



KfK 4767
September 1990

Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche am EFR-Strukturwerkstoff 316 L(N), DIN 1.4909

M. Schirra, S. Heger
Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Nukleare Sicherheitsforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Kernforschungszentrum Karlsruhe

Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Nukleare Sicherheitsforschung

KfK 4767

**Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche am
EFR - Strukturwerkstoff 316L(N), DIN 1.4909**

M. Schirra, S. Heger

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Kurzfassung

Am Strukturwerkstoff 316L(N) (DIN 1.4909) des geplanten European Fast Ractor (EFR) wurden die Zugfestigkeitseigenschaften im T-Bereich RT-850°C und das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten im T-Bereich 500-750°C bestimmt. Untersucht wurden 2 Chargen aus deutscher und französischer Produktion bis zu Standzeiten von 16 000 std. Ergänzt werden die Zeitstandfestigkeits- und Kriechdaten durch Ergebnisse an einer analysengleichen dritten Charge aus dem Fusionsprogramm. Verglichen werden die Ergebnisse mit dem handelsüblichen Stahltyp 1.4919 bzw. AISI 316, von dem Langzeitversuchsergebnisse deutscher, japanischer und amerikanischer Laboratorien herangezogen wurden. Im Vergleich zu dem Mo-freien SNR-Strukturwerkstoff 1.4948 (Typ AISI 304) ergeben sich deutlich höhere Festigkeitswerte und ein besseres Kriechverhalten. Die metallografischen Untersuchungen vermitteln ein Bild vom komplexen Ausscheidungsverhalten, das zu einer kriechstabilen Struktur führt. Verbunden damit ist im T-Bereich 500-700°C ein überwiegend transkristallines Bruchverhalten und hohe Duktilitätskennwerte.

Abstract

Creep and creep-rupture tests on the EFR-structure-material 316 L(N) DIN 1.4909.

The tensile properties in the temperature range from RT-850°C and the creep and creep-rupture behaviour from 500-750°C were determined at the structure material of the planned European Fast Ractor (EFR). The test program encompassed two melts from a german and french manufacturer with rupture times until 16.000 h. The test results are added with datas from a melt of the fusion program, that has the same chemical composition. All test results were compared with long-term creep results from the commercial type 1.4919 resp. AISI 316 from German, Japanese and American laboratories. In comparison with the Mo-free structural material 1.4948 (AISI 304), the 1.4909 type shows markable higher creep-strength values and a more creep resistant behaviour. The metallographic examinations demonstrate the complex precipitation behaviour and the creep-resist structure in connection with high ductility and transcrystalline fracture mode in the temperature range from 500-700°C.

Gliederung

	Seite
1. Einleitung	3
2. Versuchmaterial und Versuchsdurchführung	3
3. Versuchsergebnisse	5
3.1 Zugversuche	5
3.2 Zeitstandversuche	5
3.2.1 Belastungsdehnung	5
3.2.2 Standzeit und Zeit-Dehngrenzen	5
3.2.3 Kriechverhalten	8
3.2.4 Aktivierungsenergie des Kriechens	9
3.2.5 Bruchdehnung und -einschnürung	10
3.3 Metallografische Untersuchungen zum Bruchverhalten	11
3.4 Härtemessungen	12
4. Diskussion der Versuchsergebnisse	12
5. Literatur	18

Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche am EFR-Strukturwerkstoff 316L(N), DIN 1.4909

1. Einleitung

Für das im europäischen Rahmen geplante Brüterprojekt EFR (European Fast Ractor) wurde als Anlagenstrukturwerkstoff der Mo-haltige 17/12/2CrNiMo-Stahl gewählt. Dieser Stahl basiert auf den kommerziellen Stählen DIN 1.4919 bzw. AISI 316, jedoch für die Verwendung im Reaktorbau mit modifizierter Analysenspezifikation. So wurde im Hinblick auf eine bessere IK-Beständigkeit der C-Gehalt abgesenkt und als Ausgleich für die dadurch zu erwartende Festigkeitsminderung ein erhöhter N-Gehalt spezifiziert, der zudem noch eine bessere Alterungsbeständigkeit bewirkt. Desweiteren wurden die übrigen Legierungsgehalte in engen Toleranzen gefaßt, so daß bei den mechanischen Eigenschaften mit engeren Streubändern gerechnet werden kann [1]. Dieser Stahl wird z.Zt. in Deutschland unter der Bezeichnung X2CrNiMoN 1712 (W.Nr. 1.4909) eingeführt.

Der vorliegende Bericht beschreibt die charakterisierenden Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche, die an zwei Chargen des Grundwerkstoffes im Temperaturbereich 500-750°C durchgeführt wurden, sowie die Zugfestigkeitseigenschaften im Temperaturbereich RT bis 850°C. Die Versuchsergebnisse dienen auch dem Vergleich mit geschweißten Proben (Fa. Interatom) und sind auch die Grundlage für den Vergleich mit bestrahlten Proben, die im Bestrahlungsprogramm MTE-I eingesetzt werden sollen.

2. Versuchsmaterial und Versuchsdurchführung

Versuchsmaterial in Plattenform stand von zwei Herstellern zur Verfügung: Von Krupp-Südwestfalen (KSW) und Creusot-Marrel (CRM). Von der KSW-Charge 013824 (IA-Nr. 528-Platte 1) lag 30mm Plattenmaterial und von der CRM-Charge 11477 (IA-Nr. 540-Blech 26214) lag 40mm Plattenmaterial vor.

Das Material beider Chargen war lösungsgeglüht (KSW = 1080°C/W; CRM = 1100°C/W) (Bild 1). Die Eingangsuntersuchung bei IA ergab, daß die KSW-Charge δ -Ferrit-frei ist; bei der CRM-Charge wurden vereinzelt Spuren δ -Ferrit ($\cong 1\%$) gefunden.

Korngröße ASTM	KSW = 3	CRM = 4
Härte HV10 (IA)	KSW = 130-160	CRM = 137 - 152
Härte HV30 (IMF)	KSW = 125-145	CRM = 132 - 151

Die chemische Zusammensetzung der beiden Chargen geht aus Tabelle 1 hervor. Im Vergleich zur Spezifikation zeigt sowohl die jeweilige Stückanalyse als auch die Kontrollanalyse, daß beide Chargen im zulässigen Rahmen liegen.

Mit aufgeführt ist noch die Charge 12247, die im Rahmen des Fusionsprogrammes NET untersucht wird und die die gleiche chemische Zusammensetzung hat wie die beiden EFR-Chargen. Desweiteren ist die Analysenspanne jeweils mehrerer kommerzieller Chargen des Stahles 1.4919 bzw. AISI 316 angegeben. Auf die Zeitstandfestigkeitswerte dieser zusätzlich aufgeführten Chargen wird vergleichend Bezug genommen.

Aus dem Plattenmaterial wurden quer zur Walzrichtung und aus der Mitte der Plattendicke M8-Gewindekopfproben (Bild 2) herausgearbeitet, die sowohl für Zug- und Zeitstandversuche als auch beim Bestrahlungsexperiment MTE-I eingesetzt wurden. Als Meßlänge wird der Abstand zwischen den Meßkragen (= 30 mm) benutzt.

Die Zugversuche wurden auf einer Maschine mit mechanisch gesteuertem Querhaupt durchgeführt, bei der das F-t-Diagramm zeitlich proportional zu der Querhauptbewegung und dem Papiervorschub aufgezeichnet wird (V = 25-fach).

Die Zeitstandversuche wurden in gewichtsbelasteten Anlagen (Hebelarm 1:15) durchgeführt. Die Temperaturmessung und -regelung erfolgt über drei Pt/Rh-Pt-Thermoelemente in Verbindung mit drei PID-Reglern für die 3-Zonen-Öfen. Die Dehnungsmessung erfolgt jeweils mit einem induktiven Wegaufnehmerpaar und wird kontinuierlich registriert. Dies erlaubt eine exakte Bestimmung der verschiedenen Zeit-Dehngrenzenwerte und der minimalen Kriechgeschwindigkeit. Desweiteren wird der Kriechverlauf mit Hilfe eines Digitest analysiert und gespeichert.

3. Versuchsergebnisse

3.1 Zugversuche

Ergänzend zur IA-Eingangskontrolle wurden im IMF von beiden Chargen die Zugfestigkeitseigenschaften im Temperaturbereich RT bis 850 °C bei $\epsilon_0 \approx 6 \cdot 10^{-4}$ [s⁻¹] bestimmt. Im Bild 3 sind in 3 Teildiagrammen die verschiedenen Kenngrößen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur aufgetragen. Zunächst ist festzustellen, daß kein signifikanter Unterschied zwischen den beiden Chargen besteht. Die im Werkstoffblatt vorgeschlagenen Mindestwerte bis 700°C Prüftemperatur werden erreicht. Die Streckgrenze $R_{p0,2}$ liegt im Temperaturbereich 400-700°C ziemlich temperaturunabhängig zwischen 110-135 N/mm² (= MPa).

3.2 Zeitstandversuche

3.2.1 Belastungsdehnung

Bei Versuchsbeginn tritt eine Belastungsdehnung ϵ_0 auf, die je nach Versuchsspannung elastisch oder plastisch ist. Wie im Kapitel zuvor gezeigt, liegt die Streckgrenze $R_{p0,2}$ (definiert als 0.2% plastische Dehnung) zwischen 110-135 N/mm² für $T < 750^\circ\text{C} > 400^\circ\text{C}$. Um aber bei Zeitstandversuchen im Temperaturbereich 500 bis $< 650^\circ\text{C}$ noch zu vertretbaren Bruchzeiten zu kommen, sind Versuchsspannungen bis zu 400 MPa (= N/mm²) erforderlich.

Wie aus Bild 4 hervorgeht, tritt im Spannungsbereich $> R_{p0,2}$ sofort eine plastische Verformung auf, die bei $\sigma = 140 \text{ MPa} = 1\%$ ist und bei 400 MPa Versuchsspannung um 25% liegt. Dies ist zu berücksichtigen bei der Bewertung der Zeit-Dehngrenzen ϵ_f , die sich immer auf den entsprechenden Kriechbetrag beziehen, ohne die vorangegangene Belastungsdehnung ϵ_0 , die in den Wertetabellen separat ausgewiesen ist.

Der elastische Anteil ist durch die beiden Geraden für den E-Modul-Bereich von 250-150 kN/mm² angegeben, wie er sich nach dem Hook'schen Gesetz $\epsilon = \sigma/E$ ergibt.

3.2.2 Standzeit und Zeit-Dehngrenzen

Im Bild 5 sind die an beiden Chargen ermittelten Standzeiten in Abhängigkeit von der Versuchsspannung eingezeichnet und als Zeitstandfestigkeitskurve dargestellt. Auffallend ist zunächst die extrem starke Spannungsabhängigkeit der Standzeit bei 500°C Prüftemperatur. Spannungsunterschiede von nur 5 MPa

führen unmittelbar nach Belastung zum Bruch oder zu mehreren tausend Stunden Standzeit. Bei 550 und 600°C Prüftemperatur lassen sich die Standzeitwerte beider Chargen durch eine Mittelwertkurve beschreiben. Im Temperaturbereich 650-750°C werden mit der CRM-Charge durchweg etwas längere Standzeiten erreicht. Bei 550-600 und 650°C sind noch Versuche im Gange, die die jeweilige Zeitstandfestigkeitskurve über den Standzeitbereich >20 000 std hinaus verlängern. Als Vergleich sind die Zeitstandfestigkeitskurven ohne Einzelwerte einer analysengleichen Charge aus dem Fusionsprogramm NET eingezeichnet. Diese Charge zeigt im gesamten untersuchten Temperaturbereich deutlich höhere Zeitstandfestigkeitswerte.

Das teilweise etwas günstigere Verhalten der CRM-Charge gegenüber der KSW-Charge wird deutlicher, wenn man die 1%-Zeit-Dehngrenzen miteinander vergleicht (Bild 6). Insbesondere zu langen Versuchszeiten hin werden im Temperaturbereich 550-750°C deutlich längere Zeiten bis zum Erreichen von 1% Kriechdehnung gemessen.

In den Bildern 7-10 sind die gemessenen Zeit-Dehngrenzen von 0.1-2% in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen, wie sie auch in den Wertetabellen 2-5 zusammengestellt sind.

Aus der direkten Gegenüberstellung der Zeitstandfestigkeitskurve mit einer Zeit-Dehngrenzenkurve läßt sich das Zeit-Dehngrenzen-Verhältnis $R_{p\epsilon}/R_m$ (bei vorgegebener Standzeit) bzw. das Verhältnis $t_{p\epsilon}/t_m$ (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. Soweit aus den bisher vorliegenden Datensätzen bzw. Diagrammen bestimmbar, ergaben sich für die beiden EFR-Chargen und die NET-Charge folgende Werte für das $R_{p1\%}/R_m$ Verhältnis, bezogen auf 10^2 - 10^3 und 10^4 std Standzeit:

T (°C)	Charge	Rp1% / Rm		
		10 ² std	10 ³ std	10 ⁴ std
500	KSW		0.98	
	NET		0.93	0.94
550	KSW	0.92	0.83	0.81
	CRM	0.93	0.92	0.94
600	NET	0.95	0.92	0.88
	KSW	0.78	0.73	0.69
	CRM	0.82	0.78	0.73
650	NET	0.77	0.76	0.73
	KSW	0.73	0.60	0.57
	CRM	0.72	0.68	0.65
700	NET	0.73	0.67	0.65
	KSW	0.85	0.54	
	CRM	0.88	0.63	
750	NET	0.67	0.70	0.75
	KSW	0.53	0.54	
	CRM	0.59	0.58	0.60
	NET	0.62	0.67	

Ein Vergleich der bisher an den beiden EFR-Chargen ermittelten Standzeitwerten mit Literaturdaten erfolgt in Bild 11 in der Form des Larson-Miller-Parameters

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

bei dem auf der Abszisse Prüftemperatur und Standzeit als Parameter in Abhängigkeit von der Prüfspannung aufgetragen wird. Als c-Wert wird wegen der allgemeinen Vergleichbarkeit $c = 20$ eingesetzt.

Vom VDEh werden im Auftrag des PSB seit 1968 Zeitstandversuche an potentiellen Strukturwerkstoffen durchgeführt [2]. Von dem kommerziellen 17/13/2CrNiMo-Stahl 1.4919 werden 3 verschiedene Chargen im Temperaturbereich 500-800°C untersucht, mit denen teilweise schon der Standzeitbereich bis $>10^5$ std experimentell abgedeckt ist. Dieser Stahltyp unterscheidet sich von den beiden EFR-Chargen 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 im Bild 11 mit den durchgezogenen Begrenzungslinien eingezeichnet ist. Vom japanischen National Research Institute for Metals liegen Zeitstandwerte von 6 Chargen des gleichen Stahltyps wie 1.4919 (= AISI 316) vor, die für den Temperaturbereich 600-800°C

mit Standzeiten bis zu 60 000 std ein Streuband ergeben, das im Bild 11 durch die gestrichelten Begrenzungslinien dargestellt ist [3]. Die Einzelwerte der beiden EFR-Chargen KSW und CRM ordnen sich mit einer verhältnismäßig geringen Streubreite in der Mitte der beiden Streubänder ein. D.h., der experimentell bis zu langen Zeiten abgedeckte Festigkeitsbereich des kommerziellen CrNiMo-Stahles 1.4919 kann zunächst auch für Auslegungsbetrachtungen für den modifizierten CrNiMo-Stahl 1.4909 (316L(N)) angenommen werden.

Unterhalb des Zeitstandfestigkeitsstreubandes sind noch für die beiden EFR-Chargen und die NET-Charge die Hauptkurven für 1%-Gesamtdehnung angegeben, d.h. für Spannungen unterhalb der Warmstreckgrenze $R_{p0,2}$ kann abgeschätzt werden, wann bei welcher Temperatur 1%-Gesamtdehnung (= Belastungsdehnung ϵ_0 + Kriechbetrag ϵ_{Kr}) erreicht wird. Auch diese Darstellung verdeutlicht das etwas bessere Verhalten der CRM-Charge. Aus den im Kapitel 3.2.1 gemachten Ausführungen und der Spalte 13 in den Wertetabellen erklärt sich, daß dieser Kennwert nur für $\sigma < 140$ MPa bestimmbar ist.

3.2.3 Kriechverhalten

Die kontinuierliche Aufzeichnung des Kriechverlaufes erlaubt eine exakte Bestimmung der minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{pmin}$, die sich je nach Prüftemperatur und Versuchsspannung innerhalb eines mehr oder weniger stark ausgeprägten quasi-stationären Kriechbereiches einstellt. Eine Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung ($\log \dot{\epsilon}_{pmin}(abs) \rightarrow \log \sigma_0$) ergibt für jede Prüftemperatur eine Gerade, aus deren Neigung sich nach der Norton'schen Kriechbeziehung $\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^n$ der Spannungsexponent berechnen läßt.

Die Auftragung im Bild 12 zeigt, in Übereinstimmung mit den Befunden zu den zuvor beschriebenen Zeit-Dehngrenzen, das günstigere Kriechverhalten der CRM-Charge. Für den T-Bereich 550-700°C ergeben sich etwas größere n-Werte und kleinere k-Werte gegenüber der KSW-Charge.

Im Rahmen der Zusammenarbeit im EFR-Projekt werden auch von französischer (CEA) und englischer Seite (UKAEA) Zeitstandversuche an den beiden EFR-Chargen durchgeführt [4,5]. Die von diesen zur Verfügung stehenden Kriechdaten sind im Bild 13 mit den Werten aus Bild 12 zusammengefaßt. Von

CEA liegen für die CRM-Charge keine Einzelwerte vor, sondern für 550-700°C die $\dot{\epsilon}$ - σ -Abhängigkeit als Gerade. Die Zusammenfassung aller Wertepaare beider Stähle bildet für jede Prüftemperatur ein Streuband, dessen Mittelwertgerade wiederum einen mittleren Spannungsexponenten für den Stahl 316L(N) ergibt. Diese Streubänder für die EFR-spezifizierte Chargen scheinen eher zur konservativen Seite hin zu liegen, wenn man weitere Ergebnisse an diesem Stahltyp zum Vergleich heranzieht (Bild 14).

Die an der analysengleichen Charge aus dem NET-Programm ermittelten Kriechdaten liegen z.T. noch unter den Werten, die an der CRM-Charge gemessen wurden. Ebenso die Werte, die von KfK an einer Schmelze von Nippon-Steel ermittelt wurden, die einen noch stärker abgesenkten C-Gehalt von nur 0.011% aufwies [6]. Insbesondere die an der NET-Charge bei 500°C durchgeführten Versuche verdeutlichen die extrem starke Spannungsabhängigkeit von $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ bei dieser relativ niedrigen Temperatur, die zu einem n-Wert von ≈ 23 führt. Die n- und k-Werte gelten zunächst nur für den experimentell abgedeckten Spannungsbereich (Tabelle 6), weil bei Langzeitbeanspruchung aufgrund von strukturellen Änderungen sich auch die σ -Abhängigkeit von $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ ändern kann, wie u.a. am Beispiel des Mo-freien SNR-Strukturwerkstoffes 1.4948 gezeigt wurde [7].

3.2.4 Aktivierungsenergie des Kriechens

Die vorliegenden umfangreichen Datensätze zum Kriechverhalten erlauben die Bestimmung der Aktivierungsenergie des Kriechens. Wenn man im Bild 12 ($\dot{\epsilon}_{p_{min}} \rightarrow \sigma$) bei einer Spannung einen Schnitt macht, erhält man Kriechgeschwindigkeitswerte verschiedener Prüftemperaturen. Durch die Auftragung $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$ 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 $\dot{\epsilon}_{p_{min}} \rightarrow \sigma$ sind für jede Charge mehrere Spannungsschnitte möglich, so daß der gesamte untersuchte Temperaturbereich abgedeckt wird. Für die beiden Chargen ergaben sich als Mittelwert aus 7 Spannungsschnitten fast identische Werte, die nur geringfügig unter dem Wert der NET-Charge liegen, wie die nachfolgende Aufstellung zeigt:

KSW Chg. 013824 = 124 kcal/mol = 520 kJ/mol (550-750°C)

CRM Chg. 11477 = 125 kcal/mol = 524 kJ/mol (550-750°C)

NET Chg. 12247 = 130 kcal/mol = 545 kJ/mol (500-750°C)

3.2.5 Bruchdehnung und -einschnürung

Die Duktilitätskennwerte A_U (Bruchdehnung) und Z_U (Brucheinschnürung) bei beiden EFR-Schmelzen sind zusammen mit den Werten der NET-Charge in den Bildern 15 und 16 in Abhängigkeit von der Standzeit und getrennt nach Prüftemperaturen dargestellt. Auffallend ist zunächst die z.T. erhebliche Streuung der Kennwerte zwischen den Chargen und auch innerhalb einer Charge in Abhängigkeit von der Standzeit. Bemerkenswert ist auch die Beobachtung, daß bei den Proben der KSW-Charge die Probendehnung im Bereich der Einschnürzone letztlich zu einem ovalen Querschnitt führt, d.h., das Ausgangsmaterial weist noch eine gewisse Textur auf, die durch die Lösungsglühbehandlung nicht restlos beseitigt wurde. Dies könnte auch die Streuung der KSW-Brucheinschnürungswerte bei 550 und 600°C Prüftemperatur teilweise erklären (Bild 16).

Die Tendenz in der Abnahme der Bruchdehnungswerte bei 500 und 550°C beruht teilweise auf der starken Abnahme der Belastungsdehnwerte ϵ_0 bei abnehmenden Versuchsspannungen und somit zunehmenden Standzeiten. Dies wird verdeutlicht durch die Darstellung im Bild 17, wo für die Prüftemperaturen 500-600°C der Kriechbetrag ϵ_{Kr} von der Bruchdehnung separiert wurde (s.a. Wertetabellen 2-5).

Bei den höheren Prüftemperaturen ($\geq 650^\circ\text{C}$) zeigt sich in Abhängigkeit von der Standzeit ein Maximum in den Duktilitätskennwerten. Die Abnahme zu langen Standzeiten hin ($> 10^4$ std) ist allerdings nicht so ausgeprägt, wie bei dem Mo-freien Stahl 1.4948 aus dem SNR-Programm [7]. Dies ist ein erster Hinweis auf das unterschiedliche Bruchverhalten dieser beiden Stahltypen, worauf noch bei der Darlegung der metallografischen Befunde und im Rahmen der Diskussion zurückgekommen wird. Die in den Wertetabellen 2-5 und in den Bildern 15 und 17 angegebenen Werte für die Bruchdehnung A_U beziehen sich auf die Meßlänge 30 mm (Abstand zwischen den Meßkragen). Wenn für Vergleichszwecke lediglich die zylindrische Strecke von 25mm als Referenzlänge genommen wird, müssen die Werte für A_U mit 6/5 multipliziert werden.

3.3 Metallografische Untersuchungen zum Bruchverhalten

Ein Teil der im Zug- und Zeitstandversuch getesteten Proben wurde metallografisch untersucht, um erste Aufschlüsse über das Bruchverhalten und Gefügeänderungen zu erhalten. Zusätzlich wurden ausgewählte Proben am Rasterelektronenmikroskop untersucht. Eine ausführliche Darstellung der REM-Befunde erfolgt zusammen mit den Ergebnissen der lfd. TEM-Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten in einer weiteren Arbeit, im Rahmen dieses Berichtes soll nur ein komprimierter Überblick gegeben werden.

Die Proben von Zugversuchen bei Raumtemperatur brechen völlig transkristallin mit nur vereinzelt Anrissen unmittelbar in der Bruchzone (Bildtafel 18). Auch die im Zeitstandversuch im Temperaturbereich von 500-700°C geprüften Proben brechen im bisher abgedeckten Standzeitbereich (max. 16 000 std) transkristallin mit relativ wenigen Anrissen in der Einschnürzone. Diese Aussage für beide Chargen soll durch die metallografischen Aufnahmen im Bild 19 belegt werden. Deutlich ist auch die starke Korndeformation erkennbar, die die hohen Bruchdehnungswerte (Bild 15) aufgrund der guten Duktilität des Werkstoffes erklärt und nicht als Folge von starken interkristallinen Aufrissen. Die Aufrisse in der Bruchzone beginnen an den Tripelpunkten der Korngrenzen oder Ausscheidungen, setzen sich aber spaltbruchartig transkristallin fort, wobei sich an den Spaltbruchflächen Mikrowaben ausbilden als Zeichen besonders duktilen Bruchverhaltens, wie die rasterelektronenmikroskopischen Befunde zeigen (Bild 20 + 21). Die REM-Befunde, daß sich Tripelpunktanrisse transkristallin weiter ausbreiten, ist auch lichtmikroskopisch im Bild 19c erkennbar ist. Die lichtmikroskopischen Befunde vermitteln auch einen guten Eindruck von den Ausscheidungsaktivitäten dieses Stahltyps im untersuchten T,t-Bereich. Dies läßt sich besonders gut beobachten, wenn man die nicht deformierten Probenköpfe untersucht. Als Beispiel, wie mit zunehmender Standzeit die Karbidausscheidung auf den Korngrenzen und in der Matrix zunimmt, sind im Bild 22 Aufnahmen von KSW-Proben zusammengestellt, die bei 650°C Prüftemperatur den Standzeitbereich 13 bis 12 149 std abdecken. Um einen Eindruck von der T-Abhängigkeit der Ausscheidungsbildung zu vermitteln, sind im Bild 23 Aufnahmen von jeder Prüftemperatur mit der jeweils max. Standzeit zusammengestellt. Insbesondere ist deutlich zu erkennen, daß bei 750°C die Karbide in wesentlich größerer Form auftreten und die Belegung der Korngrenzen nicht mehr so lückenlos ist wie bei den niedrigeren Temperaturen (Bild 23f). Das hat zur Folge, daß im Bruchbereich auch interkristalline Aufrisse

und Abrisse auftreten (Bild 24a + b). Damit verbunden ist bei der CRM-Probe eine deutliche Abnahme der Bruchdehnung von rd. 80% auf 30%. Die REM-Untersuchung zeigt eine schwächere bzw. flachere Ausbildung der Mikrowaben auf den Bruchflächen (Bild 24c).

