KfK 4468 Dezember 1988

Untersuchungen zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten am austenitischen Stahl AISI 316-NET

1. Zwischenbericht (Sept. 1988)

M. Schirra, B. Ritter Institut für Material- und Festkörperforschung M. de las Rivas, R. Anca de Abati

Centro de Investigaciones Energeticas Medio Ambientales y Tecnologicas

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Kernforschungszentrum Karlsruhe Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 4468

Untersuchungen zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten am austenitischen Stahl AISI 316-NET

1. Zwischenbericht (Sept. 1988)

M. Schirra - B. Ritter M. de las Rivas - R. Anca de Abati *

Diese Arbeit wurde im Rahmen der Zusammenarbeit auf dem Gebiet der friedlichen Nutzung der Kernenergie zwischen dem Kernforschungszentrum Karlsruhe (KfK) und dem C.I.E.M.A.T. (vorm. JEN) - Madrid durchgeführt

*<u>C</u>entro de <u>I</u>nvestigaciones <u>E</u>nergeticas <u>M</u>edio <u>A</u>mbientales y <u>T</u>ecnologicas - Madrid (Spanien) 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

<u>Kurzfassung</u>

Der Bericht beschreibt Zeitstandversuche an einem austenitischen 17/13/2-CrNiMo-Stahl, die im Rahmen der deutsch-spanischen Zusammenarbeit (KfK-CIEMAT) durchgeführt werden. Bei dem Werkstoff handelt es sich um den Stahl AISI 316(L), der als 1. Wand-Werkstoff für NET (<u>Next European Torus</u>) zur Diskussion steht. Das Versuchsprogramm am Grundwerkstoff einer NETspezifizierten Charge deckt zur Zeit im Temperaturbereich 500-750°C den Standzeitbereich bis rd. 20 000 std ab. Die bisher vorliegenden Ergebnisse erlauben klare Aussagen zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten sowie über die Duktilitätskennwerte. Metallografische Untersuchungen geben Aufschluß über das Bruchverhalten und veranschaulichen das komplexe Ausscheidungsverhalten. Verglichen werden die Ergebnisse mit Literaturdaten und zwei vergleichbaren Schmelzen aus dem Schnell-Brüter-Programm.

<u>Abstract</u>

Investigations on the creep-rupture behaviour of the austenitic stainless steel AISI 316 NET (Interim report Sept. 88

The report described the creep-rupture tests carried out with a 17/13/2 CrNiMosteel in the frame of the German-Spanish collaboration (KfK-CIEMAT). The material studied is the austenitic steel AISI 316(L) selected as potential first-wall material for NET (<u>Next European Torus</u>). The test programme on base material with a NET specified batch encompasses until now in the temperature range 500-700°C the rupture-time-range till 20 000 h. The results permits statements to the creep-and creep-rupture behaviour and ductility. Metallography examinations give information about fracture behaviour and demonstrate the complex precipitation happening. The results are comparing with the literature and own test results from two batches of the Fast-Breeder-Program.

<u>Resumen</u>

Investigaciones sobre el comportamiento bajo tracción y fluencia lenta del acero austenitico AISI 316 NET (Informe intermedio, Sept. 1988)

El informe describe ensayos de fluencia lenta de un acero austenitico con 17/13/2 CrNiMo (AISI 316L). Este material es uno de los materiales seleccionados como primera pared en el NET (<u>Next E</u>uopean <u>T</u>orus).

Los ensayos realizados, hasta el presente, con probetas de una carga especificada por NET, cubren un rango de temperaturas de 500-700°C con tiempos de rotura de hasta 20 000 h. Los resultados permiten afirmar el comportamiento de resistencia, fluencia en funcion de tiempo y ductilidad. Las investigaciones metalograficas dan información sobre el comportamiento de fractura y muestran la formacion de precipitados complejos. Se comparan los resultados con datos de la literatura y con aquellos de los cargas comparables del programa de reactores rapidos.

Gliederung

- 1. Einleitung
- 2. Versuchsmaterial und Versuchsprogramm
- 3. Versuchsdurchführung

4. Versuchsergebnisse

- 4.1 Belastungsdehnung
- 4.2 Zeitstandfestigkeit und Zeit-Dehngrenzen
- 4.3 Kriechverhalten
- 4.4 Aktivierungsenergie des Kriechens
- 4.5 Bruchdehnung und Brucheinschnürung
- 4.6 Metallografische Untersuchungen und Härtemessungen
- 5. Literatur

1. <u>Einleitung</u>

Für NET (<u>Next European Torus</u>) sind als Erste-Wand-Werkstoffe ein austenitischer 17/13 CrNi-Stahl (ähnlich DIN 1.4919 bzw. AISI 316) und alternativ ein martensitischer 12% Cr-Stahl (ähnlich 1.4914) ausgewählt worden. Während die Probleme der ersten Wand in ihrer allgemeinen Form schon vielfach dargelegt wurden [1,2,3], werden in der Arbeit von Ehrlich, Munz, Anderko [4] speziell die Belastungen, wie sie für NET zu erwarten sind, behandelt.

Der vorliegende Bericht beschreibt den Stand der Untersuchungen zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des austenitischen Stahles AISI 316L (NET) anhand von Versuchen an einer Charge nach NET-Spezifikation. Bei der derzeitigen Auslegung mit einer maximalen Beanspruchungstemperatur von 500°C spielt das Zeitstandfestigkeitsverhalten nicht die dominierende Rolle, jedoch ist auch bei kurzzeitiger höherer Temperaturbelastung und evtl. hoher Spannungsspitzen das elastisch/plastische Verhalten von besonderer Bedeutung; zumal die austenitischen Stähle im Temperaturbereich 300-800°C eine relativ niedrige und weitgehend temperaturunabhängige Streckgrenze aufweisen ($R_{p_{0.2}} \approx 150$ MPa).

