigt sich aber bei den komplex aufgebauten hochwarmfesten Stählen und bei Verwendung entsprechend empfindlicher Mess-Systeme und Anwendung verbesserter Auswerteverfahren, daß verschiedene Ausbildungsformen von Kriechkurven auftreten, wie sie im Bild 18 von A-D schematisch dargestellt sind. Kriechkurven vom Typ A und B treten in der Regel bei den höheren Versuchsspannungen auf, also wenn die Belastungsdehnung mehrere % beträgt und somit eine merkliche Matrixverfestigung bei Versuchsbeginn vorliegt. Bei mittleren Spannungen ($\simeq R_{p2.0}$) und höheren Temperaturen ($\simeq 650$ °C) überwiegen die Kurven vom Typ C. Der Typ D, mit einer zeitabhängigen Kriechgeschwindigkeitserhöhung, wird bei den jeweils mittleren bis niedrigeren Versuchsspannungen und Temperaturen ≥ 600 °C beobachtet und ist eine Folge von Ausscheidungen auf den Korngrenzen, deren Wachstum spannungs- und standzeitabhängig ist und die zudem noch in Konkurrenz zu Matrixausscheidungen ablaufen /12/. D.h., die zuvor gemachten Aussagen über das Auftreten der verschiedenen Kriechkurventypen beziehen sich in bezug auf Temperatur und Zeit auf die Charge GW206 und treten von Charge zu Charge unterschiedlich auf.

Die einzelnen Kriechkurven wurden mit Hilfe eines Kurvendigitalisierers in Verbindung mit einem Kleinrechner analysiert. Auf diese Weise wird u.a. im Kriechverlauf in kleinen Schritten die jeweilige Kriechgeschwindigkeit ausgedruckt. Mit dem Erreichen des kleinsten Wertes (= $\dot{\epsilon}_{pmin}$) ist auch das Ende des Primärbereiches gegeben. Soweit aus den Kriechkurven grafisch ¿pmin bzw. $\dot{\epsilon}_{sek}$ bestimmt wurde, stimmen diese Werte gut mit dem ausgedruckten Wert des Rechners für $\dot{\epsilon}_{pmin}$ überein. Diesem Wert und den daraus empirisch abgeleiteten Abhängigkeiten (Norton'sches Kriechgesetz /20/, Monkman-Grant-Beziehung (21/) ist aber mehr technische als physikalische Bedeutung beizumessen, wie B.Ilschner /22/ zu diesem Punkt klar dargelegt hat. Denn dieser Bereich des minimalen bzw. stationären Kriechens kann nicht einem einfachen dynamischen Gleichgewicht zugeordnet werden wie bei gefügemäßig homogenen Proben, sondern ist das Resultat von mehreren, physikalisch völlig unterschiedlichen Grundvorgängen. Die technische Bedeutung dieses Kriechabschnittes wiederum wird gemindert, wenn Kurven vom Typ C und D vorliegen und der Kriechabschnitt von $\dot{\epsilon}_{pmin}$ nur einen kleinen Anteil der Gesamtkriechkurve darstellt. Vor diesem Hintergrund sollten auch die folgenden Daten zum Kriechverhalten gesehen werden.

Im Bild 19 ist beispielhaft die Abhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit von der Versuchsspannung dargestellt, um zu zeigen, wie sich die Wertepaare in der doppellogarithmischen Auftragung durch eine Gerade verbinden lassen, deren Neigung und Lage den Spannungsexponenten n und den k-Wert für die Norton'sche Kriechbeziehung ergeben. Im Falle der Charge GW206 zeigt sich deutlich, daß die Abhängigkeit $\sigma \rightarrow \dot{\epsilon}_{pmin}$ nicht über den gesamten Spannungsbereich bei jeder Prüftemperatur gleich ist, sondern bei T = 600, 650, 700 und 750 °C im jeweils unteren Spannungsbereich (= längere Zeiten) eine Abknickung auftritt. D.h., zeitabhängige Ausscheidungsvorgänge, die zu einer kriechfesteren Struktur führen, gewinnen an Bedeutung. Dies führt zu kleineren Werten für e_{pmin} als für den nur lösungsgeglühten Zustand zu erwarten gewesen wäre. Daraus ergebn sich für den unteren Spannungsbereich größeren-Werte, was im Hinblick auf die Auslegung und Extrapolation auf Betriebsspannungen als positiv anzusehen ist /23/. Bei 550 °C Versuchstemperatur ist experimentell die Abknickung von log $\dot{\epsilon}_{pmin}$ gegen log σ_0 noch nicht festgestellt worden. Dazu wären Versuche mit Spannungen < 100 MPa notwendig, die Versuchszeiten $> 10^5$ std (> 11 Jahre!) haben müßten, um lediglich den Wert für $\dot{\epsilon}_{pmin}$ sicher bestimmen zu können (siehe auch Bild 22).

Als Chargenvergleich sind im Bild 20 für jede Prüftemperatur lediglich die sich aus der Einzelwertdarstellung wie im Bild 19 ergebenden Geraden einander gegenübergstellt. Die Schraffierung verdeutlicht den jeweiligen Spannungsbereich. Die aus den Einzelwertdarstellungen resultierenden Werte für n und k nach der Norton'schen Kriechbeziehung $\dot{\varepsilon} = \mathbf{k} \cdot \sigma^n$, wie sie teilweise schon in /10-14/ mitgeteilt wurden, sind in der Tabelle 3 zusammengestellt. Aufgrund der in der Zwischenzeit aus den lfd. Langzeitversuchen angefallenen Werte waren teilweise Korrekturen der bisherigen n- und k-Werte erforderlich. Ergänzend ist als Chargenmittelwert für jede Prüftemperatur ein n- und k-Wert angegeben, wie er sich aus Bild 20 ergibt, wenn jeweils die mittlere Spannung des schraffierten Bereiches zugrundegelegt wird. Im Bild 21 sind die n-Werte aus Tabelle 2 in Abhängigkeit von der Prüftemperatur dargestellt. Die Temperaturabhängigkeit des Spannungsexponenten n wird qualitativ verdeutlicht durch den Spannungsmittelwert aller Chargen (s. Bild 20) und stetige Abnahme von 12 bei 550 °C auf 6,2 bei 800 °C. Der weit aus dem Rahmen fallende Wert der Charge GW430 bei 600 °C bezieht sich auf einen sehr hohen Spannungsbereich, wie aus Tabelle 2 hervorgeht, sodaß der untere Wert von 9,8 für 600 °C technisch repräsentativer ist.

Bei Versuchen ohne kontinuierliche Dehnungsmessung, wie sie beispielweise im VDEH-Programm /7/ an diesem Stahl durchgeführt werden, wird durch Zwischenausbau und Vermessen die Probenverlängerung gemessen. Dadurch lassen sich durch Interpolation einzelne Zeit-Dehngrenzen bestimmen und durch ϵ_{f}/t eine lineare Kriechgeschwindigkeit berechnen. Um zu zeigen, wie die jeweilige lineare Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{pmin}$ (lin) in Abhängigkeit von der Versuchsspannung von $\dot{\epsilon}_{pmin}$ abweicht, wurden für die Charge GW206 für die Zeit-Dehngrenzen von 0,1 bis 10% Dehnung die entsprechenden Werte errechnet und im Bild 22 dargestellt. Die linke Begrenzung der schraffierten Bereiche entspricht jeweils der minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{pmin}$ entsprechend Bild 19. Die rechte Begrenzung entspricht der linearen Kriechgeschwindigkeit für 0,1 und 0,2% Kriechdehnung. Als Beispiele sind für 550 °C - 226 MPa und 700 °C - 69 MPa die Einzelwerte eingezeichnet. Bei allen Versuchen kommen die Werte der linearen Kriechgeschwindigkeit für 5% und 10% Kriechdehnung dem Wert für $\dot{\epsilon}_{pmin}$ am nächsten.

Die am Grundwerkstoff des Stahles X6CrNi1811 (1.4948) ermittelten Werte in bezug auf Kriechgeschwindigkeit und deren Spannungsabhängigkeit stimmen gut mit amerikanischen Befunden am Stahl AISI 304 überein /24/.

Wie im Bild 18 oben aus der schematischen Darstellung hervorgeht, läßt sich der normale Kriechverlauf in drei Kriechbereiche einteilen:

- I Primäres Kriechen, gekennzeichnet durch abnehmende Kriechgeschwindigkeit.
- II Sekundäres, auch stationäres Kriechen.
- III Tertiäres Kriechen, gekennzeichnet durch zunehmende Kriechgeschwindigkeit bis zum Bruch.

Durch die stetige Auswertung mit dem Digitest ist der Bereich des Primärkriechens klar bestimmbar, nämlich bis zu dem Zeitpunkt, wenn die Kriechgeschwindigkeit nicht mehr weiter abnimmt. Das Ende des Tertiärkriechens ist durch die Bruchzeit gegeben. Eine Festlegung, wann das sekundäre bzw. stationäre Kriechen zu Ende ist, läßt sich bei Vorliegen des Kurventyps A noch ausreichend sicher bestimmen, führt aber bei den Typen C+D zu sehr kurzen Zeiten. Praktiziert wird die sogenannte offset-Methode, bei der man um 0,2% parallel erhöht zum stationären Kriechverlauf einen Schnittpunkt in der Kriechkurve festlegt als Ende des stationären Kriechens.

Die auf diese Weise erhaltenen Zeiten in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen, veranschaulichen deutlich den zeitlichen Anteil der verschiedenen Kriechbereiche im experimentell abgedeckten Spannungsbereich, wie sie in den Bildern 23 und 24 für die Chargen GW206 und GW402 dargestellt sind. Wie gesagt, ist die Lage des mittleren Kurvenzuges z.T. eine Definitionsfrage und Versuche mit einer ausgeprägten Kriechgeschwindigkeitserhöhung (Typ D) sind nicht berücksichtigt worden. Diese Darstellung zeigt auch deutlich, daß es bei 550 °C < 100 MPa und 500 °C < 200 MPa, experimentell kaum möglich ist, Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit zu erhalten, weil in diesem Spannungsbereich die Proben bis $\geq 10^5$ std sich im primären Kriechbereich befinden, was auch durch die lfd. Langzeitversuche bestätigt wird.

Eine weitergehende Auswertung der Kriechkurve zur Festlegung auslegungsrelevanter Daten, erfolgt im Rahmen einer EG-Studie, in die alle Versuche an diesem Stahl von CEA, ECN, IA, UKAEA und KfK einfließen /25/.

4.2.4. Aktivierungsenergie des Kriechens

Die vorliegenden umfangreichen Datensätze zum Kriechverhalten erlauben die Bestimmung der Aktivierungsenergie des Kriechens. Wenn man im Bild 20 $(\dot{\epsilon}_{pmin} \rightarrow \sigma)$ bei einer Spannung einen Schnitt macht, erhält man Kriechgeschwindigkeitswerte verschiedener Prüftemperaturen. Durch die Auftragung $\dot{\epsilon}_{pmin}$ gegen 1/T_K erhält man aus der Neigung der Geraden über $Q_k = 4,56 \Delta \log \dot{\epsilon} / \Delta 1/T$ den Wert für die effektive Aktivierungsenergie des Kriechens. In der Darstellung $\dot{\epsilon}_{pmin} \rightarrow \sigma$ sind für jede Charge mehrere Spannungsschnitte möglich, sodaß der gesamte untersuchte Temperaturbereich abgedeckt wird. Wie aus der Tabelle 4 hervorgeht, ergaben sich für die 5 SNR-Chargen jeweils 4 bis 7 Werte, aus denen ein Mittelwert gebildet wurde.

4.2.5. Bruchdehnung und Brucheinschnürung

Im Bild 25 sind beispielhaft für die Charge GW206 die Duktilitätskennwerte in Abhängigkeit von der Standzeit aufgetragen. Aus dem oberen Teilbild a) ist ersichtlich, daß bei 550 °C Prüftemperatur die Bruchdehnungswerte bis 104 std bei rd. 25% liegen und zu längeren Standzeiten hin abnehmen. Mit steigenden Prüftemperaturen werden höhere Bruchdehnungswerte erreicht, jedoch setzt bei immer kürzeren Zeiten eine stärkere Abnahme ein, sodaß sich bei langen Standzeiten die Werte um 10% einpendeln und teilweise noch unter den Werten von 550 °C Prüftemperatur liegen. Im Teilbild b) ist die Kriechdehnung, also Bruchdehnung abzüglich Belastungsdehnung, aufgetragen. Da bei hohen Spannungen (= kurze Standzeiten) die Belastungsdehnung Werte bis $\geq 10\%$ erreicht (s. Bild 11), führt das dazu, daß nun in der Darstellung im Teilbild b) die Kriechdehnung zunimmt, wo im Teilbild a) die Bruchdehnung standzeitenunabhängig ist.

Die Abhängigkeit der Brucheinschnürung von der Standzeit (Teilbild c) ergibt für jede Prüftemperatur praktisch den gleichen Verlauf wie die Abhängigkeit der Bruchdehnung im Teilbild a), mit der Tendenz, daß bei Standzeiten > 4.104 std die Werte ziemlich temperaturunabhängig zwischen 10-15% liegen.

Als Chargenvergleich ist in den Bildern 26 und 27 für die Prüftemperaturen 550-750 °C die jeweilige Mittelwertkurve für die Bruchdehnung und Brucheinschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit dargestellt. Die Bilder zeigen deutlich einmal die teilweise erheblichen Unterschiede in den Duktilitätskennwerten, sowie die von Charge zu Charge unterschiedliche Anderung in der Standzeitabhängigkeit der Werte bei den verschiedenen Prüftemperaturen. Für die Charge GW206 haben R.Groß, K.Ehrlich /12/ klar den temperatur- und zeitabhängigen Zusammenhang zwischen Werkstoffstruktur und Duktilität dargestellt. Danach werden die Duktilitätskennwerte erniedrigt durch Versetzungsnetzwerke großer Dichte, große Konzentration der Matrixausscheidungen und ansteigende Breite der Korngrenzenausscheidungen. D.h., deren Bildung läuft von Charge zu Charge sehr unterschiedlich ab, wofür der Verlauf der Duktilitätskurven ein guter Indikator ist. Dies erklärt auch, daß zu langen Standzeiten hin sich die Duktilitätskennwerte jeweils auf ein bestimmtes Niveau einpendeln, wenn also das Ausscheidungs- und Bildungspotential erschöpft ist, was allerdings ohne experimentelle Untersuchungen nicht vorhersagbar ist.

Bei 500 °C und 800 °C Prüftemperatur wurden nur die Chargen GW 402 und GW 430 untersucht. Die Duktilitätskennwerte und deren Abhängigkeit von der Standzeit gehen aus Bild 28 hervor, das auch gemeinsam mit dem Bild 25 einen Eindruck von der Streubreite dieser Kenngrößen vermittelt.