3.4 Härtemessungen

An den metallografisch untersuchten Proben wurde sowohl im Probenkopf als auch in der Meßlänge die Härte HV30 gemessen und im Bild 25 in Abhängigkeit von der Standzeit aufgetragen. Gegenüber der Härte des Ausgangsmaterials liegen die im Probenkopf gemessenen Härtewerte unabhängig von der Prüftemperatur- und -zeit bis ca. 10^4 std im Bereich der Ausgangshärte, d.h. die bis dahin ablaufenden Ausscheidungsvorgänge führen nicht zu einer nennenswerten Matrixhärtung. Erst bei Zeiten $>10^4$ std wird bei den bei höheren Temperaturen gefahrenen Proben ($\geq 650^\circ\text{C}$) ein leichter Härteanstieg beobachtet.

Die Härtewerte aus der Probenmeßlänge verdeutlichen die starke Verfestigung als Folge der Probenverformung. Insbesondere bei den Proben mit 500 und 550°C Prüftemperatur, die wegen des hohen Spannungsniveaus schon bei Belastung bis zu 30% verformt werden, ist die Verfestigung sehr ausgeprägt. Bei 500°C Prüftemperatur wird die Verfestigung auch bis $5\ 000$ std Standzeit nicht nennenswert abgebaut. Dies ist auch der Grund für die extrem hohe Spannungsabhängigkeit der Zeitstandfestigkeits- und Kriechwerte bei dieser Temperatur, wie sie in den Bildern 5,6 und 12 zum Ausdruck kommt. Dagegen wird mit steigender Prüftemperatur bis $\geq 10^4$ std die Verfestigung weitgehend abgebaut, allerdings bei diesem Stahl deutlich langsamer als bei dem Mo-freien SNR-300 Strukturwerkstoff 1.4948 [7]. Während bis 700°C Prüftemperatur und 10^3 std Standzeit die Härte noch deutlich über der Ausgangshärte liegt, ist beim 1.4948 schon bei 700°C und 10^3 std eine Abnahme bis in den Bereich der Ausgangshärte zu beobachten.

4. Diskussion der Versuchsergebnisse

Die geänderte Analysenspezifikation bei dem EFR- und auch NET-Strukturwerkstoff (abgesenker C-Gehalt + 600-800 ppm N) hat keinen Einfluß auf die Zeitstandfestigkeitswerte im Vergleich zu dem kommerziellen Stahltyp 1.4919-AISI 316. Faßt man die bisher im T-Bereich 500 - 7500°C bis zu $30\ 000$ std

Standzeit an 3 Chargen ermittelten Werte in einem Streuband zusammen und stellt es im sog. Larson-Miller-Diagramm dar [8], bei dem Standzeit und Prüftemperatur als Parameter verknüpft in Abhängigkeit von der Prüfspannung aufgetragen sind, lassen sich folgende vergleichende Aussagen anhand des Bildes 26 machen: Die drei 316L(N)-Chargen liegen exakt innerhalb eines wesentlich breiteren Streubandes des VDEh [2]. Das VDEh-Streuband umfaßt Versuchsergebnisse von 3 Chargen des Stahles 1.4919, die im T-Bereich 500-800°C im Auftrag des KfK / PSB untersucht werden und z.Zt. über 10^5 std Standzeit erreicht haben. Dieses Streuband entspricht auch amerikanischen Ergebnissen am AISI 316 [9,10]. Fast deckungsgleich mit dem 316L(N)-Streuband im T/t-Bereich 550/600°C- 10^5 std sind japanische Ergebnisse von 6 Charges des Stahles SUS 316 (= AISI 316), die in ihrer chemischen Zusammensetzung den VDEh-Schmelzen entsprechen (s. Tabelle 1) mit C-Gehalten von 0.06-0.08%. Ein weiteres Streuband (punktiert) umfaßt Werte von 6 Versuchsschmelzen der Nippon-Steel [6], die im Vergleich zu den 316L(N) Chargen einen noch stärker erniedrigten C-Gehalt von 0.009-0.012% aufweisen und in ihrer übrigen Zusammensetzung so optimiert wurden, daß das Zeitstandfestigkeitsstreuband teilweise zu höheren Werten hin verschoben wird. In einer weiteren japanischen und englischen Versuchsreihe wurde gezeigt, daß C-Gehalte im Bereich 0.015-0.050% einen nur sehr geringen Einfluß auf die Zeitstandfestigkeit haben, dagegen Änderungen des N-Gehaltes von 0.020% auf 0.117% bzw. der Mo-Gehalte von 0.10% auf 2.90% die Zeitstandfestigkeit um 20-30% erhöhen [11,22].

Dagegen kann der Einfluß der Korngröße in diesem Vergleichsrahmen vernachlässigt werden. Aus der Tabelle 7 geht hervor, daß innerhalb jeder Stahltypgruppe sehr unterschiedliche Korngrößen vorliegen.

Das Larson-Miller-Verfahren und andere in großer Zahl propagierter sog. "Extrapolationsverfahren" ist zur Extrapolation auf experimentell noch nicht abgedeckte t/T-Bereich nur bedingt anwendbar und erlaubt lediglich in erster Näherung eine Abschätzung, die durch Langzeitexperimente abgesichert werden muß. Diese Verfahren enthalten in der Regel eine oder mehrere sog. "Werkstoffkonstante", die in Wirklichkeit aber keine Konstanten sind, weil die wesentliche Annahme, nämlich eine konstante Gefügestruktur, bei den technischen Legierungen (wie im vorliegenden Fall) nicht gegeben ist. Auch die Einführung von Strukturparametern oder "Strukturkonstanten" löst nicht das Problem, weil die temperatur-, zeit- und werkstoffabhängigen strukturellen Änderungen bei den komplex aufgebauten kommerziellen Legierungen bis

heute noch nicht quantifizierbar sind [12]. Die zitierte Arbeit von Granacher und Wiegand zeigt auch, daß bei einer Optimierung der Festwerte in den verschiedenen Verfahren anhand der experimentellen Datensätze die Streuung bei einer "nahen" Extrapolation (Zeitverhältnis ~3-5) meist kleiner ist als die Streuung der Meßwerte. Problematisch wird es, wenn aus technischen und ökonomischen Gründen auf der Basis von relativ kurzen Standzeiten ($< 10^4$ std) mit einem Zeitverhältnis von 10 ("ferne" Extrapolation) extrapoliert werden soll. In einer früheren Arbeit von Bungard-Schmitt [13] wurden bei einer Überprüfung mit vorhandenen Datensätzen mit dem Larson-Miller-Verfahren noch die geringsten Streuungen ermittelt, insbesondere wenn c von Werkstoff zu Werkstoff optimiert wurde. Aber auch innerhalb eines Werkstoffes oder Datensatzes ist der Festwert c ($P = T_K (c + \log t_m)$) keine Konstante, sondern noch temperatur- und zeitabhängig. Dies geht deutlich aus Bild 27 hervor. Von der experimentellen Zeitstandfestigkeitskurve der KSW und CRM-Charge (Mittelwertkurve) wurde von einer höheren Prüftemperatur auf die jeweils 50°C niedrigere Prüftemperatur mit 3 verschiedenen c -Werten nach dem Larson-Miller-Ansatz gerechnet. Dabei ergeben sich drei extrapolierte Kurvenstücke, die teilweise direkt vergleichbar sind mit dem experimentellen Kurvenstück. Dabei ergibt sich nur in kurzen Zeitbereichen eine parallele Deckung- Für $T = 550$ und 600°C ergibt sich für die 316L(N) Chargen ein c -Wert von ~ 25 bis 10^4 std Standzeit. Mit steigender Prüftemperatur und zu Standzeiten $> 10^4$ std hin zeigt der Verlauf der experimentellen Zeitstandfestigkeitskurve, daß der c -Wert sich auf 20 bzw. 15 erniedrigen kann. Die gleiche Feststellung gilt auch für die NET-Charge (Bild 28).

Für den SNR-Werkstoff 1.4948 wurde am Beispiel von 5 Chargen die t/T -Abhängigkeit von c in gleicher Weise aufgezeigt [7]; und zwar ergaben sich in dem t/T -Bereich die stärksten Änderungen, wo nach den metallografischen Befunden die deutlichsten Änderungen im Ausscheidungsverhalten beobachtet wurden.

Dem Einfluß der strukturellen Änderungen während langzeitiger Beanspruchung bei höheren Temperaturen ist auch besondere Bedeutung beizumessen, bei der Behandlung der minimalen oder quasi-stationären Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ und den daraus empirisch abgeleiteten Abhängigkeiten. (Norton'sches Kriechgesetz [14], Monkman-Grant-Beziehung [15]). Wie Ilschner [16] klar dargelegt hat, ist diesen Ansätzen mehr technische als physikalische Bedeutung beizumessen. Denn dieser Bereich der 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. Daher ist verständlich, daß die aus der Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit ermittelten Werte für den Spannungsexponenten n zunächst nur für den experimentell abgedeckten Spannungsbereich bei jeder Prüftemperatur gelten (Tabelle 6, Bilder 12 + 13). Langzeituntersuchungen an verschiedenen Werkstoffen ergaben, daß im Bereich niedriger Versuchsspannungen bei verschiedenen Prüftemperaturen eine Abknickung in der σ - $\dot{\epsilon}$ -Auftragung beobachtet wurde, und zwar sowohl zu niedrigeren $\dot{\epsilon}$ -Werten hin (größerer n -Wert) als auch zu höheren $\dot{\epsilon}$ -Werten hin (kleinerer n -Wert). Je nachdem, ob durch Ausscheidungsvorgänge die Matrix kriechfester wurde [17] oder ein optimal eingestellter Ausgangszustand sich im Laufe der Zeitstandsbeanspruchung verschlechterte [18].

Bei der Verwendung des Spannungsexponenten bzw. des Ausgangswertes $\dot{\epsilon}_{p_{min}}$, sollte man auch berücksichtigen, daß bei den hier zur Untersuchung vorliegenden Stahlsorten (AISI 304, AISI 316) der "klassische" Kriechverlauf mit seiner Unterteilung in primären, sekundären (auch stationären) und tertiären Kriechabschnitt nur in den selteneren Fällen vorliegt. Meist folgt dem primären Kriechabschnitt (gekennzeichnet durch abnehmende Kriechgeschwindigkeit) nur ein kurzer stationärer Abschnitt, dem sich ein ausgedehnter tertiärer Kriechbereich (gekennzeichnet durch zunehmende Kriechgeschwindigkeit bis zum Bruch) anschließend. 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/stationäre Kriechen zu Ende ist, ist z.T. eine Definitionsfrage. Praktiziert wird bei Vorliegen verschiedener Kriechkurventypen die sog. off-set-Methode, bei der man um 0.2% parallel erhöht zum stationären Kriechverlauf einen Schnittpunkt in der Kriechkurve festlegt als Ende des sekundären Kriechbereiches [7, Seite 11]. 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 er in den Bildern 29 und 30 für die beiden EFR-Chargen dargestellt ist. Bei 550 und 600°C sind die Kriechbereiche der beiden Chargen fast deckungsgleich, wohingegen bei 650 und 700°C die CRM-Charge ein zeitlich deutlich verlängertes Primärkriechen aufweist. Diese Darstellung ist sehr

hilfreich, wenn für auslegungsrelevante Spannungen der Zeitbereich abgeschätzt werden soll, um beispielsweise $\dot{\epsilon}_{p_{\min}}$ sicher experimentell zu erfassen.

Der Wechsel im Anlagenstrukturwerkstoff vom Mo-freien 18/11CrNi-Stahl 1.4948 des SNR-300 zum 17/12/2 CrNiMo-Stahl 1.4909 (316L(N)) in der EFR-Planung sollte als vergleichende Betrachtung noch ein Diskussionspunkt sein. Anhand der Zeitstandfestigkeitswerte und der Bruchdehnungswerte sollen zwei wesentliche Kriterien angesprochen werden.

Im Bild 31a sind in der Larson-Miller-Darstellung alle bisher erreichten Standzeitwerte der zwei EFR-Chargen und der NET-Charge als Streuband dargestellt. Gegenüber dem Streuband des SNR-Stahles 1.4948 [7] entsprechen die Minimalwerte des Stahles 1.4909 den Maximalwerten von 1.4948; d.h. die Absenkung des C-Gehaltes wird durch die N-Zugabe + Mo-Anteil noch überkompensiert, so daß für Auslegungszwecke mit höheren Zeitstandfestigkeitswerten gerechnet werden kann. In gleicher Weise gilt diese Aussage, wenn auch etwas weniger stark ausgeprägt, für 1% Gesamtdehnung (Belastungsdehnung + Kriechanteil), wie im Teilbild 31b dargestellt. Ebenso ergibt sich beim Vergleich der Kriechdaten ein günstigeres Verhalten der EFR-Chargen.

Die Bruchdehnungswerte im Bild 32 zeigen direkt und indirekt in der t/T -Abhängigkeit einen gravierenden Unterschied zwischen den beiden Stahltypen. Der SNR-Stahl 1.4948 zeigt im Laufe der Beanspruchungszeit einen deutlichen Übergang von hohen Bruchdehnungswerten zu niedrigen Werten. Mit steigender Prüftemperatur setzt die Abnahme immer früher ein. Die drei Chargen des Stahles 1.4909 dagegen zeigen trotz starker Streuungen im bisher abgedeckten Standzeitbereich bis 30 000 std nicht diese ausgeprägte Abnahme. Wenn auch bei 650 und 750°C einzelne CRM-Proben niedrigere A_u -Werte aufweisen, liegen diese immer noch deutlich über den 1.4948-Werten. R.Groß et al. haben nun beim Stahl 1.4948 einen klaren Zusammenhang zwischen Bruchdehnung und Bruchverhalten gefunden [17,19]. Anhand der Ausscheidungsvorgänge und der metallografischen und fraktografischen Bruchuntersuchungen konnte die Abnahme der Bruchdehnung direkt mit dem Wechsel vom transkristallinen, über Mischbruch zum interkristallinen Bruchverhalten nachgewiesen werden. Wie im Kapitel 3.3 schon beschrieben, zeigen die bisherigen Nachuntersuchungen an den Proben der beiden EFR-Chargen im bisher abgedeckten Standzeitbereich bei 500-700°C Prüftemperatur

durchweg ein transkristallines Bruchverhalten. Auch wenn von den Tripelpunkten der Korngrenzen oder von Ausscheidungen ausgehend ein interkristalliner Anriß erfolgt, setzt dieser sich in der Regel transkristallin fort. Die Stabilität der Korngrenzen beruht auf einer dichten Belegung mit Korngrenzenausscheidungen, die intensiv mit der Matrix verzahnt sind. Erst bei 750°C ist durch die gröbere Karbidausbildung und Koagulation die Belegung nicht mehr so lückenlos. Dadurch werden teilweise Mischbrüche beobachtet und eine Abnahme der Bruchdehnung, allerdings nicht so stark wie beim Stahl 1.4948. Die gleiche Aussage gilt, wenn man die Brucheinschnürungswerte miteinander vergleicht.

Bei den Ausscheidungen handelt es sich nicht ausschließlich um $M_{23}C_6$ -Karbide wie beim Stahl 1.4948, sondern auch um M_6C sowie verschiedene intermetallische Phasen, die im Zeitstandversuch nicht unbedingt versprödet wirken müssen, wie Pohl [20] in einer breit angelegten Nachuntersuchung an den VDEh-Proben [2] fand. Insbesondere ist die Ausscheidungsmenge bei dem CrNiMo-Stahltyp bis zu 10-fach größer als bei dem CrNi-Stahl. Der Stickstoffanteil wiederum erhöht die Austenitlöslichkeit für Chrom und Molybdän und verzögert die Ausscheidung der intermetallischen Phasen [20,21]; d.h., es liegt eine bessere Gefügestabilität vor.

Nach der empirisch aufgestellten Beziehung von Monkman-Grant [15] wurde ein Zusammenhang zwischen Standzeit und sekundärer Kriechgeschwindigkeit gefunden in der Form $\log t_m + m \cdot \log \dot{\epsilon} = K$ worin m und K werkstoffabhängige Festwerte sein sollen. Daraus abgeleitet ergibt sich bei einer Proportionalität von $t_m \cdot \dot{\epsilon}$ und ϵ_{gesamt} , daß bei standzeitunabhängiger Bruchdehnung der m -Wert bei 1 liegt. Bei $m < 1$ sollte die Bruchdehnung mit zunehmender Standzeit abnehmen und bei $m > 1$ zunehmen. Beim Vergleich der beiden Stahltypen ist dieser Zusammenhang weitgehend vorhanden. So liegt bei der 1.4948-Charge GW 206, bei der im Bild 32 die Abnahme der Bruchdehnung deutlich dargestellt ist, der m -Wert zwischen 0.67 - 0.72 [17]. Die Auftragung der $\dot{\epsilon} \rightarrow t_m$ -Werte im Bild 33 ergibt für die drei 1.4909-Chargen aus der Neigung der Streubänder m -Werte von 0.94-1.01. Daß die 500 und 550°C-Werte, bei etwa gleicher Neigung, aber im Bereich niedrigerer Kriechraten liegen, ist auf das stark verfestigte Gefüge durch die hohen Belastungsdehnwerte zurückzuführen, das ja per Definition nicht mehr als nur lösungsgeglüht anzusehen ist.

Danksagung

Für die zuverlässige Durchführung und Betreuung der Zeitstandversuche sei an dieser Stelle den Herren A. Falkenstein und B. Ritter gedankt, und Herrn W. Schweiger für die Durchführung der Zugversuche. Den Herren P. Graf und H. Zimmermann sei gedankt für die umfangreichen metallografischen Nachuntersuchungen der Zeitstandproben, die die Grundlage bilden für die Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten und für die fraktografischen REM-Untersuchungen.

Die REM- und TEM-Untersuchungen werden bei der Fa. WUSA-Gaimersheim (G. Heß) durchgeführt.

5. Literatur

- [1] E. Ohrt, E. te Heesen
"Zukünftige optimierte Werkstoffe für die Brüterlinie"
KTG-Jahrestagung 1989, 9.-11. Mai Düsseldorf, S. 455-498

- [2] VDEh-Arbeitsgemeinschaft für warmfeste Stähle
"Zeitstandversuche an den Stählen X6CrNi1811 (1.4948) und X6CrNi1713 (1.4919)"
Unveröffentlicher Bericht

- [3] NRIM, Tokio - Japan
"Data Sheets on the elevated temperature properties of 18Cr-12Ni-Mo stainless steel bars for general application (SUS 316B)"
NRIM-Creep-Data-Sheet No. 15A, 1982

- [4] M.F. Felsen, R. Besnault, J. Duchesne, J. Grehier
"CEA - Creep results on 17-12 SPH-S.S."
Interne Information 1 / 87

- [5] D.S. Wood, A.B. Baldwin, T.J. Sarbutts
"Interim report on the stress rupture properties of type 316L(N) steel"
Interne Information 3 / 89

- [6] T. Nakazawa et al.
"Effects of nitrogen and carbon on creep properties of type 316 stainless steel"
Intern. Conf. on High Nitrogen Steels "HNS 88" , Lille, France,
18.-20. May 1988 und pers. Informationen
- [7] M. Schirra
"Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des SNR-300 Strukturwerkstoffes X6CrNi1811 (W.Nr. 1.4948)"
KfK 4273, Februar 1988
- [8] R.R. Larson, J. Miller
"A time-temperature relationship for rupture and creep stresses"
Trans. ASME 74 (1952) 765/75
- [9] V.K. Sikka, H.E. McCoy Jr., M.K. Booker, C.R. Brinkmann
"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
- [10] V.K. Sikka, M.K. Booker
"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
- [11] K. Takanabe, M. Tashimo, T. Nishida, Y. Wada
"Development on advanced austenitic stainless steels"
Pers. Information
- [12] J. Granacher, H. Wiegand
"Überprüfung von Verfahren zur Extrapolation der Zeitstandfestigkeit warmfester Stähle"
Archiv f.d. Eisenhüttenwesen 43 - Heft 9 (1972), S. 699-704

- [13] K. Bungard, W. Schmidt
"Vergleich verschiedener Verfahren zur Extrapolation von Zeitstandwerten"
DEW-Techn. Berichte, 1. Band, 1961, Heft 3, S. 84/95
- [14] F.H. Norton
"The creep of steel at high temperatures"
McGraw Hill Publishing Co. Ltd. 1929
- [15] F.C. Monkman, 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
- [16] B. Ilchner
"Inwieweit wird Werkstoff-Festigkeit bei hoher Temperatur von den Grundlagen her beherrscht?"
VDI-Bericht Nr. 302, 1977, S. 5/8
- [17] M. Schirra, K. Ehrlich, R. Groß, B. Seith
"Zeitstand- und Strukturuntersuchungen am SNR-Strukturwerkstoff X6CrNi 1811 (1.4948) im Rahmen des Extrapolationsprogrammes"
KfK 3397, Mai 1985
- [18] M. Schirra, B. Ritter
"Zeitstand- und Kriechversuche am SNR-300-Hüllwerkstoff X10NiCrMoTiB1515 (DIN 1.4970) im Referenzzustand (lsg. + kv + geglüht)"
KfK 4217, Juni 1987
- [19] R. Groß, B. Bennek-Kammerichs
"Bestimmung der Kriechmechanismen am SNR-Strukturwerkstoff X6CrNi1811 (DIN 1.4948) aus den Strukturuntersuchungen"
KfK 4086, Januar 1987

- [20] M. Pohl
"Elektronenmikroskopische Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten unstabilisierter Cr-Ni-Stähle im Temperaturbereich von 500-800°C
Dissertation Rhein-Westf. Techn. Hochschule Aachen, Fakultät für Bergbau und Hüttenwesen, 1977
- [21] G. Lennartz
"Einfluß von Legierungselementen auf das Ausscheidungsverhalten austenitischer Cr-Ni-Stähle"
Mikrochim. Acta 1965 / 3, S. 405-428
- [22] G.D. Branch, A. Wickens, D.W.C. Baker
"Beitrag zur Untersuchung der Einflußgrößen auf die Zeitstandfestigkeit des Stahles X6 CrNiMo 1713"
Archiv für das Eisenhüttenwesen Heft 11, Nov. 1972, S. 833-837

Chemische Zusammensetzung 316L (N) bzw. 316 NET

Tabelle 1

Charge	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Co	Nb/Ta	+Ti	B	N	Al	V
Spezifikation min EFR max	0.015 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		≤ 0.020	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	0.0064	
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	0.0180	
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		
316 MN-MC	0.011	0.47	0.83	0.026	0.005	16.5	11.0	2.07						0.0681	0.005	0.06
Spezifikation VDEh min 1.4919 max	0.04 0.08	≤ 0.75	≤ 2.0	≤ 0.045	≤ 0.030	16.0 18.0	12.0 14.0	2.0 2.5								
3 VDEh -Chargen 1.4919 von / 2 / bis	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 0.08
6 NRIH Chargen SUS 316(B) von / 3 / bis	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	0.006 0.040	
6 Nippon-Chg. 316 MN von / 6 / bis	0.009 0.012	0.47 0.56	0.81 0.86	0.024 0.029	0.0030 0.0057	16.38 16.70	10.61 11.1	2.06 2.15						0.0679 0.0823	0.003 0.020	0.050 0.064

Probe: \varnothing 5 x 30 mm (do x Lo)

Legierung Charge-Nr. Zustand	Vers. Nr.	$^{\circ}\text{C}$	σ_0 MPa	t_m h	ϵ_0 %	$\epsilon_{f0,1\%}$ h	$\epsilon_{f0,2\%}$ h	$\epsilon_{f0,5\%}$ h	$\epsilon_{f1\%}$ h	$\epsilon_{f2\%}$ h	$\epsilon_{f5\%}$ h		A_u %	Z_u %	$\dot{\epsilon}_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
KSW-Chg.	3018	500	440	Bel.	-	-	-	-	-	-	-		35,0	78,8	-
013824	3019	"	430	"	-	-	-	-	-	-	-		38,0	72,9	-
Anl. = lsg	3020	"	425	1 min	29,7	-	-	-	-	-	-		38,0	82,4	-
	2983	"	420	1979	26,7	30	82	404	904	1500			35,0	35,8	7,7
	2973	"	400	5598	27,3	210	430	1396	2820	4425	-		32,6	33,3	2,6
	2909	550	380	16,8	28,0	0,9	2,8	7,3	11,5	16	-		37,7	75,2	467
	2911	"	360	166	20,3	9	14	27,5	42	65	113		40,3	45,2	159
	2910	"	340	481	7,3	17	27	54	94	171	343		30,0	35,5	75
	3027		320	670	24,0	5	10	30	70	165	405		30,3	55,6	103
	3031		300	1691	11,7	25	90	265	429	722	1350		25,7	29,2	13
	3034		260	10565	7,0	33	130	368	779	1933	4920		38,0	56,3	8,5
	3116		220		5,5	160	630	1900	6110						6,1
	2954	600	300	34,5	6,5	0,75	1,25	2,6	4,2	7,5	14		55,0	53,9	1707
	2945	"	280	80	10,7	0,75	1,7	3,8	7	12	26		52,0	53,9	1433
	2956	"	260	184	4,0	2	4,5	10,3	17,5	31	65		49,7	59,0	533
	2970	"	240	500	7,5	2,5	7	18	32	60	145		53,7	64,0	344
	2994	"	220	1940	4,5	5	11	35	75	178	545		63,0	75,1	93
	3033	"	200	2680	3,6	1	3	18	57	183	670	$\epsilon_{ges 1\%}$	59,0	61,4	60
	3035	"	180	11234	1,7	2,5	9	80	310	1160	3760	ϵ_0/ϵ_{Kr}	44,7	48,0	11
	3181	"	130		0,5	185	510	2150	7300			2150			0,89