Die Untersuchungen werden im Rahmen der deutsch/spanischen Zusammenarbeit in Arbeitsteilung in den Zeitstandlabors des CIEMAT (Madrid) und des KfK / IMF-II durchgeführt. Der Bericht beschreibt den derzeitigen Stand des Versuchsprogrammes bei 7/88.

2. Versuchsmaterial und Versuchsprogramm

Als Versuchsmaterial stand 30 mm-Platten-Material (250x2000x30 mm) aus einer Großcharge zur Verfügung, die für verschiedene Versuchsprogramme im Rahmen der FT-Arbeiten von Ispra bestellt wurde. Die chemische Zusammensetzung geht aus Tabelle 1 hervor (Charge 12 247-NET). In der Tabelle mitaufgeführt sind zwei vergleichbare Chargen aus dem Schnell-Brüter-Programm und die Spezifikation bzw. Streubreite der chemischen Zusammensetzung kommerzieller Chargen des VDEH (Verein Deutscher Eisenhüttenleute) und japanischer Stahlhersteller (NRIM = National Research Institute for Metals). Die Chargen des VDEH und NRIM entsprechen dem amerikanischen Stahl AISI 316 und decken einen etwas breiteren Bereich in der chemischen Zusammensetzung ab. Gegenüber AISI 316 und den VDEH- und NRIM-Chargen hat die NET-Charge einen niedrigeren Kohlenstoffgehalt und höheren Stickstoffgehalt. Auf die Versuchsergebnisse dieser Chargen wird vergleichend Bezug genommen.

Das Plattenmaterial der NET-Charge lag im lösungsgeglühten Zustand vor (Bild 1). Die Korngröße liegt zwischen 30-60 μ m (\triangleq ASTM 5-7) mit einzelnen Körnern < 40 μ m und > 60 μ m. Die Härte im Anlieferzustand wurde mit HV30 = 134-149 bestimmt.

Das Zeitstandversuchsprogramm umfaßt den Prüftemperaturbereich von 500-750°C und soll experimentell den Standzeitbereich bis \approx 40 000 std abdecken. Die Ausweitung auf Prüftemperaturen \geq 600°C erlaubt den Vergleich mit Literaturdaten und insbesondere mit den vergleichbaren Stählen aus dem Schnell-Brüter-Programm. Diese Abstützung auf mehere Chargen und eine breitere Datenbasis macht eine Extrapolation zu langen Einsatzzeiten sicherer und verbessert auch eine Abschätzung des möglichen Einflusses von Unterschieden in der chemischen Zusammensetzung auf die mechanischen Kennwerte. Ergänzend zu den Zeitstandversuchen wurden die gefahrenen Proben metallografisch untersucht, um erste Aufschlüsse über das Bruchverhalten zu bekommen.

3. Versuchsdurchführung

Die Zeitstandversuche wurden mit Gewindekopfproben verschiedener Abmessungen durchgeführt (Bild 2), die in Längsrichtung aus dem Plattenmaterial herausgearbeitet wurden. Für die Versuche im CIEMAT und teilweise beim KfK/IMF wurde die Proben Ø 8x50 mm (do x Lo) mit M12 Gewindekopf verwendet. Im IMF wurde zusätzlich noch die Probe Ø 5x25 mm mit M8 Gewindekopf verwendet, teilweise für Versuche in Vakuum-Prüfanlagen aus Kapazitätsgründen. Die Probe Ø 3x35 mm mit M5-Gewindekopf wird allgemein für Zugversuche eingesetzt, im Rahmen dieser Zeitstandversuche auch für die Versuchsreihe bei 550°C mit 390 MPa, um den Einfluß der Probenlage aufzuzeigen. Verschiedene Probenformen im Rahmen dieser Abmessungen haben keinen Einfluß auf die Zeitstandfestigkeitswerte, wie am Beispiel des Stahles 1.4948 (= AISI 304) gezeigt wurde [5]. Die Proben \oslash 5x25 mm und \oslash 8x50 mm haben als Meßlängenbegrenzung umlaufende Meßkragen zur Befestigung der induktiven Wegaufnehmer. Diese Wegaufnehmer registrieren kontinuierlich den Kriechverlauf mit einer Genauigkeit von 2 µm. Die Versuchsspannung wird durch Gewichte über ein Hebelsystem (1:15) aufgebracht. Als Heizquelle dient ein 3-Zonen-Ofen, dessen Zonen durch PID-Regler separat regelbar sind. Dadurch ergibt sich eine konstante Versuchstemperatur über die Probenlänge. Die Temperaturschwankung über die Versuchszeit liegt bei ± 2 °C. Die Kontrolle der Versuchstemperatur erfolgt durch drei über die Probenlänge verteilte Pt/Rh-Pt-Thermoelemente.

Die Versuchsanordnung der Teststrecke geht aus Bild 3 hervor. Die Prüfstände im KfK und CIEMAT sind vom gleichen Hersteller und gleicher technischer Ausstattung (Bild 4).