4.2.6 Härtemessungen

Ein Teil der Zeitstandproben wurde metallografisch untersucht und im Bereich des Probenkopfes und der Meßlänge die Härte gemessen. Die Härte in den Einspannköpfen der Zeitstandproben gibt die sich überlagernden Einflüsse der Versetzungsstruktur einschließlich der Erholungseffekte, der Korngrenzen- und Matrixausscheidungen, sowie der Verarmung der Matrix an ausscheidungsbildenden Legierungselementen wieder. Im Bild 29 sind Härtewerte vom Probenkopf von Proben aus 4 SNR-Chargen zusammengestellt. Diese Darstellung erlaubt zunächst die Aussage, daß ziemlich unabhängig von Standzeit, Prüftemperatur und Vorbehandlung, sich die Matrixhärte gegenüber dem Ausgangszustand im nur thermisch belasteten Probenkopf nicht gravierend verändert. Bei genauerer Betrachtung, jedoch nur im direkten Vergleich zu den Ergebnissen der TEM-Untersuchungen, lassen sich jedoch auch die Schwankungen im Härteverlauf mit der Standzeit bei den verschiedenen Prüftemperaturen mit der Versetzungsdichte und Minima und Maxima der Matrixausscheidungen korrelieren, wie die entspr. Untersuchungen an der Charge GW206 gezeigt haben /12/.

Härtemessungen in der Meßlänge der Proben zeigen an, wie die relativ weiche Matrix des austenitischen Stahles durch die Probendeformation (Belastungsdehnung und Kriechdehnung) verfestigt wird und inwieweit durch Prüftemperatur und Prüfzeit diese Verfestigung wieder abgebaut wird. Im Bild 30 sind die Härtewerte für 4 Chargen in Abhängigkeit von der Standzeit für die einzelnen Prüftemperaturen als Härteverlaufskurven dargestellt. Klar erkennbar ist, daß bis zu Prüftemperaturen von 650 °C auch nach längeren Standzeiten eine merkliche Matrixverfestigung vorhanden ist. Erst bei höheren Prüftemperaturen und/oder langen Prüfzeiten liegen die Härtwerte im Bereich der Ausgangshärte.

Wenn man als Chargenvergleich jeweils die Härteverlaufskurven bei einer Prüftemperatur betrachtet, stellt man einen erheblichen Unterschied zwischen den Chargen fest. Dieses unterschiedliche Verhalten der Chargen bei den sich überlagernden Verfestigungs- und Entfestigungsvorgängen wird verständlich, wenn man den unterschiedlichen Anteil der Belastungsdehnung (Bild 11) und zeitlichen Anteil der Kriechdehnung, sowie die zeitlich unterschiedliche Karbidbildung, für die ja die Duktilitätskennkurven in den Bildern 26 und 27 ein Hinweis sind, berücksichtigt.

4.2.7 Bruchverhalten

Anhand der metallografischen Untersuchungsergebnisse wurde in /12,14/, sowie in weiteren internen Berichten, für jede der untersuchten SNR-Chargen das Bruchverhalten ausführlich beschrieben. Die Proben der Charge GW206 /12/ wurden zusätzlich mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht. Zusammenfassend läßt sich sagen, daß bei kürzeren Standzeiten und Prüftemperaturen bis ≈ 650 °C die Proben überwiegend transkristallin brechen mit interkristallinen Anrissen in der Bruchzone, die sich teilweise transkristallin verästeln. Die interkristallinen Anrisse treten allerdings erst weit im tertiären Kriechbereich auf, wie Versuche mit Proben ohne Bruch gezeigt haben, die z.B. bei 550 °C bis 26% und bei 600 °C bis 23% ($\epsilon_{Bel} + \epsilon_f$) verformt wurden /14/. Mit zunehmender Standzeit und bei höheren Prüftemperaturen nimmt der Anteil der interkristallinen Anrisse zu und der Bruch erfolgt mehr und mehr interkristallin. Als Beispiel sind im Bild 31 für die Charge GW 206 die Befunde der lichtmikroskopischen und REM-Untersuchungen dargestellt /12/. Der Übergang vom Wabenbruch zum interkristallinen Bruch erfolgt allmählich, d.h., die eingezeichneten Trennlinien sind nicht als schroffe Änderungen des Bruchverhaltens anzusehen. Auch sind geringfügige Verschiebungen von Charge zu Charge zu berücksichtigen, ohne daß die grundsätzliche Aussage darunter leidet.

4.2.8. Extrapolation

Die bisherigen Darlegungen zum Zeitstandfestigkeitsverhalten des Grundwerkstoffes des Stahles 1.4948 haben auch gezeigt, welch enormer experimenteller Aufwand nötig war, um belastbare Werkstoffkennwerte für die Auslegung von langzeitig bei höheren Temperaturen beanspruchter Strukturen zu erhalten. Dabei entsprechen die experimentell abgedeckten Zeiträume $(10^{4}-10^{5}$ std) nur einem Bruchteil der erwarteten Anlagenlebensdauer $(2-3\cdot10^{5}$ std). Es ist verständlich, daß aus technischen und wirtschaftlichen Gründen schon sehr früh Anstrengungen unternommen wurden, durch experimentelle Abkürzungsverfahren oder rechnerisch/grafische Extrapolationsverfahren den Versuchsaufwand zeitlich stark zu begrenzen und auf das Verhalten bei langen Zeiten (>10⁵ std) zu extrapolieren /26/. Technische Rückschläge, sowie kritische Überprüfung von vorgeschlagenen Extrapolationsverfahren anhand experimenteller Datensätze führten zu der Erkenntnis, daß keines der vorgeschlagenen Verfahren sich als allgemein anwendbar erwies und die experimentelle Absicherung durch Langzeitversuche unverzichtbar ist. Die Ursache liegt bei den komplex aufgebauten hochwarmfesten Legierungen in temperatur- und zeitabhängigen strukturellen Änderungen, die nicht vorhersagbar sind und die z.T. zu abrupten Änderungen in der T,t-Abhängigkeit der verschiedenen Kennwerte führen, wie in den vorangegangenen Kapiteln gezeigt wurde.

Bungardt-Schmidt haben in einer Arbeit /27/ verschiedene Extrapolationsverfahren anhand von Datensätzen von 27 Stählen und Ni-Basis-Legierungen überprüft. Dabei wurden nur die Standzeiten < 5000 std für eine Extrapolation auf 10⁴ und 10⁵ std benützt und die Abweichung zu den experimentell ermittelten Standzeiten von > 5000 std bestimmt. Dabei zeigte sich, daß die Verfahren von Larson-Miller /28/ und Sherby-Dorn /29/ noch die kleinsten Abweichungen zu den experimentellen Daten zeigten. Technisch akzeptable Abweichungen lagen aber nur dann vor, wenn die Festwerte in den Parametern anhand aller vorliegenden Daten für jede Legierung optimiert wurden (± 15%), wohingegen die Abweichungen wesentlich größer wurden, wenn mit einem vorgegebenen Festwert oder mit Festwerten, die nur aus den Versuchen bis 5000 std Standzeit vorlagen, gerechnet wurde. Das bedeutet, daß eine allgemeine Anwendbarkeit nicht gegeben ist und eine Anpassung an die jeweilige Legierung vorgenommen werden muß, was einen entsprechenden experimentellen Aufwand erfordert. Bei Verwendung einer neuen, oder modifizierten Legierung ist lediglich eine Abschätzung des Langzeitverhaltens für den Ausleger möglich, sodaß zur experimentellen Absicherung die notwendigen Langzeitexperimente bau- oder betriebsbegleitend durchgeführt werden können: also nicht vorlaufend ein kompletter Datensatz unbedingt vorliegen muß, was ja wirtschaftlich durchaus positiv zu Buche schlägt.

Für eine vergleichende Betrachtung von Zeitstandfestigkeitswerten und Zeit-Dehngrenzenwerten, sowie für eine Abschätzung auf experimentell noch nicht abgedeckte Zeiträume, wird im Folgenden das einfach aufgebaute Verfahren nach Larson-Miller benutzt: $P = T_K (c+\log t)$. Dabei sind Prüftemperatur T und Versuchszeit t mit einer werkstoffabhängigen Größe c als Parameter zusammengefaßt. P in Abhängigkeit von log o aufgetragen, führt zu einer sog. Zeitstand-Hauptkurve (master-curve), die aus sich überlappenden Kurvenstücken der verschiedenen Prüftemperaturen besteht und wie beispielhaft für die Charge GW 206 im Bild 32 und für die Charge GW 430 im Bild 33 dargestellt ist. Eine möglichst nahtlose Überlappung der Kurvenstücke ist abhängig vom c-Wert, der sich anhand vorliegender experimenteller Daten

von mehreren Prüftemperaturen optimieren läßt und im Falle der hier untersuchten SNR-Chargen im Mittel bei 20 liegt, worauf abschließend noch näher eingegangen wird.

Im Bild 32 ist durch alle Standzeitwerte eine Mittelwertkurve gelegt worden, sodaß man die Schwankungsbreite der einzelnen Meßwerte erkennen kann. Im Bild 33 sind jeweils die Meßwerte <u>einer</u> Prüftemperatur durch eine Mittelwertkurve verbunden worden, um die nicht vollständige Überlappung der Kurvenstücke besonders bei dieser Charge zu veranschaulichen.

Eine Zusammenfassung aller Zeitstandfestigkeitskurven der untersuchten 6 SNR-Chargen aus dem Bild 12 ergibt ein Streuband, wie es im oberen Teil vom Bild 34 eingezeichnet ist. In gleicher Weise ergibt sich ein weiteres Streuband, wenn alle Zeit-Dehngrenzenkurven für 1% Kriechdehnung aus den Bildern 15 und 16 zusammengefaßt werden. Berücksichtigt man die bei Versuchsbeginn auftretende Belastungsdehnung ε_0 und die Zeit bis 1% Gesamtdehnung, so ergibt sich das bei maximal 130 MPa verlaufende Streuband, das erst bei $P \ge 21$ mit dem Streuband für 1% Kriechdehnung praktisch identisch ist. Die maximale Spannung für 1% Gesamtdehnung ist durch die Lage der Warmstreckgrenze gegeben, wie im Kapitel 4.1 dargelegt wurde. Mit Hilfe des angegebenen Auflösungsnetzes lassen sich nun die Minimal- und Maximalwerte für Zeitstandfestigkeit und 1% Zeit-Dehngrenze für Zeiten abschätzen, die experimentell noch nicht oder praktisch nicht abzudecken sind. In der Tabelle 5, Abschnitt b sind für 104 std, 105 und $3 \cdot 10^5$ std ($\stackrel{\frown}{=} \sim 1.35$ Jahre) die Spannungsbereiche für den SNR-relevanten Temperaturbereich von 500-700 °C zusammengestellt.

Ein Vergleich von aus der Larson-Miller-Darstellung entnommenen Daten mit experimentell ermittelten Daten, sowie eine Extrapolation auf $3 \cdot 10^5$ std soll anhand der Charge GW 206 vorgenommen werden. In der Tabelle 5a sind für 10³ und 10⁴ std die Zeitstandfestigkeits- und 1% Zeit-Dehngrenzenwerte in der jeweils ersten Spalte aufgeführt, wie sie aus dem experimentellen Kurvenverlauf der Bilder 12,15,16 entnommen wurden. Daneben sind die aus der L+M-Darstellung abgegriffenen Werte aus Bild 32 angegeben. In zahlreichen Fällen sind die Werte deckungsgleich. Wenn Abweichungen auftreten, betragen sie max. 10 MPa und liegen unter den experimentellen Werten, sind also konservativ. In den beiden letzten Spalten sind die extrapolierten Werte für 10⁵ std und teilweise für 3·10⁵ std aufgeführt. Eine derartige Extrapolation ist noch als vertretbar anzusehen, dasie um weniger als 1 Zehnerpotenz in der Zeit über den experimentell erfaßten Bereich hinausgeht und innerhalb des experimentellen Temperaturbereiches liegt.

Die sehr gute Übereinstimmung zwischen experimentellen und extrapolierten Daten bei der Charge GW 206 beruht darauf, daß bei allen Prüftemperaturen der Standzeitbereich bis $\geq 10^4$ std abgedeckt ist, und bei 550 °C z.Zt. bis 1,1·10⁵ std durch noch lfd. Versuche. Entsprechende frühere Extrapolationen, als der Datensatz noch nicht so umfangreich war, ergaben z.T. wesentlich stärkere Abweichungen.

Es wurde schon erwähnt, daß sich die Abweichungen bei den verschiedenen Extrapolationsverfahren verringern lassen, wenn Festwerte in den Parametern anhand experimenteller Daten optimiert werden, also legierungsspezifisch angepaßt werden. Im Falle des L+M-Parameters heißt das, daß durch Anpassung von C in der Zeitstand-Hauptkurve durch Parallelverschiebung der Kurvenstücke jeder Prüftemperatur eine optimale Überlappung erfolgt. Dies ist jedoch nicht der Fall, wie im Folgenden für 5 der untersuchten SNR-Chargen gezeigt wird. In den Schaubildern 35-39 sind die experimentell ermittelten Zeitstandfestigkeitskurven dargestellt. In einem bestimmten Spannungsbereich wurde nun von einer höheren Prüftemperatur auf die nächst niedrigere Prüftemperatur ($\Delta T = 50$ °C)nach dem Larson-Miller-Ansatz gerechnet. Und zwar mit den C-Werten 15-18-20, sodaß sich drei extrapolierte Kurvenstücke ergeben, die nun direkt vergleichbar sind mit dem experimentellen Kurvenstück für $t_m \ge 10^3$ std. Bemerkenswert ist, daß sich nur in den seltensten Fällen eine parallele Deckung des experimentellen Kurvenstückes mit einer der extrapolierten Kurven ergibt, d.h., der C-Wert ist auch noch zeit- und temperaturabhängig.

Die Zeitabhängigkeit erkennt man deutlich bei der Charge GW 206 (Bild 35), wo die Kurven von 600 °C und 650 °C alle drei gerechneten Kurven mit C = 15-20 durchlaufen. Auch bei der Charge GW 430 (Bild 38) ist das bei der 500 °C- und 650 °C-Kurve der Fall.

Die Temperaturabhängigkeit erkennt man deutlich bei den Chargen GW 206, GW 326 und GW 430 (Bilder 35, 36, 38). Bei der Charge GW 206 liegt die 550 °C-Kurve und bei GW 326 und GW 430 jeweils die 600 °C Kurve deutlich oberhalb der mit C = 20 gerechneten Kurve. Bei der Charge GW 402 (Bild 37) liegt die 700 °C-Kurve unterhalb der mit C = 15 gerechneten Kurve. Diese Zeit- und Temperaturabhängigkeit von C führte bei der Charge GW 430 zu der unvollkommenen Überlappung, wie im Bild 33 gezeigt wurde.

