

KfK 5060
Juni 1993

CETA, ein Entwicklungsschritt zu einem schwach aktivierbaren martensitischen Chromstahl

K. Anderko, K. Ehrlich, L. Schäfer, M. Schirra
Institut für Materialforschung
Projekt Kernfusion
Association KfK-EURATOM

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Materialforschung
Projekt Kernfusion
Association KfK - EURATOM

KfK 5060

**CETA, ein Entwicklungsschritt zu einem schwach aktivierbaren
martensitischen Chromstahl**

K. Anderko, K. Ehrlich, L. Schäfer, M. Schirra

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

Ausgehend von dem hochwarmfesten martensitischen Stahl mit der Werkstoff-Nr. 1.4914 wurde durch Substitution der stark aktivierenden Legierungselemente Mo, Nb und Ni durch die wenig aktivierenden Elemente W, Ta und Ce und weitere metallurgische Veränderungen ein nur schwach aktivierbarer martensitischer Stahl entwickelt, der sich in seiner zukünftigen Form als Werkstoff für die Erste Wand und Blanketstrukturen eignen soll. Der Stahl wurde einer genauen Prüfung unterzogen, um die Auswirkungen der Veränderungen in der chemischen Zusammensetzung auf die metallurgischen und die mechanischen Eigenschaften festzustellen. Das Umwandlungsverhalten der neuen Charge CETA entspricht noch weitgehend dem des Ausgangsstahls 1.4914. Der neue Stahl ist voll martensitisch, deltaferritfrei, feinkörnig, anlaßbeständig, und er ist gut durchhärtbar. Die Zug- und Zeitstandeigenschaften entsprechen den Anforderungen, und die Kerbschlageigenschaften sind brauchbar und noch verbesserungsfähig.

Abstract

CETA, a step towards a Low Activation martensitic steel

The conventional martensitic 9-12% CrMoV Nb steel, type MANET / W.Nr. 1.4914, an European reference, shows promising properties for an application as "First Wall" - and as structural material for fusion devices.

One of few drawbacks is the high neutron-induced, longterm activation through elements like Mo, Ni and Nb. The substitution of these important alloying elements by W and Ta leads to a new group of 8-10% Cr W V Ta alloys, to which the steel CETA belongs. Activation calculations indicate that a reduction of longterm activation can be achieved through this compositional change.

Investigations of CETA revealed that this new steel is fully martensitic without any δ -ferrite formation, and grain-refinement can fully be achieved by Ta alloying. The alloy exhibits good hardenability and tempering behaviour. The transformation behaviour is very similar to that of the CrMoVNb steels. The tensile-, creep- and creep rupture-properties satisfy the requirements, the impact properties correspond to the values measured for the MANET material. Further improvement of all properties seems to be possible through optimization of the chemical composition of this new steel.

Inhalt

	Seite
1. Einleitung	1
2. Versuchsmaterial	1
3. Versuchsergebnisse	2
3.1 Umwandlungsverhalten	2
3.2 Härte- und Anlaßverhalten	3
3.3 Zugversuche	5
3.4 Zeitstandversuche	6
3.5 Metallografische Nachuntersuchungen	8
3.6 Kerbschlagbiegeversuche	8
3.6.1 Der instrumentierte Kerbschlagbiegeversuch	8
3.6.2 Versuchsergebnisse des IKS	9
3.6.3 Die Schlagarbeit	10
3.6.4 Das J-Integral	11
3.6.5 Die Reißfähigkeit	11
3.6.6 Die Probendurchbiegung	12
3.6.7 Grenztemperatur des Sprödbruches	12
3.6.8 Allgemeine Bewertung	12
4. Zusammenfassung	13
5. Literatur	15

1. Einleitung

Die Strukturmaterialien eines Fusionsreaktors werden durch neutroneninduzierte Transmutationen aktiviert, wobei unterschiedliche Metalle auch um Größenordnungen unterschiedliche Aktivitäten und Halbwertszeiten aufweisen. Dies eröffnet die Möglichkeit, die unerwünschte Aktivierbarkeit konventioneller Legierungen durch Modifikation ihrer chemischen Zusammensetzung wesentlich zu reduzieren. Damit würde der Aufwand für den Strahlenschutz bei möglicherweise notwendigen Reparaturarbeiten an bestrahlten Bauteilen oder bei deren Endlagerung wesentlich reduziert, und das Material könnte vielleicht sogar rezykliert werden. Ein solcher Versuch wurde an dem handelsüblichen hochwarmfesten martensitischen Chromstahl mit der Werkstoff-Nr. 1.4914 unternommen, indem die stark aktivierenden Legierungselemente Nb, Mo, Ni und Al durch die weniger aktivierenden Elemente Ta, W und Ce ersetzt wurden. Die vorliegende Arbeit soll zeigen, daß durch diese metallurgische Modifikation die anwendungsrelevanten metallkundlichen und mechanischen Eigenschaften des Stahls nicht unzulässig verändert wurden und wo der Stahl noch verbesserungsfähig ist. Dazu werden das Umwandlungs-, Härte- und Anlaßverhalten untersucht, und es wurden Zug-, Zeitstand- und Kerbschlagversuche durchgeführt [1] - [8].

2. Versuchsmaterial

Die als CETA bezeichnete Legierung wurde bei der Fa. Saarstahl-Völklingen als 25 kg Charge doppelt-vakuumschmolzen (Vakuum-Induktionsofen + Vakuum-Lichtbogenofen) und zu 25 mm Vierkant-Stäben geschmiedet.

Die chemische Zusammensetzung geht aus Tabelle 1 hervor, die auch die Analysen der NET-Chargen MANET I + II umfaßt, auf deren Werte vergleichend Bezug genommen wird. Diese Gegenüberstellung zeigt auch deutlich den Austausch der unerwünschten Legierungselemente Ni, Mo, Nb durch die Substitutionselemente Ce, Ta, W und Ti. Der Ce-Anteil ist mit 0.13% höher als geplant, weil der Abbrand geringer als erwartet war.

Die für diese chemische Zusammensetzung durchgeführten Aktivierungsrechnungen ergaben, daß die CETA-Charge nach einer Abklingzeit von 10^2 Jahren eine um 2 Größenordnungen niedrigere Aktivität aufweist als der NET-Stahl MANET und damit der günstigsten Variante aus dem UKAEA-Programm [5] entspricht (Bild 1).

In der Bildtafel 2 zeigen die metallografischen Aufnahmen a + b im ungeätzten Zustand oxidische Zeilen, die sich aufgrund der großen Affinität von Ce zu O/N so-

zusagen als innere Oxidationsprodukte bildeten, aber in ihrer Zahl und Menge deutlich unter den offen erschmolzenen Stählen liegen. Vereinzelt sind auch Primärausscheidungen erkennbar. Bild c zeigt deutlich die martensitische Struktur nach einer Härtung von 1075°. Die metallografischen Untersuchungen ergaben ferner, daß die Legierung frei von δ -Ferrit ist und somit die Vorüberlegungen bestätigt wurden [6].

3. Versuchsergebnisse

3.1 Umwandlungsverhalten

Für die Wärmebehandlung von umwandlungsfähigen Stählen ist die Kenntnis des Umwandlungsverhaltens Grundvoraussetzung. Das Umwandlungsverhalten wird anhand von sog. ZTU-Schaubildern (Zeit-Temperatur-Umwandlung) für isotherme oder kontinuierliche Temperaturführung dargestellt [9]. Für die Praxis kommt dem ZTU-Schaubild für kontinuierliche Abkühlung größere Bedeutung zu, weil es für die praktischen Härtungs- und Abkühlungsvorgänge klare Auskunft gibt, welches Gefüge nach Abkühlung von der Austenitisierungstemperatur auf RT vorliegt [10]. Durch Dilatometerversuche werden die α - γ -Umwandlungstemperaturen Ac_{1b} und Ac_{1e} (Beginn und Ende) in der Aufheizphase (0.4°/min), die Martensitbildungstemperaturen M_s und M_f (start und fin) in der Abkühlphase, und das Umwandlungsverhalten durch kontinuierlich gesteuerte Abkühlkurven erfaßt. Die Austenitisierungstemperatur für die Abkühlkurven entspricht in der Regel der Härtetemperatur des jeweiligen Stahles.

Die Umwandlungspunkte ergaben sich wie folgt:

Chg.	Ac_{1b}	Ac_{1e}	M_s	M_f
CETA(C858)	830°C	930°C	335°C	60°C
MANET I (53645)	790°C	870°C	310°C	153°C
MANET II (6 Chg.)	775/780°C	890/900°C	340/357°C	155/161°C

Die A_c -Punkte liegen im Vergleich zu den NET-Chargen MANET I + II höher; dies erweitert etwas den Spielraum für Anlaßbehandlungen. Die Martensitbildung bei der Abkühlung setzt etwas früher ein, erstreckt sich aber über ein größeres Temperaturintervall und entspricht in etwa dem Ablauf der kommerziellen 1.4914-Variante.

Das Umwandlungsverhalten der Legierung CETA ist im Bild 3 als kontinuierliches ZTU-Schaubild dargestellt, das im Auftrag von der Fa. SAARSTAHL aufgestellt wurde. Dem Verlauf der Abkühlungskurven folgend erkennt man, daß bis zur relativ langsamen Abkühlgeschwindigkeit von 5°/min eine vollständige Umwandlung in der Martensitstufe erfolgt. Dies entspricht bei Wasserabschreckung einer Durchhärtung bis \varnothing 900 mm und bei Luftabkühlung bis \varnothing 220 mm. Erst bei langsameren Abkühlgeschwindigkeiten erfolgt eine teilweise bis vollständige Umwandlung in der Perlitstufe. Die von SAARSTAHL ermittelten Werte für die Abschreckkorngroße und entsprechende Abschreckhärte decken sich gut mit den eigenen Befunden, wie aus Bild 5 des folgenden Kapitels hervorgeht.

Das Umwandlungsverhalten der Fe-Cr-W-V-Ta-Legierung CETA entspricht damit weitgehend der konventionellen Fe-Cr-Ni-Mo-V-Nb-Legierung 1.4914, wie aus Bild 4 hervorgeht, in dem 3 Varianten dieses Stahltyps einander gegenübergestellt sind. Lediglich die voreutektoide Karbidausscheidung (schraffierter Keil) ist bei CETA dilatometrisch nicht mehr feststellbar.