4. Versuchsergebnisse

4.1 <u>Belastungsdehnung</u>

Bei Versuchsbeginn kommt es in Abhängigkeit von der Versuchsspannung zu einem Anfangsdehnbetrag, der als Belastungsdehnung ε_o bezeichnet wird. Liegt die Versuchsspannung eindeutig unter der jeweiligen Streckgrenze Rpop ist der Dehnbetrag elastisch und entspricht dem Hook'schen Gesetz $\varepsilon = \sigma/E$. Ein typisches Merkmal der austenitischen Stähle im lösungsgeglühten Zustand ist aber ihre relativ niedrige Streckgrenze, die zudem noch im Temperaturbereich 300-800°C schwach temperaturabhängig ist. Im Falle des hier untersuchten Stahles AISI 316 liegen die Werte für Rpn2 im Temperaturbereich 500-750°C zwischen 160-130 MPa. D.h., alle Versuchspannungen bei 500-600°C und teilweise bei 650°C Prüftemperatur, die noch in einem absehbaren Zeitraum Standzeitwerte ergeben sollen, liegen erheblich über der jeweiligen Warmstreckgrenze und führen zu plastischen Belastungsdehnwerten > 0.2 %, die bei 200 MPa Versuchsspannung zwischen 2.5 - 3.5 % und bei 400 MPa zwischen 15-22 % liegen (s.a. Wertetabellen 2-6). In Bild 5 ist die Abhängigkeit der Belastungsdehnung ε_0 von der Versuchsspannung dargestellt. Links ist die elastische Dehnung nach dem Hook'schen Gesetz mit 2 Geraden für den E-Modul-Bereich von 150-200 kN/mm² angegeben, wenn also die jeweilige Warmstreckgrenze nicht überschritten wird. Davon abweichend ergeben sich bei Spannungen > 100 MPa plastische Dehnbeträge > 0.2% wie sie für alle

realisierten Versuchsspannungen an dem untersuchten Stahl AISI 316 NET anfielen. Als schraffiertes Band ist der Bereich der Belastungsdehnwerte für den Mo-freien Stahl 1.4948 (= AISI 304) eingezeichnet, dessen Streckgrenzenwerte allgemein noch etwas unter denen des Stahles AISI 316 liegen.

Die <u>plastische</u> Verformung bei Versuchsbeginn ist zu beachten, wenn Zeit-Dehngrenzwerte betrachtet werden. Diese geben die Zeit an, bis ein bestimmter Kriechbetrag (z.B. $\varepsilon_{f_{1\%}}$) erreicht ist, also ohne die bei Versuchsbeginn aufgetretene Belastungsdehnung, die deshalb auch in den Wertetabellen 2-6 separat aufgeführt ist.

4.2 Zeitstandfestigkeit und Zeit-Dehngrenzen

Der Stand der Ifd. Versuchsprogramme (7/88) geht aus Bild 6 hervor, in dem die bisher erreichten Bruchzeiten in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung aufgetragen sind. Auffallend ist die extrem starke Spannungsabhängigkeit der Standzeitwerte bei 500°C Prüftemperatur. Während bei einer Spannung von 440°C der Bruch bei Belastung erfolgt, werden mit ≦ 435 MPa Standzeiten > 10³ std erreicht. D.h., 500°C Prüftemperatur ist für diesen Stahltyp die untere Grenze, um auslegungsrelevante Daten zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten zu erhalten.

Unter Berücksichtigung der noch Ifd. Langzeitversuche können im Temperaturbereich 500-750°C klare Aussagen zum Zeitstandfestigkeitsverahlten bis 2·104 std gemacht werden. Die noch Ifd. Versuche werden den Standzeitbereich bis 4·104 std experimentell abdecken.

Als Vergleich ist für jede Prüftemperatur die Mittelwertkurve von Zeitstandversuchen an 2 vergleichbaren Chargen aus dem Schnell-Brüter-Programm eingezeichnet (s. Tabelle 1, Charge 013824 und 11477). Bis 650°C Prüftemperatur weist die NET-Charge durchweg um 10% höhere Zeitstandfestigkeitswerte auf.

Bei 600°C wurden 9 Parallelversuche (A A) mit 310 MPa und bei 650°C 5 Parallelversuche mit 240 MPa durchgeführt, um die werkstoffbedingte Streubreite innerhalb einer Versuchsreihe aufzuzeigen. Bei 550°C und 390 MPa Versuchsspannung wurden 24 Versuche durchgeführt mit Proben verschiedener Lage im Ausgangsblech von längs bis quer. Es wurden Standzeiten zwischen 122 bis 430 erreicht, ohne daß ein eindeutiger Zusammenhang mit der Orientiertung erkennbar wäre. Die entsprechende Probe in Längsrichtung erreichte 279 std Standzeit.

Ein Vergleich der bisher an der NET-Charge ermittelten Standzeitwerte mit Literaturdaten erfolgt in den Bildern 7 und 8 in der Form des Larson-Miller-Parameters

 $P = T_K \cdot (c + \log t_m)$

bei dem auf der Abszisse Prüftemperatur und Standzeit als Parameter in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen wird. Als c-Wert wird wegen der allgemeinen Vergleichbarkeit c = 20 eingesetzt. Vom VDEH werden im Auftrag des KfK / PSB seit 1968 Zeitstandversuche an potentiellen Strukturwerkstoffen durchgeführt. Von dem kommerziellen 17/13/2 CrNiMo-Stahl 1.4919 werden 5 verschiedene Chargen im Temperaturbereich 500-800°C untersucht, mit denen teilweise schon der Standzeitbereich bis 10⁵ std experimentell abgedeckt ist. Dieser Stahl unterscheidet sich von der NET-Charge hauptsächlich durch einen höheren C- und Ni-Gehalt, wie die Analysenspanne in der Tabelle 1 zeigt. Eine Auftragung aller Standzeitwerte ergibt ein Streuband, wie es in Bild 7 schraffiert eingezeichnet ist. Innerhalb dieses Bereiches liegen auch die Standzeitwerte der NET-Charge.

Unterhalb des schraffierten Bereiches ist die Begrenzungslinie für 1% Gesamtdehnung eingezeichnet. Der jeweilige Wert gibt also an, wann, unter Berücksichtigung der Belastungsdehnung, mit dem nachfolgenden Kriechbetrag 1% Gesamtdehnung erreicht wird. Deshalb ist auch verständlich, daß oberhalb 160 MPa keine Kriechzeit mehr zur Verfügung steht, weil in diesem hohen Spannungsbereich die Werte für die Belastungsdehnung > 1% sind (s.a. Bild 5).