Die Ursache für diese aufgezeigte Zeit- und Temperaturabhängigkeit des C-Wertes liegt in den strukturellen Änderungen, die in diesem Temperaturbereich zeit- und temperaturabhängig ablaufen, wie die Untersuchungen an der Charge GW 206 klar ausweisen /12/, und von Charge zu Charge unterschiedlich sind, aufgrund geringer Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung und des vorliegenden Gefügezustandes.

Im Bild 40 ist am Beispiel der Charge GW 430 nochmals demonstriert, welche Unterschiede in den extrapolierten Zeitstandfestigkeitswerten auftreten, wenn mit einem mittleren C-Wert als Kompromiß von einer höheren Temperatur auf eine niedrigere Temperatur, oder umgekehrt, gerechnet wird.

Die Ausführungen zur Werkstoff-, Zeit- und Temperaturabhängigkeit des C-Wertes gelten für alle derartigen Festwerte oder sog. "Konstanten" auch in anderen Extrapolationsverfahren, wenn sie bei thermodynamisch nicht stabilen Legierungen angewendet werden.

4.2.9. Vergleich SNR- und VDEH-Chargen

Wie schon einleitend erwähnt, werden von der "Arbeitsgemeinschaft Warmfeste Stähle" im VDEH im Auftrag des KfK/PSB Zeitstandversuche an mehreren handelsüblichen Schmelzen des Stahles 1.4948 durchgeführt, um insbesondere den Standzeitbereich 10⁴-10⁵ std experimentell abzudecken. Acht Chargen verschiedener Hersteller in verschiedenen Abmessungen, deren chem. Zusammensetzung auch weitgehend der SNR-Spezifikation entsprechen (Tabelle 2), wurden im Temperaturbereich 500-800 °C als Grundwerkstoff und Schweißverbindung mit gekerbten und ungekerbten Proben untersucht. Im Vergleich zu den Versuchen an SNR-Chargen, werden zunächst nur die Versuche an ungekerbten Grundwerkstoffproben betrachtet. Bei den VDEH-Versuchen handelt es sich um nichtinstrumentierte Versuche, d.h., es erfolgt keine kontinuierliche Dehnungsmessung, sodaß zunächst nur die Standzeitwerte und Bruchdehnungs- und -einschnürungswerte vorliegen. Z.T. wurden die Proben durch Zwischenausbau vermessen, sodaß teilweise Angaben zu Zeit-Dehngrenzen durch Interpolation gewonnen werden, die allerdings die Belastungssdehnung mit einschließen.

Der bisherige Stand des Versuchsprogrammes geht aus Bild 41 hervor, das die Zeitstandfestigkeitskurven der untersuchten Chargen enthält und im Temperaturbereich 500-800 °C max. Standzeiten von rd. 10⁵ std (\approx 11,5 Jahre) umfaßt. Faßt man diese Zeitstandfestigkeitskurven in der Larson-Miller-Darstellung (Bild 42) zusammen, so ergibt sich ein Streuband, das das Streuband der SNR-Chargen einhüllt. Die etwas enger gefaßte SNR-Spezifikation führt also auch zu einer geringeren Streubreite der Zeitstandfestigkeitswerte, was insbesondere im Hinblick auf die Minimalwerte von Bedeutung ist.

In den Bildern 43 und 44 sind, nach Prüftemperaturen getrennt, die Werte für Bruchdehnung und -einschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit eingezeichnet. Für die SNR-Chargen ist bei 10², 10³ und 10⁴ std Standzeit die Streubreite der Werte angegeben, wie sie aus den Bildern 26 und 27 entnommen wurde.

4.3 Beeinflussung des Zeitstandverhaltens

4.3.1. Einfluß der Probenform und Prüfatmosphäre

Die Durchführung von Zeitstandversuchen im Rahmen von Programmen mit unterschiedlicher Zielsetzung, die Beteiligung verschiedener Laboratorien, sowie der Einsatz verschiedener Prüfanlagen brachten es mit sich, daß z.T. auch sehr unterschiedliche Probenformen mit unterschiedlichem Meßlängenverhältnis (do/Lo) verwendet wurden (Bild 5). Am Beispiel der Charge GW 206 wird zunächst gezeigt, wie die Werte verschiedener Probenformen und verschiedener Laboratorien bei gleichem Versuchsmaterial übereinstimmen. Im Bild 45a sind die Standzeitwerte für 550 °C und 600 °C Prüftemperatur von 5 Probenformen und 5 Laboratorien aufgetragen und man kann erkennen, daß sich alle Werte im Rahmen einer normalen Meßwertstreuung um eine Mittelwertkurve gruppieren. Auch die Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit (Teilbild b) zeigen keinen Einfluß der Probenform oder gar der Prüfstelle. Im Teilbild C sind beispielhaft die Bruchdehnungswerte für 550 °C Prüftemperatur dargestellt. Obwohl das Meßlängenverhältnis von 2,4 x do bis 6 x do sehr unterschiedlich ist, liegen die Bruchdehnungswerte doch in einem engen Streuband, wenn man die Bandbreite dieser Kenngröße berücksichtigt, wie sie in den Bildern 26 und 43 aufgezeigt wurde.

Im Bild 46 wird anhand des Datensatzes der Charge GW 402 gezeigt und bestätigt, daß die 3 angegebenen Probenformen (\oslash 3 bis \oslash 8 mm) mit extrem unterschiedlichem Meßlängenverhältnis von 5 x do bis 13 x do bei der Vergleichbarkeit von Zeitstandfestigkeits- und Kriechdaten keine Rolle spielen und die Bruchdehnungswerte innerhalb der Streubreite auch einer Probenform liegen. In diesem Schaubild ist auch noch unterschieden, ob die Versuche in Normalatmosphäre oder in Vakuum-Anlagen gefahren wurden, wobei ebenfalls kein Unterschied erkennbar ist. Zur Bestätigung sind im Bild 47 für die Charge GW 430 die Standzeitwerte von 500-800 °C Prüftemperatur wiedergegeben, wobei unabhängig von der Probenform nur nach der Prüfatmosphäre unterschieden wurde. Obwohl bei Versuchen in Normalatmosphäre bei \geq 700 °C und längeren Versuchszeiten eine deutliche Oxidation auftritt, werden die Zeitstandfestigkeitskennwerte nicht bemerkenswert beeinflußt.

4.3.2 Einfluß der Probenlage

Austenitische Stähle des vorliegenden Typs weisen nach dem Lösungsglühen keine ausgeprägte Textur auf, sodaß bei einsinniger statischer Beanspruchung keine wesentlichen Unterschiede in den mechanischen Kennwerten von Proben auftreten sollten, die dem Ausgangsmaterial aus unterschiedlicher Position entnommen wurden.

Während generell die Proben der hier behandelten Chargen und Versuche dem Ausgangsmaterial längs zur Walzrichtung entnommen wurden, wurden von der Charge D 21547 sowohl Längs- als auch Querproben bei 550 °C und 700 °C im Zeitstandversuch geprüft. Aus den Bildern 48 und 49 geht hervor, daß weder die Standzeitwerte, noch die Zeit-Dehngrenzenwerte (hier 1%), noch die minimale Kriechgeschwindigkeit einen Einfluß der Probenlage zeigen. Auch die Duktilitätskennwerte Bruchdehnung und Brucheinschnürung (Bild 50) sind unabhängig von der Probenlage. Voraussetzung ist allerdings eine einwandfreie Lösungsglühbehandlung auch unter Betriebsbedingungen, worauf im folgenden Kapitel eingegangen wird.

4.3.3 Einfluß der Lösungsglühtemperatur

Untersuchungen zum Einfluß der Lösungsglühbehandlung auf die Gefügeausbildung und verschiedene mechanische Eigenschaften wurden an der Charge GW 402 durchgeführt. Genauere metallografische Untersuchungen ergaben, daß das lösungsgeglühte (1020 °C/W) Material im Anlieferzustand perlschnurartige Ausscheidungsketten aufweist, die ein Abbild der Korngrenzen vor der Lösungsglühbehandlung waren (Bild 51a + b). Ein Hinweis, daß die vom Hersteller unter Betriebsbedingungen durchgeführte Lösungsglühbehandlung nicht zur vollständigen Auflösung der ursprünglichen Korngrenzenkarbide geführt hat. Die Zugversuche am Ausgangsmaterial ergaben bis 600 °C Prüftemperatur deutlich höhere Zugfestigkeitswerte (Bild 8). Die Zeitstandfestigkeitswerte liegen ungefähr in der Mitte des Streubandes der hier untersuchten SNR-Chargen (Bild 12), während die Zeit-Dehngrenzen und die min. Kriechgeschwindigkeit in der Regel die untere Begrenzung des SNR-Streubandes bilden (Bilder 15, 16, 20).

Lösungsglühbehandlungen bei 1020 °C30'/W, 1050 °C30'/W und 1080 °C30'/W führten zu einer vollständigen Auflösung der perlschnurartigen Karbide. Bei 1080 °C Lösungsglühtemperatur tritt allerdings teilweise eine merkliche Kornvergröberung auf (Bilder 51c+d). Im Anlieferzustand liegt die Härte der Charge GW 402 zwischen 140-160 (HV30) und somit im oberen Bereich im Vergleich mit anderen SNR-Chargen. Lösungsglühbehandlungen zwischen 1020 °C und 1080 °C bewirken eine deutliche Erniedrigung der Matrixhärte auf Werte zwischen 117-126 (HV30), wie aus dem Bild 52a hervorgeht. Daß die erhöhte Härte im Anlieferzustand gefügebedingt ist und nicht von einer Verfestigung im Fertigungsprozeß herrührt, zeigen die Härtewerte nach Glühbehandlungen bei 600-700 °C bis zu 104 std, die sich im Bereich 153-158 (HV30) einordnen (Bild 52b).

Die Ergebnisse von Zugversuchen im Temperaturbereich RT bis 850 °C des Anlieferzustandes wurden im Kapitel 4.1.2. beschrieben, und zeigen, daß die Zugfestigkeit der Charge GW 402 deutlich über dem bekannten Streuband der SNR-Chargen liegt und die Streckgrenze im oberen Bereich des Streubandes (Bild 8).

Nach den Lösungsglühbehandlungen 1020 °C30'/W und 1050 °C30'/W wurden Zugversuche bei 300 °C, 500 °C und 700 °C durchgeführt. Die Ergebnisse sind im Bild 9 den Werten des Anlieferzustandes gegenübergestellt. Man erkennt, daß durch die lsg-Behandlung Zugfestigkeit und Streckgrenze erniedrigt werden, ohne daß die Duktilitätskennwerte Ag, A, Z nennenswert beeinflußt werden. Zugfestigkeit und Streckgrenze liegen nun auch voll im IA-VDEH-Streuband.

Im Bild 53 sind die Ergebnisse der Zeitstandversuche mit den bei 1020 °C, 1050 °C und 1080 °C erneut lösungsgeglühten Proben im Vergleich zu den Mittelwertkurven des Anlieferzustandes aus Bild 12 dargestellt. Erkennbar ist, daß bei Standzeiten > 10³ std mit Proben, die bei 1020 °C und 1050 °C lösungsgeglüht wurden, etwas längere Standzeiten erreicht werden. Analog dazu werden auch jeweils etwas niedrigere Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit gemessen (Bild 54).

Wesentlich stärker ausgeprägt ist der Einfluß der Lösungsglühtemperatur auf die Zeit-Dehngrenzen bei 550 °C Prüftemperatur. Im Bild 55 sind die an den lösungsgeglühten Proben ermittelten Werte für 0,2% und 1% Kriechdehnung den entsprechenden Kurven des Anlieferzustandes gegenübergestellt. Diese starken Unterschiede in den Zeit-Dehngrenzenwerten ergeben sich aus dem wesentlich flacheren Verlauf der Kriechkurven der erneut lösungsgeglühten Proben.

Bei höheren Prüftemperaturen (600-750 °C) sind die Unterschiede der Zeit-Dehngrenzenwerte - Anlieferzustand gegenüber lsg-Zustand - soweit dies die Einzelversuche zeigen, nicht mehr nennenswert (Bild 56).

Eine Gegenüberstellung der Duktilitätskennwerte in den Bildern 57a+b zeigt, daß die Verbesserung des Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhaltens bei 550 °C mit einer geringfügigen Abnahme der Bruchdehnungswerte und einer stärkeren Abnahme der Brucheinschnürungswerte verbunden ist. Allerdings liegen die gemessenen Duktilitätswerte nach der lsg-Behandlung genau in dem Bereich der Charge GW 206, die andererseits wiederum ein ungünstigeres Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten aufweist als die Charge GW 402. Die Verbesserung des Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhaltens nach den Lösungsglühbehandlungen kann, wie die TEM-Untersuchungen gezeigt haben, mit dem Auftreten und Wachsen der regelmäßig geformten M23 C6-Ausscheidungen, die sowohl das Korngrenzengleiten als auch die Korndeformation behindern, erklärt werden /12,16/

Weitere Untersuchungen zum Low-cycle-fatique-Verhalten und zum Kerbschlagzähigkeitsverhalten zeigten ebenfalls eine Verbesserung durch die erneute Lösungsglühbehandlung /30/. Daß schon die bei 1020 °C30'/W durchgeführte Lösungsglühbehandlung eine Verbesserung der mechanischen Kennwerte bewirkt, zeigt an, daß die unter Betriebsbedingungen erfolgte Lösungsglühbehandlung bei 1020 °C nicht ausreichend lange genug erfolgte, zumal die Veränderungen bei einer Erhöhung auf 1050 °C30'/W nicht mehr nennenswert sind.

4.3.4. Einfluß der Auslagerungstemperatur

Bei der Beschreibung des Zeitstandverhaltens wurde darauf hingewiesen, daß dieser Stahltyp ein gewisses Ausscheidungspotential besitzt und es im Laufe der Zeitstandbeanspruchung zu $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen an den Korngrenzen und in der Matrix kommt. Daraus ergeben sich, von Charge zu Charge unterschiedlich, deutlich erkennbare Änderungen in der Abhängigkeit der mechanischen Kennwerte von der Beanspruchungszeit und Prüftemperatur. Dies führte zu der Fragestellung, wie sich das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten ändert, wenn zunächst durch Auslagerungsbehandlungen das Ausscheidungspotential ausgeschöpft wird und der Werkstoff anschließend im Zeitstandversuch geprüft wird.