3.2 Härte- und Anlaßverhalten

Härteversuche im Temperaturbereich von 850-1150°C zeigen, daß schon ab 950° die maximale Härte erreicht wird und bis 1150° im Bereich 400-420 HV30 erhalten bleibt. Damit entspricht sie den Werten von MANET-I (Bild 5a) [11]. Die Legierung MANET-II hat wegen des auf 0.10-0.11% abgesenkten C-Gehaltes ein etwas niedrigeres Härteplateau.

Die metallografische Bestimmung der Korngröße ergab, daß die Legierung CETA sehr feinkörnig ist und daß erst ab 1000° Härtetemperatur die Korngröße bestimmbar war, die ziemlich temperaturunabhängig (1000-1150°) in der Größenordnung von 20-28 μm (= ASTM 8.5-7.5) liegt (Bild 5b). Dies ist in erster Linie der kornfeinenden Wirkung von Ta zuzuschreiben. Die MANET-Chargen, die Nb u.a. als kornfeinendes Element enthalten, sind bis 1075° ebenfalls noch sehr feinkörnig. Oberhalb 1100° wird das Korn jedoch deutlich gröber, wie dies auch bei der kommerziellen und der SNR-Variante des 1.4914 der Fall ist.

Da ein feines Korn eine ganz wesentliche Voraussetzung für eine gute Kerbschlagzähigkeit ist, wurde als Referenzhärtetemperatur sowohl bei den SNR-Chargen als auch bei den MANET-Chargen 1075° gewählt. So lag es nahe, aus Gründen der Vergleichbarkeit auch für die CETA-Charge 1075° als Härtetemperatur für die weiteren Versuchsprogramme festzulegen.

Der Einfluß der Anlaßtemperatur auf die Härte, und damit indirekt auch auf die Festigkeit, geht aus Bild 6 hervor. Ausgehend vom Härteniveau 400-420 HV30 der bei 1075° gehärteten Proben, haben Anlaßbehandlungen bis 450° 2h keinen wesentlichen Einfluß auf die Härte. Im Anlaßtemperaturbereich 450-525° bildet sich ein Sekundärhärtemaximum mit Werten von ~435-450 HV30. Dieses Sekundärhärtemaximum wird in mehr oder weniger ausgeprägter Form bei fast allen Varianten der 9-12% Cr-Stähle beobachtet, wie auch der Vergleich mit dem Härteverlauf der MANET-Chargen zeigt. Oberhalb 550° setzt die Anlaßwirkung voll ein, und bis 800° fällt die Härte auf ~200 HV30 ab. Oberhalb 800° wird wegen Überschreitung von A_{c1b} und somit Beginn der α - γ -Umwandlung eine erneute Teilhärtung nach Luftabkühlung erreicht, womit der Härteanstieg zu erklären ist. Daß im Anlaßtemperaturbereich 600-750° die Härte der CETA-Charge deutlich unter der der MANET-Chargen liegt, dürfte in erster Linie mit dem Fehlen von Nb zu erklären sein, weil Nb insbesondere die Anlaßbeständigkeit erhöht.

Anhand dieses Vergütungsschaubildes kann man die maximale Anlaßtemperatur mit einem gewissen Sicherheitsabstand zur α - γ -Umwandlungstemperatur A_{c1b} festlegen. Im Falle der SNR- und MANET-Chargen wurde 700° als mittlere Anlaßtemperatur gewählt mit 750-780° als Option für höhere Zähigkeit und 600° als Option für höhere Festigkeit. Für die CETA-Charge wurden in gleicher Weise für die Prüfung der mechanischen Eigenschaften drei Vergütungsbehandlungen mit 600, 700 und 750° Anlaßtemperatur gewählt. Das Gefüge dieser 3 Vergütungszustände ist in den Bildern 7a-c dargestellt.

Die bisherigen Ausführungen zum Anlaßverhalten beziehen sich auf den gehärteten Zustand, der durch die Wahl der entsprechenden Anlaßtemperatur und -zeit (in der Regel 2 Std.) in den gewünschten Vergütungszustand gebracht wird. Der spätere langzeitige Einsatz bei erhöhten Temperaturen, sei es als Bauteil oder Prüfling, übt eine zusätzliche Anlaßwirkung auf den Vergütungszustand aus (vielfach auch als Alterung bezeichnet), wodurch die ursprünglich eingestellte Vergütungshärte bzw. -festigkeit erniedrigt wird. Deren Einfluß wird durch das Bild 6 nicht abgedeckt und muß durch entsprechende Versuche zur Anlaßbeständigkeit ergänzt werden. Umfangreiche empirische Untersuchungen haben gezeigt, daß in Bezug auf die Härteänderung Anlaßtemperatur und -zeit in begrenztem Rahmen gut austauschbar sind. Hollomon und Jaffe haben diesen Zusammenhang durch einen Parameter der Form $P = T_K(c + \log t)$ beschrieben [12], der später durch eine Arbeit von Larson und Miller [13] zur Beschreibung des Zeitstandfestigkeitsverhaltens bekannter wurde. Im Bild 8 wird die Änderung der Härte in der Temperatur-Zeit-Abhängigkeit für CETA und MANET-I dargestellt.

Die Kurven a) zeigen die Härteabnahme des gehärteten Zustandes durch 2-stündiges Anlassen bei Temperaturen von 575-800°, wie sie auch im Bild 6 dargestellt ist. Die Kurven b) zeigen nun, wie sich die Härte des Vergütungszustandes 1075° 30' + 700° 2h ändert, wenn Proben langfristig bei erhöhten Temperaturen beansprucht werden.

Der Kurvenverlauf für CETA stützt sich auf Härtemessungen, die an den Probenköpfen von Zeitstandproben gemacht wurden, die im T-Bereich 450-650° und Zeiten von 42-13130 std geprüft worden waren. Anhand des Auflösungsnetzes erkennt man, daß z.B. bis 550° und 20 000 std sich die Härte bei den CETA-Proben nur geringfügig ändert, wohingegen bei MANET-I das ursprüngliche höhere Härteniveau im P-Bereich 17.2-18.3 ($\hat{=}$ 500-550°, 20 000 Std.) deutlich abgesenkt wird und darüberhinaus fast auf die Härte der CETA-Charge abfällt.

3.3 Zugversuche

Die Proben für Zugversuche wurden zunächst als 11 mm Vierkant-Rohlinge (durch Vierteln der 25 mm Vierkant-Stäbe) im Muffelofen austenitisiert, durch Luftabkühlung gehärtet ($\hat{=}$ $\lambda \approx 1-2$ im ZTU-Schaubild), anschließend im Muffelofen angelassen (2h) und an Luft abgekühlt. Durch die nachfolgende allseitige Bearbeitung ist ausgeschlossen, daß die fertigen Proben durch die Oxidation und Entkohlung an der Oberfläche der Rohlinge beeinflusst sind. Als Probenform wurden Gewindekopfproben (M8) mit $d_o \times L_o = 5 \times 25$ mm hergestellt und zwar in drei Vergütungszuständen:

I = 1075° 30 min / Luft + 600° 2 h / Luft

II = 1075° 30 min / Luft + 700° 2 h / Luft

III = 1075° 30 min / Luft + 750° 2 h / Luft

Die Zugversuche wurden auf einer Maschine mit mechanisch gesteuertem Querhaupt durchgeführt. Das Kraft-Weg Diagramm wird über die Querhauptbewegung und den Papiervorschub aufgezeichnet ($V = 50$ -fach, $\dot{\epsilon}_0 = 1.3 \cdot 10^{-4}/s$).

Im Bild 9 sind die Zugfestigkeitskennwerte in Abhängigkeit von der Prüftemperatur dargestellt. Der Zustand II mit 700° Anlaßtemperatur wurde bei RT und im Bereich 300-700° geprüft. Mit den beiden Vergütungszuständen I + II konnte dieser Prüftemperaturbereich wegen der begrenzten Probenzahl nur teilweise abgedeckt werden.

Deutlich erkennbar ist die erhebliche Zunahme der Festigkeitskennwerte R_m und $R_{p0.2}$ durch Absenkung der Anlaßtemperatur von 700 auf 600°. Eine Erhöhung der

Anlaßtemperatur von 700 auf 750° bewirkt eine vergleichsweise schwache Abnahme dieser Kennwerte. Der Erhöhung bzw. Abnahme der Festigkeitskennwerte steht nur eine relativ geringe Abnahme bzw. Erhöhung der Duktilitätskennwerte Bruchdehnung (A), Gleichmaßdehnung (A_g) und Brucheinschnürung (Z) gegenüber (s.a. Tabelle 2).

Im Vergleich zu den MANET-Chargen (Bild 10) liegen die Zugfestigkeits- und Streckgrenzwerte der CETA-Charge im untersuchten Prüftemperaturbereich bei allen drei Vergütungszuständen niedriger. Die Werte für Brucheinschnürung und Bruchdehnung (Bild 11) sind dementsprechend durchweg etwas besser, wohingegen die Gleichmaßdehnung teilweise den Werten von MANET-I entspricht bzw. unter den Werten von MANET-II liegen.

3.4 Zeitstandversuche

Für das Teilprogramm zur Untersuchung des Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhaltens gilt bezüglich der Probenvorbereitung und Probenform das Gleiche wie das im Kapitel zuvor für die Zugversuche Gesagte. Für die CETA-Charge lagen Proben in den drei Vergütungszuständen mit 600-700 und 750° Anlaßtemperatur vor. Die Zeitstandversuche werden in Einprobenöfen durchgeführt, die über 3 separate Heizzonen, 3 PID Regler und 3 über die Probenlänge verteilte PtRh-Pt-Thermoelemente eine homogene Temperaturverteilung über die Probenlänge gewährleisten. Über die Versuchszeit beträgt die Temperaturschwankung max. $\pm 2^\circ\text{C}$. Der Kriechverlauf wird mit Doppelspulen-Extensometern, die direkt an der Probe befestigt sind, erfaßt und für jede Probe auf einem separaten ϵ -t-Schreiber kontinuierlich registriert. Neben den anfallenden Primärdaten können weitere Kennwerte aus dem so komplett vorliegenden Kriechverlauf (nach Digitalisierung) gewonnen werden. Vom Vergütungszustand mit 700° Anlaßtemperatur wurden Zeitstandversuche im T-Bereich 450-650° mit bis zu 13 000 std Standzeit durchgeführt. Die Zustände mit 600 und 750° Anlaßtemperatur konnten wegen der begrenzten Probenzahl nicht so breit angelegt untersucht werden (s. Tabelle 3-4). Die Versuche am 750° angelassenen Zustand wurden überwiegend bei CIEMAT (Madrid) im Rahmen der deutsch-spanischen Zusammenarbeit durchgeführt.