Ein weiterer Vergleich verschiedener Chargen dieses Stahltypes erfolgt im Bild 8. Innerhalb des VDEH-Streubandes (aus Bild 7) ist gestrichelt ein weiteres Band eingezeichnet, das aus Ergebnissen von 6 Chargen japanischer Untersuchungen gebildet wird [6]. Diese Chargen entsprechen in ihrer chemischen Zusammensetzung den VDEH-Chargen (s. Tabelle 1) und sind im Temperaturbereich 600-850°C bis zu 50 000 std Standzeit untersucht worden. Innerhalb dieser beiden Streubänder sind Einzelwerte der beiden Chargen angegeben, die im Rahmen des Projektes Schneller Brüter untersucht werden und schon im Bild 5 mit den Werten der NET-Charge verglichen wurden. Der Vergleich der Kurven für 1% Gesamtdehnung aus Bild 7 und 8 zeigt, daß auch bei dieser Kenngröße die Werte der NET-Charge 10-20% in der Spannung höher liegen als die Werte der vergleichbaren PSB-Chargen.

Die kontinuierliche Dehnungsmessung erlaubt die exakte Bestimmung der verschiedenen Zeit-Dehngrenzen, wie sie in den Wertetabellen 2-6 für 0.1% bis 5% angegeben sind. In den Bildern 9 und 10 sind die Zeiten für die Kriechbeträge von 0.1 % bis 2 % in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen. Es ergeben sich sog. Zeit-Dehngrenzen-Kurven, die mehr oder weniger parallel zur Zeitstandfestigkeitskurve verlaufen. Die Zeit-Dehngrenzen ϵ_f beziehen sich nur auf den Kriechbetrag, und beinhalten nicht die bei Versuchsbeginn auftretende Belastungsdehnung ϵ_0 .

4.3 Kriechverhalten

Die kontinuierlich registrierten Kriechkurven wurden mittels Kurvendigitali sierer mit angeschlossenem Rechner analysiert und u.a. jeweils die minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ bestimmt. Bei Anwendung der Norton'schen Kriechbeziehung [7] der Form $\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^n$ ist die Spannungsabhängigkeit der sekundären bzw. minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ von Bedeutung und man geht davon aus, daß bei Versuchen mit konstanter Last ein Bereich mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit vorliegt. Tatsächlich zeigt sich aber bei den komplex aufgebauten hochwarmfesten Stählen, daß der Kriechverlauf z.T. stark von der klassischen Kriechbereich abweicht. Dies ist in [5] für den Stahl 1.4948 (= AISI 304) klar dargelegt worden mit der Konsequenz, daß dem Wert $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ und den empirisch abgeleiteten Abhängigkeiten mehr technische als physikalische Bedeutung beizumessen ist und nur für den experimentell abgedeckten σ , t, T-Bereich Gültigkeit hat.

Im Falle des hier untersuchten Stahles AISI 316(L) liegen bei 500 und 550°C Kriechkurven mit einem klar ausgeprägten sekundären (stationären) Kriechbereich vor. Ab 600/650 °C Prüftemperatur und langen Versuchszeiten wird der zeitliche Anteil dieses Kriechbereiches zugunsten eines ausgedehnten tertiären Kriechbereiches allerdings deutlich kürzer.

In Bild 11 ist die Abhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit von der Versuchsspannung dargestellt. Im experimentell abgedeckten Spannungsbereich lassen sich die Wertepaare durch eine Gerade verbinden, deren Neigung über $\Delta \dot{\epsilon} / \Delta \sigma$ den Spannungsexponent n (nach Norton) ergibt. Mit steigender Prüftemperatur fällt der n-Wert von 28.5 bei 500°C auf 7.0 bei 750°C ab. Die als Vergleich eingezeichneten Werte der PSB-Chargen zeigen bei dem bisherigen Stand des noch Ifd. Versuchsprogrammes eine ähnliche Spannungsabhängigkeit der $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ -Werte, jedoch durchweg bei etwas höheren Kriechraten. Daraus ergeben sich für diese Chargen dann größere k-Werte.

4.4 Aktivierungsenergie des Kriechens

Der vorliegende Datensatz zum Kriechverhalten erlaubt die Bestimmung der Aktivierungsenergie des Kriechens Q_K. Wenn man in Bild 11 ($\dot{\epsilon}_{p_{min}} \rightarrow \sigma$) bei einer Versuchsspannung einen Schnitt macht, erhält man Kriechgeschwindig keitswerte verschiedener Prüftemperaturen. Durch die Auftragung $\dot{\epsilon}_{p_{min}} \rightarrow 1/T_K$ erhält man aus der Neigung der Geraden über Q_K = 4.56 Δ log $\dot{\epsilon}/\Delta 1/T$ den Wert für die effektive Aktivierungsenergie des Kriechens. Bei der vorliegenden NET-Charge ergab sich für den Stahl AISI 316(L) als Mittelwert aus 7 Spannungsschnitten (350-60 MPa, T = 500 - 700 °) für Q_K = 130 kcal / mol = 545 kJ/mol.

4.5 Bruchdehnung und Brucheinschnürung

Die Duktilitätskennwerte Bruchdehnung Au und Brucheinschnürung Zu sind in den Bildern 12-14 in Abhängigkeit von der Standzeit und getrennt nach Prüftemperaturen dargestellt. Jeweils sind die bisher vorliegenden Werte der beiden PSB-Chargen als Vergleich mit herangezogen worden. Bej 500 und 550°C Prüftemperatur besteht die Tendenz, daß mit zunehmender Standzeit die Duktilität leicht abnimmt (Bild 12 + 13). Bei 600 bis 750°C ist die Aussage nicht so eindeutig, weil unabhängig von der Standzeit sehr unterschiedliche Duktilitätskennwerte anfallen. Dieser Befund deckt sich auch mit den Ergebnissen der VDEH und NRIM-Schmelzen [6]. Die Ursache liegt in dem sehr komplexen Ausscheidungsverhalten in diesem Temperaturbereich dieses Stahltypes. Während bei dem Mo-freien Stahl 1.4948 (= AISI 304) lediglich $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen beobachtet werden [8-11], bilden sich beim Stahl AISI 316 (= 1.4919) die Laves-, Chi- und σ -Phase [8,12-21]. Die Bildung dieser Phasen ist nicht nur temperaturabhängig sondern im Falle von zeitstandbeanspruchten Proben zudem noch σ -t-abhängig.