Zunächst sei nochmals auf die im vorangegangenen Kapitel erwähnten Wärmebehandlungsversuche an der Charge GW 402 hingewiesen. Im nicht vollständig lösungsgeglühten Anlieferzustand wurden durch metallografische und elektronenmikroskopische Untersuchungen (TEM) Korngrenzenkarbide und amorphe Ausscheidungen bzw. Keimstellen beobachtet. Auslagerungsglühungen zwischen 500 °C - 700 °C und Glühzeiten bis 10³ std , bzw. entsprechende Zeitstandbeanspruchung, führten hauptsächlich zu unregelmäßig geformten Ausscheidungen und nur vereinzelt in Rhomben- oder Lanzenform /31/. Wurde dagegen ordnungsgemäß bei 1020 °C bzw. 1050 °C30'/W lösungsgeglüht, so führten die Auslagerungsbehandlungen zu regelmäßig geformten $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen, die, je nach Anschnitt, als Rhomben, Stäbchen, Nadeln und Dreiecke erkennbar sind und auf das Oktaeder als Grundform zurückgeführt werden können, wie sie Fr.Groß in /12/ ausführlich beschrieben hat. Damit verbunden war im Falle der Charge GW 402 auch eine deutliche Verbesserung des Kriechverhaltens. Die Matrixhärte bleibt bei Auslagerungstemperaturen von 500-600 °C praktisch unverändert, bei 700 °C bis 10^3 st
d steigt sie geringfügig an (Bild 52b).

Der Einfluß vorlaufender Auslagerungsbehandlungen auf das Zeitstandverhalten wurde an der Charge D21547 untersucht. Als Vergleich zu lösungsgeglühten Proben wurden drei Auslagerungszustände geprüft:

lsg + 700 °C 100 std/Luft
lsg + 700 °C 1000 std/Luft
lsg + 750 °C 500 std/Luft

In bezug auf Härte und Korngröße führten diese Auslagerungsbehandlungen zu keiner Veränderung gegenüber dem Anlieferzustand (= lsg). Sowohl die metallografischen Untersuchungen und insbesondere halbquantitative Auswertungen mittels TEM ergaben, daß die Ausscheidungskonzentration beim Zustand 2 am höchsten und beim Zustand 3 am niedrigsten ist. Die Ausscheidungsgröße dagegen ist erwartungsgemäß beim Zustand 3 am größten, gefolgt vom Zustand 2 und 1. In der Flächenbelegung dominiert wiederum der Zustand 2, während die Zustände 1 und 3 in etwa gleich sind /32/ (Bilder 58 und 59).

Zeitstandversuche der drei ausgelagerten Zustände wurden bei 550 °C und 700 °C durchgeführt und mit den Ergebnissen des lösungsgeglühten Zustandes (=Anlieferung) verglichen. Im Bild 60 sind die Zeitstandfestigkeitskurven einander gegenübergestellt. Bei 550 °C Prüftemperatur liegen die Zeitstandfestigkeitswerte der ausgelagerten Proben bis $\approx 10^2$ std Standzeit knapp unter den Werten des lsg-Zustandes. Im Standzeitbereich 10² bis 10⁴ std liegen die bei 700 °C 100 std bzw. 1000 std geglühten Proben etwas über und die bei 750 °C 500 std geglühten Proben weiterhin knapp unter der lsg-Kurve. Bei 700 °C Prüftemperatur liegen nur die Standzeitwerte der bei 700 °C - 1000 std geglühten Proben deutlich über der lsg-Kurve, um die herum sich die Werte der Zustände 1 und 3 gruppieren. Die Zusammenfassung der beiden Prüftemperaturen und Darstellung im Larson-Miller-Parameter im Bild 61 ergibt trotz der relativ geringen Unterschiede einen separaten, etwas höher liegenden, Kurvenzug für den Zustand 2 (700 °C - 1000 std).

Deutlicher werden die Unterschied zwischen den einzelnen Zuständen, wenn man die 1%-Zeit-Dehngrenzenkurven miteinander vergleicht (Bild 62). Bei 550 °C Prüftemperatur entsprechen die Zeit-Dehngrenzenkurven der bei 700 °C ausgelagerten Proben der lsg-Kurve (bei > 10² std), während die Werte der bei 750 °C geglühten Proben deutlich niedriger liegen. Bei 700 °C Prüftemperatur ist besonders klar der positive Einfluß der 1000 std-Glühung erkennbar. Analog den Zeitstandfestigkeits- und 1%-Zeit-Dehngrenzenwerten zeigt auch die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit nur für den Zustand 2 (700 °C 1000 std) bei 700 °C Prüftemperatur ein deutlich günstigeres Verhalten. Die Werte der Zustände 1 und 3 entsprechen dem lsg-Zustand und bei 550 °C Prüftemperatur gleichen sich die Werte aller ausgelagerten Proben dem lsg-Zustand an (Bild 63).

Die Bilder 64 und 65 enthalten die Duktilitätskennwerte in Abhängigkeit von der Standzeit. Bei 550 °C Prüftemperatur (Bild 64) nimmt die Bruchdehnung und Brucheinschnürung der nur lösungsgeglühten Proben mit zunehmender Standzeit ab und pendelt sich um Werte zwischen 10 und 20% bei 104 std Standzeit ein. Dagegen weisen die Proben aller drei Auslagerungszustände zunehmende Bruchdehnungswerte (35 bis 55%) und leicht zunehmende Brucheinschnürungswerte (56-70%) im untersuchten Standzeitbereich bis ≤ 104 std auf. Bei 700 °C Prüftemperatur (Bild 65) ergibt sich qualitativ eine ähnliche Abhängigkeit, jedoch liegen die Duktilitätskennwerte der ausgelagerten Zustände 1 und 3 über den Werten des lsg-Zustandes. Die bei 700 °C - 1000 std ausgelagerten Proben des Zustandes 2 haben vergleichbare oder leicht erniedrigte Duktilitätskennwerte im Vergleich zum lsg-Zustand. D.h., soweit die Auslagerungsbehandlung zur Verbesserung des Zeitstandfestigkeitsund Kriechverhaltens führt, erfolgt keine oder nur eine geringfügige Abnahme der Duktilität.

4.3.5. Einfluß der Kaltverformung bzw. Warmverformung

Durch Vorverformung das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten der austenitischen Stähle zu verbessern, ist eine von vielen Möglichkeiten und wird teilweise gezielt eingesetzt (z.B. BE-Hüllrohre), um u.a. die relativ niedrige Warmstreckgrenze deutlich anzuheben. Die Verbesserung des Kriechverhaltens beruht auf der Wechselwirkung von Versetzungen und Ausscheidungen, die zu einer verhältnismäßig beständigen Substruktur führt. Systematische Untersuchungen an mehreren austenitischen Stählen ergaben eine Abhängigkeit des optimalen Verformungsgrades von der Beanspruchungsdauer /33/. Während für Kurzzeitbeanspruchung (< 10² std) der optimale Verformungsgrad im Bereich 20-40% liegt, nimmt er zu längeren Beanspruchungszeiten hin asymptotisch ab und liegt für Zeiten $\geq 10^4$ std im Bereich von 10-15%.

Der Einfluß einer 12%-igen Kaltverformung auf das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten wurde an der Charge D21547 untersucht. Die Verformung wurde durch Recken der fertigen Proben auf einer Zugprüfmaschine aufgebracht, sodaß anschließend die Proben in der Abmessung \oslash 4,7 x 28 mm vorlagen. In einer weiteren Versuchsserie an den beiden Chargen D21547 und GW 402, wurde der Einfluß einer Vorverformung bei Prüftemperatur untersucht, was im Folgenden nicht ganz korrekt als Warmverformung bezeichnet wird. Zwar erfolgte die Vorverformung bei höherer Temperatur, aber unterhalb der Rekristallisationstemperatur. Zu diesem Zweck wurde die Zeitstandprobe auf die jeweilige Prüftemperatur aufgeheizt, um 12% gereckt und direkt anschließend, unter Berücksichtigung des neuen do/Lo-Verhältnisses, als Zeitstandversuch weitergefahren.

Im Bild 66a sind die Standzeiten der vorverformten Proben der Charge D21547 für 550 °C und 700 °C Prüftemperatur im Vergleich zu den Werten des lösungsgeglühten Zustandes in Abhängigkeit von der Standzeit aufgetragen. Man erkennt deutlich die Verbesserung der Zeitstandfestigkeit, die auch bei 700 °C bis 104 std Standzeit voll erhalten bleibt. Ein wesentlicher Unterschied zwischen kalt- bzw. warmverformten Proben besteht nicht, wenn auch unverkennbar ist, daß bei 550 °C die warmverformten Proben etwas längere Standzeiten aufweisen.

Die von der Charge GW 402 (Teilbild b) bei 550 °C,600 °C und 700 °C verformten und geprüften Proben zeigen in gleicher Weise die Erhöhung der Zeitstandfestigkeit. Im Bild 67 ist in der Larson-Miller-Darstellung nochmals als Vergleich die verbessernde Wirkung der Vorverformung veranschaulicht. Die leichte, positive Abknickung ab P = 20,5 für die bei 700 °C geprüften und verformten Proben zeigt die verstärkte, stabilisierende Wechselwirkung von Versetzungen und Ausscheidungen. Die relative Verbesserung der Zeitstandfestigkeit liegt aber absolut noch in dem Festigkeitsstreuband, das durch den Chargeneinfluß gegeben ist, wenn man Bild 34 als Vergleich heranzieht.

Stärker ausgeprägt ist der Unterschied zwischen lösungsgeglühtem und verformtem Material, wenn man die Zeit-Dehngrenzenwerte betrachtet, die für 0,5% bis 2% in den Bildern 68 und 69 für beide Chargen dargestellt sind. Daß insbesondere bei 550 °C bzw. > 300 MPa Prüfspannung der Unterschied zwischen lösungsgeglühten und vorverformten Proben nicht sehr groß ist, wird aus Bild 11 verständlich, aus dem hervorgeht, daß die Belastungsdehnung beim lösungsgeglühten Material im Prüfspannungsbereich \geq 300 MPa ebenfalls im Bereich \geq 10% liegt, und somit diese Proben de facto den bei Prüftemperatur vorverformten Proben entsprechen.

Die Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{pmin}$ sind im Bild 70 in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung aufgetragen. Auch diese Kenngröße zeigt in starkem Maße den Einfluß der Vorverformung. Einmal ist die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit bei den kv/wv-Proben wesentlich höher, was sich in den angegebenen Werten für den Spannungsexponenten n ausdrückt; desweiteren liegen auch die absoluten Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit der vorverformten Proben erheblich unter denen des lösungsgeglühten Zustandes.

Die Duktilitätskennwerte Bruchdehnung und Brucheinschnürung zeigen aber nun auch, daß die Verbesserung des Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhaltens durch eine merkliche frühzeitige Minderung der Duktilität erkauft wird. Die Tendenz bei diesem Stahl ist, wie im Kapitel 4.2.5. ausgeführt wurde, daß zu langen Beanspruchungszeiten hin die Duktilitätskennwerte im Bereich 10-15% liegen. Die ursächlich dafür verantwortlichen strukturellen Änderungen werden durch die Vorverformung auch zeitlich vorverlegt, sodaß die im Bild 71 dargestellte Abhängigkeit der Bruchdehnungs- und -einschnürungswerte von der Standzeit im Vergleich zum lösungsgeglühten Material verständlich ist.

Härtemessungen in der Meßlänge, am Beispiel der 12% kaltverformten Proben der Charge D21547, (Bild 72) lassen in erster Näherung den Schluß zu, daß die Deformationsverfestigung plus Entfestigung durch Prüftemperatur und -zeit bei den lsg-Proben weitgehend der Entfestigung durch die Prüfbedingungen bei den k.v.-Proben entsprach.

Der Einfluß von strömendem Natrium, sowie der Einfluß von SNR-relevanter Bestrahlung auf das Zeitstandverhalten ist Gegenstand separater Versuchsprogramme. Hierzu sei auf die Literaturstellen /34-38/ verwiesen.
4.4. Zeitstandverhalten von Schweißverbindungen

Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des SNR-Strukturwerkstoffes 1.4948 wurde an 2 verschiedenen Schweißnahtkombinationen untersucht /11/, insbesondere vor dem Hintergrund, daß nach dem VDTÜV-Werkstoffblatt 313/2-82 bei Schweißverbindungen im Anlagenbau bei diesem Werkstoff ein Schweißnahtermüdungsfaktor in bezug auf die Zeitstandfestigkeit anzusetzen ist.

Material der Charge GW206 wurde mit artgleichen Schweißelektroden als X-Naht verschweißt (Bild 73), wohingegen die Schweißverbindung des Materials der Charge GW430 mit einer Mo-haltigen 16-8-2-Elektrode als U-Naht ausgeführt wurde (Bild 74). In beiden Bildern sind maßstabsgerecht die verwendeten Probenformen eingezeichnet (do x Lo), sodaß man den unterschiedlichen Anteil der Schweiße an der Meßlänge erkennen kann. Die Gefügebilder zeigen, daß bei der X-Naht eine wesentlich breitere, wärmebeeinflußte Zone mit Grobkornbildung (Bild 73e, ≈ 0.7 mm) auftritt als bei der U-Naht (Bild 74, 4 und 5, $\approx 0.1 - 0.15$ mm). An beiden Schweißverbindungen wurde der Härteverlauf horizontal und vertikal gemessen (Bilder 75 und 76). Bei beiden Kombinationen ist die Härte in der Schweiße, und besonders in der Schweißnahtmitte, wesentlich höher als im Grundmaterial. Dies drückt sich auch aus in den Ergebnissen der Zugversuche, die im Bild 7b für die Charge GW206 dargestellt sind. Die Zugfestigkeitswerte (Rm) liegen bis 550 °C und die Streckgrenzenwerte R_{p0.2} liegen bis 800 °C Prüftemperatur deutlich über den Werten des Grundwerkstoffes. Dadurch wiederum ist der Wert für die Belastungsdehnung zu Beginn des Zeitstandversuches kleiner (Bild 11), wobei der unterschiedliche Anteil der Schweiße an der Meßlänge deutlich zum Ausdruck kommt . So sind die Belastungsdehnwerte der geschweißten Ø 8 x 50 mm-Proben kleiner als die der ungeschweißten Grundwerkstoffproben, jedoch aufgrund des größeren Grundwerkstoffanteiles größer als die der Proben mit der zylindrischen Meßlänge von 20 mm oder der LCF-Probe mit 21 mm Meßlänge in Stundenglas-Form.