Legierung Charge-Nr. Zustand	Vers. Nr.	°C	σ_0 MPa	t_m h	ϵ_0 %	$\epsilon_{f0,1\%}$ h	$\epsilon_{f0,2\%}$ h	$\epsilon_{f0,5\%}$ h	$\epsilon_{f1\%}$ h	$\epsilon_{f2\%}$ h	$\epsilon_{f5\%}$ h	$\epsilon_{ges. 1\%}$ $\epsilon_0 + \epsilon_{kr}$	A_u %	Z_u %	$\dot{\epsilon}_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
KSW-Chg.	3032	650	240	13	6,8	-	0,1	0,25	0,55	1,1	3	-	68,3	68,6	15493
013824	2972	"	200	136	5,3	0,75	1,75	4,5	8	15	36	-	61,7	68,5	1253
Anl. = lsg	2951	"	160	897	2,3	5	12,5	32	62	121	275	-	71,7	68,5	166
ZSV	1912	"	140	1681	0,97	0,5	2,5	20,5	71	178	454	-	63,0	75,1	93
	2991	"	120	5175	0,83	27	58	155	320	619	1336	48	66,3	53,6	27
	3040	"	100	12149	0,27	50	125	355	714	1365	3215	530	50,0	45,4	13
ZSV	2114	"	80		0,07	140	580	2190	4320	6695					1.6
ZSV	1942	700	170	25	2,4	-	0,1	0,25	0,6	2	4,75	-	94,0	72,9	9347
ZSV	1916	"	150	88	1,7	0,25	0,5	1,3	3	7	19	-	73,0	72,9	2445
ZSV	1926	"	120	462	0,52	0,5	1,25	7	18	41	105	6,5	53,0	77,0	447
ZSV	1918	"	100	1360	0,33	1	6	27	66	134	303	30	66,0	80,6	139
ZSV	1947	"	80	3293	0,13	1	5,5	45	118	252	642	110	99,3	78,9	73
ZSV	2075	"	60	ohne Bruch	0,07	9	70	430	860	1492	-	810	2,3↓	-	7,3
ZSV	1922	750	100	95	0,20	-	0,2	0,5	1,5	4,3	14	1,0	98,7	80,7	3181
ZSV	1924	"	80	346	0,10	0,5	1	3,8	9	20,5	56	7,8	98,0	80,7	840
ZSV	1920	"	60	1404	0,08	1,5	5	15	37	86	235	34	70,7	78,9	196
ZSV	1949	"	40	13322	0,04	24	75	229	453	908	2375	435	77,3	59,0	20
ZSV = Versuche in Vakuu-Teststrecken															

Legierung Charge-Nr. Zustand	Vers. Nr.	°C	σ_0 MPa	t_m h	ϵ_0 %	$\epsilon_{f0,1\%}$ h	$\epsilon_{f0,2\%}$ h	$\epsilon_{f0,5\%}$ h	$\epsilon_{f1\%}$ h	$\epsilon_{f2\%}$ h	$\epsilon_{f5\%}$ h		A_u %	Z_u %	$\dot{\epsilon}_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
CRM-Chg.	2985	500	420	Bel	-	-	-	-	-	-	-		37,3	75,0	-
11477	3021	"	410	1min	28,3	-	-	-	-	-	-		41,0	80,5	-
Anl. = lsg	3022	"	405	1min	28,2	-	-	-	-	-	-		38,0	80,7	-
	2886	"	400	5308	16,2	32	125	750	1710	3400	5185		30,3	35,5	4,8
	2982	550	380	24	25,7	1,5	3	5	7	11	18		45,3	70,8	660
	2981	"	360	146	21,3	4,5	9,5	22	36	60	107		36,0	53,9	200
	3023	"	340	560	16,0	10	26	83	174	326	540		26,0	35,8	51
	3028	"	320	410	13,0	6	12	28	58	120	263		33,7	35,5	159
	2984	"	300	2610	12,7	80	310	1130	1940	2511	-		18,3	29,4	3,2
	3029		260	5785	8,7	15	88	627	1885	3300	5039		19,7	26,3	3,9
	3105		240	15668	7,5	220	860	3830	7660	10930			18,0	22,6	1
	2974	600	300	61	11,0	0,25	0,75	2,2	4,6	10	27		33,7	38,6	1749
	2976	"	280	83	10,0	0,75	1,25	2,75	4,75	9	30		41,3	38,9	1525
	2979	"	260	164	8,8	1,3	2,6	6,5	14,3	26	63		40,3	38,9	733
	3026	"	240	584	7,0	2	5	21	53	114	244		44,0	39,2	150
	2977	"	220	1738	5,3	3	8	50	145	310	648		47,3	45,0	48
	3038	"	200	5481	3,7	9	46	196	467	920	1860		52,7	51,0	19
	3041	"	180	11605	3,5	59	145	455	990	1853	4110		48,0	61,4	9,3
	3184	"	150		1,2	200	640	1800	4640	10770					1,2

Legierung Charge-Nr. Zustand	Vers. Nr.	°C	σ_0 MPa	t_m h	ϵ_0 %	$\epsilon_{f0,1\%}$ h	$\epsilon_{f0,2\%}$ h	$\epsilon_{f0,5\%}$ h	$\epsilon_{f1\%}$ h	$\epsilon_{f2\%}$ h	$\epsilon_{f5\%}$ h	ϵ_{ges} 1% $\epsilon_0 + \epsilon_{kr}$	A_u %	Z_u %	$\dot{\epsilon}_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
CRM-Chg.	2980	650	240	23	8,3	0,25	0,4	0,9	1,7	3,2	6,7	-	45,7	53,6	5333
11477	2978	"	200	116	6,0	0,5	3	4,5	8,5	16	33,5	-	69,7	61,4	1240
Anl. = lsg ZSV	1911	"	160	1089	1,83	2	6	23	56	117	273	-	85,3	70,7	157
ZSV	1944	"	140	2700	0,87	0,5	4,5	45	128	292	732	1,7	88,3	71,0	60
ZSV	1941	"	120	7629	0,33	30	84	255	590	1315	2587	370	49,7	63,9	13,5
	3046	"	100	16124	0,23	73	175	605	1695	2865	5217	1200	34,0	42,2	3,8
ZSV	1943	700	170	59	2,07	0,35	0,6	1,3	2,6	5,3	13	-	52,3	63,8	3680
ZSV	1917	"	150	125	1,8	0,2	0,5	1,9	4,8	11	27	-	62,0	75,0	1653
ZSV	1925	"	120	626	0,50	3	6,5	16,5	33	67	154	16,5	77,3	78,8	293
ZSV	1919	"	100	1383	0,15	1	8	32	78	166	344	65	76,3	80,7	102
ZSV	1960	"	80	4208	0,13	11	38	170	348	566	1090	310	62,7	59,1	19
ZSV	2085	"	60	ohne Bruch	0,03	70	450	1190	1955	3315	-	1915	2% ↓	-	26
ZSV	1939	750	100	152	0,13	0,4	0,9	2,5	5,4	11,5	29	4,7	97,7	80,6	1760
ZSV	1940	"	80	440	0,23	1,5	4,5	15	27	46	88	22	79,7	82,8	318
ZSV	1921	"	60	2650	0,04	8	28	84	142	234	517	139	77,0	64,0	60
ZSV	1913	"	40	15692	0,03	30	280	680	1140	1994	4940	1135	29,6	32,9	10
ZSV-Versuche in Vakuum-Teststrecken															

Tabelle 6 Werkstoff 316L(N)
n- und k-Werte nach Norton ($\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^n$)

Charge	T	n	k	Spannungsbereich
KSW 0.13824	550	11.7	$3 \cdot 10^{34}$	380-220 MPa
	600	9.0	$9 \cdot 10^{-26}$	300-130 MPa
	650	7.0	$9 \cdot 10^{-20}$	240-80 MPa
	700	6.1	$1 \cdot 10^{-16}$	170-60 MPa
	750	5.4	$5 \cdot 10^{-14}$	100-40 MPa
CRM 11477	550	12.8	$5 \cdot 10^{-37}$	380-240 MPa
	600	10.5	$2 \cdot 10^{-29}$	300-150 MPa
	650	8.1	$2 \cdot 10^{-22}$	240-100 MPa
	700	6.9	$2 \cdot 10^{-18}$	170-60 MPa
	750	5.4	$2 \cdot 10^{-14}$	100-40 MPa
Mittelwerte	aus	KfK-CEA-	UKAEA-Daten	(gem. Bild 13)
	550	12.5		380-220 MPa
	600	10.4		300-120 MPa
	650	8.7		240-80 MPa
	700	7.5		170-45 MPa
	750	5.4		100-40 MPa
	500	~23		435-370 MPa (Bild 14)

Korngröße X(2-6) CrNiMo 1713

Tabelle 7

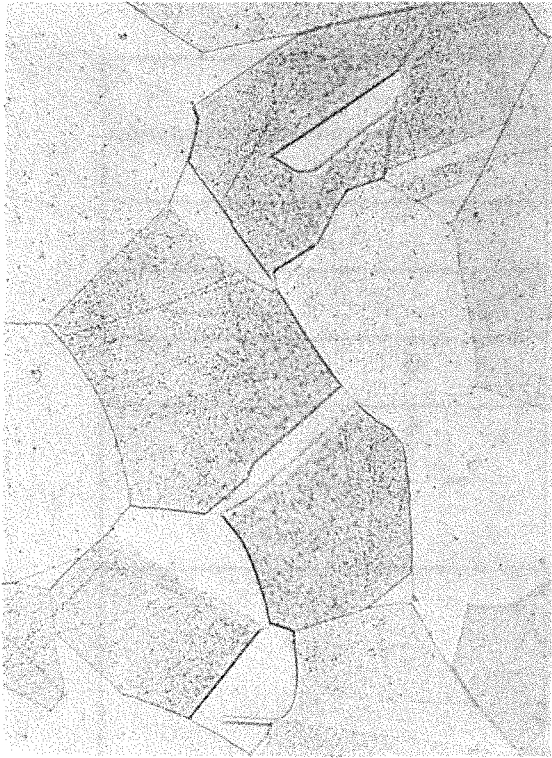
Chg.	ASTM
013824 (Krupp)	3
11477 (Creusot)	4
12247 (NET)	5-7
316 MNMC (Nippon)	5
39400 VDEh	3-4, 10% 1-2
233423	3-5, 10% 1-2
27670	R 3-6, K 1-3 ^{κ)}
ADA NRIM	4.9
ADB	3.8
ADC	5.4
ADD	5.7
ADE	3.5
ADF	2.7
MC Nippon	5
MD	2
ME	4
MF	5-6
MG	5
MI	5

^{κ)} (R = Rand, K = Kern)

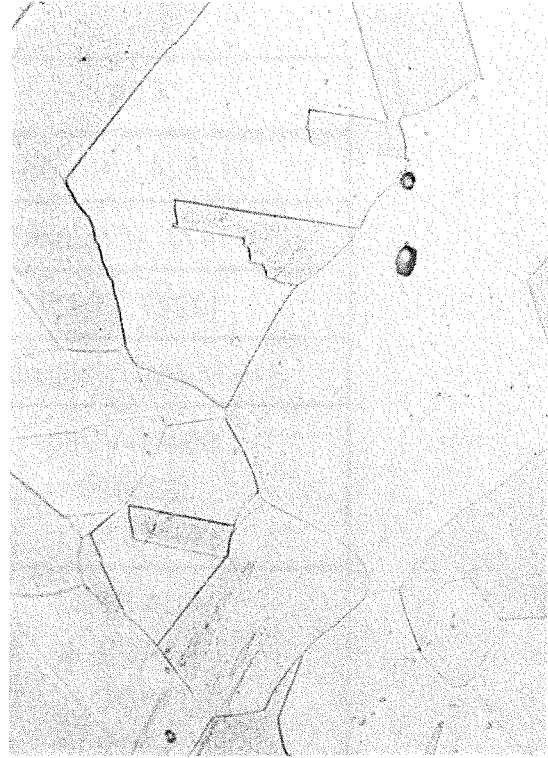
316 L(N)

Bild 1

KSW-Charge 013824 Anlieferzustand=1080°/Wasser



a

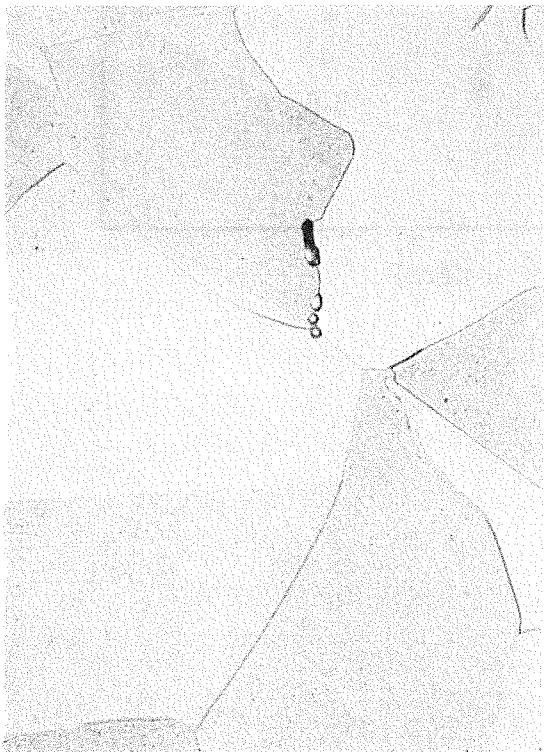


58445

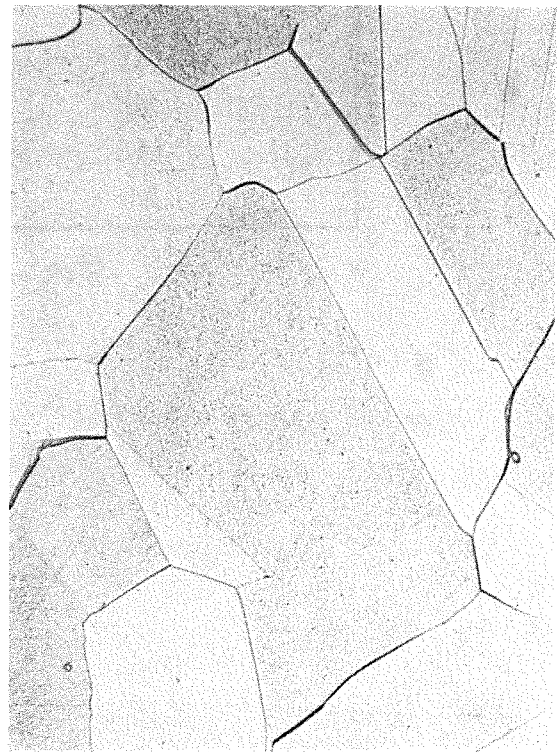
HV30=125-145

58448

CRM-Charge 11477 Anlieferzustand=1100°/Wasser



b



58502

HV30=132-151

58511

x500

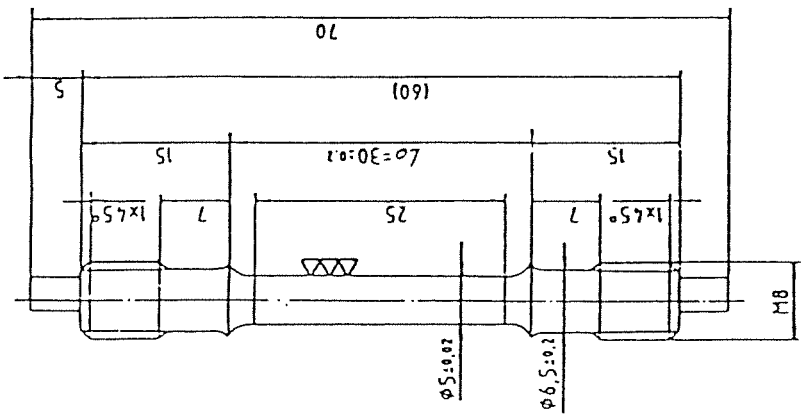
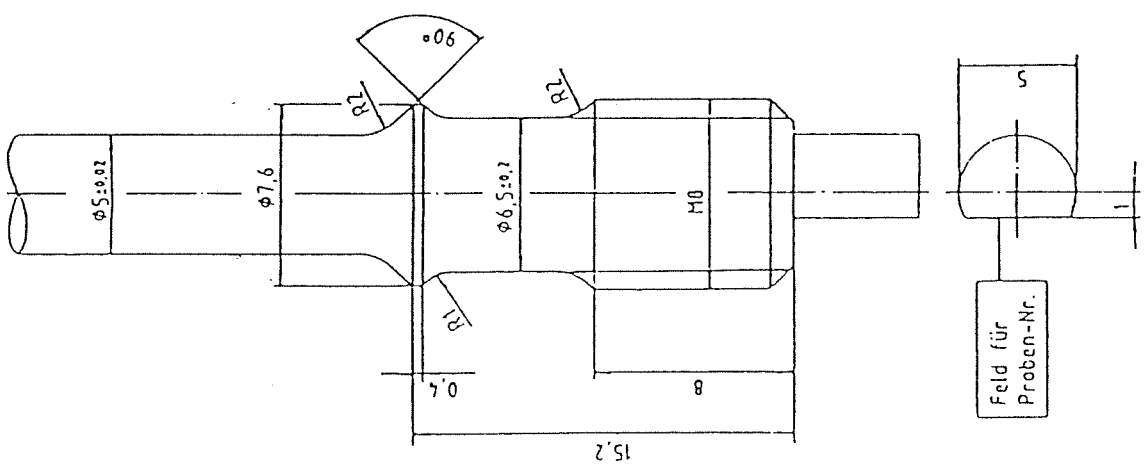


Bild 2

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH				Zug-/Zeitstandprobe 5d mit Zapfen	
Zeichnungs-Nr. IMF-37-3-7444		Blatt 1		Zeichnungs-Nr. IMF-37-3-7444	
Material 2.1, S.1 Gest.-Nr.		Werkstoff 18 SS Bausch 19.03 Geste Geste P.L.		Hersteller VAKABER	
Datum 2.1.74		Zeichner 2.1.74		Prüfer 2.1.74	

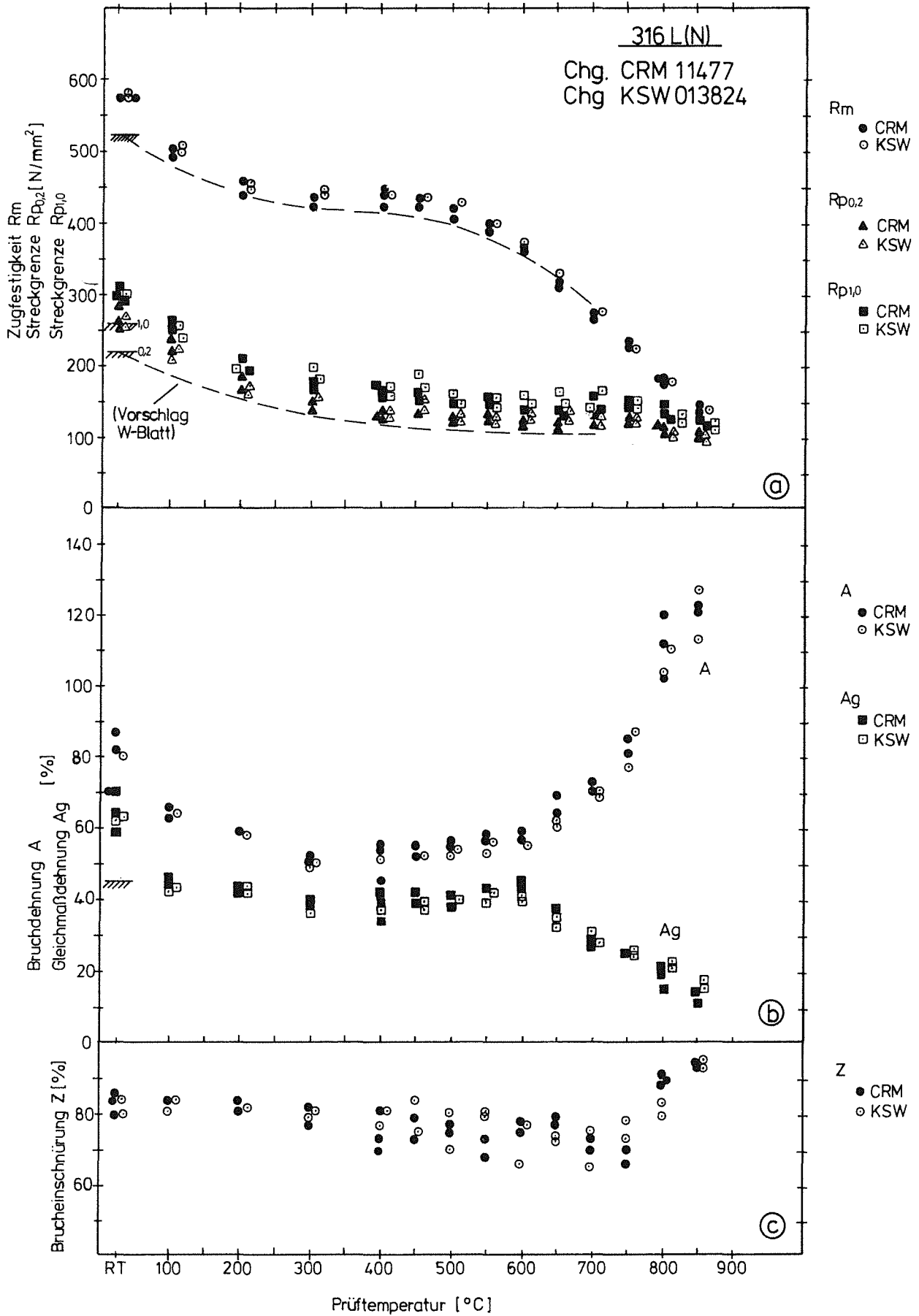


Bild 3 : Zugfestigkeitseigenschaften

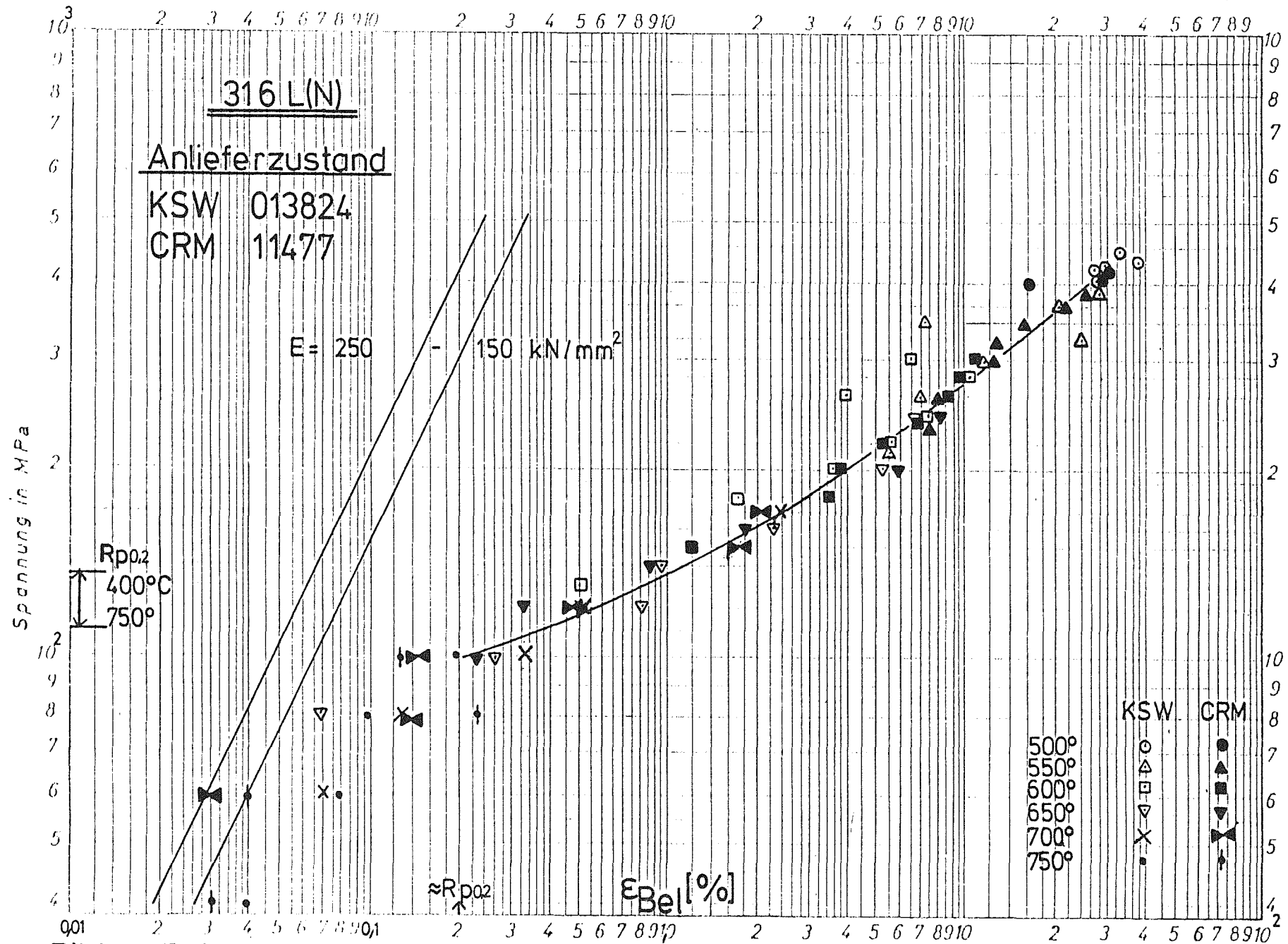


Bild 4: Belastungsdehnung in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