Die Bruchdehnung als Duktilitätskennwert umfaßt im Zug- und Zeitstandversuch die Gesamtverlängerung der Probe bis zum Bruch. Im Zeitstandversuch bedeutet das, daß die Bruchdehnung A_u aus der Belastungsdehnung ε_0 bei Versuchsbeginn und der Kriechdehnung ε_{Kr} besteht. Wie schon unter 4.1 deutlich beschrieben, kommt es bei den bei 500-650°C realisierten Versuchsspannungen zu erheblichen Belastungsdehnwerten (> 150 MPa > 1%). Im Bild 14 sind für die Prüftemperaturen 500-600°C die Dehnwerte in Abhängigkeit von der Standzeit aufgetragen, wobei jeweils von der Bruchdehnung A_u die Belastungsdehnung ε_0 abgezogen wurde, sodaß der gestrichtelte Kurvenverlauf (x---x) die Kriechdehnung darstellt. Erst bei Standzeiten > 50 000 std bei 600°C und > 1 000 bei 650° (= σ < 150 MPa) liegt die Belastungsdehnung unter 1% (s.a. Tabelle 4 und 5).

4.6 Metallografische Untersuchungen und Härtemessungen

Ein Teil der im Zeitstandversuch geprüften Proben wurde metallografisch untersucht, um Aufschluß über das Bruchverhalten zu bekommen und das komplexe Ausscheidungsverhalten durch lichtmikroskopische Gefügedarstellungen zu veranschaulichen. In den Bildtafeln 15-18 sind Aufnahmen im ungeätzten Zustand der durch die Probendehnung verformten Meßlänge dargestellt, um das Auftreten von trans- und interkristallinen Aufrissen zu demonstrieren. Im geätzten Zustand ist die Bruchausbildung sowie die Bildung von Korngrenzen- und Matrixkarbiden erkennbar. In gleicher Weise wird die Ausscheidungs- und Phasenbildung durch Aufnahmen aus dem Probenkopf, der ja durch die Versuchsspannung nicht deformiert und praktisch nicht beeinflußt wurde, gezeigt (Bild 19-21).

Bei 500 und 550°C Prüftemperatur erfolgt der Bruch bis zu den bisher maximalen Standzeiten als Mischbruch, wobei in der Bruchzone inter- und transkritalline Aufrisse vorliegen und die einzelnen Körner nicht nennenswert deformiert sind (Bild 15).

Bei 600 und 650°C ist eine deutliche Änderung im Gefüge in Abhängigkeit von der Beanspruchungszeit erkennbar. Einmal sind die Körner stärker deformiert, was sich ja auch in den höheren Bruchdehnungswerten im Bild 12 ausdrückt und desweiteren ist die extrem starke Ausscheidungsbildung erkennbar (Bilder 16 und 17). Im Bild 17 zeigt die Probe mit der längeren Standzeit keine Aufrisse in der Bruchzone.

Dies ist auch bei den bei 700 und 750°C geprüften Proben der Fall (Bild 18). Dies ist insofern bemerkenswert, weil der Mo-freie Stahl 1.4948 über den gesamten untersuchten Temperatur- und Zeitbereich diese Aufrisse in der Bruchzone zeigte und mit der einsetzenden Bildung der M₂₃C₆ Ausscheidungen eine deutliche Abnahme der Duktilitätskennwerte verbunden war [10].

Um die Bildung von Ausscheidungen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und Zeit zu zeigen, sind in den Bildern 19-21 Aufnahmen aus dem jeweiligen Probenkopf von gefahrenen Zeitstandproben dargestellt. Deutlich ist die zeitabhängige Gefügeänderung bei 750°C in der Bildtafel 21 erkennbar, wobei die Probe mit der maximalen Standzeit deutliche Mengen von σ Phase aufweist.

Die Schliffbilder zeigen auch die teilweise stark inhomogene und streifenförmige Anordnung der Ausscheidungen, was auch zur starken Streuung der Duktilitätskennwerte beiträgt.

Härtemessungen an den metallografischen Proben erlauben eine ergänzende und Aussage, inwieweit Ausscheidungs-Deformationsvorgänge die ursprüngliche Matrixhärte beeinflussen. Im Bild 22 sind die in der Meßlänge und Probenkopf gemessenen Härtewerte in Abhängigkeit von im der Probenstandzeit aufgetragen. Im unteren Bildteil zeigen die im Probenkopf Härtewerte eine schwache, gemessenen aber deutlich ausgeprägte Matrixverfestigung in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und Prüfzeit, als Folge der abgelaufenen Ausscheidungsvorgänge. Die in der Meßlänge gemessenen Härtewerte geben zusätzlich die Materialverfestigung durch die Probendeformation wieder, die wesentlich stärker ausgeprügt ist. Diese Verfestigung wird allerdings im Laufe der Versuchszeit durch die

Temperatureinwirkung weitgehend wieder abgebaut, wie der beispielhaft eingezeichnete Kurvenverlauf für die bei 550 und 750°C geprüften Proben zeigt.

Danksagung

Literatur

5.

Die Autoren danken den Herren A. Falkenstein, J. Sanchez und J. Ruz für die zuverlässige Durchführung und Betreuung der Zeitstandversuche und den Herren P. Graf, H. Meinzer und H. Zimmermann für die Durchführung der metallografischen Untersuchungen und Härtemessungen.