Im Bild 77 sind Ergebnisse der artgleichen Schweißverbindung der Charge GW 206 dargestellt. Verglichen werden jeweils die Standzeitwerte des Grundwerkstoffes und der Schweißverbindung, sowie die 1% Zeit-Dehngrenzen. Bei 550 °C Prüftemperatur liegt die Zeitstandfestigkeit der geschweißten Proben durchweg 10 MPa unter der des Grundwerkstoffes, während bei 600 °C und 650 °C kein Unterschied zwischen geschweißten und ungeschweißten Proben erkennbar ist. Dagegen liegen die Werte der geschweißten Proben für die 1%-Zeit-Dehngrenzen 15-30 MPa über denen des Grundwerkstoffes, oder anders ausgedrückt, die geschweißte Probe erreicht erst 1% Dehnung nach einer bis zu 5-fach längeren Standzeit.

Die Versuche mit Proben der Schweißnahtkombination der Charge GW430 (Bild 78) ergaben bisher bei 500 °C und 650 °C praktisch gleiche Zeitstandwerte für geschweißte und ungeschweißte Proben. Dagegen bei 550 °C und 600 °C zunächst um 20 MPa niedrigere Werte für die geschweißten Proben. Zwar deutet sich bei 550 °C Prüftemperatur durch die beiden Werte mit 210 MPa Prüfspannung ein Zusammengehen der Zeitstandfestigkeitskurven an, eine bessere Aussage ist aber erst nach Beendigung der noch lfd. Langzeitversuche möglich. Auch bei dieser Schweißnahtkombination ergeben sich für die 1% Zeit-Dehngrenzen wesentlich bessere Werte als beim Grundwerkstoff. Erst bei der relativ hohen Prüftemperatur von 700 °C zeigen die geschweißten Proben im Standzeitbereich $\geq 10^4$ std einen stärkeren Abfall der beiden Kenngrößen gegenüber dem Grundwerkstoff. Die niedrigeren Zeitstandfestigkeitswerte der geschweißten Proben sollten allerdings auch im Vergleich zum gesamten Streuband dieses Stahltyps gesehen werden. Im Bild 79 wird in der Larson-Miller-Darstellung das Streuband der SNR-Chargen und der VDEH-Chargen aus Bild 42 übernommen und mit den Standzeitwerten der beiden Schweißnahtkombinationen verglichen. Die Werte der Charge GW 430 liegen bis P = 23 innerhalb des SNR-Grundwerkstoffstreubandes. Die Werte der Charge GW430 liegen bis P = 23innerhalb des SNR-Grundwerkstoffstreubandes. Die Werte der Charge GW206 liegen teilweise zwar knapp unterhalb des SNR-Streubandes, jedoch noch innerhalb des VDEH-Streubandes. Der einzelne, außerhalb liegende Standzeitwert (60 MPa, 650 °C) ist auch aufgrund seiner übrigen Kennwerte als Ausreißer anzusehen.

Von besonderem Interesse dürfte das Bruchverhalten sein, d.h., in welchem Teil der Probe der Bruch erfolgt. Für die artgleiche Schweißverbindung bei der Charge GW206 ist dies im Bild 80 halbschematisch dargestellt. Bei 550 °C Prüftemperatur brachen alle Proben bis rd. 30 000 std Standzeit in der Schweißzone. Bei 600 °C erfolgte ab 10³ std Standzeit der Bruch im Grundwerkstoff, in der Regel mit einer zweiten Einschnürung. Bei 650 °C brachen im abgedeckten Standzeitbereich von rd. 400 bis 13 000 std alle Proben im Grundwerkstoff.

In guter guter Übereinstimmung dazu stehen die Befunde von den Proben aus der Schweißnahtkombination der Charge GW430 (Bild 81), die aufgrund der größeren Probenzahl die zuvor gemachte Aussage erhärten: Bei 500 °C und 550 °C bis < 23 000 std Bruch in der Schweißzone und bei >23 000 Bruch im Grundwerkstoff; bei 600 °C und > 10³ std Wechsel der Bruchlage von der Schweiße zum Grundwerkstoff. Bei 650 °C und 700 °C erfolgt dieser Wechsel bei jeweils kürzeren Standzeiten. Bei 700 °C und Standzeiten \geq 5000 std erfolgt der Bruch wiederum in der Schweißzone. Ob die im Bild 80 bei 650 °C - 12 000 std (C-7) in der Schweiße gebrochene Probe schon den bei 700 °C - 5 000 std (Bild 81) erneuten Wechsel signalisiert, oder doch aufgrund der übrigen Kennwerte als Ausreißer anzusehen ist, bleibt dahingestellt.

Die Duktilität der geschweißten Proben soll beispielhaft anhand der Bruchdehnungswerte für 550 °C und 600 °C Prüftemperatur im Vergleich zum Grundwerkstoff im Bild 82 dargestellt werden. Schon im Kapitel 4.2.5. wurde gezeigt, daß die Duktilitätskennwerte der verschiedenen Chargen ein breites Spektrum umfassen. Dies ist in der Darstellung durch die schraffierten Bereiche bei jeder Dekade angedeutet. Für den Grundwerkstoff der beiden Chargen GW206 und GW430 ist zusätzlich der Bruchdehnungsverlauf in Abhängigkeit von der Standzeit eingezeichnet. Die Bruchdehnungswerte aller geschweißten Proben bilden ein Streuband, mit gleicher Tendenz, jedoch bei niedrigeren Werten. Unabhängig davon, ob es sich um geschweißte Proben der VDEH-Chargen /7/ oder um verschiedene Probenformen der SNR-Chargen handelt, liegen die Bruchdehnungswerte im Standzeitbereich $\geq 10^4$ std zwischen 1% bis 10%.

Die Brucheinschnürungswerte liegen im Standzeitbereich $> 10^3$ std, soweit die Proben in der Schweißzone brechen, zwischen 25 und 2,5%. Erfolgt der Bruch im Grundwerkstoff, entsprechen sie den im Bild 27 dargestellten Werten.

Die aus dem Verlauf der Kriechkurve bestimmte minimale Kriechgeschwindigkeit für die geschweißten Proben bezieht sich nicht nur auf die Schweiße, sondern beinhaltet auch den entsprechenden Kriechanteil des Grundwerkstoffes in der Meßlänge. Dies ist bei der Bewertung der Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit zu berücksichtigen, wie er im Bild 83 dargestellt ist. Bei praktisch gleicher Spannungsabhängigkeit zeigen die geschweißten Proben der Charge GW206 imPrüftemperaturbereich 550 °C bis 650 °C generell niedrigere Kriechraten als die ungeschweißten Proben. Die Proben der Charge GW430 ergaben bisher bei 550 °C und 600 °C praktisch gleiche Werte und bei 650 °C und 700 °C etwas kleinere Werte für die geschweißten Proben.

4.5 Lfd. Langzeitversuche

Langzeitkriechversuche sollten bau- und betriebsbegleitend die Auslegungskennwerte experimentell absichern und zwar soweit wie möglich in den Zeitbereich der Anlagenlebensdauer. Im Hinblick auf den SNR 300-Strukturwerkstoff bedeutet das den Versuchszeitraum bis $\geq 10^5$ std ($\geq 11,5$ Jahre). Unter Berücksichtigung verschiedener Prüftemperaturen, Chargen und Einflußgrößen bedeutet das einen erheblichen apparativen Aufwand über lange Zeit, zumal einer Zeitraffung (s. Kapitel 4.2.8. Extrapolation) leider immer noch enge Grenzen gesetzt sind.

Inwieweit der Zeitraum 104 - 105 std Standzeit durch Versuchswerte belegt ist, geht aus den Bildern 84 und 85 hervor. Für jede Prüftemperatur sind in einem separaten Diagramm die Standzeiten in Abhängigkeit von der jeweiligen Standzeit eingezeichnet. Und zwar einmal die Werte, die vom VDEH im Auftrag vom KfK/PSB an 8 handelsüblichen Schmelzen des Stahles X6CrNi1811 ermittelt wurden (Symbol X) und mit verschiedenen Symbolen die Werte der 6 SNR-spezifizizierten Chargen. Der Standzeitbereich von 10 bis 104 std ist als schraffiertes Band dargestellt, wie es sich aus den zahlreichen Einzelwerten ergibt (s. Bild 12) und für 550 °C und 700 °C Prüftemperatur nochmals beispielhaft eingespiegelt ist. Einige Versuche wurden ohne Bruch beendet (\downarrow) ; in der Regel, wenn technisch wichtige Zeit-Dehngrenzen erreicht waren und der Bruch nicht mehr in einem vertretbaren Zeitraum erfolgen würde. Der derzeitige Stand (8/87) der noch laufenden Versuche an SNR-Chargen ist durch das jeweilige Symbol mit \rightarrow gekennzeichnet und geht auch aus Tabelle 6 hervor, die alle Versuche enthält, die Standzeiten bzw. Versuchszeiten $\geq 20~000$ std umfassen. Die Kriechkurven dieser Versuche bei 500 °C bis 700 °C sind in den Bildern 86-90 dargestellt, um Folgendes zu verdeutlichen:

Einmal die unterschiedliche Ausbildung der Kriechkurven in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und -zeit, wie sie auch schon im Kapitel 4.2.3. angesprochen

und im Bild 18 schematisch dargestellt wurde. Zum anderen die experimentelle Problematik, bei Langzeitversuchen mit Kriechgeschwindigkeiten im Bereich von $\dot{\varepsilon} \leq 10^{-6}$ /std den Kriechverlauf kontinuierlich zu erfassen. Bei einer Probe mit 50 mm Meßlänge bedeutet eine Kriechgeschwindigkeit von 10⁻⁶/std bzw. 10⁻⁷/std eine Dehnungszunahme von rd. 0,44 mm bzw. 0,044 mm pro Jahr!

Bei Versuchszeiten von mehreren Jahren ist es unvermeidlich, daß es zu Versuchsunterbrechungen kommt, sei es geplant (Revisions- und Modernisierungsarbeiten) oder unvorhersehbar (Ausfälle auf der Installationsseite oder Defekte). Wenn unmittelbar nach dem Wiederanfahren des Versuches die Dehnungsregistrierung an der Kriechkurve vor der Unterbrechung wieder angesetzt wird, oder die Probe lediglich entlastet wird und die Prüftemperatur eine Entfestigung bewirkt, bildet sich ein neuer, quasiprimärer Kriechabschnitt aus /39/. Dies ist mit Absicht im Bild 87 für den Versuch mit 128 MPa (x--x) dargestellt, der im Versuchszeitraum 65-70 000 std 3 Unterbrechungen erfuhr. Der nachfolgende ungestörte Kriechabschnitt bis 84 000 std zeigt einen deutlichen Versatz zur Kriechkurve bis 65 000 std. Eine Verbindung der Kurvenstücke würde einen Bereich erhöhter Kriechgeschwindigkeit ergeben, der nicht zu verwechseln wäre mit entsprechenden Umstetigkeiten infolge struktureller Änderungen. Praktikabel und vertretbar ist es, die Dehnungsregistrierung erst nach einigen Tagen wieder so anzusetzen, daß sich ein stetiger Verlauf ergibt. Im Falle des Versuches mit 128 MPa wird bei Vorlage eines ausreichend langen Kurvenabschnittes grafisch eine Anpassung vorgenommen. Die angesprochenen Versuchsunterbrechungen führten in jedem Fall dazu, daß die Prüftemperatur auf Raumtemperatur und die Probe entlastet war.

5. Diskussion der Versuchsergebnisse

Die experimentellen Ergebnisse zum Zeitstandfestigkeitsverhalten der untersuchten SNR-Chargen bestätigen zunächst die ursprünglichen Annahmen und die Kenntnisse von kommerziellen Chargen. Für das sich ergebende Streuband der Zeitstandfestigkeitswerte, d.h. das unterschiedliche Verhalten der verschiedenen Chargen, kann eine einzelne Ursache nicht benannt werden; weder in den geringfügigen Unterschieden der chemischen Zusammensetzung noch in den Unterschieden der Weiterverarbeitung bis zum Endzustand. Auch die Ansätze, verschiedene Kenngrößen in einer Summe mit dem unterschiedlichen Festigkeitsverhalten der Chargen zu korrelieren, treffen nur teilweise zu. So hatten Sikka et al /40,41/ für eine größere Anzahl von AISI 304-Schmelzen einen Zusammenhang gefunden zwischen Zeitstandfestigkeit und dem Produkt von $(C+N) \ge D^{-1/2} = s$ (D-Korngröße); dahingehend, daß mit ansteigendem s auch die Zeitstandfestigkeit zunimmt. B.v.d.Schaaf /38/ konnte diesen Zusammenhang für die SNR-Chargen bestätigen, aber bei den kommerziellen Chargen des PSB/VDEH-Programmes existiert dieser Zusammenhang nicht. Eine Korrelation der Zeitstandfestigkeit mit dem Verhältnis der Cr/Ni-Äquivalente

$$\ddot{A}_{Cr} = Cr + 2,5 Si + 1,8 Mo + 2 Nb$$

 $\ddot{A}_{Ni} = Ni + 30 C + 0,5 Mn$

wie sie A.L.Schaeffler /42/ vorgeschlagen hatte, ergab für die SNR-Schmelzen lediglich für 700 °C Prüftemperatur einen befriedigenden Zusammenhang (Bild 91a), traf bei den VDEH-Schmelzen nur bedingt zu und bei der Überprüfung zahlreicher AISI 304-Schmelzen einer japanischen Arbeit ergab sich keine systematische Abhängigkeit /43/. Auch in der Auftragung von der wirksamen Summe C + 1,25 N (Bild 91b) ist keine Abhängigkeit der Zeitstandfestigkeit erkennbar. Auch in einer eng gefaßten Spezifikation ist immer mit einer gewissen Bandbreite der mechanischen Kennwerte zu rechnen und wie gezeigt wurde, ist das Zeitstandfestigkeits-Streuband der SNR-Schmelzen deutlich enger als das der kommerziellen Schmelzen.

Die experimentellen Werte, insbesondere die Langzeitversuchsergebnisse im Zeitbereich 10⁴ bis $\geq 10^5$ std, geben dem Ausleger belastbare Daten in die Hand. Bei der Handhabung der Zeitstandfestigkeitskennwerte darf allerdings die Warmstreckgrenze R_{p0,2} nicht außer Acht gelassen werden. Bild 92 verdeutlicht die folgenden Ausführungen. Die Warmstreckgrenze für den Stahl 1.4948 liegt im Temperaturbereich 400-800 °C im Bereich 130-80 MPa, wohingegen die Zeitstandfestigkeitswerte für 10² std bis 700 °C und 10⁵ std bis 575 °C über der Warmstreckgrenze liegen, also im Belastungsfall erfolgt eine plastische Verformung $\geq 0,2\%$. D.h., wenn eine plastische Verformung schon zu Beginn des Belastungsfalles vermieden werden soll, ist bei 575 °C die Warmstreckgrenze R_{p0,2} die maximale Spannung für eine Auslegung auf 10⁵ std Standzeit. Die im Bild 92 angegebenen Spannungsbereiche für 10⁵ std Standzeit, bzw. die in der Tabelle 5 für 10⁵ std und 3·10⁵ std, sind als "nahe" Extrapolation mit einem Zeitverhältnis von $\approx 3-5$ zu betrachten und aufgrund des erarbeiteten experimentellen Datensatzes nicht kritisch, da der Extrapolationsfehler in diesem kurzen Zeitbereich meist kleiner ist als dieStreuung der Meßwerte. Problematisch wird es, wenn aus technischen und ökonomischen Gründen auf der Basis von relativ kurzen Standzeiten (≤ 104 std) mit einem Zeitverhältnis von 10 und mehr extrapoliert werden soll. Dieses Problem der "fernen" Extrapolation war Gegenstand einer interesssanten Arbeit von J.Granacher und H.Wiegand /44/, die verschiedene grafische, grafisch/numerische und numerische Verfahren überprüften.