Im Bild 12 sind die erreichten Standzeiten in Abhängigkeit von der Versuchsspannung über dem sog. Larson-Miller-Parameter [13] dargestellt. Dabei ist die Abszisse durch einen Parameter bestimmt, der die Standzeit t_m , die Prüftemperatur T_K und einen werkstoffabhängigen Wert C (der hier mit $C = 25$ bestimmt wurde) enthält. Diese Art der Darstellung ergibt eine sog. Zeitstand-Hauptkurve (master-

curve), aus der sich mit Hilfe des unterhalb angegebenen Auflösungsnetzes in begrenztem Rahmen auch Zeitstandfestigkeitswerte für Zeiten abschätzen lassen, die experimentell nicht abgedeckt sind.

Die unterschiedliche Vergütungsbehandlung führt nur bis $P \leq 24$ zu unterschiedlichen Zeitstandfestigkeitswerten. Dieser Wert entspricht einer Langzeitbeanspruchung ($\geq 10^5$ h) bei $\leq 500^\circ$ bzw. Kurzzeitbeanspruchung ($\leq 10^3$ h) bei $\approx 600^\circ$ und steht in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus Zugversuchen. Oberhalb $P = 24$ werden unabhängig von der Anlaßtemperatur ($600-750^\circ$) praktisch gleiche Zeitstandfestigkeitswerte erreicht.

Der Vergleich mit der Zeitstandhauptkurve von MANET-I für den Vergütungszustand mit 700° Anlaßtemperatur zeigt, daß die CETA-Charge bis $P = 25$ deutlich niedrigere Zeitstandfestigkeitswerte aufweist, aber oberhalb $P = 25$ kommt es bei MANET-I zu einer stärkeren Abnahme. Dieser sog. S-Schlag in der Kurve hat seine Ursache in einem ungünstigen N/Al-Verhältnis, das im Kriechverlauf eine Kriechanomalie hervorruft [14]. Diese Kriechanomalie tritt bei der CETA-Charge nicht auf, obwohl das N/Al-Verhältnis ebenfalls ungünstig ist.

Aussagen zur Zeit- und Temperatur-Abhängigkeit der Duktilitätskennwerte und der minimalen Kriechgeschwindigkeit sind nur mit gewissen Einschränkungen möglich, da je Prüftemperatur nur 2-4 Meßwerte vorliegen (s. Tabelle 3, 4).

In Bezug auf die Bruchdehnung läßt sich im Vergleich zu MANET-I sagen, daß der niedrigeren Zeitstandfestigkeit der CETA-Charge höhere Bruchdehnungswerte gegenüberstehen. So liegen bei 500° und 550° Prüftemperatur die Werte für den bei 700° angelassenen Zustand zwischen 23.6 und 34% gegenüber 15-25% bei MANET-I.

Die Abhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit von der Prüfspannung bei verschiedenen Prüftemperaturen wurde an der 1. Kastencharge des Schnell-Brüter-Programmes am umfassendsten für den 1.4914 Typ untersucht [15]. Die Zeitstandfestigkeit dieser K-Charge entspricht weitgehend der der CETA-Charge, so daß es naheliegend ist, das Kriechverhalten dieser beiden Chargen in Bild 13 miteinander zu vergleichen. Die Einzelwerte der CETA-Charge bei $500-600^\circ$ Prüftemperatur zeigen, daß etwas höhere Kriechraten vorliegen. Bei 650° ist aber die Entfestigung der K-Charge stärker ausgeprägt (was sich auch durch die Abknickung in der $\sigma/\dot{\epsilon}$ -Geraden bei 600° andeutet), so daß die CETA-Charge etwas günstigere Werte aufweist, die in diesem T/σ -Bereich den Werten von MANET-I entsprechen.

3.5 Metallografische Nachuntersuchungen

Die im Zug- und Zeitstandversuch geprüften Proben wurden metallografisch untersucht, um Aufschluß über das Bruchverhalten zu bekommen. Insgesamt kann festgestellt werden, daß unabhängig von der Prüftemperatur und Prüfzeit, die Proben transkristallin brechen, ohne nennenswerte Aufrisse in der Bruchzone. Die Proben der CETA-Charge verhalten sich also genauso wie die Proben der bisher untersuchten 1.4914 Varianten aus dem Fusions- und Schnell-Brüter-Programm. Als Beispiel sind in den Bildtafeln 14-16 Aufnahmen der Proben des Zustandes - „gehärtet + 700° angelassen“ - mit den jeweils maximalen Standzeiten bei 450, 550 und 650°C Prüftemperatur dargestellt. Im ungeätzten Zustand (Bild 14) erkennt man, daß nur in der unmittelbaren Bruchzone feinste Anrisse auftreten. Im geätzten Zustand (Bild 15) ist die starke Verformung des Vergütungsgefüges erkennbar, und bei 650° Prüftemperatur tritt im vorderen Bereich, wo die Verformung am stärksten ist, Rekristallisation auf. Wann bei diesem Stahltyp Rekristallisation in Abhängigkeit vom Verformungsgrad und der Glühbehandlung auftritt und welches die Konsequenzen für die Fertigungstechnologie sind, ist in [16] beschrieben worden.

Aufnahmen aus dem Probenkopf, der ja durch die angelegte Versuchsspannung praktisch nicht verformt wird, zeigen weitgehend noch die ursprüngliche martensitische Struktur des Ausgangsgefüges (Bild 16).

3.6 Kerbschlagbiegeversuche

3.6.1 Der instrumentierte Kerbschlagbiegeversuch

Im Rahmen der Untersuchung der mechanischen Eigenschaften muß auch über die Ergebnisse der Kerbschlagversuche berichtet werden, da die Bruchzähigkeit ein sehr wichtiges Auswahlkriterium darstellt. Diese Versuche sind deshalb besonders wichtig, weil sie schlagartige Belastungen, wie sie in Tokamak-Maschinen durch Plasma-Abbruch oder durch Druckwellen, Erdbeben und Handhabungsfehler auftreten können, realistisch simulieren und weil martensitische Stähle bei tiefen Temperaturen darauf mit einem spröden Bruch reagieren. In den Experimenten soll festgestellt werden, wie hoch die verfügbare Kerbschlagzähigkeit ist und unterhalb welcher Temperatur sie infolge Sprödbbruch verlorenght. Als Prüfmethode wurde der instrumentierte Kerbschlagbiegeversuch (IKS) gewählt, weil er neben vielen Materialkennwerten auch bruchmechanische Kennwerte liefert.

Die Probenform ist in Bild 17 dargestellt. Alle Proben sind Längsproben (L), d.h. längs der Walzrichtung entnommene Proben, mit nicht weiter definierter Ker-

benlage. Die Probenrohlinge wurden durch Glühen bei 1075°C - 0.5 h/L und Abkühlen auf Raumtemperatur gehärtet und in 4 Gruppen nicht bzw. bei 600°C , 700°C und 750°C jeweils 2 h angelassen.

Im instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch wird durch Dehnmeßstreifen in der Finne des Hammers die Kraft gemessen, die die Kerbschlagprobe der Hammerbewegung entgegensetzt. Das liefert, wie in Bild 18 dargestellt, ein Kraft-Weg-Diagramm mit mehr oder weniger starken Schwingungsamplituden. Wenn man die Schwingungen durch eine Mittelwertkurve glättet, lassen sich charakteristische Punkte definieren, die mit besonderen Werkstoff- oder Bruchzuständen korrelieren. In F_{gy} vermutet man eine vollständige Plastifizierung des Ligaments. Auf der Strecke zwischen F_{gy} und F_m ist im allgemeinen der Reißbeginn zu erwarten. F_m ist der Punkt mit der höchsten Kraft. In F_u beginnt und in F_a endet der instabile Spröbruch. Alle Kräfte sagen etwas über die Materialfestigkeit aus. Die entsprechenden Wege, die die Durchbiegung der Probe angeben, sind ein Duktilitätsmaß des Werkstoffes. Integriert man die Kraft über dem Weg bis zu den charakteristischen Punkten, dann erhält man Energien, die etwas über das Energieaufnahmevermögen bzw. die Zähigkeit des Werkstoffes aussagen. E_I ist die Energie bis F_m , E_{II} ist die Energie von F_m bis F_u , E_{III} ist die Energie von F_a bis zum Ende und E_{tot} ist die Gesamtenergie, die identisch sein muß mit der aus der Steighöhe des Hammers berechneten Schlagarbeit A_v . Aus der noch unbekanntem Kraft F_i , im Zeitpunkt des Reißbeginnes bzw. der bis dahin verbrauchten Energie E_i kann man als bruchmechanische Kennwerte die Reißzähigkeit K_{Id} bzw. das J-Integral berechnen. Da der Reißbeginn noch unbekannt ist, werden diese Daten zunächst nur näherungsweise aus F_m und E_I berechnet. Die genormten Gültigkeitskriterien waren dabei nicht immer erfüllt. Es handelt sich daher bei diesen Daten z.T. nur um Anhaltswerte, die aber zum Materialvergleich gut geeignet sind.

3.6.2 Versuchsergebnisse des IKS

Sämtliche gemessenen Ausgangsdaten des IKS sowie der Anteil des kristallinen Fleckes sind in Tabelle 5 enthalten. Von den in Bild 18 dargestellten charakteristischen Punkten im Kraft-Weg-Diagramm werden in dieser Arbeit nur diejenigen beachtet, die nach dem heutigen Kenntnisstand ausreichend genau bestimmbar sind und die technisch verwertbare Materialkennwerte liefern. Das sind vorläufig nur F_m und F_u (oder in anderer Bezeichnungsweise P_{max} und P_{Bruch}). Näherungsweise wird die Reißzähigkeit K_{Id} aus F_m berechnet [17, 18].

$$K_{Id} = (F_m \cdot S/B \cdot W^{3/2}) \cdot [2.9 (a_m/W)^{1/2} - 4.6 (a_m/W)^{3/2} + 21.8 (a_m/W)^{5/2} - 37.6 (a_m/W)^{7/2} + 38.7 (a_m/W)^{9/2}]$$

Darin bedeuten:

F_m = Maximalkraft (anstelle der Kraft bei Rißbeginn)

B, W, S = Probenbreite, Probenhöhe und Auflagerabstand

a_m = mittlere Länge des Ermüdungsanrisses bzw. Kerbtiefe.

Näherungsweise aus der bis zum Punkt F_m verbrauchten Energie $E_l (F_m)$ wird das J-Integral berechnet [19].

$$J = 2 \cdot E_l (F_m) / B (W - a_m)$$

Darin ist $B \cdot (W - a_m)$ der Probenschnitt in der Bruchfläche.