[1] K. Ehrlich "Werkstoffe für die erste Wand von Fusionsreaktoren" Kerntechnik 19 (1977) Nr. 6 S. 263-267 [2] R.E. Gold, E.E. Bloom, F.W. Clinard, D.L. Smith, R.D. Stevenson, W.G. Wolfer Nuclear Technology / Fusion 1 (1981) 169 [3] R.R. Solano "Materiales de primera pared en reactores de fusion por continamiento magnetico" ENERGIA NUCLEAR, Espana 29 (157) Sept./Okt. 1985 S. 369-374 [4] K. Ehrlich, D. Munz, K. Anderko "Metallische Strukturwerkstoffe als Erste-Wand-Materialien" KTG-Tagung 2.-4.6.1987, Karlsruhe, Fachsitzung Material für Kernfusionsanlagen [5] M. Schirra "Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des SNR-300-Strukturwerkstoffes X6CrNi 1811 (1.4948)" KfK-Bericht 4273, Februar 1988 [6] NRIM - Creep Data Sheet Nr. 15A - 1982 National Research Institute for Metals - Tokio Japan

[7] F.H. Norton"The creep of steel at high temperatures"Mc Graw Hill Publishing Co. Ltd., 1929

 [8] M. Pohl
 "Elektronenmikroskopische Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten unstabilisierter Chrom-Nickel-Stähle im Temperaturbereich von 500 bis 800°C"
 Diss.: Rhein.-Westf. Technische Hochschule Aachen, Fakultät für

Diss.: Rhein.-Westf. Technische Hochschule Aachen, Fakultät für Bergbau und Hüttenwesen, 1977

- [9] 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
- [10] 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
- [11] R. Groß, B. Bennek-Kammerichs
 "Bestimmung der Kriechmechanismen am SNR-Strukturwerkstoff
 X6CrNi 1811 (1.4948) aus den Strukturuntersuchungen"
 KfK-Bericht 4086
- W. Koch, A. Schrader, A. Krisch, H. Rohde
 "Änderungen im Gefüge austenitischer Stähle bei Zeitstandversuchen"
 Stahl und Eisen 78 (1958) S. 1251-1262

- [13] F. Garofalo, F. v. Gemmingen, W.F. Domis
 "The creep behaviour of an austenitic stainless steel as effected by carbides precipitated on dislocation"
 Transactions of the ASME, Vol. 54 (1961) S. 431-445
- [14] G. Lennartz
 "Der Gefügeaufbau und dessen Veränderung in dem säurebeständigen austenitischen Cr-Ni-Mo-Stahl X5CrNiMo 1713"
 DEW Technische Berichte Bd. 4 (1964) Heft 1, S.13-18
- [15] G. Lennartz
 "Einfluß von Legierungselementen auf das Ausscheidungsverhalten austenitischer Cr-Ni-Stähle"
 Mikrochim Acta 1965/3, S. 405-428
- [16] H. Thier, A. Bäumel, E. Schmidtmann
 "Einfluß von Stickstoff auf das Ausscheidungsverhalten des Stahles X5CrNiMo 1713"
 Archiv f.d. Eisenhüttenwesen Heft 4 (1969) S. 333-339
- B. Weiss, R. Stickler
 "Phase instabilities during high temperature exposure at 316 austenitic stainless steel"
 Metallurgical Transactions, Vol.3 (1972) S. 851-866
- K.D. Challenger, J. Moteff
 "Quantitative Characterization of the substructure of AISI 316
 stainless steel resulting from creep"
 Metallurgical Transactions, Vol. 4 (1973) S. 749-755
- [19] D. Blazejak, G. Herbsleb, K.J. Westerfeld
 "Der Einfluß von Stickstoff auf die korrosionschemischen Eigenschaften lösungsgeglühter und angelassener austenitischer 18/10 CrNi-Stähle und 18/10 CrNiMo-Stähle (Ausscheidungsverhalten)
 Werkstoffe und Korrosion 27 (1976) S. 398-403

- [20] D.G. Morris, D.R. Harris
 "Massive particle formation in a type 316 stainless steel during creep"
 AERE-M-2842 Report (1976) S. 1-12
- [21] H. Gerlach
 "Warmfeste austenitische Stähle"
 Werkstoffkunde der gebräuchlichen Stähle
 VDEH (1977) S. 106-117

Chemische Zusammensetzung 316L (N) bzw. 316 NET

<u>Tabelle 1</u>

Charge	с	Si	Mn	Ρ	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Co	Nb/Ta	+ Ti	В	N	
Spezifikation (min) (max)	0,020 0,030	≤0,5	1,6 2,0	≤0,025	≤0,015	17,0 18,0	12,0 12,5	2,3 2,7	≤0,3	≤0,25	Σ ≤0,1		≤0,0015	0,06 0,08	
013824 (Krupp)	0,026	0,15	2,06	0,024	0,002	17,39	12,50	2,43	0,04	0,05	0,01	0,01	0,0004	0,067	
Stückanalyse											0,002				
Kontrolle TEW,KSW	0,024	0,13	2,01	0,015	<0,003	17,44	12,54	2,40	0,05	0,04	<0,01 <0,005	< 0,01	0,0007	0,061	
11477 (Creusot)	0,020	0,32	1,80	0,020	0,0006	17,34	12,50	2,40	0,12	0,030	0,042	0,008	0,0014	0,080	
Stückanalyse											0,005				
Kontrolle TEW Blech 26214	0,022	0,31	1,85	0,019	0,003	17,43	12,46	2,53	0,12	0,020	0,01 0,01	0,01	0,0004	0,082	
12247 (NET)	0,022	0,46	1,82	0,027	0,001	17,4	12,34	2,3	0,20	0,17	0,01		0,0007	0,06	lspra Telex 1/84
VDEH-Spezifikation 1.4919	0,04 0,08	≤0,75	≤2,0	≤0,045	≤0,030	16,0 18,0	12,0 14,0	2,0 2,5							
-															
VDEH-Chargen 1.4919	0,052 0,055	0,43 0,60	1,40 1,77	0,019 0,032	0,007 0,023	17,06 17,50	13,24 13,70	2,26 2,30	0,06 0,26	0,13 0,24	<0,03	<0,03 0,08	0,0008 0,0009	0,03 0,052	0,02 V 0,08
NRIM Chargen SUS 316(B)	0,06 0,08	0,46 0,81	1,41 1,75	0,026 0,032	0,007 0,026	16,97 17,43	10,28 12,48	2,25 2,49	0,14 0,35		0,03 0,04	0,009 0,047	0,0007 0,0016	0,0159 0,0290	NRIM 15A 1982