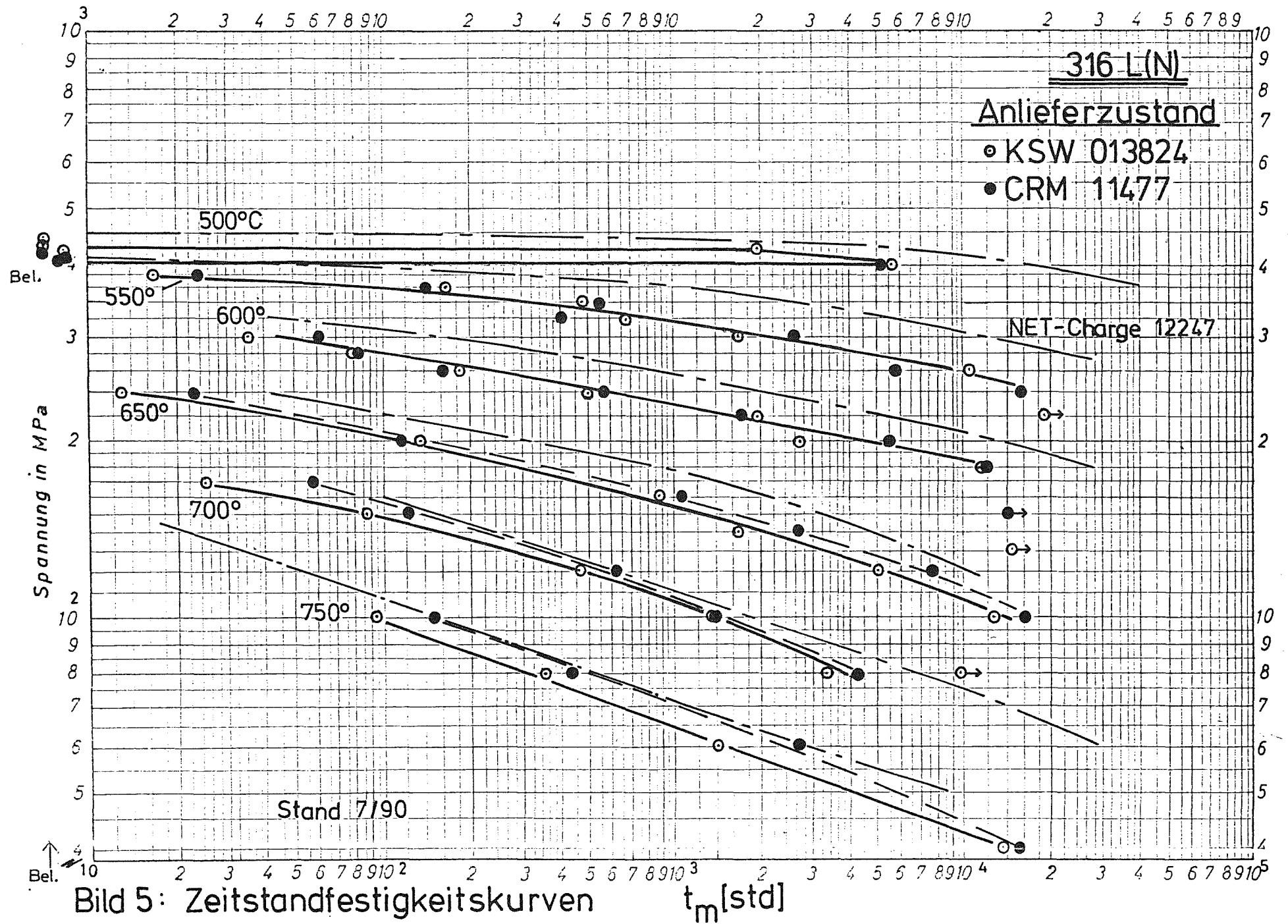


Bild 5: Zeitstandfestigkeitskurven

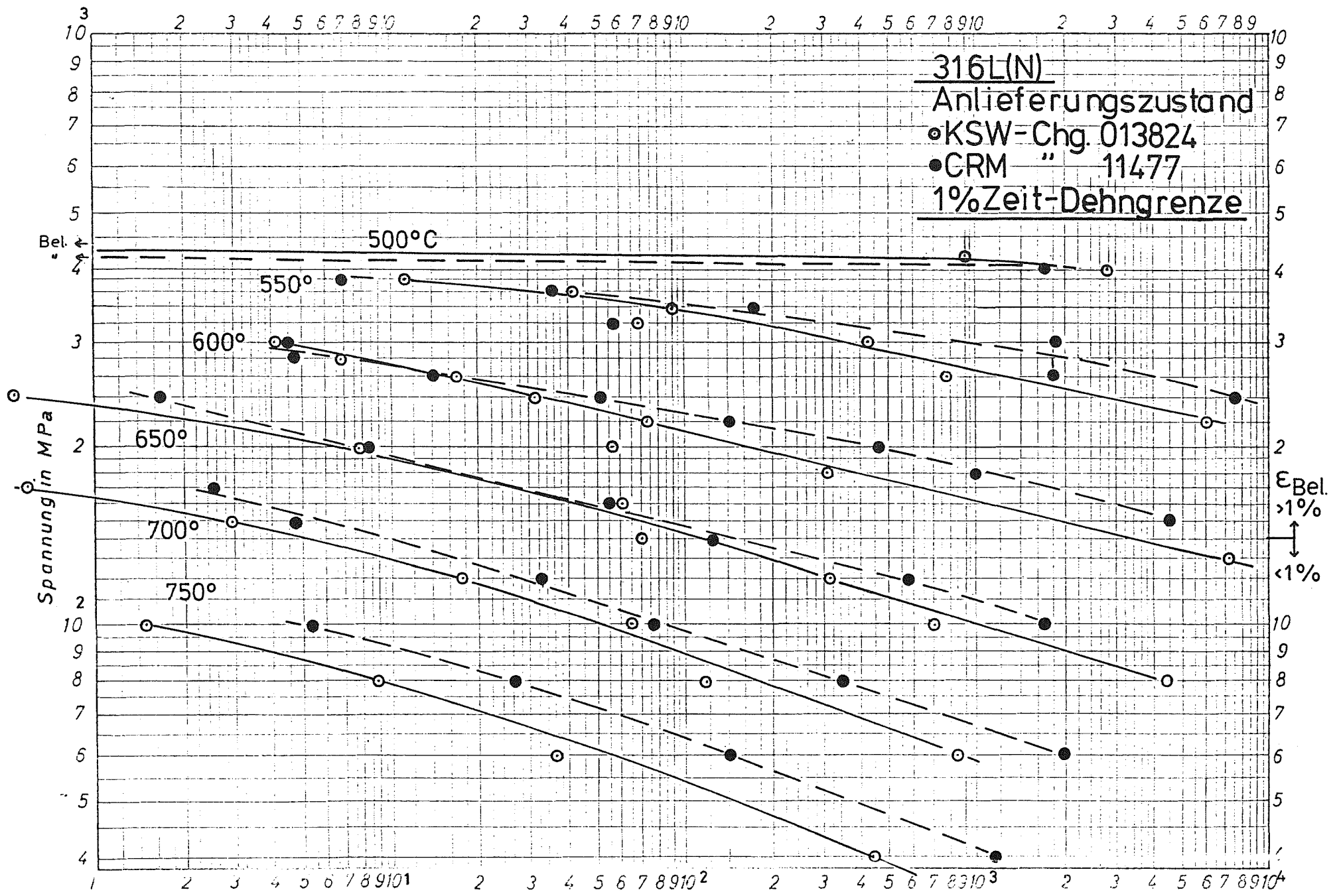


Bild 6: Zeit-Dehngrenzen Kurven t [std]