Aus dem Punkt F_u wird die Probendurchbiegung S_u bis zum Einsetzen des Sprödbruches bestimmt.

Die bekannteste Größe des Kerbschlagversuches ist die sogenannte Schlagarbeit A_v , und ihre wichtigste Abhängigkeit ist die Temperaturabhängigkeit, aus der die sogenannte Übergangstemperatur $T_{\bar{u}}$ (Ductile-Brittle-Transition-Temperature = DBTT) bestimmt werden kann. Dazu wird der arithmetische Mittelwert der Schlagarbeit aus der Hochlage und der Tieflage berechnet und die zu diesem Wert gehörige Prüftemperatur als sogenannte Übergangstemperatur aus dem Schlagarbeit-Temperatur-Diagramm abgelesen. Eine andere Möglichkeit zur Bestimmung der Übergangstemperatur (FATT = Fracture Appearance Transition Temperature) ist die Ermittlung des kristallinen Flecks (siehe Tab. 5). Analog kann man eine Art Übergangstemperatur für das J-Integral bestimmen. Diese Übergangstemperaturen werden bestimmt, damit dem Anwender des Werkstoffes bekannt ist, bis zu welchen (tiefen) Temperaturen der Werkstoff bei Schlagbelastung noch zäh und von wo an er spröde ist, und damit auf dieser Basis Werkstoffvergleiche möglich sind.

3.6.3 Die Schlagarbeit A_v

Die Schlagarbeit A_v der drei unterschiedlichen Anlaßwärmebehandlungen (600°, 700° bzw. 750°C - 2h) ist in Bild 19 in Abhängigkeit von der Prüftemperatur dargestellt. Als Vergleichsgrößen sind noch zusätzlich die Werte für den nicht angelassenen Zustand und für den bei 750°C-2h angelassenen Stahl MANET-I dargestellt. Man erkennt, daß der Stahl CETA in der Hochlage mit etwa 140 J eine gute Schlagzähigkeit besitzt. Zusätzlich hat auch die Übergangstemperatur der

Schlagarbeit mit $T_{\ddot{u}}$ (DBTT) = -5 bzw. -10°C einen guten Wert. Die Übergangstemperatur des ungünstigen Anlaßzustandes 600°C-2h entspricht mit $T_{\ddot{u}}$ (A_V) = +25°C ungefähr dem trotz hoher Anlaßtemperatur ebenso schlechten Wert des Stahles MANET-I ($T_{\ddot{u}}$ = +27°C). Die Meßwerte des nur gehärteten und nicht angelassenen Stahles im rein martensitischen Zustand sollen nur andeuten, welche Versprödungen bei diesem Stahl möglich sind: Die Übergangstemperatur kann leicht über +100°C ansteigen und die Schlagarbeit kann nicht nur prozentual, sondern auf Bruchteile abfallen. Neben der Übergangstemperatur sei auf die vielleicht noch wichtigere Temperatur hingewiesen, bei der die Hochlage der Schlagarbeit erreicht wird und von wo an kein Sprödbruch mehr auftritt. Die Werte sind: T_m (600°C) \approx +70°C; T_m (700°C) \approx +40°C; T_m (750°C) \approx +20°C und T_m (ohne) = 250°C. Die Ursachen für den etwas ungewöhnlich geschwungenen Verlauf der Temperaturabhängigkeit der Schlagarbeit sind trotz rasterelektronenmikroskopischer Untersuchungen noch nicht gefunden worden.

3.6.4 Das J-Integral

In Bild 20 ist die Energie dargestellt, die verbraucht wird, bis die maximale Kraft F_m erreicht wird. Näherungsweise wurde daraus das J-Integral nach $J = 2 \cdot E_I(F_m)/B(W-a_m)$ berechnet. Beides ist in Abhängigkeit von der Prüftemperatur dargestellt.

Das J-Integral übersteigt für alle 3 Anlaßzustände deutlich den guten Wert von 1 MJ/m². Die „Übergangstemperaturen“ der J-Integrale haben die Werte $T_{\ddot{u}}$ (600°) = -26°; $T_{\ddot{u}}$ (700°) = -56°; $T_{\ddot{u}}$ (750°) = -57° und $T_{\ddot{u}}$ (ohne) = +33°. Die etwas ungünstigeren Daten des 600°-Anlaßzustandes entsprechen auch hier in etwa denen des Stahles MANET-I.

3.6.5 Die Rißzähigkeit

In Bild 21 ist die maximale Kraft F_m der vier Materialzustände, sowie die näherungsweise daraus berechnete Rißzähigkeit K_{I_d} in Abhängigkeit von der Prüftemperatur dargestellt. Die Tieftemperaturwerte (-80°) der Rißzähigkeit sind auffallend hoch: K_{I_d} (600°) > 200 MN/m^{3/2}; K_{I_d} (700°) = 190 MN/m^{3/2}; und K_{I_d} (ohne) > 200 MN/m^{3/2}. Im Vergleich dazu liegt die Rißzähigkeit des Stahles MANET-I mit K_{I_d} (-80°C) = 80 MN/m^{3/2} relativ sehr niedrig. Zu dem Verlauf der Temperaturabhängigkeit der Rißzähigkeit sind noch einige grundlegende Überlegungen notwendig, aber die gemessenen Ausgangsdaten der Maximalkraft sind unanfechtbar. Nur bei tiefen Prüftemperaturen liegen gültige K_{I_d} -Werte vor.

Der Materialzustand ohne Anlaßbehandlung, der in der Schlagarbeit (Bild 19) und im J-Integral (Bild 20) eindeutig die niedrigsten Zähigkeitswerte aufweist, hat in Bild 21 die höchste sogenannte Rißzähigkeit K_{IId} . Da K_{IId} nach $K_{IId} = (F_m \cdot S / B \cdot w^{3/2}) \cdot f(a_m/w)$ aus der maximalen Kraft F_m berechnet wird und keineswegs ein Maß für die verbrauchte Energie, sondern nur für die maximale ertragbare Kraft ist, sollte man K_{IId} nicht als Rißzähigkeit, sondern als Rißfestigkeit bezeichnen.

3.6.6 Die Probendurchbiegung S_u

In Bild 22 ist die Probendurchbiegung bis zum Einsetzen des Sprödbruches in Abhängigkeit von der Prüftemperatur für die vier Materialbehandlungszustände dargestellt. Die Daten bei Raumtemperatur (RT) illustrieren die unterschiedliche Verformbarkeit der verschiedenen Materialbehandlungszustände sehr anschaulich: Der Sprödbruch bei RT setzt ein bei S_u (ohne) = 1 mm; S_u (600°) = 2 mm; S_u (700°) = 7.5 mm und S_u (750°) > 8 mm. Der Wert für MANET-I ist S_u (750°) = 3 mm. Auch hier erweist sich der Stahl CETA dem MANET-I als überlegen.

3.6.7 Die Grenztemperatur des Sprödbruches

In Bild 23 ist der relative Kraftabfall $\Delta F/F_m$ (mit $\Delta F = F_u - F_a$) beim Sprödbruch in Abhängigkeit von der Prüftemperatur für die vier Materialbehandlungszustände dargestellt. Durch Extrapolation über den letzten Meßwert (bei der höchsten Temperatur) hinaus, läßt sich genau angeben, ab welcher Temperatur das Material vollständig zäh ist, also kein Sprödbruch mehr auftritt. Die auf $\Delta F/F_m = 0$ extrapolierten Temperaturen sind: T_z (750°) = +5°C; T_z (700°) = +17°C; T_z (600°) = +47°C und T_z (ohne) = +192°C. Der Stahl MANET-I entspricht auch hier in etwa dem schlechtesten Anlaßzustand (600°C - 2h) des Stahles CETA.

Der relative Kraftabfall beim Sprödbruch korreliert gut mit dem Anteil des kristallinen Fleckes [20] an der Gesamtbruchfläche, wie Bild 24 zeigt. Zumindest bei starker Versprödung scheint aber noch ein additives Glied dabei zu sein, wodurch die kleine, aber systematische Abweichung von der Ideallinie verursacht wird. Bezieht man ΔF auf F_u statt auf F_m , so wird bei diesen Werkstoffen die Korrelation mit dem kristallinen Fleck schlechter.

3.6.8 Allgemeine Bewertung

In Tabelle 6 sind die wichtigsten Kerbschlagdaten des Stahles CETA zusammengefaßt. Die Materialkennwerte für die Hochlage der Schlagarbeit, des J-Integrals

und der Reißfähigkeit des angelassenen Stahles CETA sind als gut bis sehr gut zu bewerten. Die Übergangstemperatur für die Schlagarbeit und das J-Integral, die Temperaturen T_z , ab denen kein Spröbruch mehr auftritt, und die Durchbiegung bei Raumtemperatur sind für die Anlaßtemperaturen von 700° und 750°C als sehr günstig anzusehen. Damit ist der Stahl fest und trotzdem zäh und verformbar. Der angelassene Stahl CETA ist dem Stahl MANET-I mit Ausnahme der Hochlage der Schlagarbeit (wo sie gleichwertig sind) in allen Kerbschlageigenschaften überlegen.

4. Zusammenfassung

Die Entwicklungsarbeiten des IMF für einen niedrig-aktivierenden martensitischen Stahl führten zu einer 10% Cr-Legierung, bei der die nicht akzeptablen Legierungselemente Mo, Ni, Nb durch Ce, Ta, W ersetzt wurden.

Die Charakterisierungsarbeiten sollten zeigen, inwieweit die verschiedenen Eigenschaften durch den gravierenden Eingriff in die Legierungszusammensetzung des konventionellen Stahles 1.4914 beeinflußt werden, insbesondere im Vergleich zu der 1.4914-Variante MANET aus dem NET-Programm.

- Das Umwandlungsverhalten entspricht weitgehend dem 1.4914-Stahl und gewährleistet auch bis zu langsamen Abkühlgeschwindigkeit ein vollmartensitisches Gefüge und δ -Ferrit-Freiheit.
- Der C-Gehalt von 0.17% garantiert gleiches Härteniveau.
- Die Feinkörnigkeit, eine wesentliche Voraussetzung für gutes Kerbschlagzähigkeitsverhalten, ist bis 1150° Härtetemperatur gegeben.
- Die Langzeit-Anlaßbeständigkeit des Vergütungszustandes ist sehr gut und entspricht der von MANET.
- Die Zugfestigkeits- und Zeitstandfestigkeitskennwerte liegen etwas unter denen der MANET-Variante, womit allerdings bessere Duktilitätskennwerte verbunden sind.
- Zeit-Dehngrenzen-Werte und Kriechdaten weisen bei höheren Beanspruchungstemperaturen (>600°) auf eine stabilere Struktur hin, was durch erste metallografische Untersuchungen bestätigt wird.
- Die Kerbschlageigenschaften der beiden günstigen Anlaßzustände (700°C 2h und 750°C 2h) sind charakterisiert durch eine hervorragende Reißfestigkeit K_{Id} , eine gute Reißfähigkeit J bzw. A_v und eine gute Verformbarkeit S_u .