Ausgehend von der Tatsache, daß die Bewertung eines Extrapolationsverfahrens nur durch Vergleich mit Meßwerten aus Versuchen langer Dauer möglich ist, aber ein Extrapolationsverfahren gerade dann angewendet werden soll und von Nutzen ist, wenn solche Meßwerte nicht vorliegen, offenbart sich der Widerspruch und zeigt die Problematik der Extrapolation. Dies führte die Autoren zu folgenden Aussagen:

- a) Ein treffsicheres Extrapolationsverfahren wird es nicht geben ohne Kenntnis und Vorhersagbarkeit aller metallphysikalischen Vorgänge, die die Bruchzeit beim Zeitstandversuch bestimmen. Hiermit ist vorerst nicht zu rechnen.
- b) Über die Gültigkeit der Extrapolation der Zeitstandfestigkeit eines völlig unbekannten Werkstoffes können nur gemessene Langzeitwerte entscheiden.
- c) Ein Extrapolationsverfahren läßt sich gegenwärtig bestenfalls zur näherungsweisen Vorhersage der Zeitstandfestigkeit eines Werkstoffes benutzen, wenn es an möglichst ähnlichen Werkstoffen oder Werkstoffgruppen bereits erprobt worden ist.

In der Zusammenfassung wird das Ergebnis der Arbeit wie folgt beschrieben:

Trotz der Vielzahl vorgeschlagener Verfahren zur Extrapolation der Zeitstandfestigkeit müssen auch heute noch Zeitstandversuche langer Dauer durchgeführt werden, um die Langzeitstandfestigkeit warmfester Stähle mit hinreichender Genauigkeit festlegen zu können. Bei der Extrapolation bieten numerische und graphisch-numerische Verfahren höhere Genauigkeit und Wiederholbarkeit als einfache graphische Verfahren.Sie stellen aber höhere Anforderungen an den Bereich und Umfang der zugrunde gelegten Meßwerte.

Verfahren, die außer den Zeitbruchdaten zusätzliche Angaben mit oder ohne physikalischen Hintergrund verwerten, liefern bis heute keine eindeutig besseren Vorhersagen als formale Verfahren. Dies ist das Ergebnis umfangreicher Extrapolationsuntersuchungen mit Hilfe des Abkürzungsverfahrens, das eine sachliche Überprüfung und Bewertung unterschiedlicher Extrapolationsverfahren gestattet.

Neben dem gewählten Verfahren sind weitere vergleichbar wichtige Parameter der Extrapolation zu beachten, wie Extrapolationszeitverhältnis, Temperaturund Zeitspannweite und Spannungsunterschreitung. Mittelwertbildung aus den Vorhersagen unterschiedlicher Verfahren kann eine Extrapolation sicherer machen."

Aus dieser Arbeit resultiert auch der Vorschlag für ein Extrapolationsverfahren mit Modellfunktionen, das als TEXPO-Programm u.a. bei der Festlegung zeitabhängiger Berechnungskennwerte für den SNR-Strukturwerkstoff 1.4948 verwendet wurde /19/, allerdings unter Einhaltung folgender Randbedingungen:

- a) Es müssen Meßwerte bei mindestens drei verschiedenen Temperaturen vorliegen.
- b) Eine Extrapolation über den durch Meßergebnisse belegten Temperaturbereich hinaus ist nicht möglich.
- c) Das Texpo-Rechenprogramm sollte nach Möglichkeit nur auf Daten einer Schmelze angewandt werden.

Ein Problem liegt m.E. auch darin, daß bei manchen Extrapolationsverfahren von einer konstanten Struktur über den in Frage kommenden Temperatur- und Standzeitbereich ausgegangen wird. Das Ergebnis ist dann lediglich eine nachträgliche mathematische Beschreibung eines experimentellen Datensatzes, die schon bei der Übertragung auf einen anderen Werkstoff, ja sogar auf eine andere Charge des gleichen Werkstoffes, nicht mehr zutrifft. Die Verwendung von sog. "Konstanten" haben dann nur die Funktion eines mathematischen Füllsels, die bei einer Übertragung auf ein anderes Material einer Anpassung bedürfen, wozu wiederum entsprechende Experimente erforderlich sind.Die zusätzliche Einführung von sog. Strukturparametern oder "Strukturkonstanten" bedeutet doch, daß die temperatur-, zeit- und werkstoffabhängigen strukturellen Änderungen <u>quantifizierbar</u> sind. Und dies ist für die komplex aufgebauten kommerziellen Legierungen bis heute noch nicht möglich.

Diese Erkenntnis mindert auch die technische Bedeutung weiterer, abgeleiteter Beziehungen wie die von Norton /20/ und Monkman/Grant /21/. Sei es, daß der Bereich der sekundären Kriechgeschwindigkeit je nach Kriechkurvenform nur für einen relativ kleinen Kriechabschnitt repräsentativ ist, oder die Abhängigkeit der Bruchdehnungswerte sich nach unterschiedlichen und nicht vorhersehbaren Zeiten z.T. abrupt ändert, wie in den Bildern 25 und 26 gezeigt wurde.

Der Zusammenhang von strukturellen Änderungen und Änderungen in der Abhängigkeit von mechanischen Kennwerten, soll etwas vereinfacht am Beispiel der Charge GW 206 durch die Darstellungen in den Bildern 93-96 verdeutlicht werden: Im jeweiligen Teilbild a ist schematisch die Kriechkurvenschar über dem Versuchszeitraum dargestellt, in dem auch der Ausscheidungszeitraum mehr symbolisch als sich öffnender Winkel eingezeichnet ist. Bei 550 °C ist die Ausscheidungsaktivität noch nicht sehr ausgeprägt. Die Breite der Korngrenzenausscheidungen nimmt erst ab rd. 4000 std und der Durchmesser der Matrixausscheidungen erst ab rd. 10 000 std nennenswert zu. Auch wird erst im Standzeitbereich 6000-20 000 std ein Übergang vom Wabenbruch zum interkristallinen Bruch beobachtet /12/. Das hat zur Folge, daß lediglich die Duktilitätskennwerte A_u und Z_u ab 10⁴ std leicht abnehmen (Bild 93c), wohingegen die Standzeitwerte noch nicht nennenswert beeinflußt werden und praktisch in der log o/log tm-Darstellung (Teilbild b) auf einer Geraden liegen. Die Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit werden im experimentell abgedeckten Spannungsbereich in Zeiträumen erreicht, wenn ebenfalls noch keine nennenswerte Anderung im Ausscheidungszustand erfolgt ist und sich demzufolge dieser Kennwert per Definition auf den lösungsgeglühten Zustand bezieht (Teilbild d). Mit steigender Prüftemperatur verschiebt sich der Ausscheidungszeitraum zu kürzeren Versuchszeiten und die Ausscheidungsintensität nimmt zu. Die Folge ist eine immer stärkere Abnahme der Duktilitätskennwerte von höherem Niveau auf Werte wie bei 550 °C

(Teilbilder 94-96c). Auch der Verlauf der Zeitstandfestigkeitskurve zeigt eine stärkere Krümmung, was in den Teilbildern b durch zwei unterschiedlicheGeraden verdeutlicht wird. Auch die Abhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit von der Versuchsspannung ergibt Geraden mit unterschiedlicher Neigung (= Spannungsexponent n) im oberen und unteren Spannungsbereich. Wenn bei hohen Versuchsspannungen (= kürzere Standzeiten) im Kriechverlauf die minimale Kriechgeschwindigkeit erreicht wird, ist der Ausscheidungszeitraum noch nicht durchlaufen. Im Bereich der jeweils niedrigen Versuchsspannungen wird im Kriechverlauf die minimale/stationäre Kriechgeschwindigkeit erst erreicht, wenn schon in wesentlichem Umfang Ausscheidungsvorgänge abgelaufen sind. Im Falle des hier untersuchten Stahles liegt nun eine kriechfestere Struktur vor als im lösungsgeglühten Ausgangszustand. Daraus resultiert in den jeweiligen Teilbildern b (94-96) im unteren Spannungsbereich ein größerer Wert für den Spannungsexponenten n. Die starke Abnahme der Bruchdehnungswerte (Teilbilder c) führt zu einer Verkürzung des tertiären Kriechbereiches und erklärt teilweise die stärkere Abnahme der Zeitstandfestigkeit im gleichen Spannungsbereich (Teilbilder b).

Die Beeinflussung des Zeitstandverhaltens durch verschiedene Vorbehandlungen bzw. unterschiedliche Versuchsbedingungen, soweit sie im Rahmen dieser Arbeit beschrieben wurden, liegt innerhalb des Chargenstreubandes. Besonders berücksichtigt werden müssen die Ergebnisse der Schweißverbindungen. Während die Zeitstandfestigkeitswerte dem unteren Bereich des Grundwerkstoff-Streubandes entsprechen, liegen die Duktilitätkennwerte deutlich tiefer.

Danksagung

Für die Mitarbeit bei der Versuchsauswertung und Datenzusammenstellung im Laufe der vergangenen 13 Jahre sei an dieser Stelle den Herren B.Ritter und B.Seith und Herrn D.Rodrian für die Erstellung von Rechenprogrammen zur Versuchsauswertung gedankt. Die zuverlässige Durchführung und Betreuung der Zeitstandversuche, auch außerhalb der regulären Dienstzeit, wurde durch die Herren K.Dindorf, A.Falkenstein und E.Weis gewährleistet. Im Rahmen der deutsch-spanischen Zusasmmenarbeit wurden wichtige experimentelle Beiträge von den Herren Rivas, Ruz, Sanchez und Dr.Solano geleistet (JEN/CIEMAT- Division de Metalurgia). Für die umfangreichen metallografischen Arbeiten und aufwendigen elektronenmikroskopischen Arbeiten, die im Rahmen dieser Arbeit nur gestreift, aber deren Ergebnisse erst klare Aussagen zu den sich ändernden Abhängigkeiten der mechanischen Kennwerte erlaubten, gebührt auf deutscher Seite Fr.Groß, Fr.Schlenker, P.Graf und H.Zimmermann und auf spanischer Seite F.Aldea, Dr.Barroso, P.Gomez, M.Medina, J.Mozo und A. del Rio besondere Anerkennung. Den Herren Dr.Anderko, Professor K.Ehrlich und Dr.W.Schneider danke ich für anregende und hilfreiche wissenschaftliche Diskussion.

6. Literatur

- '1/ "Hochwarmfeste austenitische Stähle"
 Mannesmann Röhrenwerke Düsseldorf 440 R, Nov. 1972
 DEW-Druckschrift 1123/2-1969
 Thyssenrohr Düsseldorf, Juni 1969
- /2/ "Stahl-Eisen-Liste"
 VDEH 1972, Verlag Stahleisen-Düsseldorf
 Stahl-Eisen-Werkstoffblatt 640 Mai 1975
 VDEH
 VdTÜV-Werkstoffblatt 313, Ausgabe 02-82
- /3/ H.Gerlach: Warmfeste austenitische Stähle
 Werkstoffkunde der gebräuchlichen Stähle
 Verlag Stahleisen-Düsseldorf 1977
 Band 2, S. 106-120
- /4/ I.Class, H.R.Kautz, H.Gerlach
 Austenitische Cr-Ni-Stähle für Temperaturen über 400 °C
 VGB-Werkstofftagung 1969 Sonderdruck S. 42-54, Essen

/5/ H.Fabritius

"Zum Zeitstandverhalten des austenitischen Cr-Ni-Stahles mit rd. 18% Cr und 11% Ni" Archiv Eisenhüttenwesen 48 (1977) Nr. 8, S. 443-446

- /6/ E.Grosser, E. te Heesen, H.Lorenz
 "Properties of Type 1811 CrNi-ss and Parent-Like Weld-Joints with Regards to Elevated Temperature Application" AED Conf. -74-538-008
- VDEH-Arbeitsgemeinschaft für warmfeste Stähle
 "Zeitstandversuche an den Stählen X6CrNi 1811 (1.4948) und
 X6CrNi 1713 (1.4919)"
 Unveröffentlichter Bericht

/8/ KfK-Hausmitteilungen 2/86, Seite 9

- M.Schirra, R.R.Solano, B.Seith, M.de las Rivas
 "Kriechversuche am SNR-Strukturwerkstoff X6CrNi1811 (1.4948) unter besonderer Berücksichtigung von Langzeitversuchsergebnissen"
 Reaktortagung Berlin 25.-27.3.1980, Beitrag 508 S. 705
- M.Schirra, B.Seith, R.R.Solano, S.Barroso
 "Das Zeitstand- und Kriechverhalten des SNR-Strukturwerkstoffes X6CrNi1811 (1.4948)-Langzeitverhalten-Chargeneinfluß-Strukturänderungen"
 Jahrestagung Kerntechnik 14.-16.6.83 Berlin, Vortrag 619 S. 631

/11/ M.Schirra, R.R.Solano

"Das Zeitstandfestigkeitsverhalten von zwei verschiedenen Schweißverbindungen des SNR-Strukturwerkstoffes X6CrNi 1811 (1.4948)" Jahrestagung Kerntechnik München Mai 1985, Beitrag 6014 S. 511

M.Schirra, K.Ehrlich, R.Groß, B.Seith
 R.R.Solano, M. de las Rivas, S.Barroso
 "Zeitstand- und Strukturuntersuchungen am SNR-Strukturwerkstoff
 X6CrNi 1811 (1.4948) im Rahmen des Extrapolationsprogrammes"
 (Abschlußbericht)
 KfK-Bericht 3397, Mai 1985

/13/ B. van der Schaaf, M.Schirra

Intern. Symposium on Fast Breeder Reactors-Experience and Future Trends

"Long-term creep properties, including irradiation effects, of DIN 1.4948 steel from SNR-300 primary components" Lyon-Franc e, 22.-26.7.85, Beitrag IAEA-SM-284/8