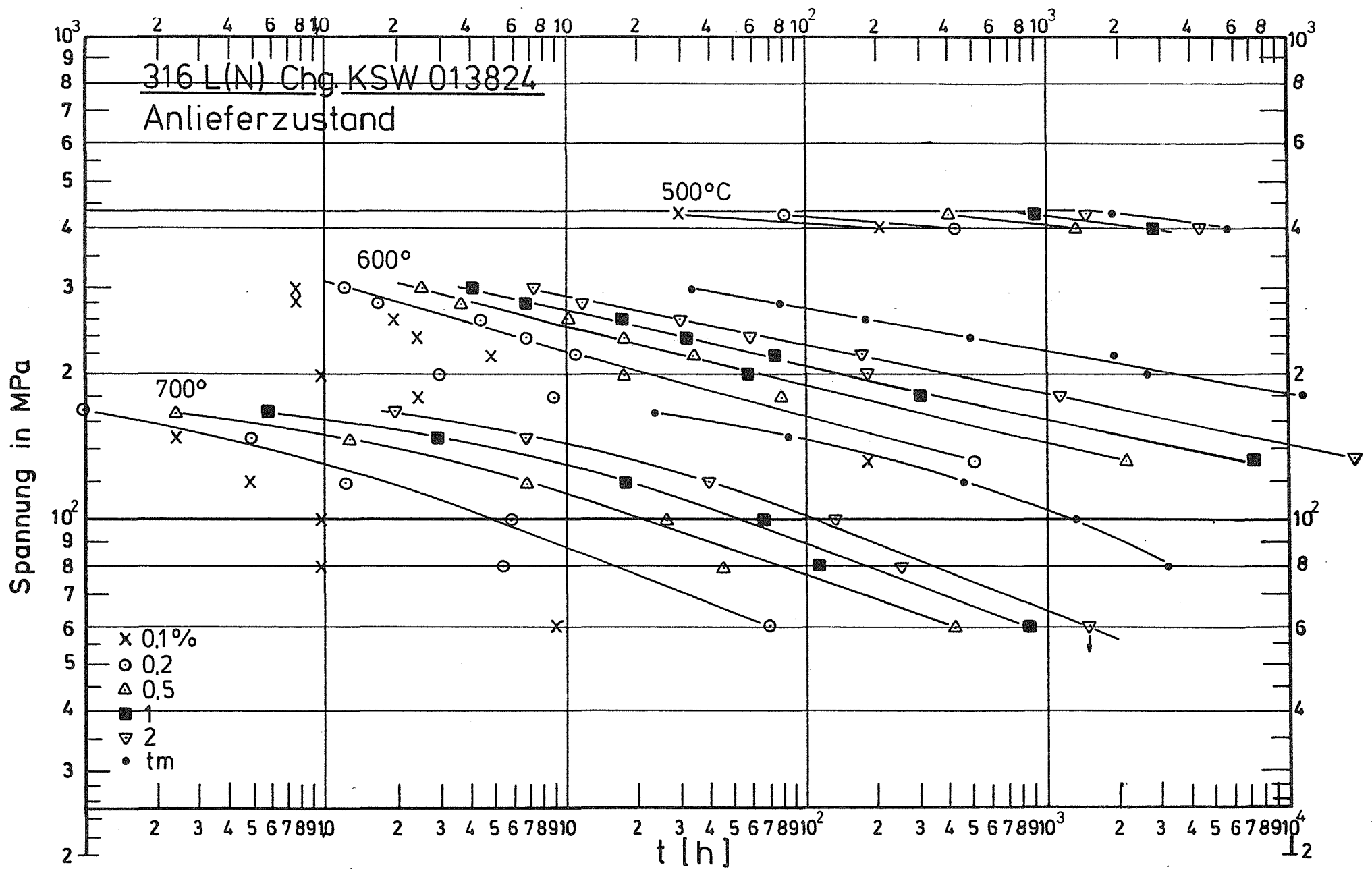


Bild 7: Zeit-Dehngrenzen-Kurven

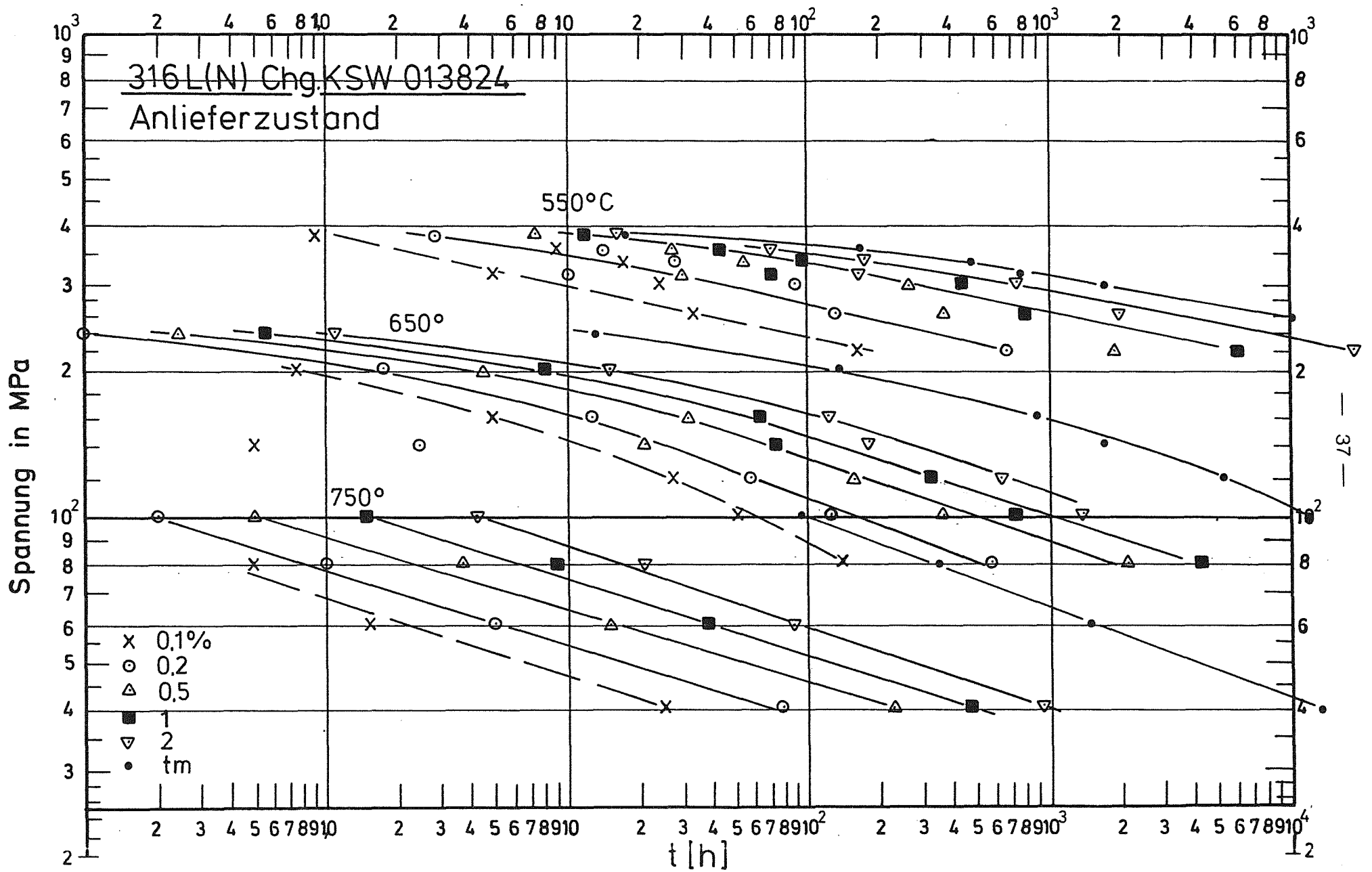


Bild 8: Zeit-Dehngrenzen-Kurven

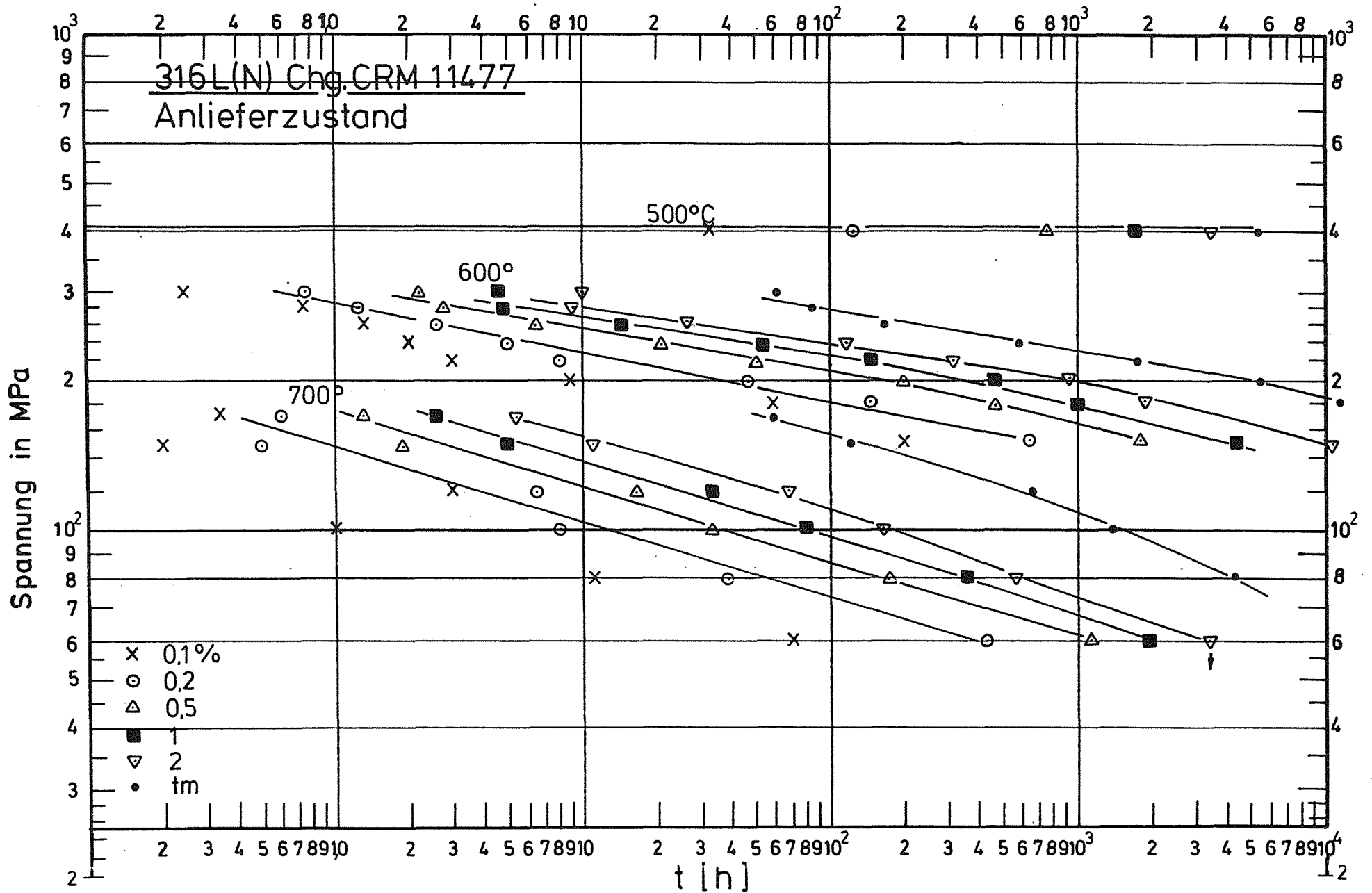


Bild 9: Zeit - Dehngrenzen-Kurven

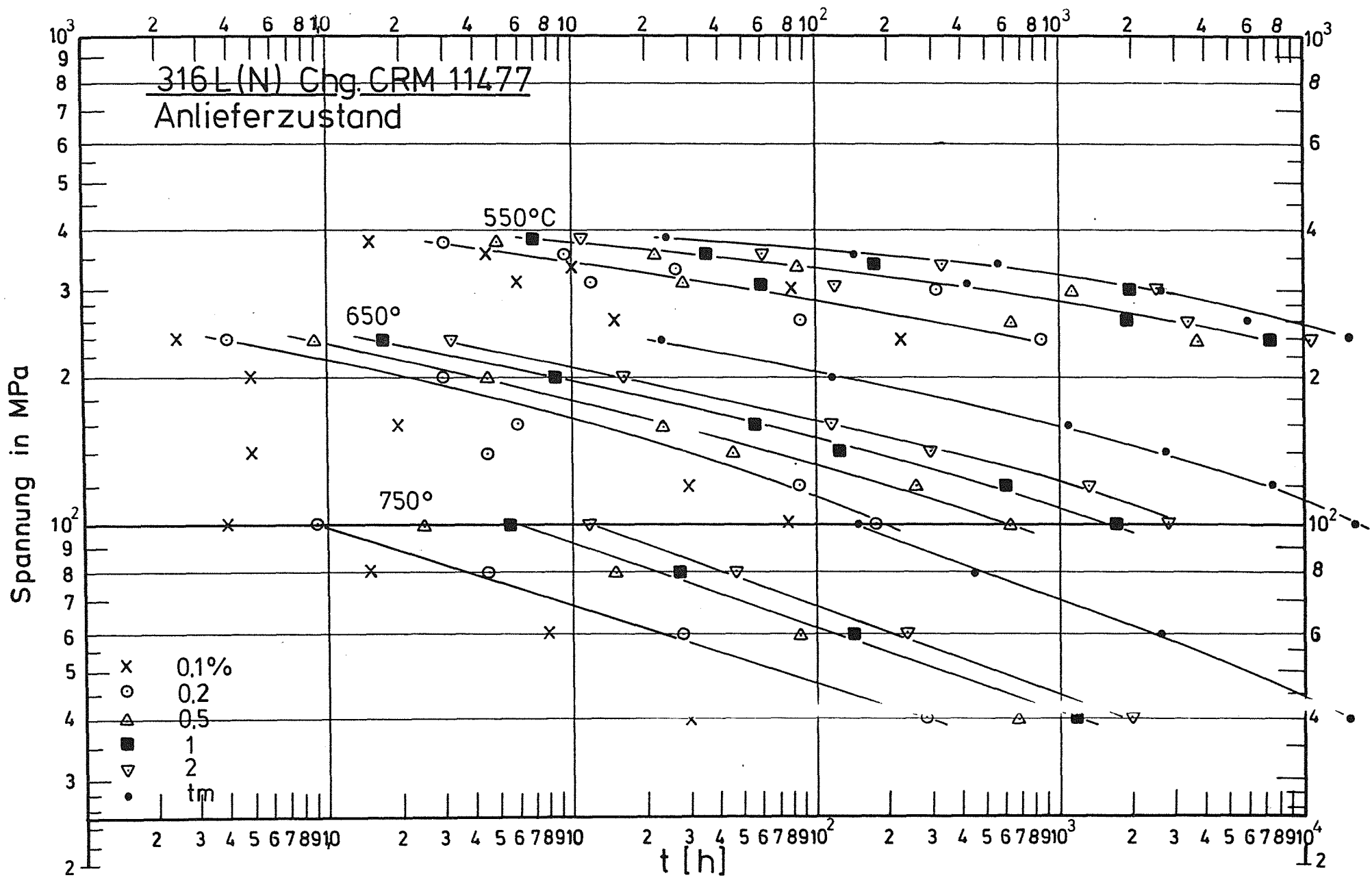


Bild 10: Zeit-Dehngrenzen -Kurven

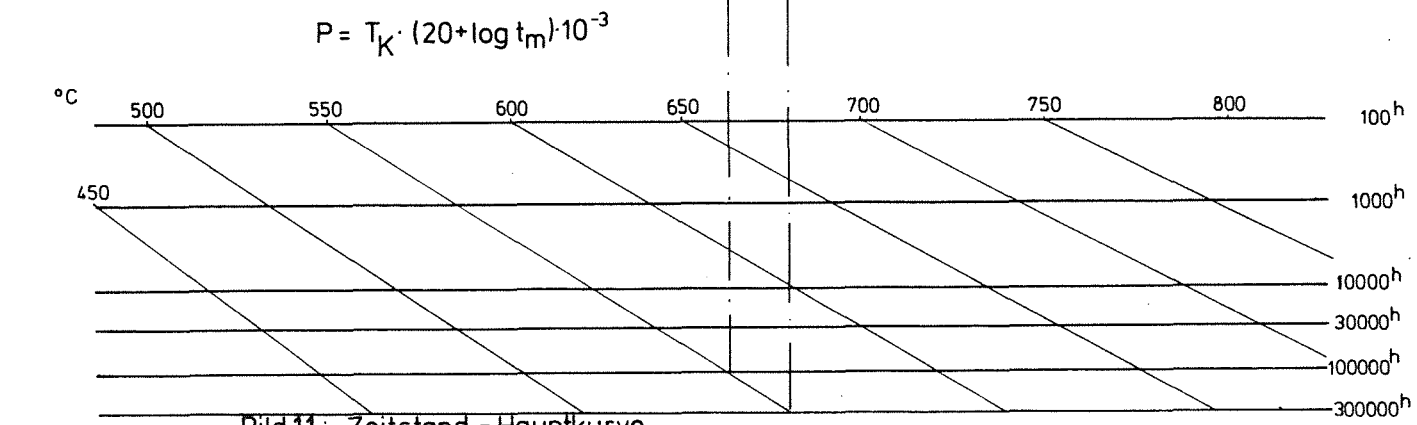
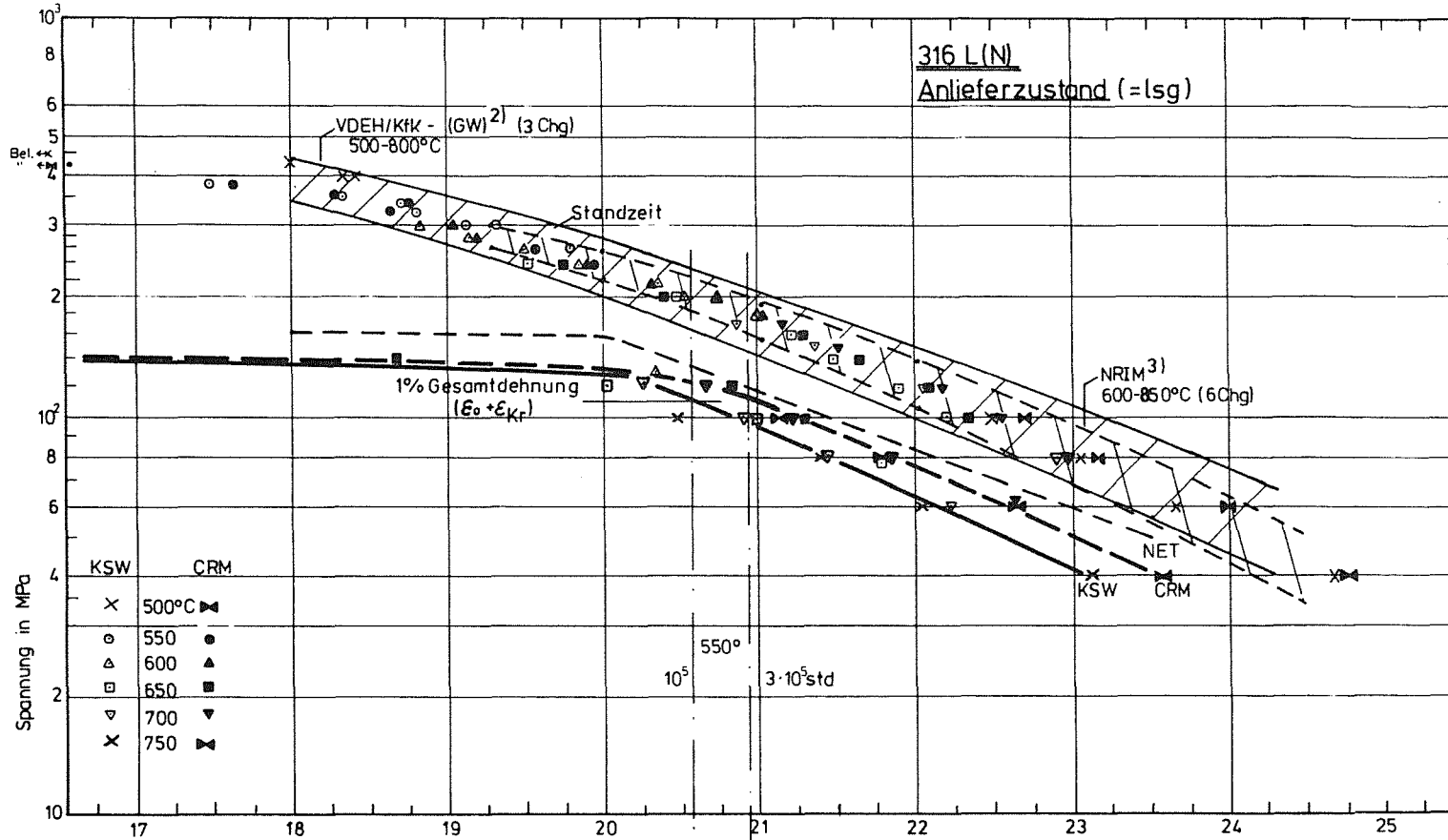


Bild 11: Zeitstand - Hauptkurve
(Larson-Miller-Parameter)

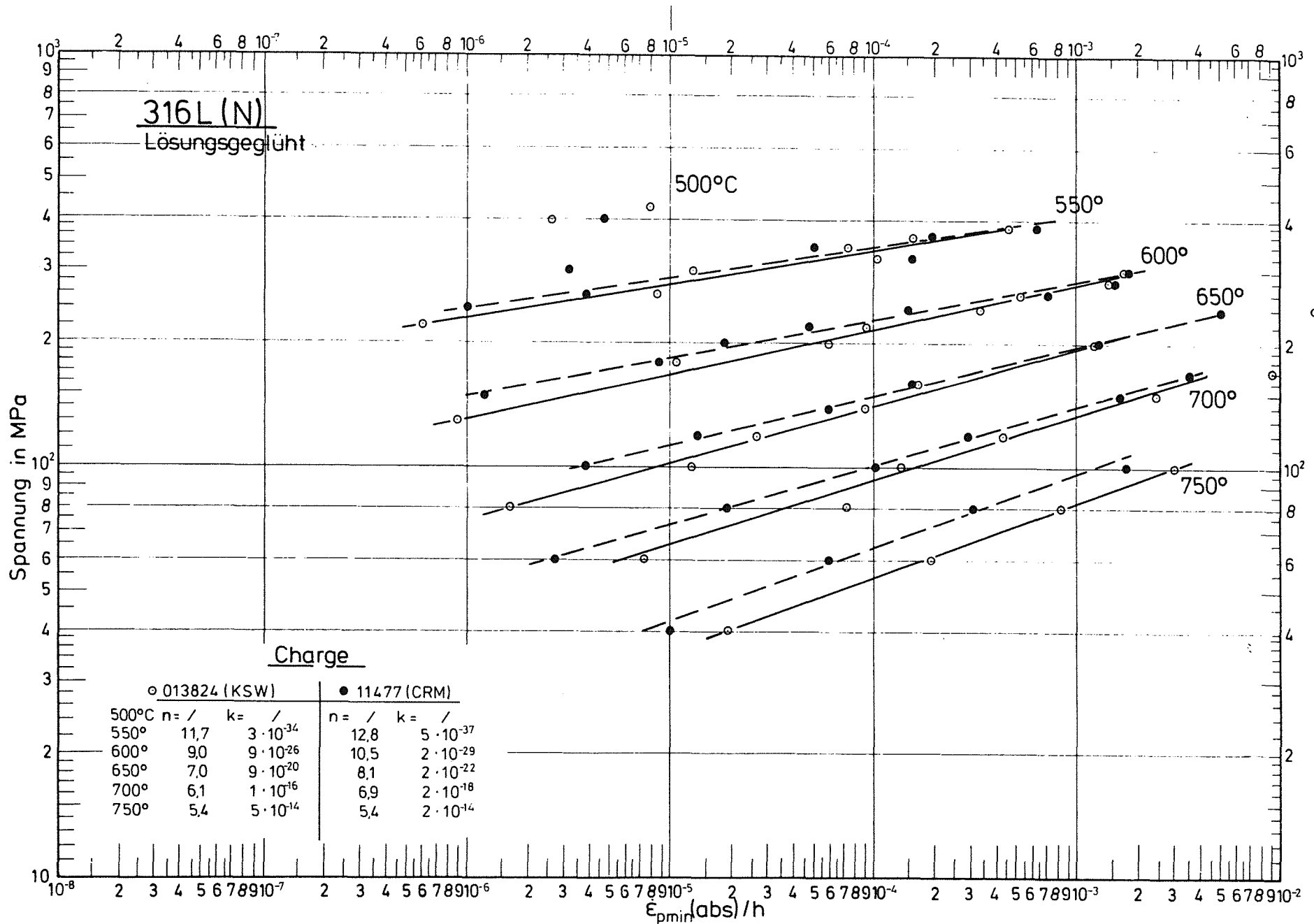


Bild 12: Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung (KSW und CRM-Chg, KfK-Vers.)

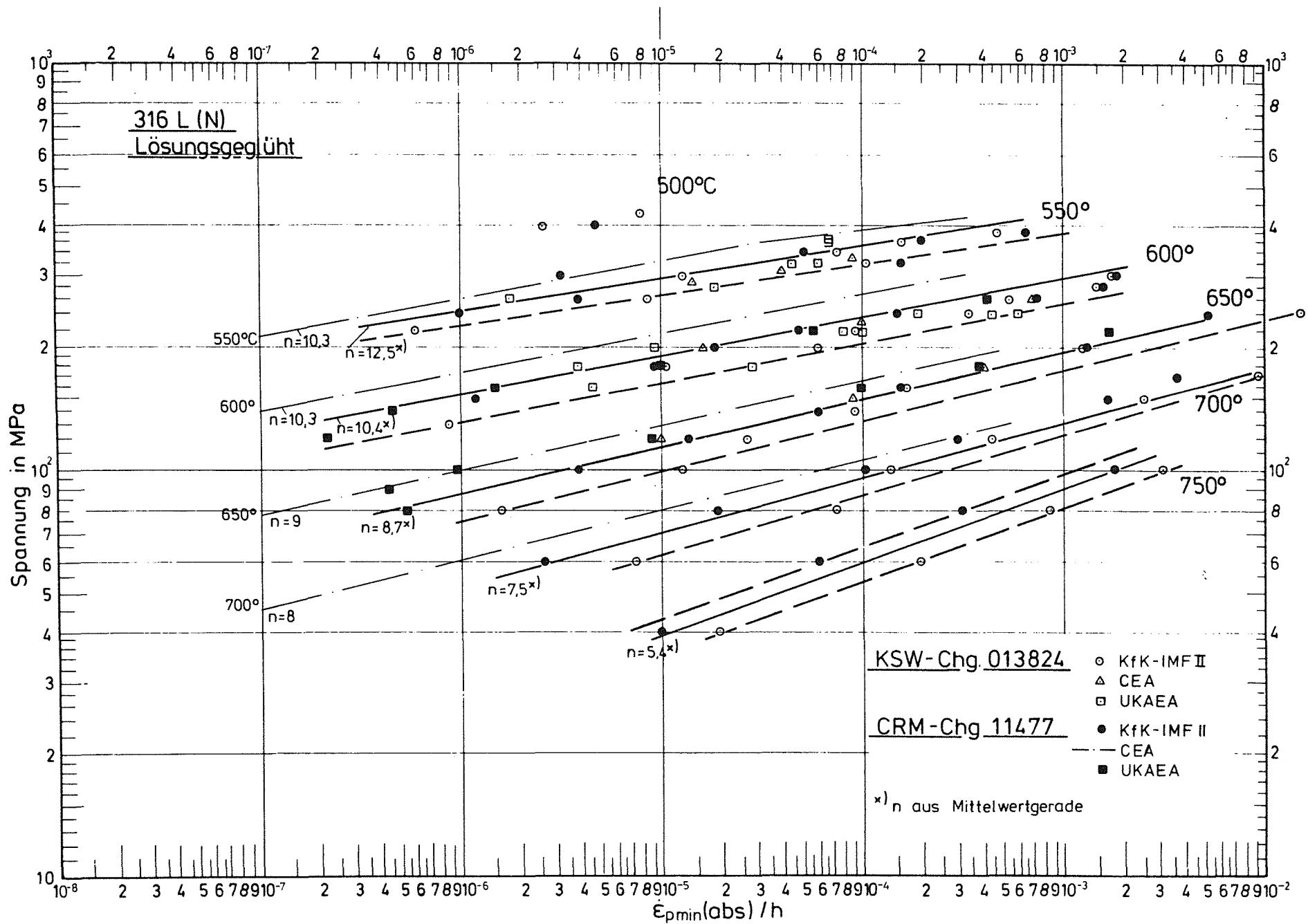


Bild 13: Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

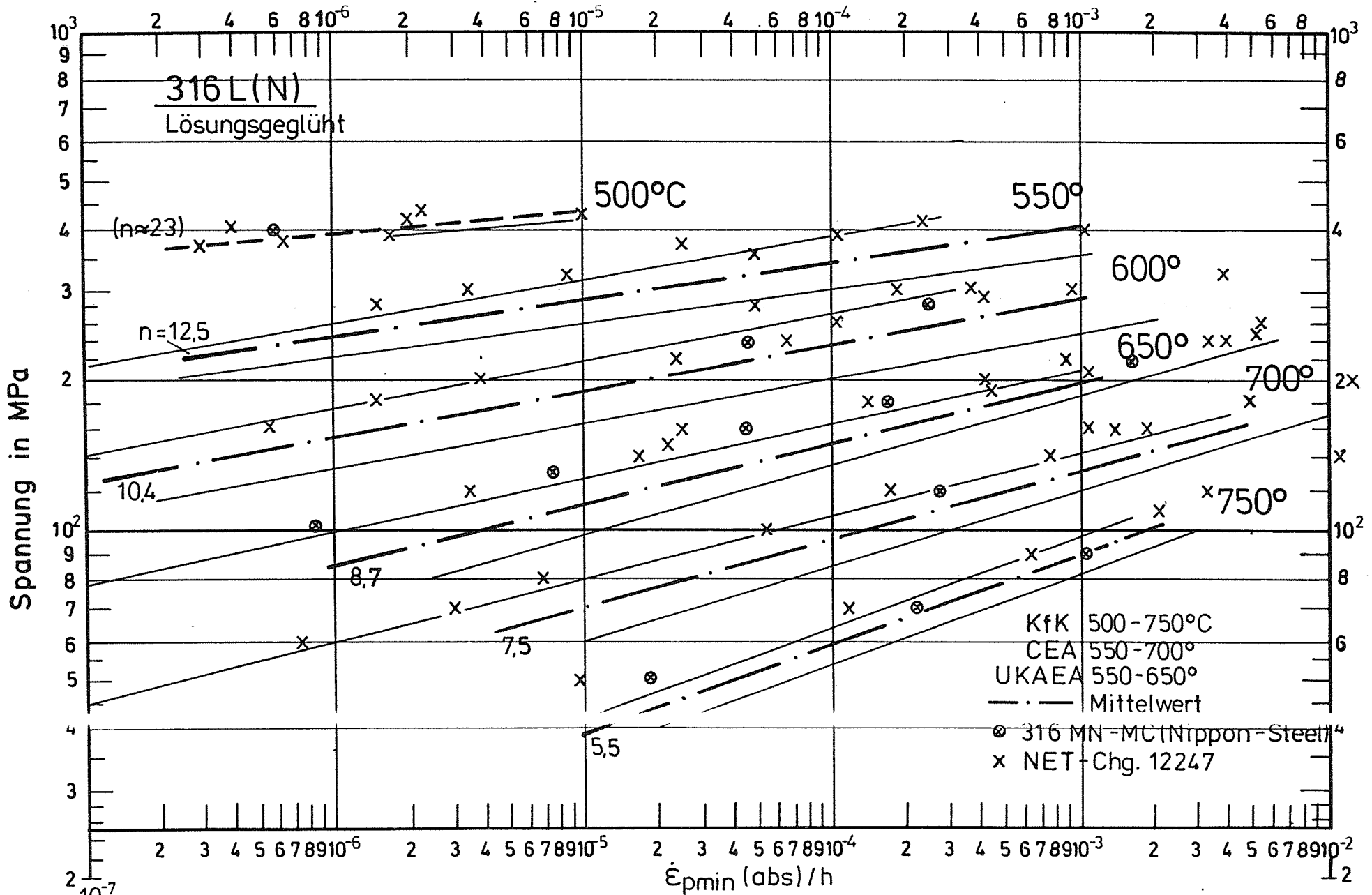


Bild 14: Bereiche der min. Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

AISI 316(L)
Lösungsgeglüht

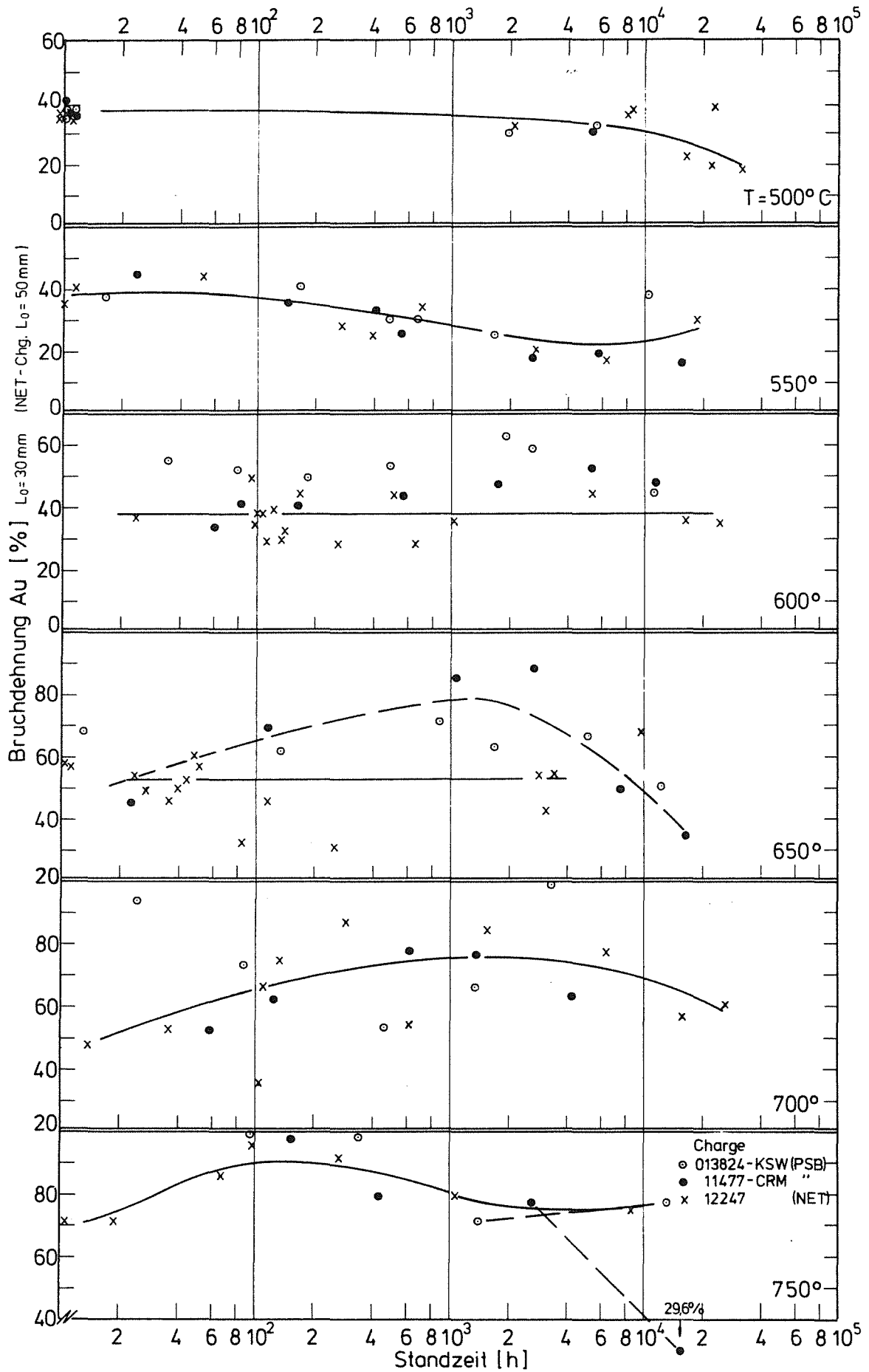


Bild 15: Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit

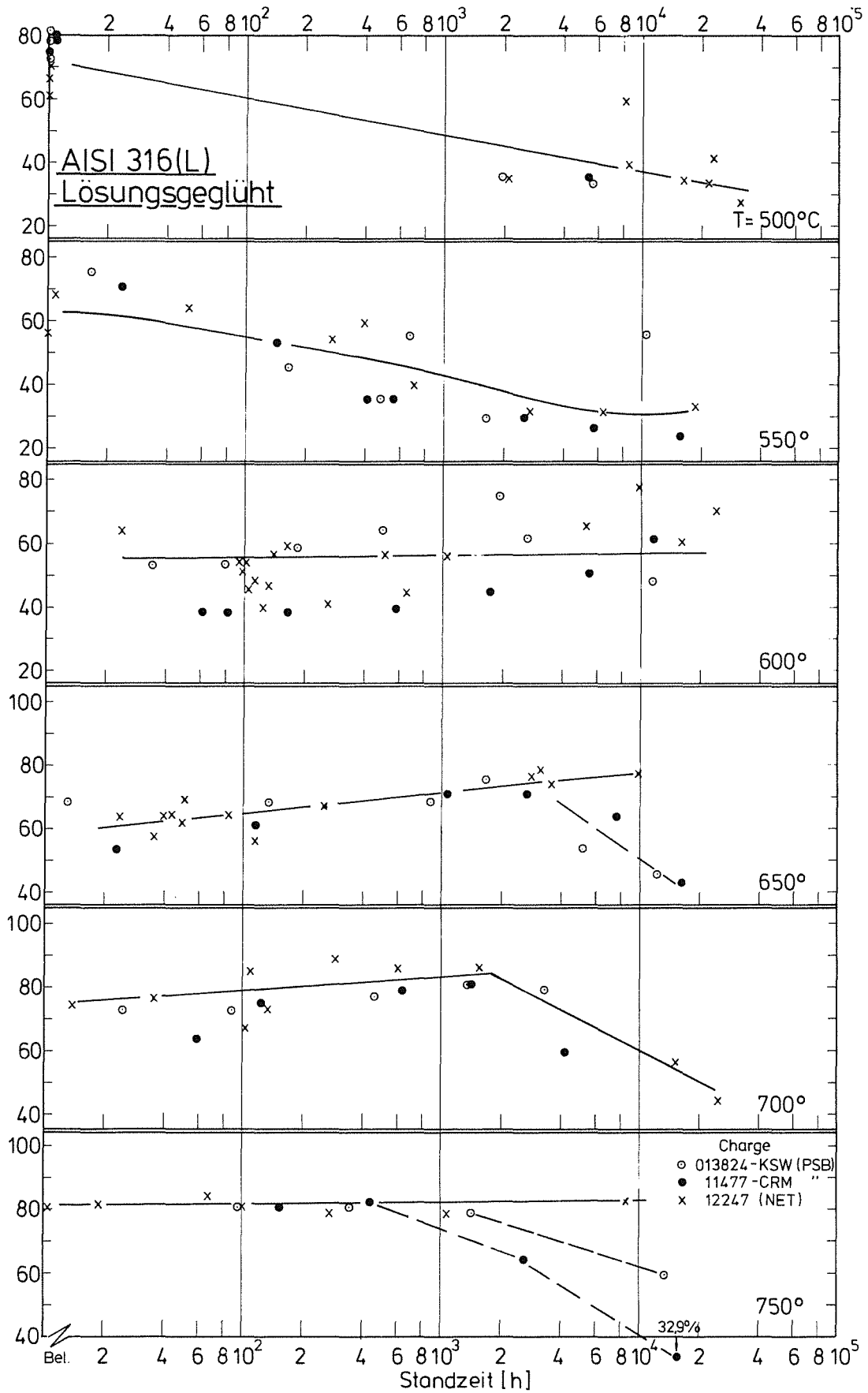


Bild 16: Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit

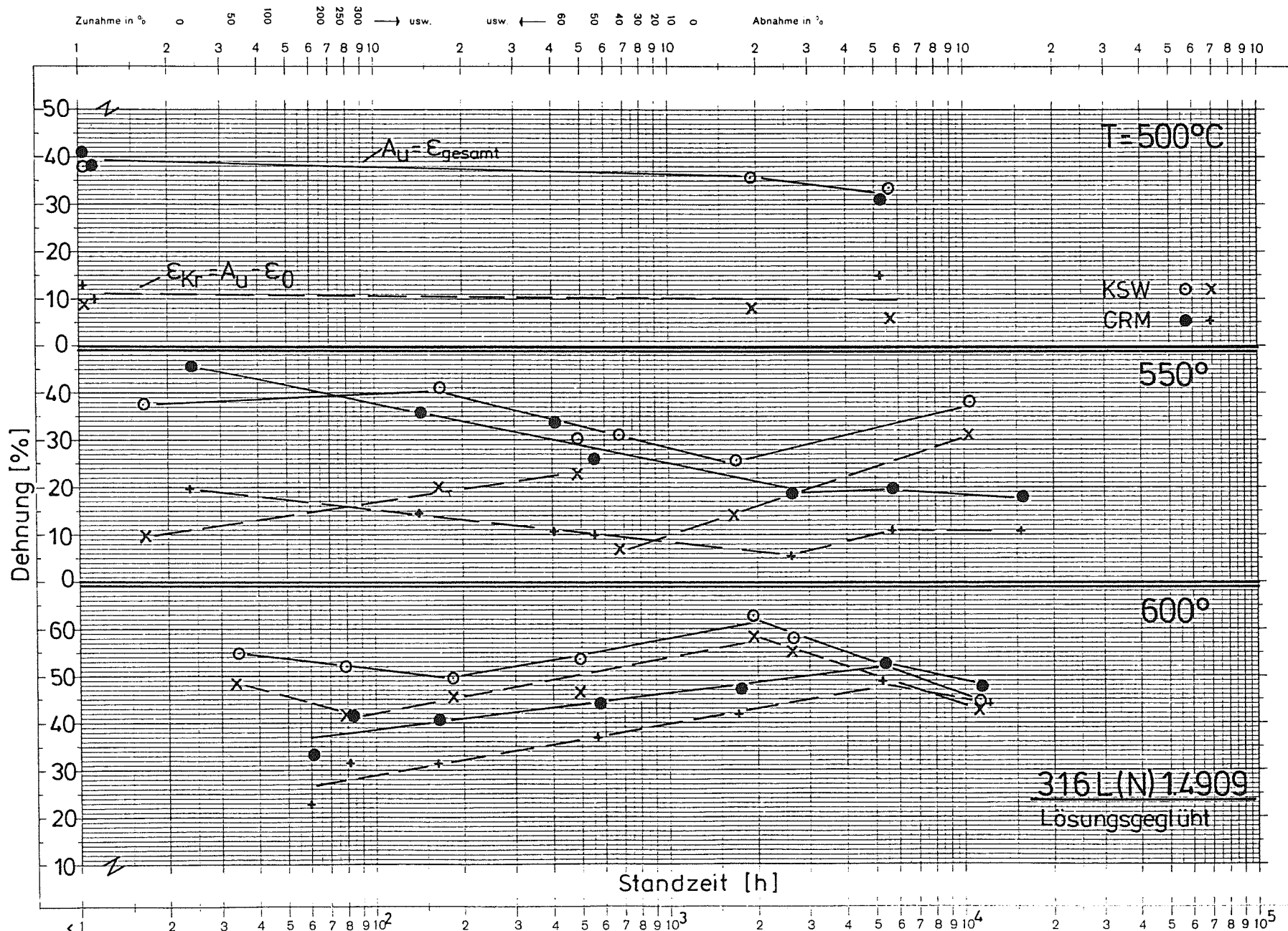
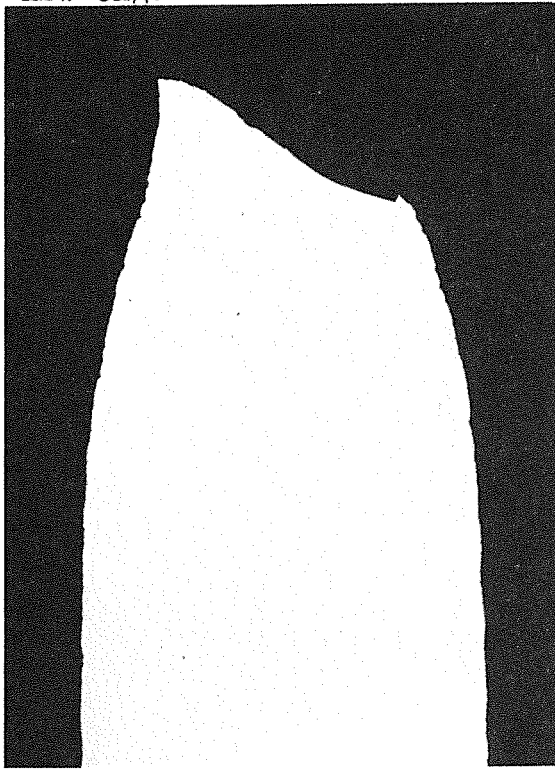