- Die Grenztemperatur, oberhalb derer kein Sprödbruch mehr auftritt, beträgt $T_Z = +5$ bzw. $+17^\circ\text{C}$, und die Übergangstemperatur mit 50% Sprödbruchanteil beträgt $T_{\ddot{U}} = -5$ bzw. -10°C , was möglicherweise noch verbesserungsfähig ist.
- Eine vergleichende Bewertung im Rahmen zweier workshops [21] zeigt, daß die CETA-Legierung bei den martensitischen Stählen im internationalen Vergleich einen guten Kompromiß zwischen hoher Festigkeit und guter Kerbschlagzähigkeit bedeutet und bezüglich Aktivierung bzw. Abklingzeit den Forderungen schon sehr nahe kommt.

Danksagung

Die Autoren danken Frau Heger und den Herren Falkenstein, Meinzer, Meyer und Schweiger für die sachgerechte und zuverlässige Durchführung der Vergütungsbehandlungen und der Zug-, Zeitstand- und Kerbschlagversuche. Die metallografischen Untersuchungen wurden von den Herren Graf und Zimmermann durchgeführt.

Die vorliegende Arbeit wurde im Rahmen des Projekts Kernfusion des Kernforschungszentrums Karlsruhe durchgeführt und ist ein von den Europäischen Gemeinschaften geförderter Beitrag im Rahmen des Fusionstechnologieprogramms.

5. Literaturhinweise

- [1] U. Colombo, A. Jaumotte, E. Kennedy, C. Lopez-Martinez, M. Popp, C. Reece, H. Schopper, E. Spitz, F. Troyon
"Report of the Fusion Programme Evaluation Bord prepared for the Commission of the European Communities", July 1990
- [2] J.Z. Briggs, T.D. Parker
"The Super 12% Cr Steels"
Climax-Molybdenum Comp. New York 1965
- [3] K. Anderko
"Zur Eignung warmfester Vergütungsstähle mit 9-12% Cr für Komponenten im Kern Schneller Reaktoren - ein Überblick"
Journal of Nuclear Materials 95 (1980) S. 31-43
- [4] Proceedings of ICFRM-3, 4.-8.10.1987 Karlsruhe
Beiträge in 5.1 bis 5.3, S. 575 ff
- [5] K.W. Tupholme, D. Dulieu, G.J. Butterworth
"Stress-rupture and creep properties of some experimental low-activation martensitic stainless steels"
AEA-FUS 110, May 1991
- [6] K. Anderko
"Abschätzung bisher unbekannter Faktoren F für die Berechnung des Chromäquivalentes"
Pers. Information
- [7] S. Cierjacks
Nuclear data needs for "low-activation" fusion materials development
Fusion Engineering and Design 13 (1990) 229-239
- [8] E. Dequidt, J. Arroyo, M. Schirra
"The Mechanical Behaviour of Newly Designed Low Activation High Chromium Martensitic Steels"
Fourth International Conference on Fusion Reactor Materials
ICFRM-4, 4.-8. Dezember 1989, Kyoto, Japan

- [9] F. Wever, A. Rose, W. Peter, W. Straßburg, L. Rademacher, H. Hougardy
"Atlas zur Wärmebehandlung der Stähle"
VDEh Düsseldorf, Band, 1, Teil 1 + 2, 1954-1958
Band 2, 1972
- [10] W. Pitsch (Hrg.), H.P. Hougardy
"Grundlagen der Wärmebehandlung von Stahl"
VDEh Düsseldorf, 1976, S. 107-124
- [11] M. Schirra, S. Heger, H. Meinzer, B. Ritter, W. Schweiger
"Untersuchungen zum Vergütungsverhalten, Umwandlungsverhalten
und der mechanischen Eigenschaften am martensitischen Stahl 1.4914
(NET-Charge MANET-I)"
KfK 4561, Juni 1989
- [12] J.H. Hollomon, L.D. Jaffe
"Time-temperature Relations in Tempering Steel"
Transaction of the Am. Inst. of Mining and Met. Eng. 162/1945, S. 223-
249
- [13] F.R. Larson, J. Miller
"A time-temperature relationship for rupture and creep stresses"
Trans. ASME 72 (1952) 765/75
- [14] M. Schirra, K. Anderko
"Anomalies in creep-curves of martensitic 9-14% chromium steels un-
der long-term loading"
steel-research No. 6/90, p. 242-250
- [15] M. Schirra
"Charakterisierende thermische und mechanische Untersuchungen an
einem Nb-legierten martensitischen 12% Cr-Stahl (W.Nr. 1.4914) mit
abgesenktem Stickstoffgehalt"
KfK 3640, August 1984

- [16] K. Ehrlich, M. Schirra
"Untersuchungen zum Verformungs-, Erholungs- und Rekristallisationsverhalten des ferritisch-martensitischen 12% Cr-Stahles 1.4914
Patent-Nr. 4009239, Juli 1991

- [17] ASTM E 24.03.03: Proposed Standard Method of Test for Instrumented Impact Testing of Precracked Charpy Specimens of Metallic Materials.
ASTM, Philadelphia, PA (1981)

- [18] ASTM E 399: "Standard Test Method for Plane Strain Fracture Toughness of Metallic Materials". Annual Book of ASTM Standards, Part 10, ASTM, Philadelphia, PA

- [19] ASTM E 813-81: "Standard Test Method for J_{IC} , a Measure of Fracture Toughness". Annual Book of ASTM Standards, Part 10, ASTM, Philadelphia, PA

- [20] E. Materna-Morris, private Mitteilung

- [21] Low Activation Materials, European Workshop Ispra, 1.-3. Oct. 1990
Workshop on Low Activation Materials, Culham, 8.-12. April 1991

Bildunterschriften f. KfK 5060

- Bild 1: Dosisrate in Abhängigkeit von der Abklingzeit für verschiedene Legierungen und Reineisen
- Bild 2: CETA, Oxydzeilen und Härtingsgefüge
- Bild 3 + 4: ZTU-Schaubilder für kontinuierliche Abkühlung
- Bild 5: Härte-Diagramm
- Bild 6: Vergütungs-Diagramm
- Bild 7: Vergütungsgefüge
- Bild 8: Anlaß-Hauptkurven
- Bild 9, 10, 11: Zugfestigkeitseigenschaften
- Bild 12: Zeitstand-Hauptkurven
- Bild 13: Min. Kriechgeschwindigkeit → Versuchsspannung
- Bild 14: Bruchformen von Zeitstandproben
- Bild 15: Gefüge in der Bruchzone von Zeitstandproben
- Bild 16: Gefüge im Probenkopf von Zeitstandproben
- Bild 17: Probenabmessungen der ISO-Spitzkerbenprobe
- Bild 18: Kraft-Durchbiegungs-Diagramm des instrumentierten Kerbschlagbiegeversuches nach SEP 1315 (Mai 1987)
- Bild 19: Schlagarbeit des Stahls CETA in vier Behandlungszuständen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur
- Bild 20: Energie bis zum Kraftmaximum und J-Integral des Stahls CETA in vier Behandlungszuständen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur
- Bild 21: Maximale Kraft und Reißfähigkeit des Stahls CETA in vier Behandlungszuständen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur
- Bild 22: Durchbiegung der Proben beim Spröbruch des Stahls CETA in vier Behandlungszuständen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur
- Bild 23: Relativer Kraftabfall beim Spröbruch des Stahls CETA in vier Behandlungszuständen in Abhängigkeit von der Prüftemperatur
- Bild 24: Korrelation zwischen dem relativen Kraftabfall beim Spröbruch und dem Anteil des kristallinen Fleckes an der Gesamtbruchfläche beim Stahl CETA

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung

	CeTa		MANET-I Chg. 53645 [11]	MANET-II 6 Chg [12]
	Soll	Chg C858		
C	0.16-0.18	0.17	0.14	0.10-0.11
Si	0.04-0.06	0.07	0-36	0.14-0.28
Mn	1.00-1.30	1.35	0.76	0.75-0.96
P	max. 0.005	0.008	0.003	0.003-0.007
S	max. 0.005	0.004	0.005	0.004-0.005
Cr	9.40-9.80	9.60	10.85	10.3-10.4
W	0.65-0.85	0.81	-	-
V	0.45-0.65	0.59	0.20	0.19-0.21
Ti	0.01-0.03	0.04	0.007	-
Al	max. 0.100	0.085	0.054	0.004-0.012
Cu	max. 0.08	0.012	0.005	0.007-0.10
Ce	0.045-0.065	0.13	-	-
Ta	0.20-0.50	0.48	-	-
B	0.007-0.009	0.008	0.0085	0.0072-0.0089
N	0.005-0.007	0.015	0.0205	0.027-0.032
Ni	—		0.97	0.62-0.68
Mo	—		0.79	0.56-0.61
Nb	—		0.153	0.14-0.16
Zr	—		0.053	0.007-0.028

↑
Ä_{Cr} = 14.54

Ä_{Ni} = 6.31

Tabelle 2 : Zugversuchsergebnisse

CETA Chg. C858

Probe: $\varnothing 5 \times 25$ mm

$V_R = 10$ mm/min $V_M = 0,2$ mm/min

Zustand	T°C	R _m N/mm ²	R _{p0,2%} N/mm ²	R _{p1%} N/mm ²	A %	Ag %	Z %	R _{p0,2} /R _m
1075°30min/L + 600°2h/L	RT	907	806	864	14,8	4,5	63,7	0,89
Bez. 81	RT	916	807	870	16,6	4,7	63,9	0,88
	300	772	706	753	12,8	3,3	63,6	0,91
	400	713	671	708	14,6	2,84	68,5	0,94
	500	555	544	555	20,4	1,1	75,9	0,98
	600	346	330	346	35,6	1,8	86,9	0,95
1075°30min/L + 700°2h/L	RT	711	579	652	22,4	7,3	70,8	0,81
Bez. 82	300	593	509	564	16,0	4,6	66,3	0,86
	400	534	471	522	17,2	4,2	68,7	0,88
	500	427	405	427	22,8	1,6	80,6	0,95
	600	280	266	280	42,0	1,8	89,8	0,95
	700	143	114	132	61,6	4,2	93,2	0,80
1075°30min/L + 750°2h/L	400	502	440	487	18,0	5,1	73,1	0,88
Bez. 83	500	399	384	399	29,3	1,9	78,7	0,96
	600	264	256	264	47,6	1,8	92,2	0,97