 M.Schirra, B.Ritter, S.Barroso, M.De las Rivas, R.R.Solano
 "Zeitstandversuche am Grundwerkstoff und Schweißverbindungen des Stahles X6CrNi 1811 (DIN 1.4948) im Rahmen des Programmes AUSOL"
 KfK Parisht 4150, Oktober 1986

KfK-Bericht 4150, Oktober 1986

- /15/ B.v.d.Schaaf
 "Irradiation effects on the mechanical properties of 18/11 CrNi-stainless steel (DIN 1.4948). First status report"
 Bericht ECN 4, Juli 1976
- /16/ S.Barroso, K.Ehrlich, R.Gross"Untersuchung zum Ausscheidungsverhalten und zur Mikrostruktur

des Werkstoffes X6CrNi 1811 (1.4948) unter Kriechbeanspruchung" Jahrestagung Kerntechnik 80. Reaktortagung 1980. Berlin, 25.-27. März 1980 Kerntechnische Ges. e.V., Deutsches Atomforum e.V. Eggenstein-Leopoldshafen: Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik; 1980, S. 709-12

R.Groß, B.Bennek-Kammerichs
 "Bestimmung der Kriechmechanismen am SNR-Strukturwerkstoff
 X6CrNi 1811 (1.4948) aus den Strukturuntersuchungen"
 KfK-Bericht 4086

/18/ M.Pohl

"ElektronenmikroskopischeUntersuchungenzum Ausscheidungsverhalten unstabilisierter Chrom-Nickel-Stähle im Temperaturbereich von 500 bis 800 °C" Diss.: Rhein.-Westf. Technische Hochschule Aachen, Fakultät für Bergbau und Hüttenwesen, 1977

- /19/ H.Lorenz, H.Breitling, E. te HeesenUnveröffentlichter Bericht
- /20/ F.H.Norton
 "The creep of steel at high temperatures"
 McGraw Hill Publishing Co Ltd 1929
- F.C.Monkmann, N.J.Grant
 "An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture-tests"
 Proc. ASTM Vol. 56 (1956), S. 593-620
- /22/ B.Ilschner
 "Inwieweit wird Werkstoff-Festigkeit bei hoher Temperatur von den Grundlagen her beherrscht?"
 VDI-Berichte Nr. 302, 1977, S. 5/8
- M.Schirra, D.Preininger, K.Anderko
 "Zur Spannungsabhängigkeit des Kriechens der austenitischen Stähle
 1.4948 und 1.4981, Konsequenzen für Extrapolationen zu niedrigen
 Kriechgeschwindigkeiten"
 Reaktortagung Mannheim 29.3.-1.4.77
 Vortrag E422 S. 550
- M.K.Booker, V.K.Sikka
 "Analysis of the creep-strain-time behaviour of type 304 stainless steel" ORNL 5190, ORNL 5403
- "Evaluation of the onset of tertiary creep for type 304/316 ss"Compiled by CEC-Study-Contract RAP 104-D

- H.Schmitz, A.Krisch, W.Wepper
 "Zur Umrechnung von Zeitstandwerten auf andere Temperaturen"
 Stahl und Eisen 55 (1935), S. 1523/34
 Archiv für das Eisenhüttenwesen 20 (1949) S. 395/99
 Archiv für das Eisenhüttenwesen 28 (1957) S. 339/44
- K.Bungard, W.Schmidt
 "Vergleich verschiedener Verfahren zur Extrapolation von Zeitstandwerten"
 DEW-Techn. Berichte, 1. Band, 1961, Heft 3, S. 84/95
- R.R.Larson, J.Miller
 "A time-temperature relationship for rupture and creep stresses"
 Trans. ASME 74 (1952) 765/75
- /29/ O.D.Sherby, J.E.Dorn Trans. ASME 46 (1954), S. 113/28
- /30/ M.Schirra, R.Schmitt Unveröffentlichte Ergebnisse
- /31/ A.M.Gomez, J.T.Mora, S.Barroso
 "Evolution of the microstructure in a stainless steel during creep as a function of the temperature of solution treatment"
 Scripta Met. Vol 19, S. 563-568, 1985
- /32/ S.Barroso
 "Efecto de diferentes tratamientos termicos previos sobre el comportamiento de fluencia lenta del acero X6CrNi 1811 (1.4948)" JEN-Bericht - Contrato 512 676, 1983

 /33/ H.Böhm, M.Schirra
 "Einfluß der Kaltverformung auf das Zeitstand- und Kriechverhalten einiger warmfester austenitischer Stähle" Archiv für das Eisenhüttenwesen 44 Nr. 10, Okt. 1973, S. 785-791

.

- /34/ Huthmann, H., Menken, G., Borgstedt, H.U., Tas, H.
 "Influence of flowing sodium on the creep rupture and fatigue behavior of type 304 ss at 550 °C"
 Proc. 2nd Int. Conf. on Liquid Metal Technology in Energy Production, Ed. J.M.Dahlke; National Technical Information Service, Springfield, Va., 1980, Vol. 2, Chapter 19, 33-40
- /35/ H.U.Borgstedt, G.Frees, G.Drechsler
 "Creep-rupture tests of steel AISI 304 at 550 °C in liquid sodium"
 Transactions of the 9th International Conference on Structural
 Mechanics in Reactor Technology, Lausanne, 17-21 August 1987,
 P. 143-145
- /36/ Schaaf, B. van der
 "Low dose irradiation effects on creep properties of Type 304 stainless steel weld metal, heat-affected zones and welded joints"
 Effects of Radiation on Materials: Twelfth International Symposium, Williamsburg, ASTM STP 870 (1984), pp. 703-720
- /37/ Schaaf, B. van der; Schirra, M.
 "Long-term creep properties, including irradiation effects, of DIN 1.4948 steel for SNR 300 primary components"
 Proc. of an Int. Symp. on Fast Breeder Reactors: Experience and Future Trencs, Lyons, 22-26 July 1985, IAEA, Vianna (1986), Vol. 1, pp. 423-433

 /38/ Schaaf, B. van der
 "Post-irradiation creep properties of four plates and two forgings DIN Werkst. No. 1.4948 from the SNR 300 permanent primary structures" Report ECN-192 (1986), Report ECN 193 (1987), Petten (NL)

 /39/ Schmidt W., A.v.d.Steinen
 "Beitrag zum Einfluß einer Unterbrechung der mechanischen Beanspruchung auf das Kriechverhalten eines hochwarmfesten Stahles" Archiv für das Eisenhüttenwesen 44 (1973) Heft 4, S. 291-296 /40/ Sikka, V.K., McCoy, H.E.Jr., Booker, M.K., Brinkmann, C.R.
 "Heat-to-heat variation in creep properties of Types 304 and 316 stainless steels, Second National Congress on Pressure Vessels and Piping"

San Francisco, 1975, ASME Publication Paper No. 75-PVP-26

- /41/ Sikka, V.K., Booker, M.K.
 "Assessment of tensile and creep data for Types 304 and 316 stainless steel"
 Petroleum Engineering and Pressure Vessels and Piping Conference, Mexico City, 1976, ASME Publication Paper No. 76-PVP-31
- A.L.Schaeffler
 "Selection of austenitic electrodes for welding dissimilar metals"
 Welding Research Supplement, Welding Journal 26 (1947), S. 601s-620s
- "Data sheets on the elevated temperature properties of 18Cr-8Ni stainless steel for boiler and heat exchanger seamless tubes (SUS 304 HTB)"
 NRIM-Creep-Data-Sheet No. 3B, Tokio 1986
- /44/ J.Granacher, H.Wiegand
 "Überprüfung von Verfahren zur Extrapolation der Zeitstandfestigkeit warmfester Stähle"
 Archiv f.d.Eisenhüttenwesen 43-Heft 9 (1972), S. 699-704
- /45/ M.Schirra, B.Ritter Unveröffentlicht

SNR-Strukturwerkstoff überstand bisher 100 000-Stunden-Dauerstreß

Jubiläum im Zeitstandlabor des IMF II - Versuchsbeginn vor elfeinhalb Jahren

Ein ganz besonderes Ereignis war Anlaß für eine Feier im Zeitstandlabor des Instituts für Material- und Festkörperforschung (IMF II) des KfK: Am 17. Januar 1986, um 16 Uhr, erreichte der erste Langzeitversuch eine Laufzeit von 100 000 Stunden = 11,5 Jahre. Es handelte sich um eine Probe des SNR Strukturwerkstoffes 1.4948 aus einer Materialcharge, die auch beim Bau des Tanks des SNR 300 verwendet wurde.

Im Rahmen verschiedener Versuchsprogramme laufen in den 50 Teststrecken des IMF 20 Langzeitversuche mit SNR-spezifiziertem Versuchsmaterial, die im Temperaturbereich 500–700 °C mit Versuchsspannungen zwischen 90–200 MPa das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten im Zeitbereich von 10 000 Stunden bis ≧ 100 000 Stunden erfassen. Erweitert wird die Versuchskapazität durch weitere 20 Teststrecken bei der Junta de Energia Nuclear (JEN) in Madrid, die im Rahmen der zusammenarbeit für gemeinsame Versuchsprogramme eingesetzt sind.

Diese Versuche sind auch die Vergleichsbasis für Experimente, die mit dem gleichen Material unter strömendem Natrium (IMF II) bzw. an bestrahlten Proben (KTB/HZ) bis zu Laufzeiten zwischen 10 000 und 40 000 Stunden Standzeit durchgeführt werden. Solche bau- und betriebsbegleitende Langzeitversuche seien absolut notwendig, wie PSB-Projektleiter Dr. Willy Marth in einer kurzen Ansprache ausführte, um Auslegungsdaten und Gutachterforderungen zu stützen und experimentell abzusichern. Neben dem technologischen Wert der Versuche - es sind immerhin die einzigen vollinstrumentierten Versuche dieser Art im SNR-Konsortium - ist und war die wissenschaftliche Auswertung der primären Versuchsdaten in Verbindung mit den Ergebnissen der mikrostrukturellen Nachuntersuchungen beendeter Versuche eine Bestätigung der Vertrauenswürdigkeit ursprünglicher Annahmen. Denn im Langzeiteinsatz bei höheren Temperaturen und Spannungen (Betriebsbedingungen), kommt es bei metallischen Werkstoffen zu strukturellen Änderungen, die in gewissem Umfang auch die mechanischen Kennwerte beeinflussen.

Das Erreichen dieses bisher einzigartigen Meilensteines war für den verantwortlichen Laborleiter Manfred Schirra Anlaß, den zurückgelegten Versuchszeitraum von 12 Jahren anhand der personellen und technischen Änderungen und Anpassungen zu skizzieren. Er bedankte sich bei ehemaligen und jetzigen Mitarbeitern für besonderen Einsatz bei den notwendigen Kontrollen an



des IMF-Zeitstandlabors (von rechts): Kurt Dindorf (jetzt IMF I), der seit Jahren verantwortliche IMF-Laborleiter Manfred Schirra, Adam Falkenstein (IMF II), Bernd Ritter (IMF II), Bernd Seith (inzwischen IMF II, jedoch Na-Korrosion) und Erwin Weis (inzwischen im Ruhestand, früher IMF II). (6607–1104).

Wochenenden und Feiertagen, bei den Vertretern der mechanischen und elektrotechnischen Institutswerkstatt, sowie bei zwei anwesenden Mitarbeitern des Wachpersonals, stellvertretend für ihre Kollegen, die in regelmäßigem Turnus außerhalb der Dienstzeit die Versuchsanlagen kontrollieren und gegebenenfalls Störungen melden.





— 46 —

Chemische Zusammensetzung X6CrNi 1811 (W.-Nr. 1.4948

Cł	۱a	rg	e-	N	r.	
----	----	----	----	---	----	--

		r	I	·			1
	SNR-Spezifi- kation	GW 206 x)	GW 325 x)	GW 326 xx)	GW 402 xx)	GW 430 xx)	D21547 xx)
С	0.04-0.07	0.053	0.051	0.05	0.06	0.057	0.056
Si	≦0.75	0.39	0.37	0.45	0.495	0.47	0.545
Mn	≦2.0	2.25	1.37	1.8	1.675	1.82	1.69
Р	≦0.03	0.018	0.010	0.0155	0.013	0.021	0.0155
S	≦0.02	0.032	0.005	0.01	<0.01	0.008	0.0135
Cr	17-19	17.8	18.55	18.7	17.9	18.4	18.65
Ni	10-12	10.6	10.89	10.25	10.75	10.6	10.91
Мо	≦0.50	0.065	< 0.01	<0.1	0.06	0.084	0.355
Ti		· · · ·		< 0.1	< 0.01	<0.05	< 0.05
Nb	} ≦0.10			0.01		< 0.01	
			< 0.01	and a second			
Та	7			< 0.03		< 0.01	
AI	anna d <u>a an an</u>	0.008	0.016	0.009	< 0.06	and a second	< 0.01
N	ang ana ang ang ang ang ang ang ang ang	0.041	0.058	0.077	0.035	0.06	0.03
0	, 				,	0.015	
V	ing generation of the film of the second	0.02	0.041	0.007	0.095	and a second	<0.01
Cu	ang and an	0.043	0.047	0.07	0.05	and Burgers and State and State	0.18
Со	nan sena sena sena sena sena sena sena s	0.069	,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	0.065	0.055		0.155
W		Na ann ann ann ann ann ann ann ann ann a	2. A CONTRACT OF CONTRACT OF CONTRACT		<0.05		<u></u>
В	and an and a second and a second and a second and a second second second second second second second second se	2-2.3××)	3.4	1.2-1.3	2-3	6	5ppm
1	noor Agamente construction of a second s		anna an	and and a second se	ann a thair ann an thair ann an thair ann an thair an th		
x) Werks-		bzw.	IA-		xx) IMF-	Analyse	
			Analyse				
Abmessung	Blech	20 mm	40 mm	20 mm	20 mm	20 mm	20 mm
Anlieferzustand	lösungsgeglüht	1000-1080°	1060°/W	1050°20'/W	1020°/W	1065°/W	1050°/W
Härte HV30	längs quer	134-140 147-157	132 128-136	137-140 140-161	138-165 140-142	165-168 150-158	129-140 138-150
Korngröße	μm ASTM	50-100 3.5-5.5	90-130 3-4	50-100 3.5-5.5	20-50 5.5-8.5	50-100 3.5-5.5	30-80 4.5-7

Chemische Zusammensetzung (VDEH-Chargen)