18 -

AlSI 316L - Chg. 12247 (NET) KfK und CIEMAT - Versuche

J Legierung Pr. Vers. σ_0 tm εο £f0.1% Ef0.2% Ef0.5% £f1% $\epsilon_{f2\%}$ £f5% Au Żu Epmin(abs) Charge-Nr. °c x10-6/h Ømm Nr. MPa h h h h h h h % % 96 Zustand AISI 316L 8 JEN 500 470 Bel. 34.6 60.9 12247-NET 8 450 Bel. JEN 34.2 71.1 3058 440 Anl.-Zustand 8 Bel. 36.4 67.0 (= |sq.)3045 8 8611 435 24.0 52 210 1460 3310 5750 8470 37.6 39.9 2.3 8 L15 2100 16.0 10 35 430 140 400 1000 2000 32.4 35.0 16 5 425 24.8 3047 8110 45 215 1445 3480 5990 8007 2 35.6 59.4 17.2 8 L17 540h 410 20 90 bei abgebrochen 8 L14 16.8 17250 400 100 650 8000 0.4 8 800 L19 390 16213 14.4 10 48 3800 10000 15000 22.2 34.0 1.7 8 L16 380 12.4 65 400 5000 11000 0.65 8 L18 370 11.2 340 2200 11500 0.3 :

Tabelle 2

19

۱

<u>Tabelle 3</u>

Legierung Charge-Nr. Zustand	Pr. ⊘mm	Vers. Nr.	າ °ເ	0 ₀ MPa	t _m h	Е ₀ ஒ	<mark>ՇքՕ,1%</mark> հ	^Շ քՕ,2% հ	^ɛ ք0.5% h	€f1% h	[£] f∑% h	£ _{15%} h	A. %	Z. %	E _{pmin(abs)} x10 ⁻⁶ /h
AISI 316L	5	2837	550	440	Bel.								35.6	56.6	
12247-NET	8	3147		420	11	26.4	0.5	0.8	1.7	2.9	5	9	40.6	68.3	237
Anlieferzust.	5	2838		400	52	21.6	1	2.25	5.25	10	18.5	38	44.4	64.1	1072
(= lsg.)	3	1813		390	279	17.0	10.5	19	44	91	166	273	28.8	54.7	103
	3	1812		380	400	14.8	3	18	124	243	334		25.4	59.7	25
	8	3042		360	704	12.8	1	3	14	56	216	582	34.6	39.9	48
	8	3043		330	2719	10.8	5	25	200	751	1705	2552	20.4	31.8	8.4
	8	3044		300	6308	8.2	11	38	312	1490	3610	5653	18.0	31.9	3.5
	8	2828		280	18967	7.0	30	155	1280	4250	8450	13280	30.0	33.0	1.5
	8	3014	600	330	24	11.6	0.1	0.2	0.45	0.8	1.6	7.3	37.0	64.0	3864
	8	1800		310	134	10.8	0.25	0.5	2.25	9.5	38	92	29.8	46.6	354
	8	1801		310	112	9.6	0.25	0.8	3	8.75	30	76	29.8	48.6	454
	8	1802		310	266	9.6	1.6	3.5	12.5	39	94	185	28.6	40.2	181
-	5	1803		310	126	8.8	0.75	1.25	4	11	31	71	39.6	39.7	512
	5	1804		310	99	8.8	0.5	1.3	5	13.5	31	63	34.8	51.4	560
	5	1805		310	107	8.4	0.5	1.2	3.2	8	23	59	38.4	45.5	560
	5	1806		310	94	9.8	0.7	1.2	3	7	18	46	49.2	54.1	. 860
	5	1807		310	140	9.8	0.5	1.2	3.3	9.6	30.5	83	32.4	56.8	420
	5	1808		310	101	9.0	0.7	1.4	3.4	8.3	23	56	38.4	54.1	680

- 20 -

<u>Tabelle 4</u>

Legierung Charge-Nr. Zustand	Pr. ⊘mm	Vers. Nr.	°c	σ ₀ MPa	t _m h	Е ₀ %	Քք0,1% Ի	^E ք0,2% հ	^Շ ք0.5% հ	<mark>Շք1%</mark> h	€f2% h	[£] ք5% h		A _u %	Z _u %	ε _{pmin(abs)} x10−6/h
AISI 316L	8	L21	600	290	167	8.7		0.6	2	8	27	80		44.2	59.3	410
12247-NET	8	1799		280	664	8.2	2.5	7.5	42	137	315	560		28.8	44.7	48
Anlieferzust.	8	L27		260	510	5.9	0.25	0.7	3.6	25	110	240		44.2	56.1	104
(= lsg.)	8	L22		240	1063	5.5		1.3	10	60	210	440		36.0	56.1	65
	8	JEN		220	5380	3.9	1	4	50	260	600	1500		45.4	65.5	24
	8	L25		200	16260	2.7	10	60	320	950	2000	8500		36.0	60.9	4
	8	L23		180	24535	2.5	70	340	1000	2400	8000	16500		35.0	75.0	1.5
	8	L24		160		1.1	35	160	750	2150	14000					0.55
	8	3148	650	260	24	6.4		0.1	0.4	1	2.7	8		54.2	64.0	5364
	8	JEN		240	36	5.6			0.5	1.6	4.7	12		46.0	57.8	3860
	5	1864		240	44	10.4		0.1	0.3	1.2	3.5	12		52.8	64.3	3116
	5	1865		240	40	5.2		0.1	0.35	1.1	3.3	11		50.0	64.1	3720
	5	1866		240	51	4.6		0.1	0.3	0.9	3.6	12.5		57.2	69.0	3220
	5	1867		240	50	4.8		0.15	0.7	1.7	4.5	13.5		60.4	62.0	3130
	8	L42		220	114	4.4	0.1	0.5	2	7	19	41		46	56.1	866
	8	L42a		220		3.1			1.5	8	26	65	bis	5%		
	8	2912		210	85	4.4	0.15	0.5	2.5	7.5	17	38		32.8	64.2	1046
	8	L43		200	309	3.0		0.7	4	11	36	100				405