*ZSV = Versuche in Vakuum-Anlagen

Legierung Charge-Nr. Zustand	Vers. Nr.	v °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	$\epsilon_{f10\%}$ h	A _U %	Z _U %	$\dot{\epsilon}_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/h$
CeTa	2112*	450	350	211	0.24	--	1.5	10	32	77	169	207	26.0	77.0	223
C858	3235	450	320	1005	0.24	1.5	7	38	110	293	720	958	26.0	76.9	53
1075° 30'/L	3246	450	280	6704	0.18	7	29	147	450	1420	4400	6157	37.2	82.0	8.6
+ 700° 2h/L	2110*	500	300	42	0.24	0.2	0.4	1.5	4.1	11	30	36	23.6	84.7	1292
	2111*	500	260	349	0.16	0.5	1	7	20	63	216	318	31.6	82.4	168
	2119*	500	220	2776	0.14	0.5	2.5	18	78	331	1540	2487	31.6	87.1	24
	3233	550	220	90	0.2	0.1	0.25	1.5	5	16	54	80	34.0	87.0	726
	2113*	550	180	432	0.16	0.25	1	3.5	12	50	233	380	33.2	85.6	153
	2120*	550	140	4341	0.16	0.5	2	18	95	470	2340	3895	28.8	84.1	16
	2132*	550	120	21820	0.09	12	31	158	690	2900	12450	20400	28,0	84,1	3.1
	2092*	600	150	103	0.16	-	0.1	0.8	3.1	11.5	46	77	42.8	88.5	800
	2066*	600	100	2721	0.08	-	1	14.5	76	335	1526	2377	44.8	91.0	23
	2102*	650	80	292	0.14	0.2	0.6	3.5	13.5	52	184		33.2	83.2	135
	2094*	650	60	1645	0.08	0.5	1	15	90	385	1125		53.2	93.3	29
	2098*	650	40	13130	0.04	1	13	320	2050	6200	11004		35.2	95.2	2.3

*ZSV = Versuche in Vakuum-Anlagen

Legierung Charge-Nr. Zustand	Vers. Nr.	V °C	σ_0 MPa	t_m h	ϵ_0 %	$\epsilon_{10,1\%}$ h	$\epsilon_{10,2\%}$ h	$\epsilon_{10,5\%}$ h	$\epsilon_{11\%}$ h	$\epsilon_{12\%}$ h	$\epsilon_{15\%}$ h	$\epsilon_{10\%}$ h	A_u %	Z_u %	$\epsilon_{pmin(abs)}$ $\times 10^{-6}/n$
CeTa	3317	450	400	1542		5	23	130	348	767	1379		19.6	93.1	23
C 858	3287	450	350	6845	0.12	11	64	450	1540	3410	6135		24.4	76.9	4.5
	3293	500	350	184	0.16	0.8	2	11.5	34	78	154	181	21.2	78.8	226
1075°C 30'/L	3284	500	300	918	0.16	2.5	11	63	176	408	780	905	22.0	76.8	43
+ 600° 2h/L	2230*	500	250	3480	0.24	16	53	330	925	1905	3055	3448	24.0	84.1	8.1
	3298	550	250	105	0.12	0.4	1.5	8.3	25	55	94		28.4	80.9	288
	3299	550	200	628	0.16	1.9	8	45	129	250	440	580	30.8	82.4	58
	3294	600	150	176	0.12	0.7	2.3	11	24	41	98	156	36.8	87.0	357
	2229*	600	120	436	0.12	0.6	2.5	14	31	72	229	388	32.0	88.6	163
	3274	600	100	2220	0.12	1.25	6	28	76	259	1230	1995	32.0	87.0	24
1075° 30'/L	2218*	700	40	374	0.06	0.25	0.75	7	30	87	208	289	50.4	95.2	172
+ 750° 2h/L	CIEMAT	600	120	547					31				35.2	86.6	
	"	550	160	1111					46				36.4	84.1	
	"	500	200	2488		1	3	14	46	166	650		28,4	78,8	
	"	450	300	4,2											
	"	600	80	5287		1	4	27	143	675	2592		41,6	84,1	

Tabelle 5: Instrumentierte Kerbschlagversuche an ISO-V-Normproben aus einem martensitischen Stahl mit reduzierter Aktivierbarkeit.
(PKF-Projekt LAM; Stahl CETA; Chg. 858; 1075 °C 30'/L + Anl.)

Anlaßtemp. in °C/2h	Proben - Nr.	Prüftemp in °C	Ei (F _m) in J	Schlag- arbeit in J	Durch- biegung in mm	Max- Kraft in kN	Kraft- abfall in kN	$\frac{\Delta F}{F_m}$	krist.Fleck in %
ohne	20/81	-20	7,5	11,6	0,73	45,0			100
	22/81	-10	11,9	13,0	0,54	39,0	39,0	1	100
	16/81	40	13,3	16,6	0,73	35,1	24,6	0,7	93,8
	34/81	40	24,3	25,5	1,04	36,7	26,6	0,73	92,5
	36/81	80	28,1	31,7	1,28	33,8	20,2	0,6	83,8
	18/81	100	32,9	34,5	1,32	36,2	18,1	0,5	80,0
	30/81	140	30,9	55,1	1,72	30,2	11,3	0,38	
	32/81	160	30,5	59,6	1,78	29,9	7,5	0,25	46,3
	24/81	200	29,4	61,8	>5,5	27,8	0	0	0
	26/81	250	28,2	76,0	>6	26,8	0	0	0
600	52/81	-20	12,4	40,4	-	-	-	-	
	46/81	-40	17,8	18,9	0,85	32,8	32,8	1,0	
	44/81	0	46,8	49,7	2,05	28,5	21,7	0,8	
	38/81	24	39,3	63,0	2,42	25,8	13,6	0,53	
	48/81	40	34,7	110,6	5,18	22,8	5	0,17	
	40/81	60	36,6	128,1	16,5	22,4	0	0	
	42/81	120	36,1	133,5	18,5	21,7	0	0	
	28/81	170	22,2	133,5	~18	20,7	0	0	0
	50/81	180	33,9	136,2	18,0	20,6	0	0	
	14/81	20	41,3	52,9	2,23	27,2	20,0	0,73	65
54/81	-20	31,2	37,4	1,27	29,3	23,5	0,8		
700	5/82	-80	10,2	14,4	0,59	30	30	1,0	97,5
	12/82	-60	17,0	17,4	1,66	13,5	13,5	1,0	92,6
	4/82	-40	48,8	59,7	2,36	26,0	21,9	0,84	81,9
	8/82	-40	47,0	48,6	2,25	25,3	22,1	0,87	77,5
	6/82	-20	43,8	57,3	2,72	23,5	17,9	0,76	66,3
	9/82	-20	48,4	55,1	23,8	24,3	18,1	0,78	70,4
	11/82	-10	47,2	64,1	3,06	23,3	16,6	0,71	58,5
	7/82	0	44,0	98,7	4,49	22,1	10,1	0,46	42,2
	10/82	10	43,1	119,9	6,01	20,6	4	0,19	0
	1/82	22	45,6	133,5	1,99	19,6	0	0	0
	2/82	40	38,2	139	2,18	19,0	0	0	0
	3/82	160	40,9	144,4	2,28	17,5	0	0	
	51/82	-60	6,2	14,4	~0,5	34,8	34,8	1,0	58,8
750	29/83	-80	13,2	14,4	0,64	36,0	36,0	1,0	100
	27/83	-40	44,1	46,5	2,36	24,3		0,74	87,5
	19/83	-20	54,4	56,2	2,70	23,6		07,5	76,3
	21/83	-10	48,7	73,6	3,19	23,0	15,3	0,67	56,3
	31/83	-10	-	80,9	-	-	-	-	52,5
	25/83	0	54,9	125,3	6,55	21,2	46,5	0,22	17,5
	13/83	20	44,3	139,0	22,6	18,6	0	0	0
	15/83	40	-	144,4	>7,94	23,1	0	0	0
	17/83	100	-	143,1	-	-	-	-	0
	23/83	200	43,0	143,1	2,25	15,8	0	0	0
	53/83	-60	27,5	38,4	>1,77	27,4	27,4	1,0	92,5

Tabelle 6 Materialkennwerte aus instrumentierten Kerbschlagbiegeversuchen an dem niedrig aktivierenden martensitischen Chromstahl CETA

Kennwert	Dimension	Anlaßtemperaturen				MANET-I (750 °C)
		600 °C	700 °C	750 °C	ohne	
A_v (Hochlage)	J	135	145	144	$\cong 76$	145
J-Int. (Hochl.)	MJ/m ²	~ 1	> 1	> 1	0,75	1
K_{id} (-80 °C)	MN/m ^{3/2}	> 200	190	170	> 200	80
$T_{\bar{u}}$ (A_v)	°C	+ 26	- 5	- 10	$\cong + 100$	+ 27
$T_{\bar{u}}$ (J-Int.)	°C	- 26	- 56	- 57	+ 33	- 20
T_z	°C	+ 47	+ 17	+ 5	+ 192	~ + 60
S_u (RT)	mm	2	7,5	8	1	2,5