Bild 17. Vergleich Bruchdehnung A_U zu Kriechdehnung E_{Kr}

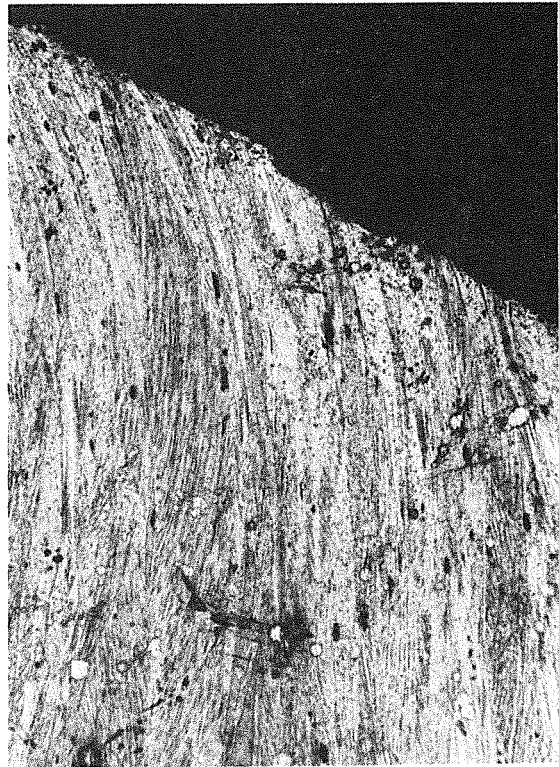
Zugversuch-Raumtemperatur

KSW-Chg.



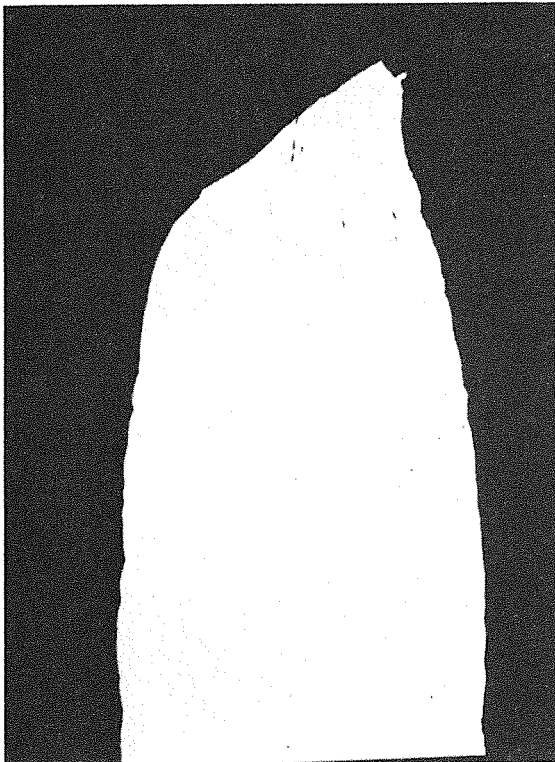
58443

a



58444

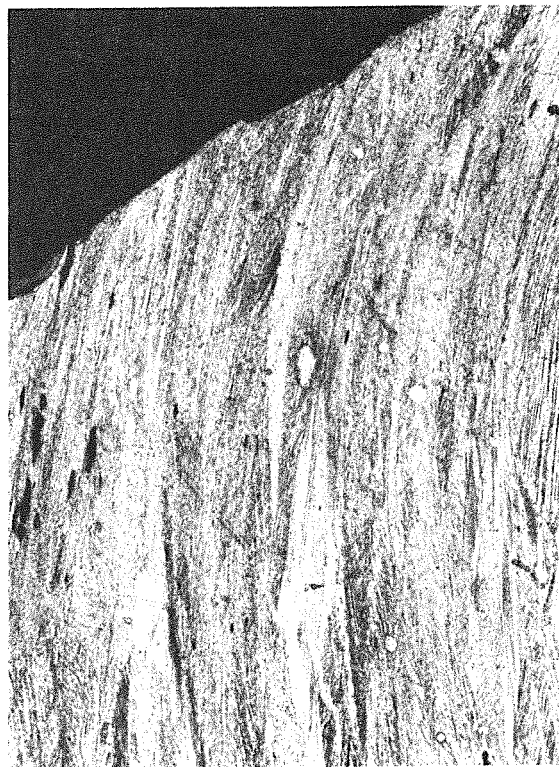
CRM-Chg.



58500

x15

b



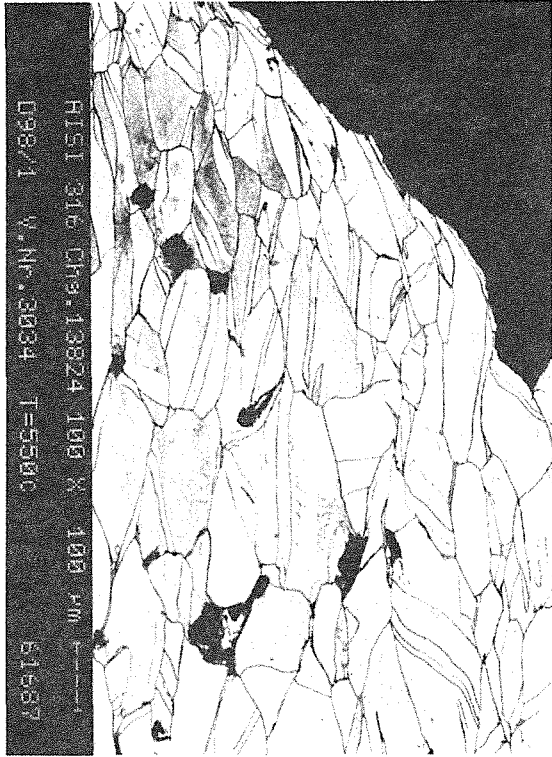
58501

x100

Zeitstandproben-Bruchzone

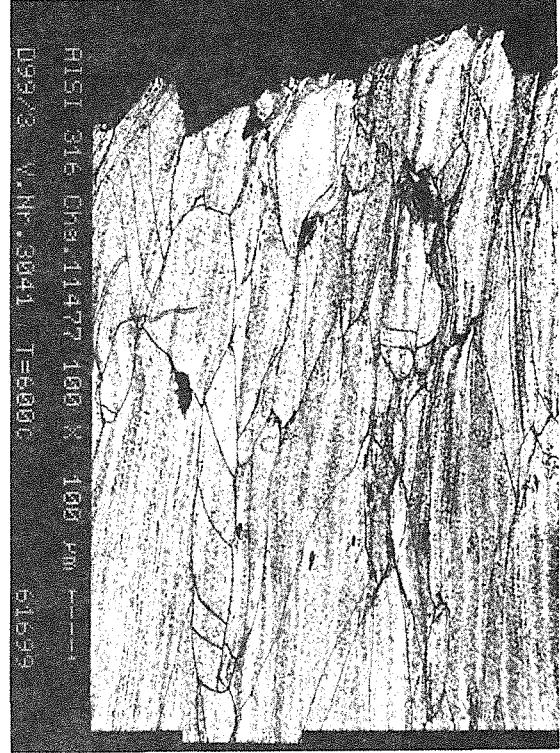
KSW 550° 10565std

a)



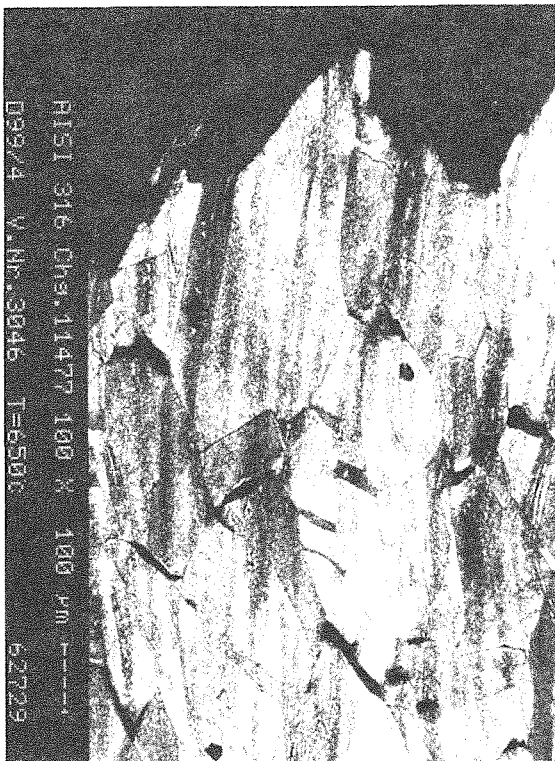
CRM 600° 11605std

b)



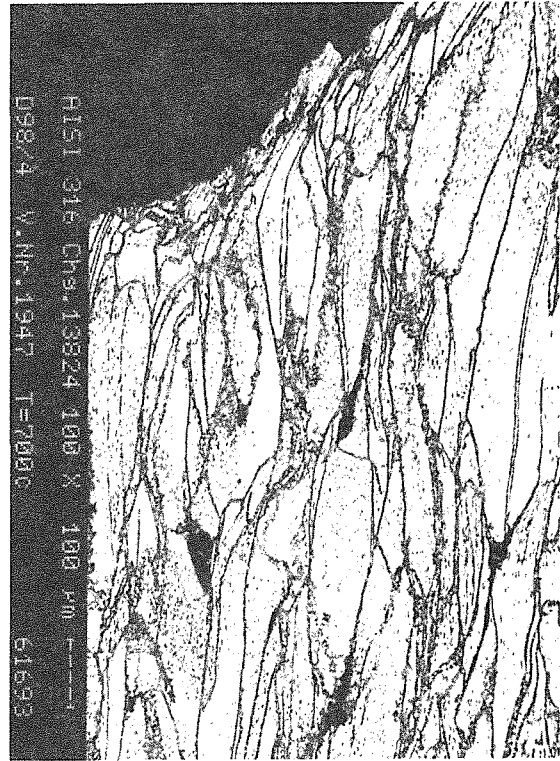
CRM 650° 11477std

c)



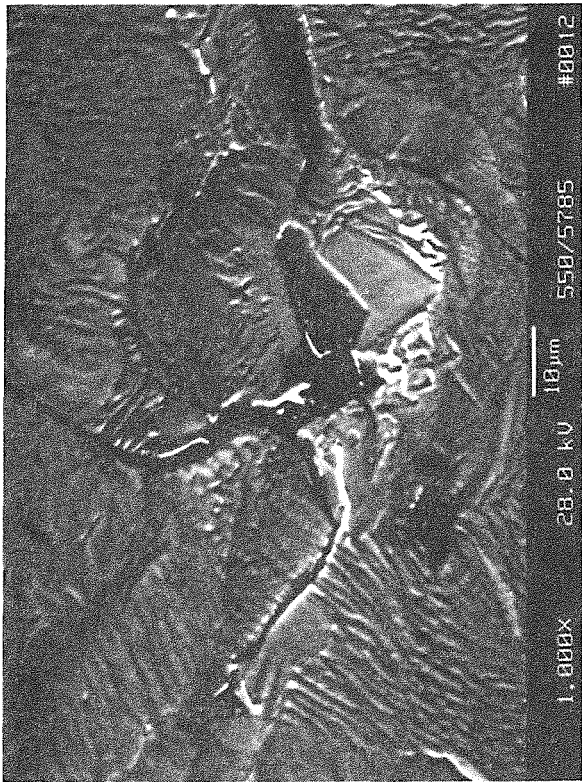
KSW 700° 3293std

d)

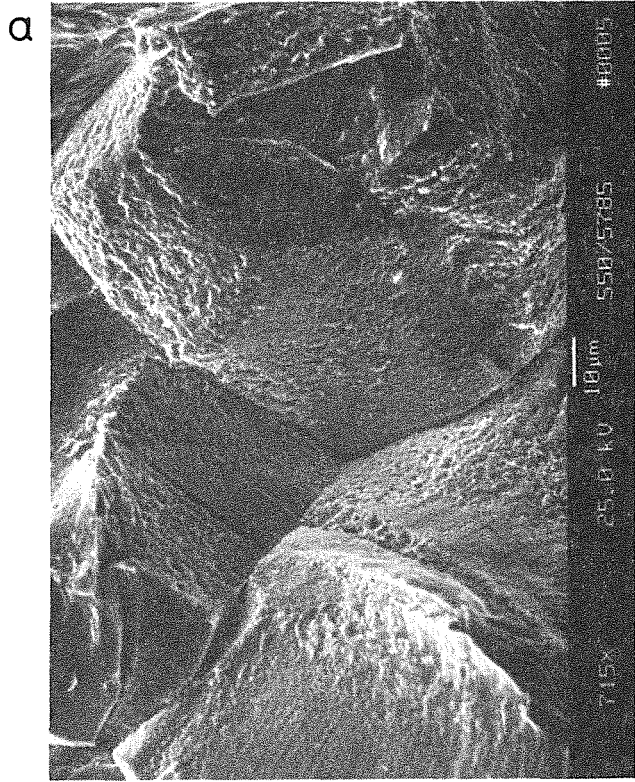


x100

550° 5587 std



S23/38

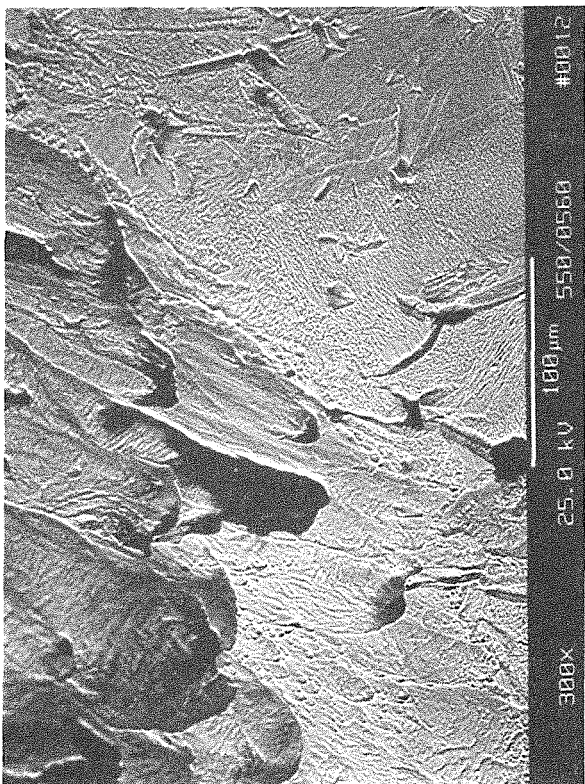


S20/32

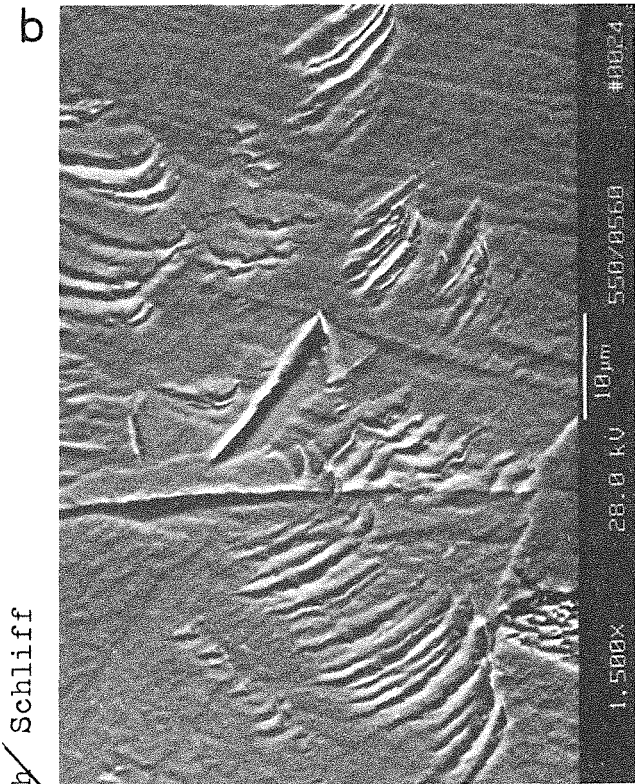
550° 560 std

Schliff

↕
Bruch



S12/16



Bruch/Schliff

S14/19



316 L(N)

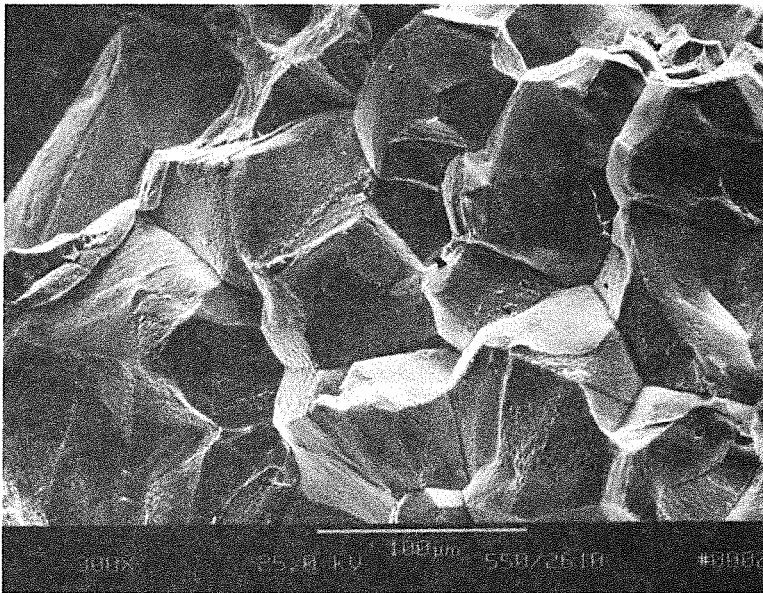
CRM-Chg.

550° 300MPa

261ostd

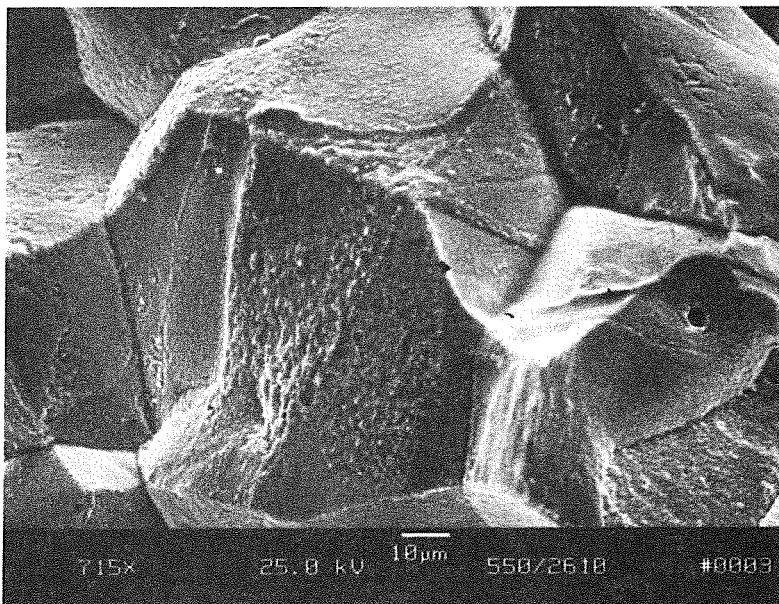
a)

58516 x100



b) REM

vereinzelt ik-Anrisse
überwiegend aufge-
brochene Gleitebenen

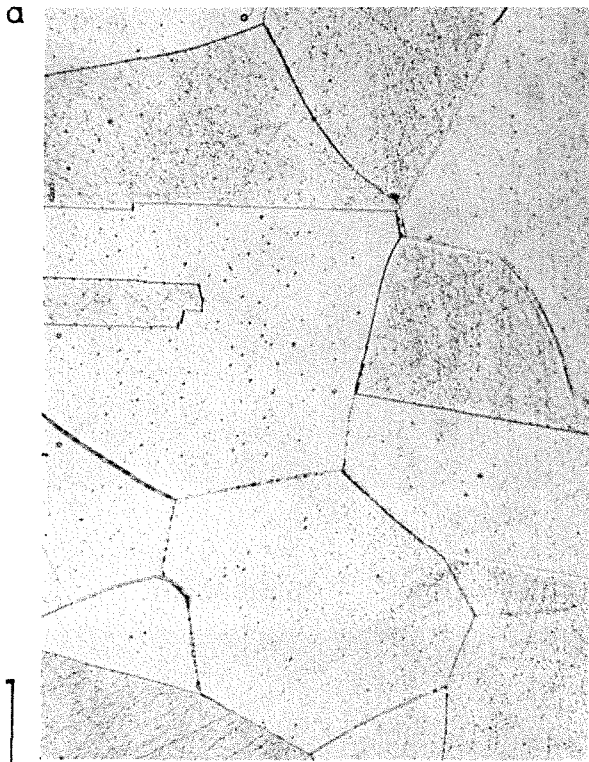


c) Detail aus b)

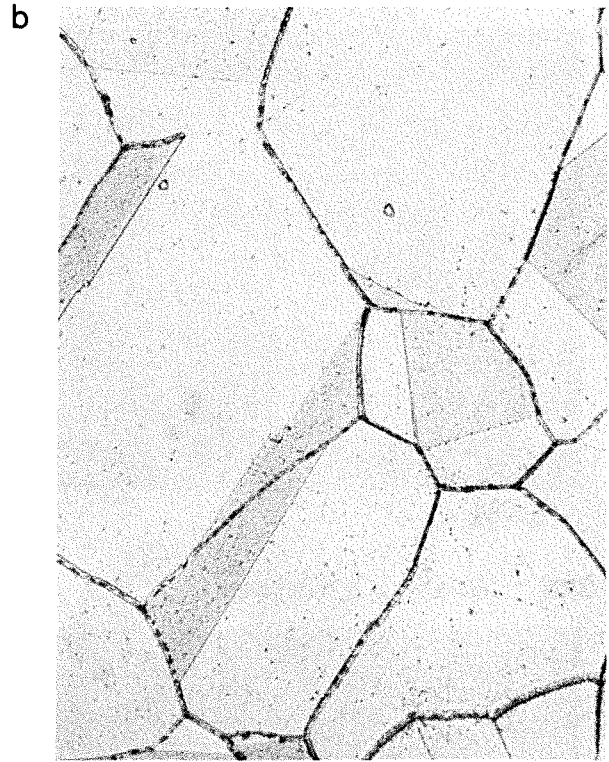
650° 13std

Probenkopf KSW-Chg.