- 21 -

<u>Tabelle 5</u>

Legierung Charge-Nr. Zustand	Pr. Ømm	Vers. Nr.	າ °c	σ _o MPa	t _m h	Е ₀ %	ε _{fD,1%} h	^E f0,2% h	[£] f0,5% h	⁶ П% h	Շքշ % հ	[£] 15% h	ε _{1%} Gesamt ε ₀ +ε _{Kr} h	А _и %	Zu %	έ _{pmin(abs)} x10 ^{-6/} h
AISI 316L	8	2897	650	190	253	2.8	0.25	0.5	3.3	18	41	97		31.0	67.3	434
12247 - NET	8	L44		180	1004	1.8	0.5	1.2	9	38	100	320				140
Anlieferzust.	8	L45		160	2845	0.96	2.5	9	42	120	380	1300	2	54.0	76.3	25
(= lsg.)	8	3025		150	3137	0.36	7	20	78	204	6 01	1589	108	42.4	78.5	22
	8	JEN		140	3623	0.25	7	23	75	230	800	1700	150	54.0	74.0	17
	8	JEN		120		0.23	22	60	230	1050	2820	4540	500			3.5
	8	3149	700	200	14	3.4			0.16	0.5	1.3	3.6		48.0	74.4	12300
	8	305 9		180	36	2.6		0.2	0.6	1.5	3.5	9.3		52.4	76.2	4940
	5	1809		160	135	1.0	0.3	0.8	2.7	6.4	14	34		74.8	73.5	1375
	3	1810		160	107	0.43	0.4	1.4	4.5	9.3	18	40	5	35.1	67.0	1086
	8	1811		160	110	1.1	0.1	0.3	1.3	3.8	9.5	25		66.2	85.1	1820
	8	L31		140	294	0.7		1	4	11	28	80	2	87.0	89.0	757
	8	3015		120	604	0.2	1.5	4	12	37	86	198	26	54.0	85.9	174
	8	L32		100	1553	0.08	4	13	50	140	250	460	126	84.6	86.0	54
	8	L33		80	6445	0.06	11	60	440	850	1400	2600	780	77.6		7
	8	JEN		70		0.04	45	250	1200	2230	3570	6670	2150			3
	8	L34		60		0.04	140	660	3305	5200	7200	11060	5150			0.74

- 22 -

<u>Tabelle 6</u>

Legierung Charge-Nr. Zustand	Pr. Ø	Vers. Nr.	৵ °c	Ф _о MРа	t _m h	ε ₀ %	[£] f0,1% հ	^ɛ f0,2% հ	[£] f0,5% h	€f1% h	Շ <u>քշ</u> % հ	[£] ք5% h	$\begin{array}{c} \epsilon_{1\%} \\ \text{Gesamt} \\ (\epsilon_0 + \epsilon_{\text{Kr}}) \\ \\ \text{h} \end{array}$	۹ ₀ ۳	Zu %	έ _{pmin(abs)} x10 ^{-6/} h
AISI 316L	8	3150	750	180	3.1	2.7					0.2	0.6		71.4	80.9	80800
12247 - NET	8	3062		140	19	1.4			0.3	0.8	1.6	4		71.2	81.9	11265
Anlieferzust.	8	3151		120	67	0.3	0.2	0.4	1.2	2.7	5.7	14.2	1.8	86.0	84.0	3290
(= lsg.)	5	3048		110	97	0.2	0.25	0.75	2	4.6	9.5	23	4	95.2	80.8	2035
	5	3050		90	271	0.06	1	2	6	14	29	67	13	91.6	79.0	615
	5	3051		70	1092	0.06	3	7	<u>,</u> 33	68	121	267	65	79.2	78.9	118
ZSV	5	1967		50	8561	0.06	3	91	395	826	1490	2935	800	74.4	82.6	9.5
								1								
				1]	1			1							

- 23 -



Charge 12247 (NET)

Anlieferzustand=lösungsgeglüht



57748





57754

x500

__Bild_2

Probenformen für Zeitstandversuche



B) Ø5x25mm

A) Ø8x50mm (doxLo)









Anordnung der Teststrecke

a)





c) Ansich	Bild 4
a)KfK/IMF	ZS-Labor I (Normal- atmospäre)
b) -"-	ZS-Labor II -"-
c) -"-	ZSV-Labor (Vakuum- anlagen)



d) JEN-Madrid (Normalatmosphäre) Teilansicht







(Larson – Miller – Parameter)











- 34 -





Brucheinschnürung Zu [%]



- 37



Bild 15





550⁰ 280 MPa

18967 std







C792/8 V.Nr.JEN

60422

— 39 —



650⁰

C997/4 V.Nr.JEN-L19 T=6500 016-000.12247 001 × 100 x





140 MPa 3623 std



AISI 316(L)





AISI 316 V=15x 2997/5 V.Nr.3015 60427

750⁰

70 MPa

1092 std







- 42 ---











57760

x500

— 43 —

AISI 316(L)





x500













750⁰ 9оМРя 271 std i i AISI 316-Ch9.12247 500 APR P



165-168

177-184

AISI 316(L)

1) std

750⁰

140MPa

Bild 21

W A

ක ස

316-Ch9.12247 500