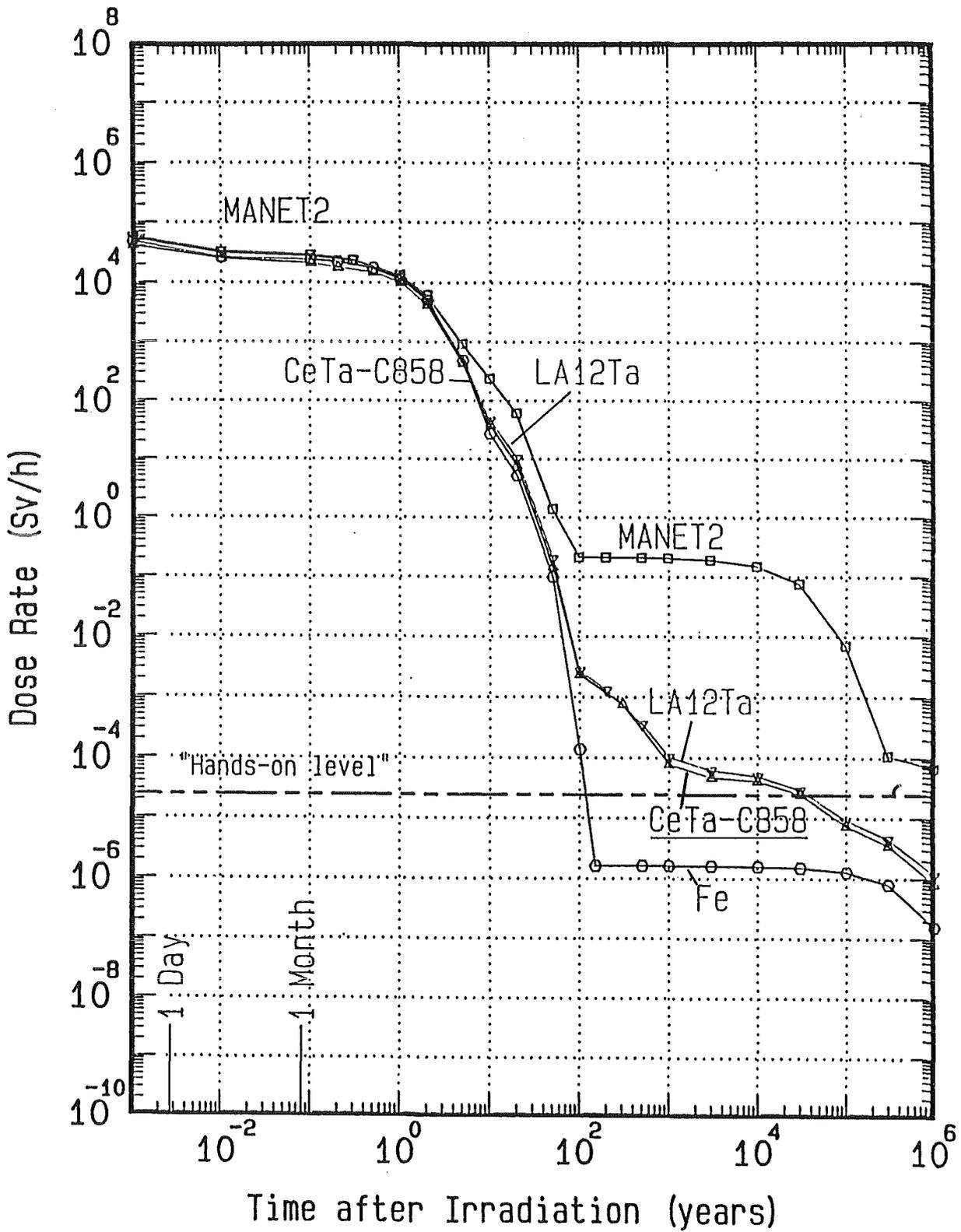
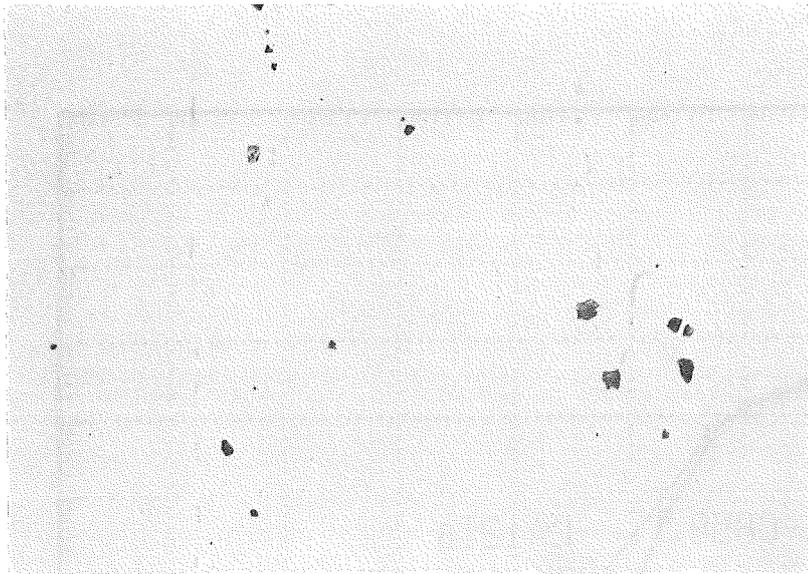


Fig. 1: Culham DEMO Spectrum, 1st Wall, 5 MW m^{-2} and 2.5 Years Irradiation Time

Fig. 2



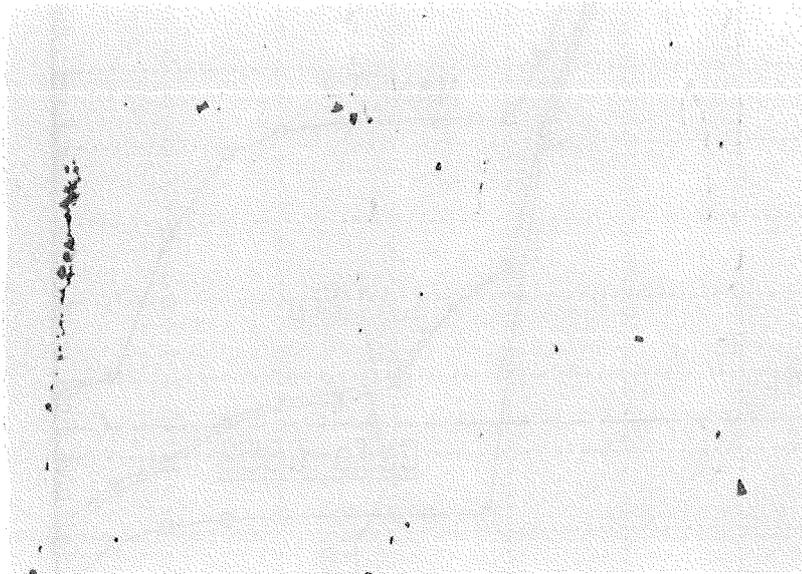
59098

a)

CETA

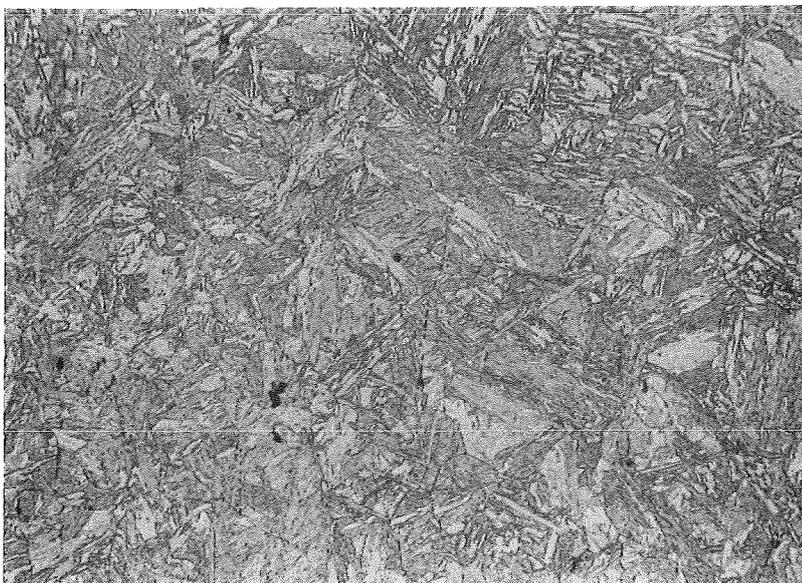
Heat: C858

Oxide-lines (a+b)
and hardening-
structure (c)



59099

b)



HV₃₀=400-418

58768

c)