650° 897std



58475

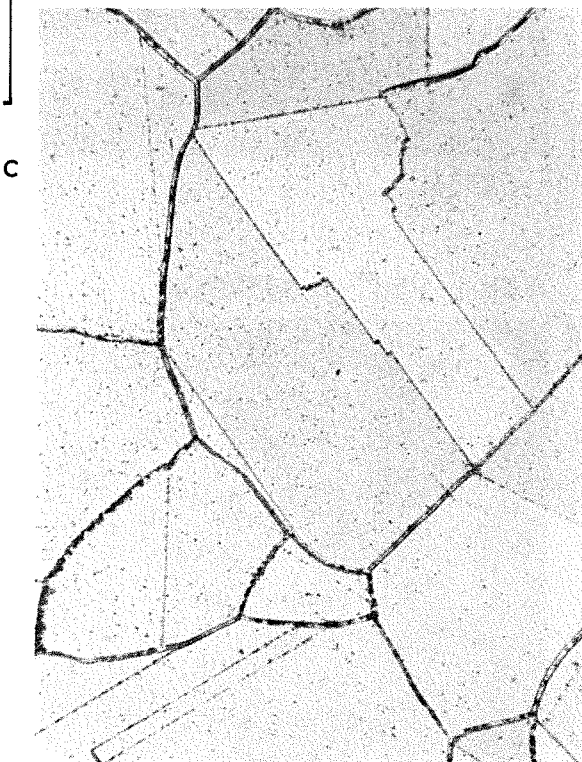


58478

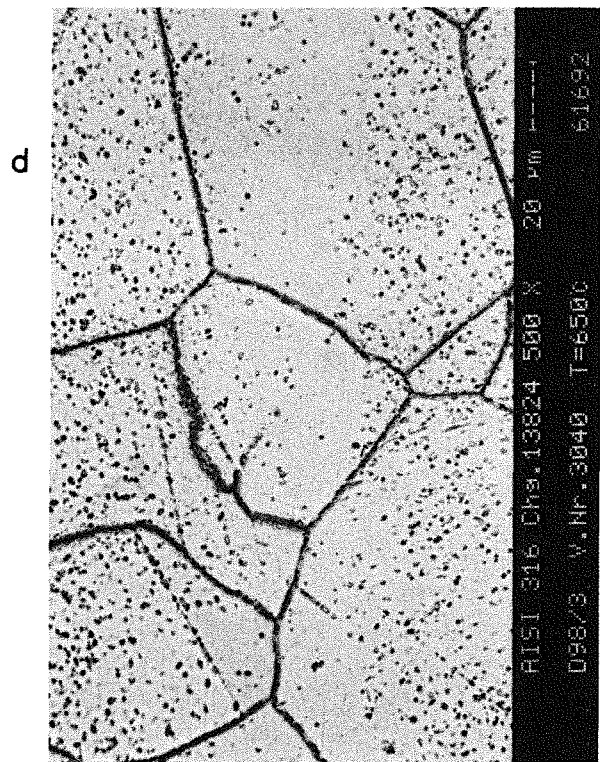
100 μ m

650° 1681std

650° 12149std



58481



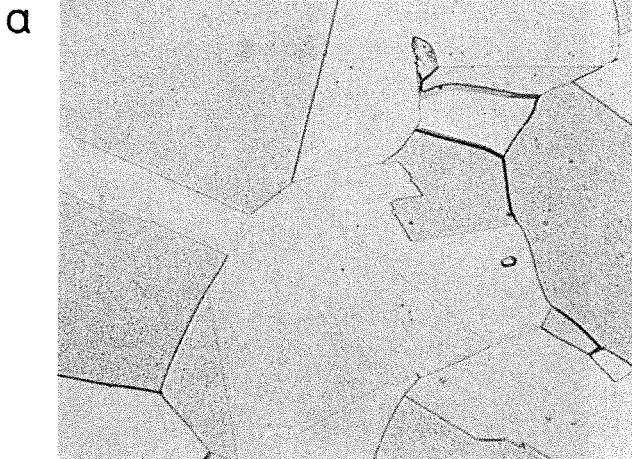
x500

RISI 316 CHs.13824 500 X 20 μ m
D98/3 V.Nr. 3040 T=6500 61692

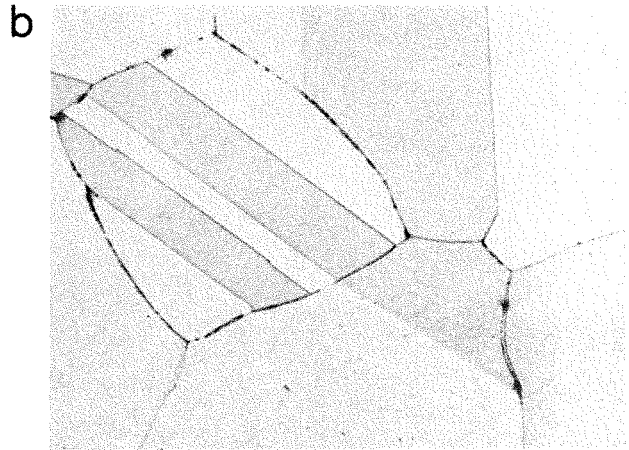
Zeitstandproben-Probenkopf (lange Standzeiten)

KSW 500° 5598std

CRM 550° 15668std



58454



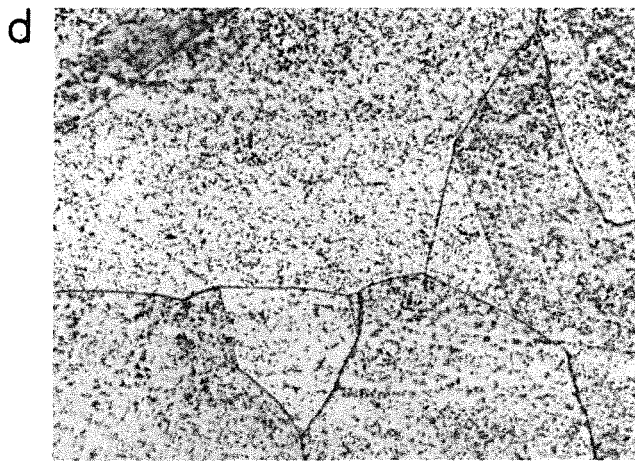
62728

CRM 600° 11605std

CRM 650° 16124std



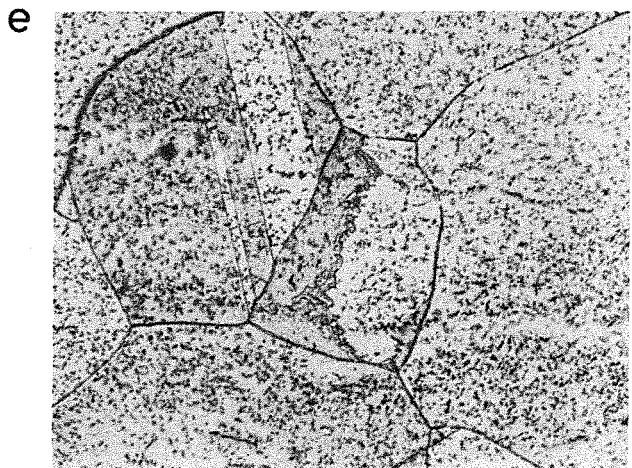
61700



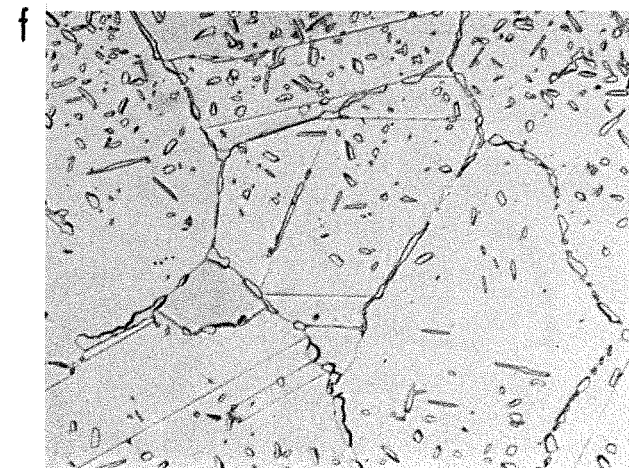
62730

CRM 700° 4208std

KSW 750° 13322std



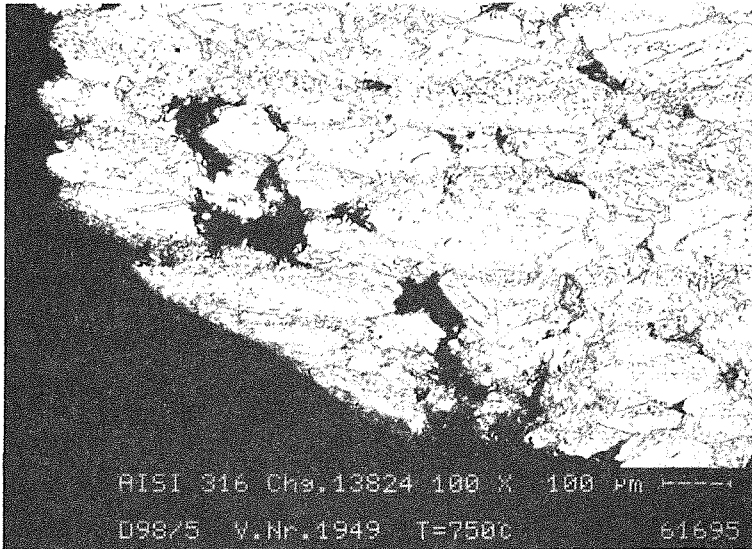
61702



61696

x500

a



x100

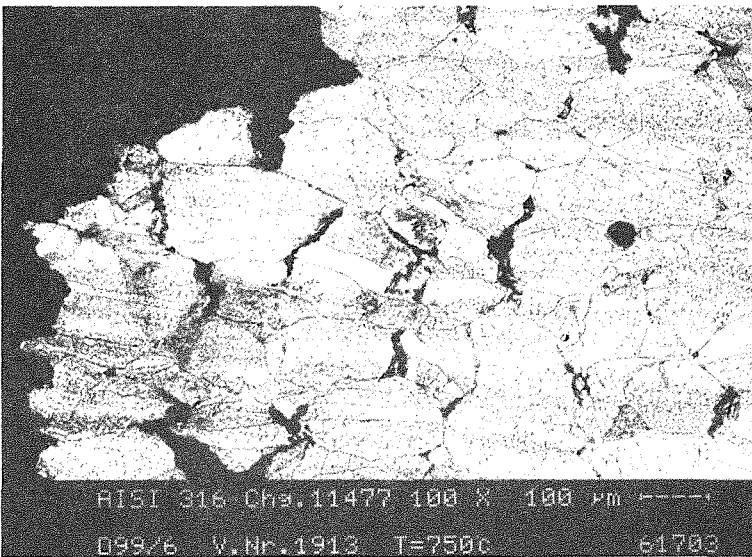
316 L(N)

KSW-Chg.

750° 40MPa

13322std

b



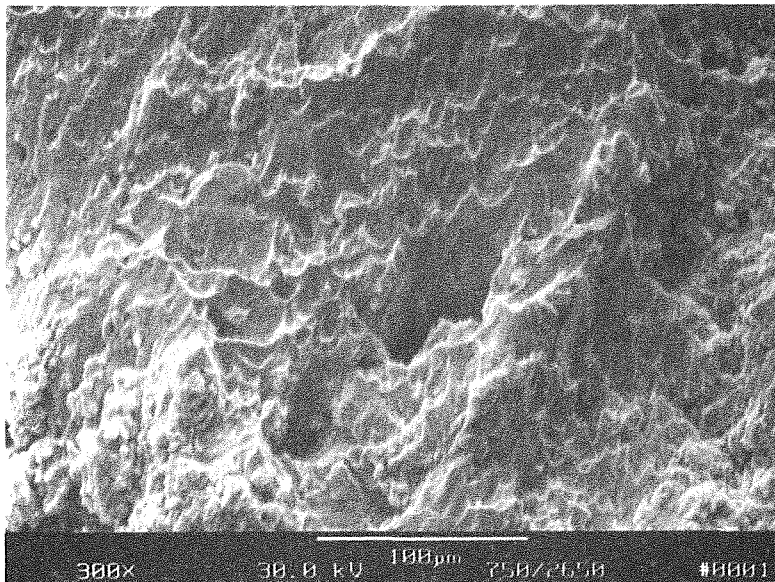
x100

CRM-Chg.

750° 40MPa

15692std

c



REM

CRM-Chg.

750° 60MPa

2650std

300x

30.0 kV

100µm

750/25.0

#0001

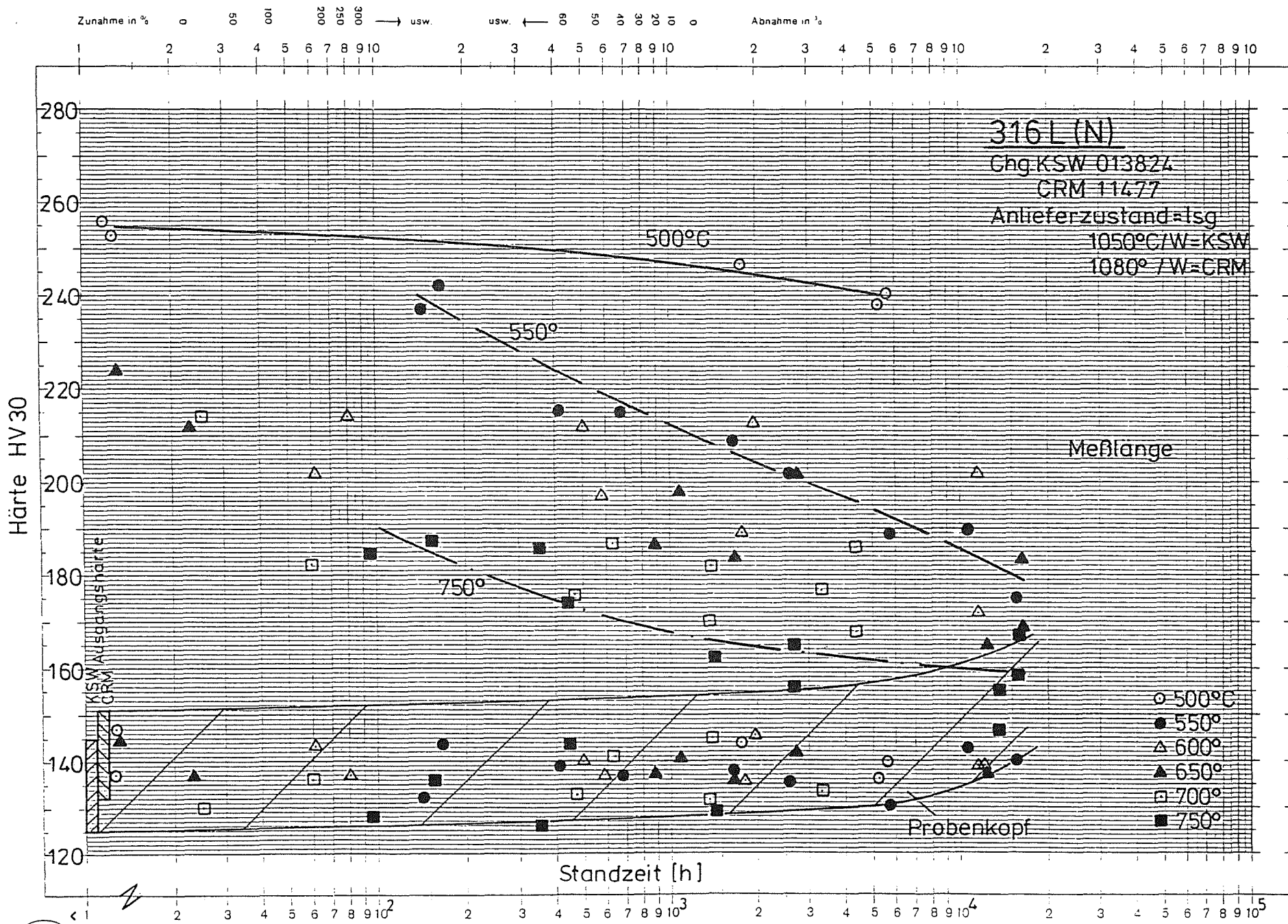


Bild 25: Härte in Abhängigkeit von der Standzeit

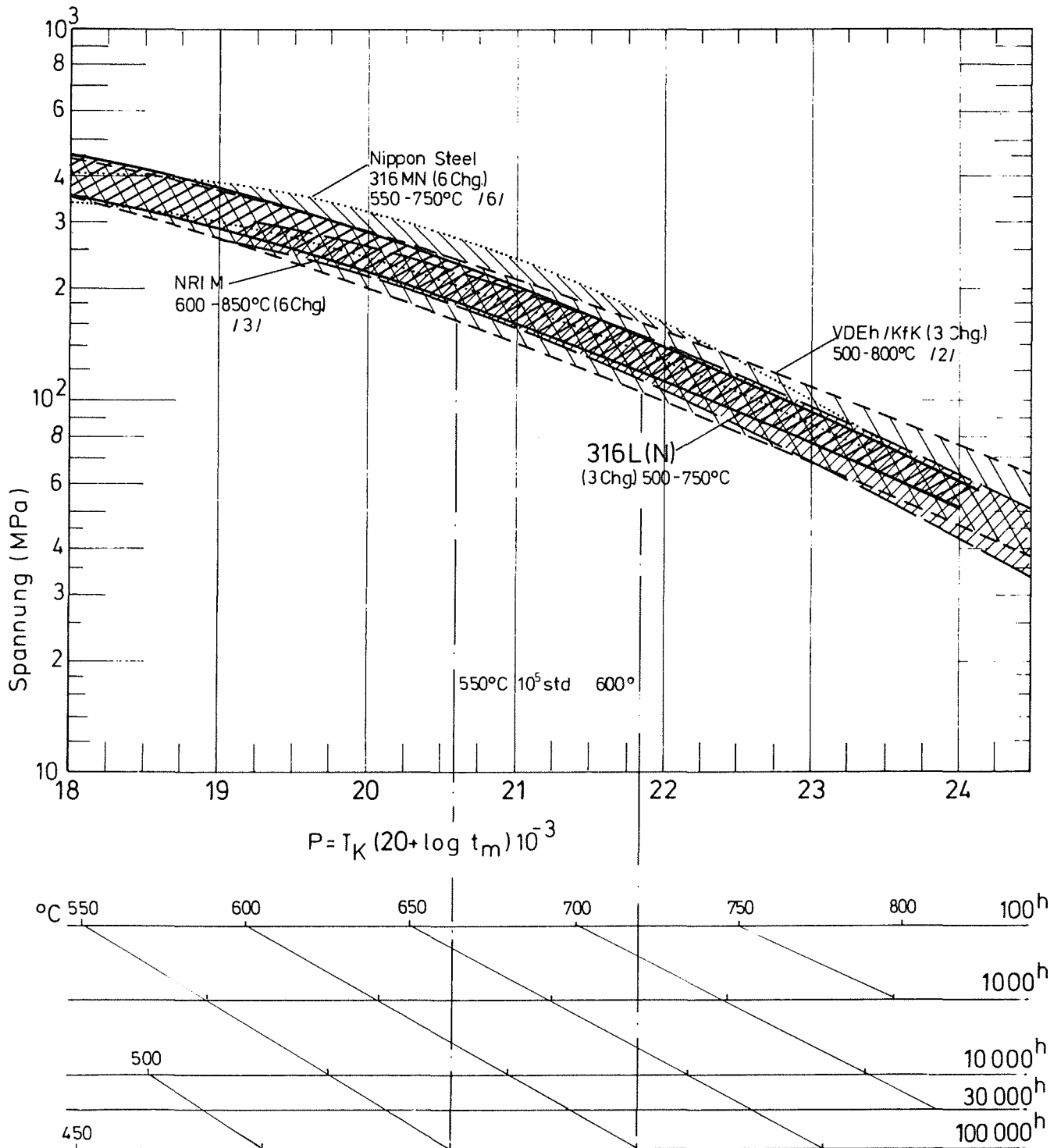


Bild 26: Zeitstand-Hauptkurve
Larson-Miller-Parameter

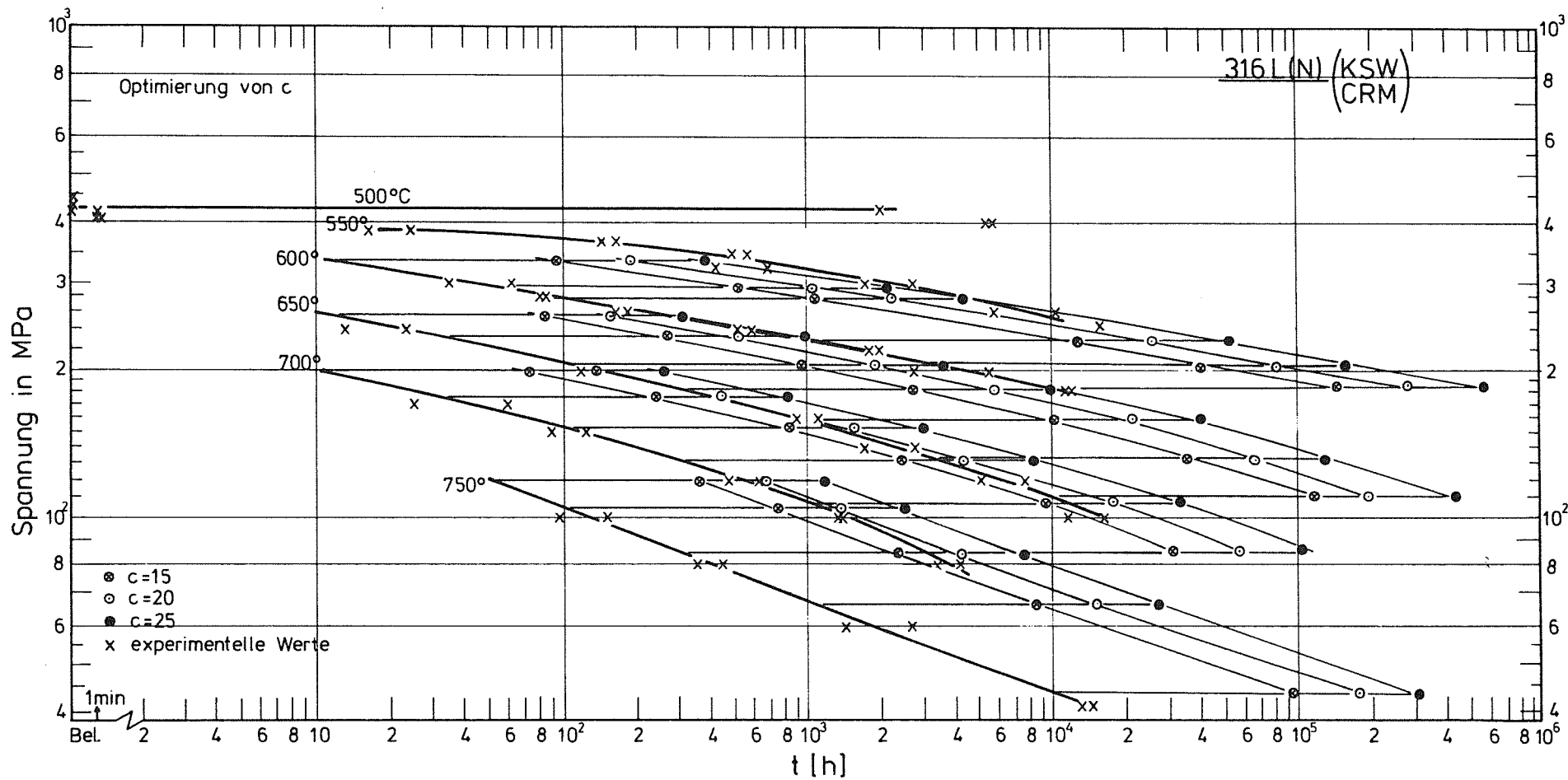


Bild 27: Vergleich experimentelle Daten zu extrapolierten Daten (n.Larson-Miller)