Charge

		and the second se			
Spezifikation Stahl-Eisen W.Blatt 640 Mai 1975	65890	233417	27671	12713	49460
C 0.04-0.08	0.046 0.049×)	0.041 0.034×)	0.053 0.049×)	0.047	0.052
Si ≦0.75	0.26	0.46	0.39	0.31	0.22
Mn ≦2.0	1.42	1.87	1.65	1.43	1.54
P ≦0.045	0.033	0.030	0.010	0.031	0.035
S ≦0.030	0.019	0.017	0.003	0.006	0.018
Cr 17-19	17.12	17.58	18.30	17.3	17.6
Ni 10-12	10.04	10.48	11.70	11.3	10.8
Mo ≦0.50	0.39	0.47	0.19	0.22	0.37
Ti	<0.02	0.04	<0.03	<0.05	< 0.05
AI	< 0.005	0.001	0.007	0.005	0.001
N ₂	0.027	0.030	0.031	0.033	0.026
Cu	0.23	0.26	0.07	0.08	0.12
V	0.06	0.04	0.07	0.05	0.05
Со	0.16	0.16	0.09	0.14	0.018
W		0.10	and an	< 0.05	annan 200 ann an Anna a
Ta/Nb			<0.03	< 0.05	0.05
B	9 ppm	2.5 ppm		<10 ppm	15 ppm
Abmessung	90x20mm	90x20mm	Ø 4 00	25mm	20mm
Wärmebehandlung	1050°30'/W	1050°30'/W	1070°30'/W		
Härte HV ₃₀	145-156	140-150	132-157		
Korngröße ASTM	3-5 25% = 2	3-5 20% = 2	1-3		
x) nach Pohl /18/					an a construction of the second s

Zusammenstellung der n- und k-Werte (n. Norton) X6CrNi 1811 (1.4948) SNR-Chargen-Grundwerkstoff lösungsgeglüht

Statement and statement of the second	Contraction of the local division of the loc		the second s					and the second	
Charge Nr.	т °С	n	k	Spannungs- bereich MPa	Charge Nr.	T ℃	n	k	Spannungs- bereich MPa
GW206	550	10	1.10-28	280-100	GW430	500	11,7	2·10 ⁻³⁵	400-270
	600	9	3·10 ⁻²⁴	220-110		550	13	6·10 ⁻³⁷	310-210
	"	11.5	2·10 ⁻²⁹	110-60		600	18	5·10 ⁻⁴⁷	280-240
	650	7.3	3·10 ^{·19}	190-95		"	9.8	1·10 ⁻²⁷	240-150
	"	10	1.10.24	95-50		650	9.0	7.10-24	210-75
	700	5.7	9.10.15	140-90		700	8.1	2·10 ⁻²⁰	140-40
	"	8.5	3·10 ⁻²⁰	90-30					
	750	5.5	2·10 ^{·13}	120-80		750	6.3	2.10.15	100-50
	"	6.5	3·10 ⁻¹⁵	80-30	· -	"	10.3	3·10 ⁻²²	50-35
GW325	550	10.2	4·10 ^{·29}	330-190		800	6.6	4·10 ⁻¹⁵	80-40
GW326	550	14.3	1·10 ⁻³⁹	380-210	D21547	550	11.8	5·10 ^{·33}	360-140
	600	10. 9	6·10 ^{·30}	320-180		600	9	8·10 ⁻²⁵	240-120
	650	9.8	1.10-25	220-100		700	7.4	2·10 ⁻¹⁸	160-50
	700	7.8	8·10 ⁻²⁰	200-50	Mittel- wert	500	12.4	8·10 ⁻³⁷	400-200
	750	6.5	8.10-16	120-40	(n.Bild 20)	550	11.8	2·10 ^{·33}	330-110
GW402	500	10.7	5·10 ⁻³²	400-200		600	9.9	4·10 ⁻²⁷	320-60
	550	9.8	4.10.28	360-110		650	9.3	4.10-25	220-50
	600	7.9	4.10.22	260-140		700	7.5	4·10 ⁻¹⁹	200-30
	11	11.0	1.10.28	140-100		750	7.1	1.10-16	120-20
	650	7.3	2·10 ⁻¹⁹	180-70		800	6.2	3.10.14	80-18
	700	6.7	5·10 ⁻¹⁷	140-40			1		
	750	6.5	5·10 ^{·15}	110-20					
	800	5.3	1·10 ⁻¹²	70-18					

• .

Aktivierungsenergie des Kriechens Q_K X6CrNi 1811 (1.4948) Grundwerkstoff - lösungsgeglüht

			$O_{\rm tr}$ (min max)	Anzahl	Mittelwert	
Charge Nr.	T-Bereich °C	σ-Bereich	kcal/mol	der Werte	kcal/ mol	kJ/mol
GW 206	550-750	200-50	108-152	5	123	515
GW 326	550-750	280-80	104-134	5	119	498
GW 402	500-800	200-40	95-111	. 5	99	415
GW 430	500-800	300-50	106-140	7	128	536
D 21547	550-700	250-120	109-118	4	115	482

- 50

<u>X6CrNi 1811 (1.4948)</u> Grundwerkstoff - lösungsgeglüht

a) Chg. GW 206: Vergleich experimentell ermittelter Werte für 10³ und 104 std mit den nach Larson-Miller extrapolierten Werten für die Zeitstandfestigkeit R_m und die 1% Zeit-Dehngrenze R_{p1,0}

R _m	10 ³ std		104 std		10 ⁵ std	3·10 ⁵ std
	exper.	L+M	exp.	L+M	L+M	L+M
T = 500 °C	-	-	-	255	210	190 MPa
550 °C	235	235	190	185	140	125
600 °C	165	165	120	125	87	73
650 °C	110	110	75	75	50	42
700 °C	70	70	45	45	30	-
750 °C	42	42	26	25	-	-
R _{p1%}						
500 °C	-	230	_	175	135	-
550	165	155	125	115	90	-
600	105	105	85	80	55	-
650	75	70	55	52	38	_
700	48	50	32	32	-	-

L + M-Parameter:	Ρ	$= T_{K}$	(C +	log tm) с	= 2	20
------------------	---	-----------	------	--------	-----	-----	----

Tabelle 5b

X6CrNi 1811 (1.4948) Grundwerkstoff - lösungsgeglüht

b) Spannungsbereiche der 6 SNR-Chargen (extrapoliert)

R _m	104 std	10 ⁵ std	3·10 ⁵ std
T = 500 °C	250-310	210-260	185-240 MPa
550	180-235	140-190	120-170
600	120-170	87-125	73-105
650	75-110	50-75	42-63
700	43-65	-	-
R _{p1%}			
T = 500 °C	165-230	130-190	120-170
550	115-170	90-130	77-112
600	78-110	57-80	48-68
650	52-72	35-47	29-38
700	31-40	-	-

X6CrNi 1811 (1.4948) Zusammenstellung der Langzeitkriechversuche (≥ 20 000 std)

Charge	Vors	29		\ \	/ersuchsze	it	7	Δ
Nr.	Nr.	°C	MPa	Bruch	ohne Bruch	laufend	% %	%
<u>Grund-</u>	<u>werk-</u>	stoff						
GW 402	ZS 2526	500	240	24881	-	-	9.2	11.2
	ZS 2549	"	220	-	31000	-	bis	5.8
	ZSV1603	"	200	-	35000	-	bis	4.8
GW 430	ZS 2709	//	270	23709		-	10.9	14.0
	ZS 2711	"	240	-		31000		
GW 206	EP 36	550	167	19250	-	-	21.3	16.6
	ZS 1751	"	157	47613	-		15.3	13.3
	ZSV1238	"	128	-	-	84000		
	ZS1707	"	118	-		116000		
	ZS 1752	"	98	-	-	108000		
GW 402	ZSV1509	"	150	-	-	55000	1	
	ZS 2548	"	130	-	50000		bis	2.4
	ZS 2564	"	110	-	40000		bis	0.81
	ZSV1585	"	90	-	30018		bis	0.6
D21547	ZS 2364	"	160	42582	-	-	15.0	9.6
	ZS 2350	"	140	-	50000	-	bis	1.5
GW 430	ZS 2702	11	210	26951	-	-	14.7	15.2
	ZS 2710	"	185			32000		
GW 206	EP 39	600	88	35000			15.6	11.6
	EP 78		78	69957×)		-		2.4
	EP 45	11	69		-	72000		
	EP 41	"	59	-		81000		
GW 402	ZS 2460	"	110	21276	-	Barghillithe-Vinte-Allennanze-sona a - 1995	58.8	50.4
	ZSV1484	"	100	30655		-	46.3	25.6
D21547	ZS 2407	"	100	-	60000	-	bis	3.6
GW 430	ZS 2713	"	130	-	-	30000		
11	ZSV1728	650	75	-		23000		

Tabelle 6 (Fortsetzung)

X6CrNi 1811 (1.4948) Zusammenstellung der Langzeitkriechversuche (≥ 20 000 std)

Charge	arge Vors 27 g			V	/ersuchszei	it	7	A 11
Nr.	Nr.	°C	0 MPa	Bruch	ohne Bruch	laufend	% %	%
GW206	EP 59	650	59	25500		-	15.6	11.8
	ZSV1236	"	59	32045	- .	-	11.5	10.4
	EP 40	"	49	53450	-	-	9.5	10.0
"	ZS2000	<u>700</u>	39	19948	-	-	15.4	16.0
	ZSV1233	"	29	43601	-		11.7	8.8
D21547	ZSV1429	"	40	54233	-	_	22.6	14.4
GW 430	ZSV1901		50	-	-	10000		
	ZS 2726	"	40	_	-	29000		
GW 402	ZSV1506	750	20	_	26693	-	bis	4.0
GW 430	ZSV1741	"	35	20878	-	-	36.0	30.4
			x)	Bruch im	Über- gang	Schaft/	Ge-	winde
<u>Schweiß</u>	verbin- dung							
GW 206	EP 38	550	147	28580	-	-	15.6	4.8
	EP 23	600	98	22840			n.b.	n.b.
GW 430	JEN	500	270	-	-	23000		
	"	"	240	-	-	37000		
	"	550	210	23450	an <u></u>		19.0	8.8
	11	"	185		-	31000		
	()	600	130	21870		seenne gaar oo	23.5	8.6
	. 11	650	73		-	23000		





138-165

44282

140-142

x100

Bild 3

<u>X 6 CrNi 1811 1.4948</u> Ausgangsgefüge-Anlieferzustand



43661 129-140

47737

138–150

 $\mathbf{x}100$

















von der Lösungsglühbehandlung

- 62 ---







Bild 11 : Belastungsdehnung in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

- 64 -














Bild 18: Schematische Darstellung verschiedener Kriechkurven-Typen





Bild 20: Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

8/8-





<u>Bild 22</u>: Bereiche für lineare Kriechgeschwindigkeit der Zeit-Dehngrenze(0,1-10%) u. minimale Kriechgeschwindigkeit

- 75 —











Ĩ



<u>Bild 25:</u> Bruchdehnung, Kriechdehnung und Brucheinschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit

- 78 ---



Bild 26: Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit



Bild 27: Brucheinschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit

BRUCHEINSCHNÜRUNG ZU[%]



--- 81 ---



Bild 29: Härte in Abhängigkeit von der Beanspruchungszeit (Probenkopf)



Bild 30: Härte in Abhängigkeit von der Beanspruchungszeit (Meßlänge)

- 83 --













(nach Larson-Miller)

- 88



Bild 36: Vergleich experimentelle Daten zu extrapolierten Daten

(nach Larson-Miller)

1 89 -



- 90





⁽nach Larson-Miller)





(nach Larson-Miller)

92 -







Spannung in MPa

spann



Bild 42 : Zeitstand - Hauptkurve

(Larson - Miller - Parameter)



Bild 43: Bruchdehnung in Standzeit Abhängigkeit von der

der SNR-Chargen - Bereich der Bruchdehnung





Bild44:Brucheinschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit










- 101 -

ç



Bild 49: Einfluß der Probenlage auf die minimale Kriechgeschwindigkeit



- 103 -

Anlieferzustand=lösungsgeglüht $1020^{\circ}/W$





— 105 —





- 107





- 109 -











Anl.-Zustand=lös.-gegl.1050⁰/W



47738 HV30=129-150

lös.-gegl.+700⁰1000std/L



47734 HV30=138-157

lös.-gegl.+700⁰100std/L



47732 HV30=138-150

lös.-gegl.+750°500std/L

47736 HV30=128-150

x1000



Anl.-Zustand=lös.-gegl.1050°/W



lös.-gegl.+700⁰1000std/L



lös.-gegl.+700⁰100std/L



lös.-gegl.+750°500std/L











Bild 63: Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

--- 116



117 —





Bild 66: Einfluß der Kaltverformung bzw. Warmverformung auf die Zeitstandfestigkeit

— 119 —



(Larson – Miller – Parameter)



Bild 68: Einfluß der Kaltverformung bzw. Warmverformung auf die Zeit-Dehngrenzen







<u>Bild 70:</u> Einfluß der Kaltverformung bzw. Warmverformung auf die minimale Kriechgeschwindigkeit



<u>Bild 71:</u> Einfluß der Kaltverformung bzw Warmverformung auf Bruchdehnung und -einschnürung



- 125 —







— 128 —





GW = Grundwerkstoff x WBZ = Wärmebeeinflußte Zone o SV = Schweiße • HW= Heftnaht-Wurzellage 129

Bild 76



— 130 —







X6 CrNi 1811(1.4948) GW 206-Schweißverbindung.Bruchverhalten



ÜZ=Bruch in der Übergangszone Schweißgut-Grundwerkstoff SG=Bruch in der Schweiße

$S(\mathbf{Pa})$	$T = 500^{\circ}$	t _m (stå)	REM-Befund		°						
380	SG/U	370	duktil	260		37			CrNi 1811	(W.Nr.1.4948)	Charge:GW430
			(+DImper)		<u> </u>				Leg	ende:	
360	SG/Ü	1268		240	SG	88					
			duktil						Schweißzon	пе	
340		3130	(Kragen)	220	SG	166		1	Brud	ch in der Schwe	eiŝzone
300	SG	5877	duktil	200		425			Brud	ch im Grundwerl	cstoff
270				190	SG/Ü	1275		2.Einsc	hnürung	SG=Schweiße	sut
									°	5670=/01)
240				170		4580	•		T=700		, , ,
				150		10550				3,8	
								170	<u> </u>	8.5	
				130		21870					
55°°			65°				150 23				
310		120	duktil	170	SG	110		120		110	
290		168	âuktil	140		345	duktil	100		320	duktil
270	SG	523		110		3970	Mischbruch	90		770	Mischbruch
240	SG	2500	duktil	95		5897		80		1494	
210		23450		85		15386		70	~ []	2950	Mischbruch
185				73				60		5020	
								50		9943	
								40	1	13900	

— 134 —










Bild 86: Kriechkurven

- 139 -



Bild 87:Kriechkurven



Bild 88: Kriechkurven

- 141 -



Bild 89: Kriechkurven

- 142 --



Bild 90: Kriechkurven

143 |





- 145 -



— 146 ·

ē



- 147



- 148 --