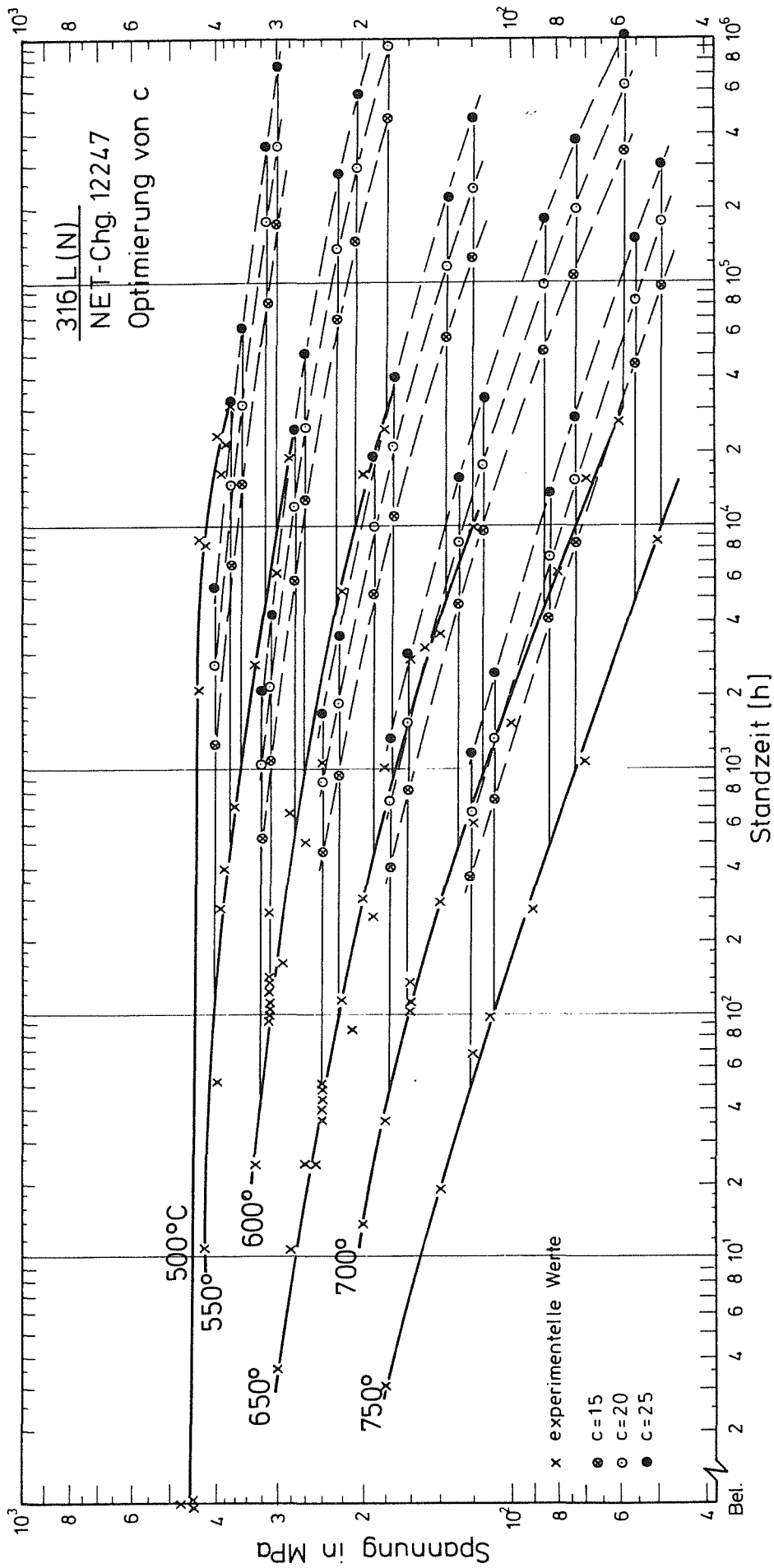


Bild 28: Vergleich experimentelle Daten zu extrapolierten Daten (n. Larson - Miller)

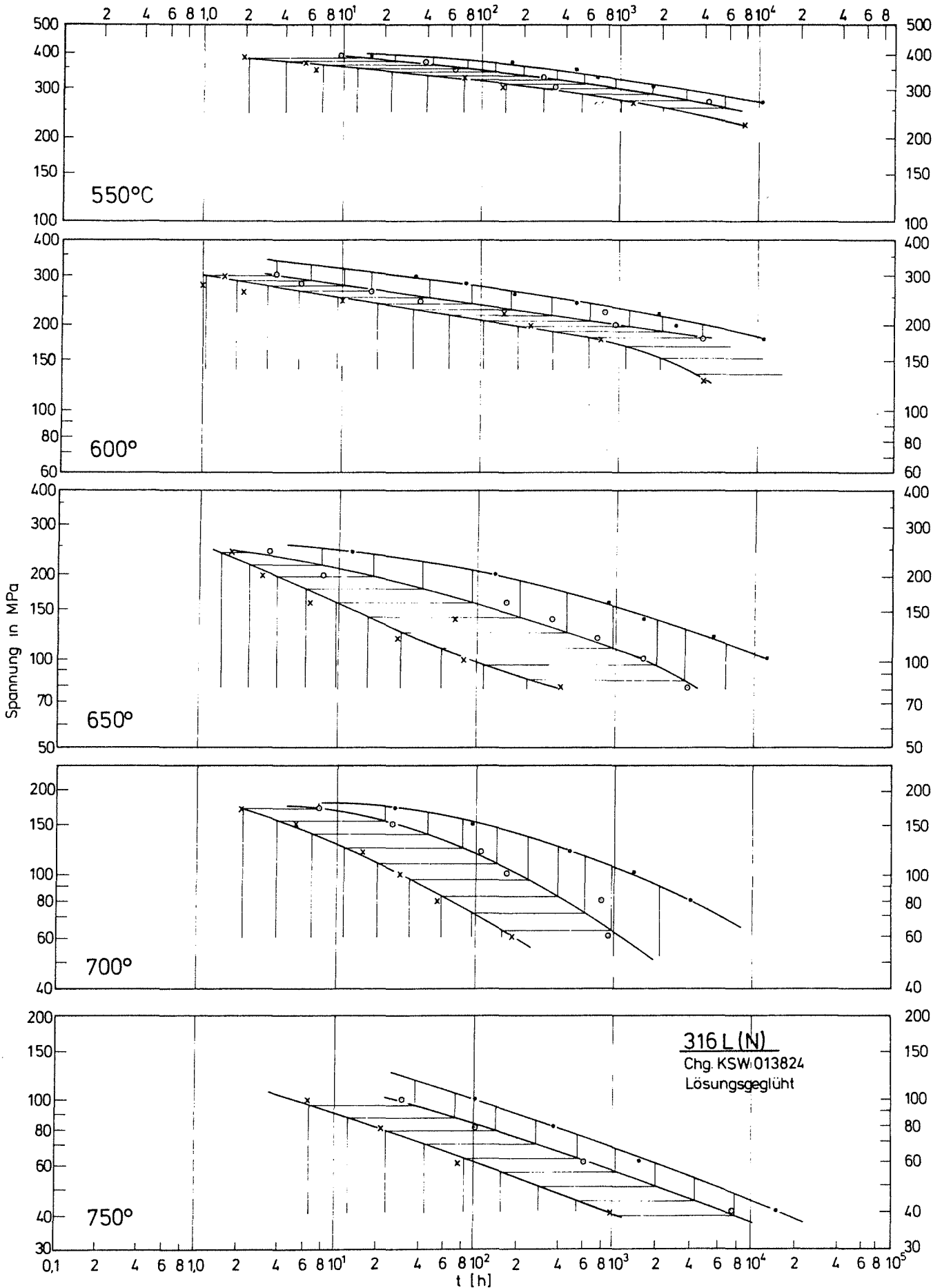


Bild 29: Anteil der verschiedenen Kriechbereiche

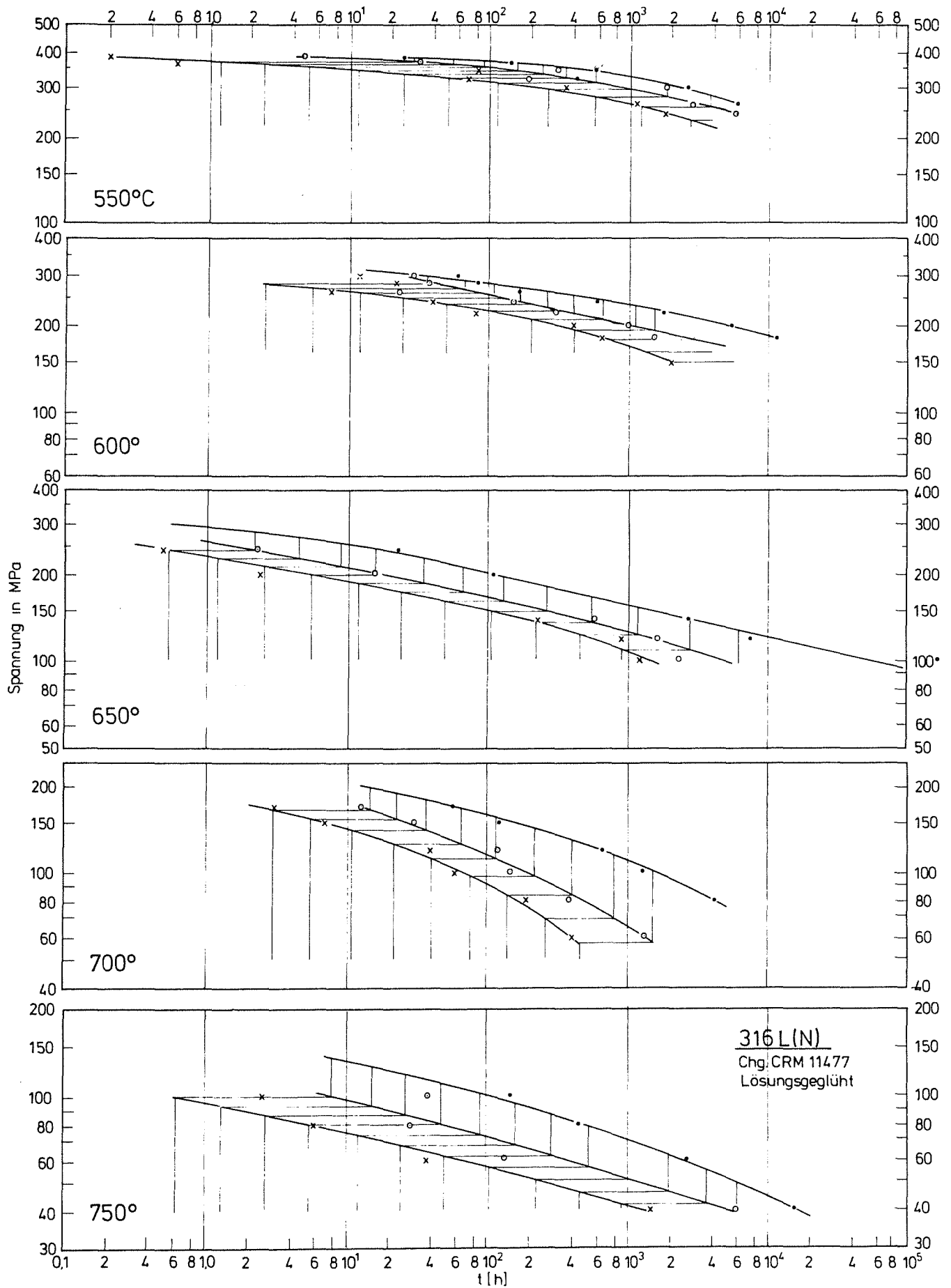
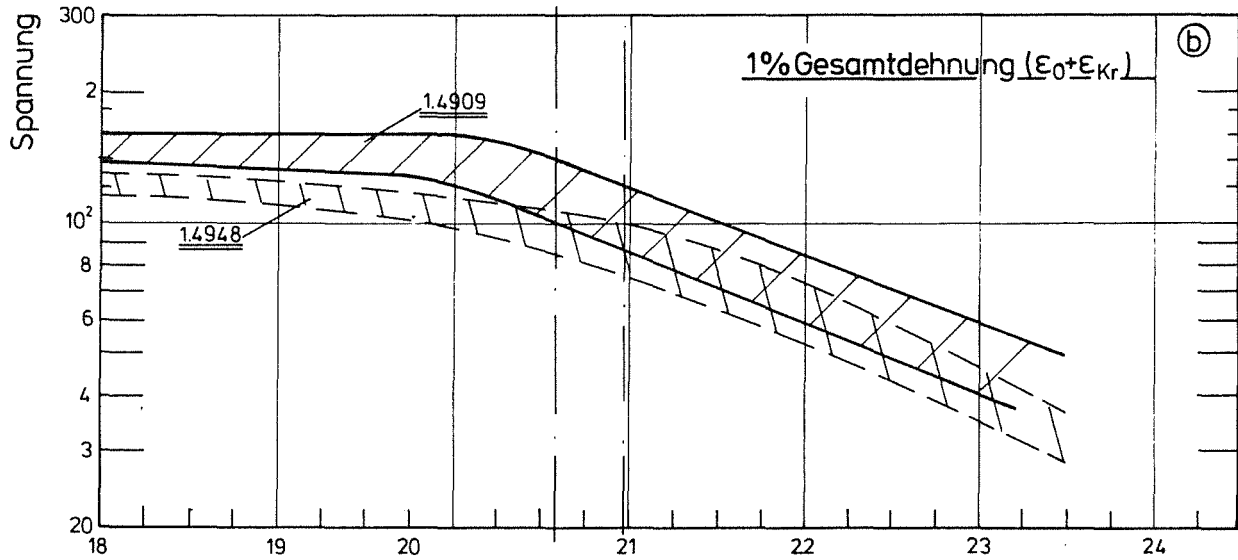
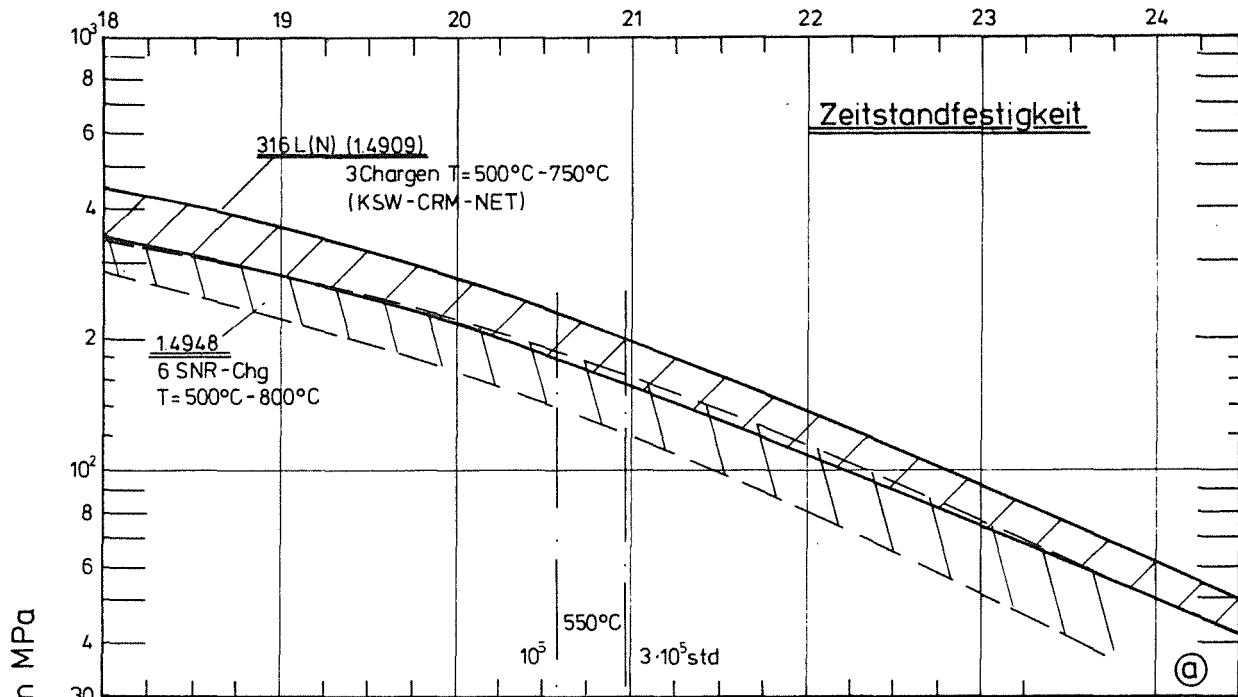


Bild 30: Anteil der verschiedenen Kriechbereiche



$$P = T_K (20 + \log t) \cdot 10^{-3}$$

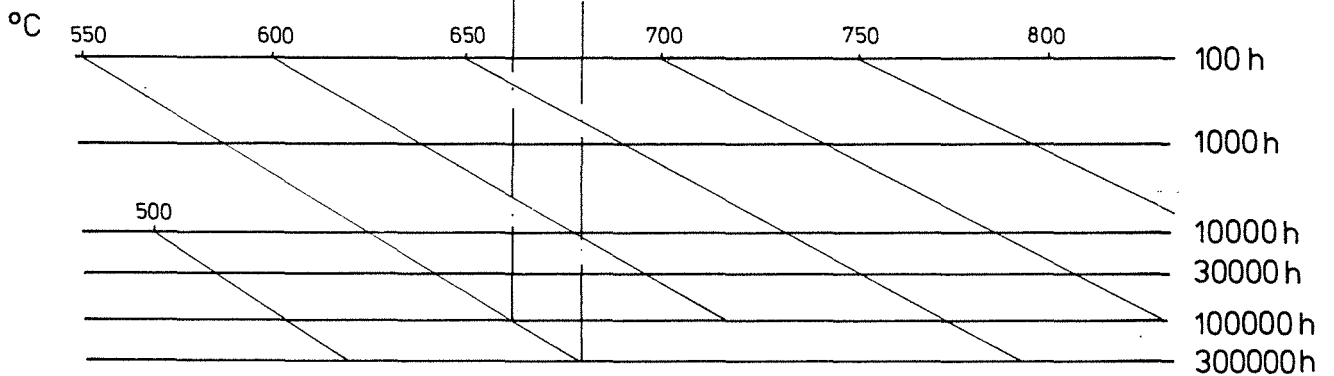


Bild 31: Zeitstand - Hauptkurve
(Larson-Miller-Parameter)

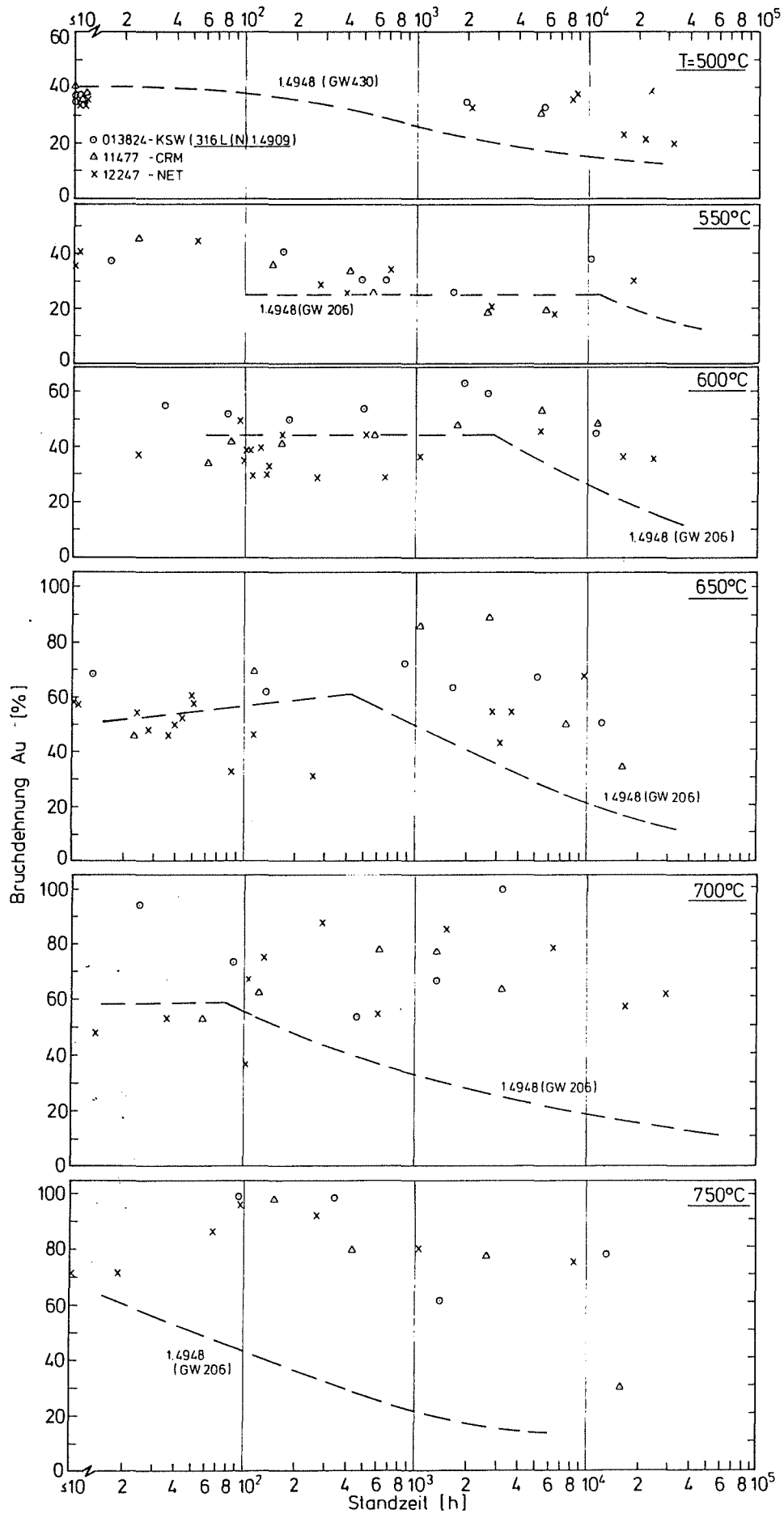


Bild 32: Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit
Vergleich 1.4948-1.4909

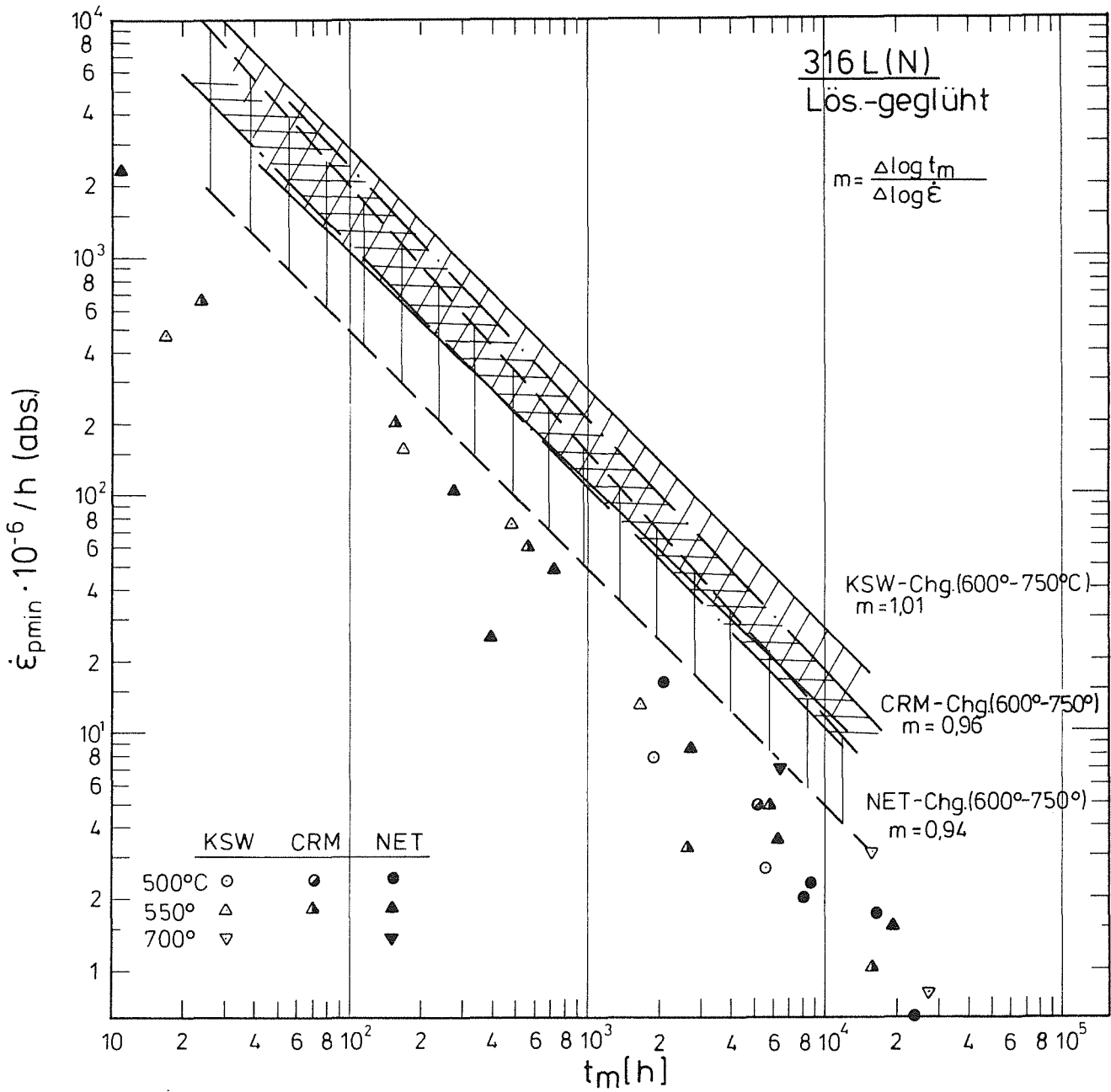


Bild 33: Min. Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ → Standzeit (n. Monkman+Grant)