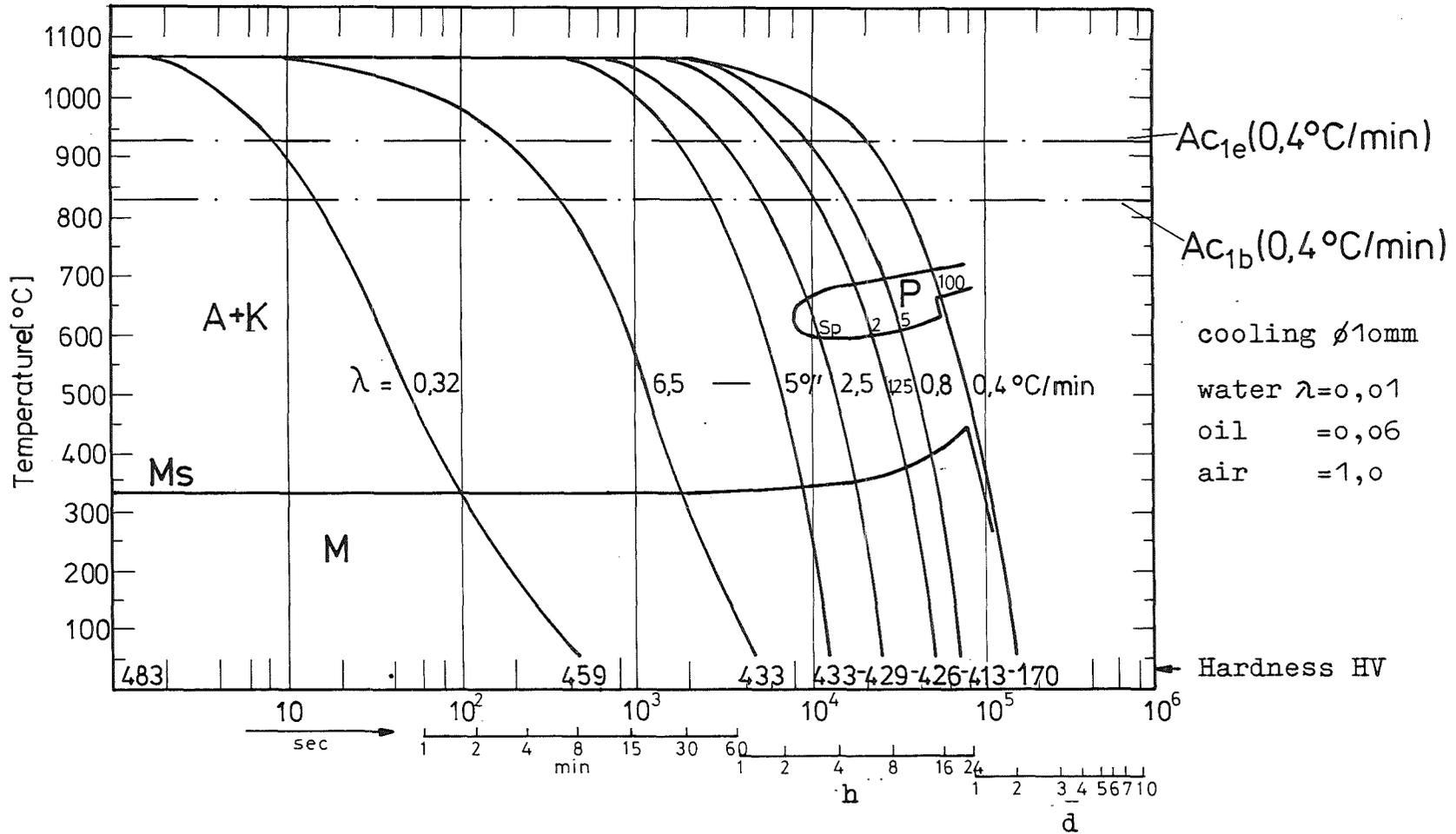
1075° 30min/air

x500

CETA Heat: C858

Austenitizing: 1075° 30min

Grain-size: ASTM 8-8,5



A+K=austenite+carbide formation

M =martensite

P =pearlite

2-100 =pearlite %

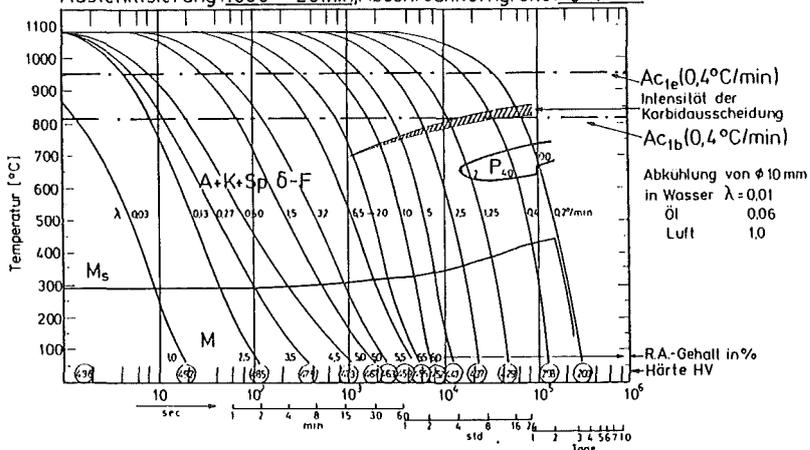
0,32-6,5 =cooling parameter λ

$\lambda = \frac{(800-500^{\circ}\text{C})\text{sec}}{100}$

Fig. 3: Time-Temperature-Transformation-Diagram (TTT) for continuous cooling

Werkstoff: RNO-D (1.4914) Chg: 10045

Austenitisierung: 1080° - 20min, Abschreckkorngroße: 6-7



A+K-Bereich des Austenits u. Karbids 1-100 = Gefügeanteile in %
 F+K = " " der Ferrit- u. Karbidbildung 0,03-6,5 = Abkühlungsparameter λ
 P = " " Perlitbildung R.A. = Restaustenilgehalt
 M = " " Martensitbildung

VDEh-Spezifikation

N=20oppm

C=0,17%

Cr=11,3%

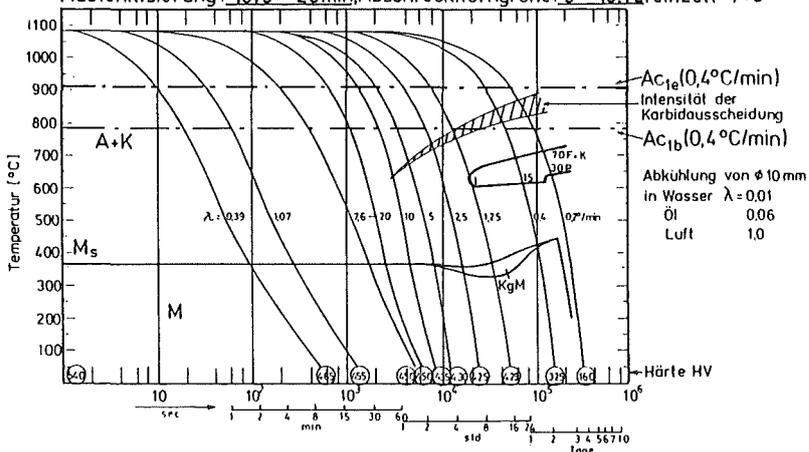
Ac_{1b}=815°

Ac_{1e}=950°

M_s = 295°

Werkstoff: RNO-D (1.4914) Chg: 51482 (1.K-Chg)

Austenitisierung: 1075°-20min, Abschreckkorngroße: 9-10, vereinzelt 7+8



A+K-Bereich des Austenits u. Karbids 1-100 = Gefügeanteile in %
 F+K = " " der Ferrit- u. Karbidbildung 0,39-7,6 = Abkühlungsparameter λ
 P = " " Perlitbildung KgM = Korngrenzen-Martensitbildung
 M = " " Martensitbildung

SNR-Spez.

N=3oppm

C=0,17%

Cr=10,6%

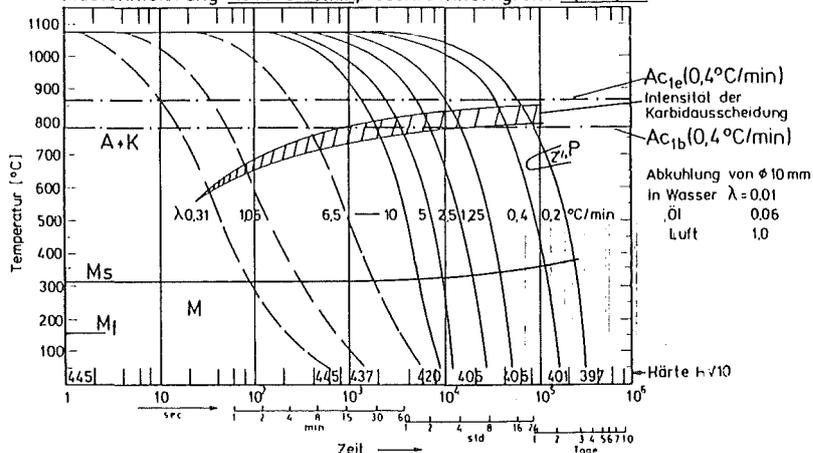
Ac_{1b}=780°

Ac_{1e}=905°

M_s = 365°

Werkstoff: MANET-I Chg: 53645

Austenitisierung: 1075°C-15min, Abschreckkorngroße: 8,5-9,5



A+K-Bereich des Austenits u. Karbids 2 = Gefügeanteile in %
 P = " " Perlitbildung 0,31-6,5 = Abkühlungsparameter λ
 M = " " Martensitbildung

NET-Spez.

N=20oppm

C=0,14%

Cr=10,6%

Ac_{1b}=790°

Ac_{1e}=870°

M_s = 310°

Fig. 4: TTT-Diagrams for different variants

of the CrNiMoVNB-steel DIN 1.4914

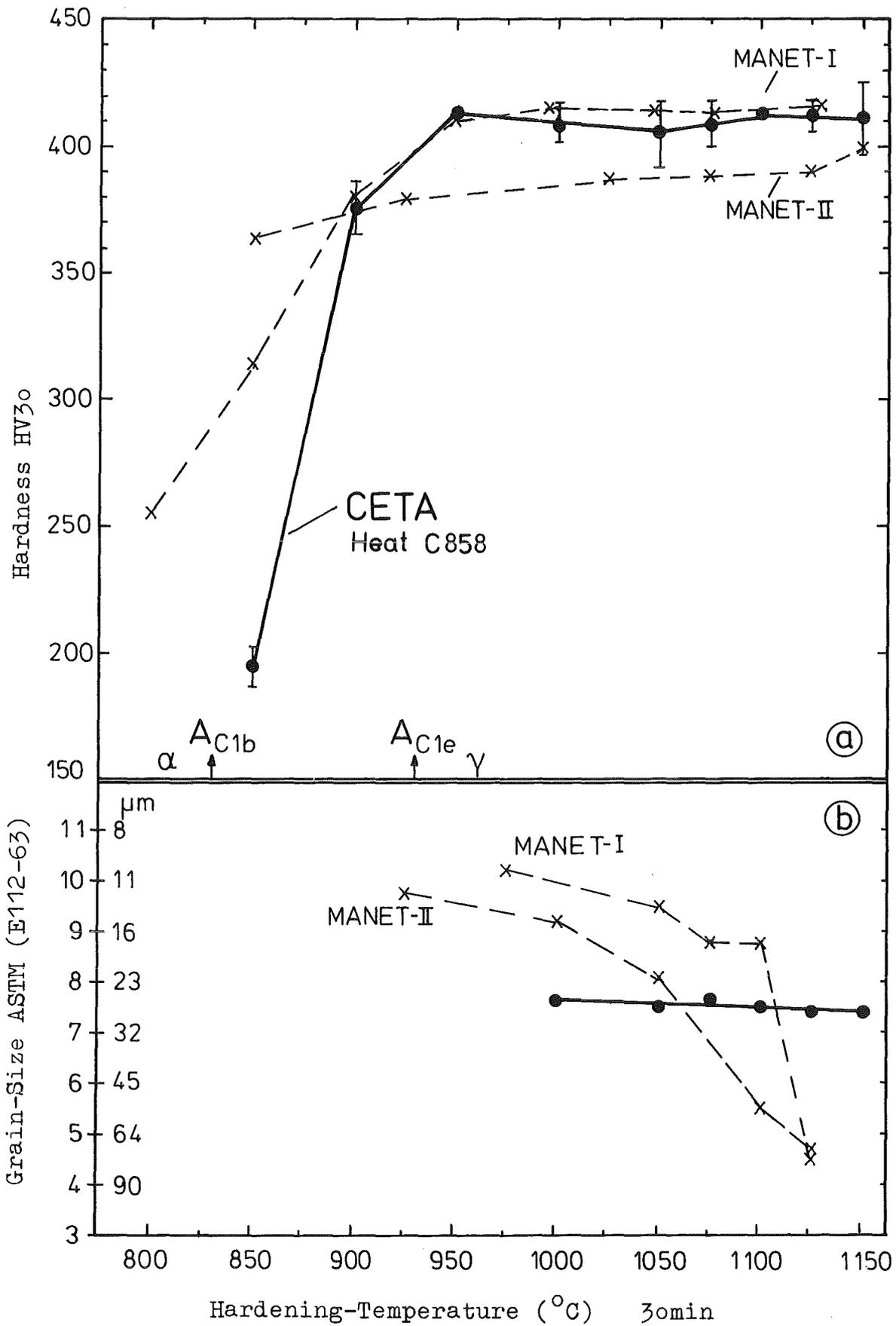


Fig. 5: Hardening-Diagram

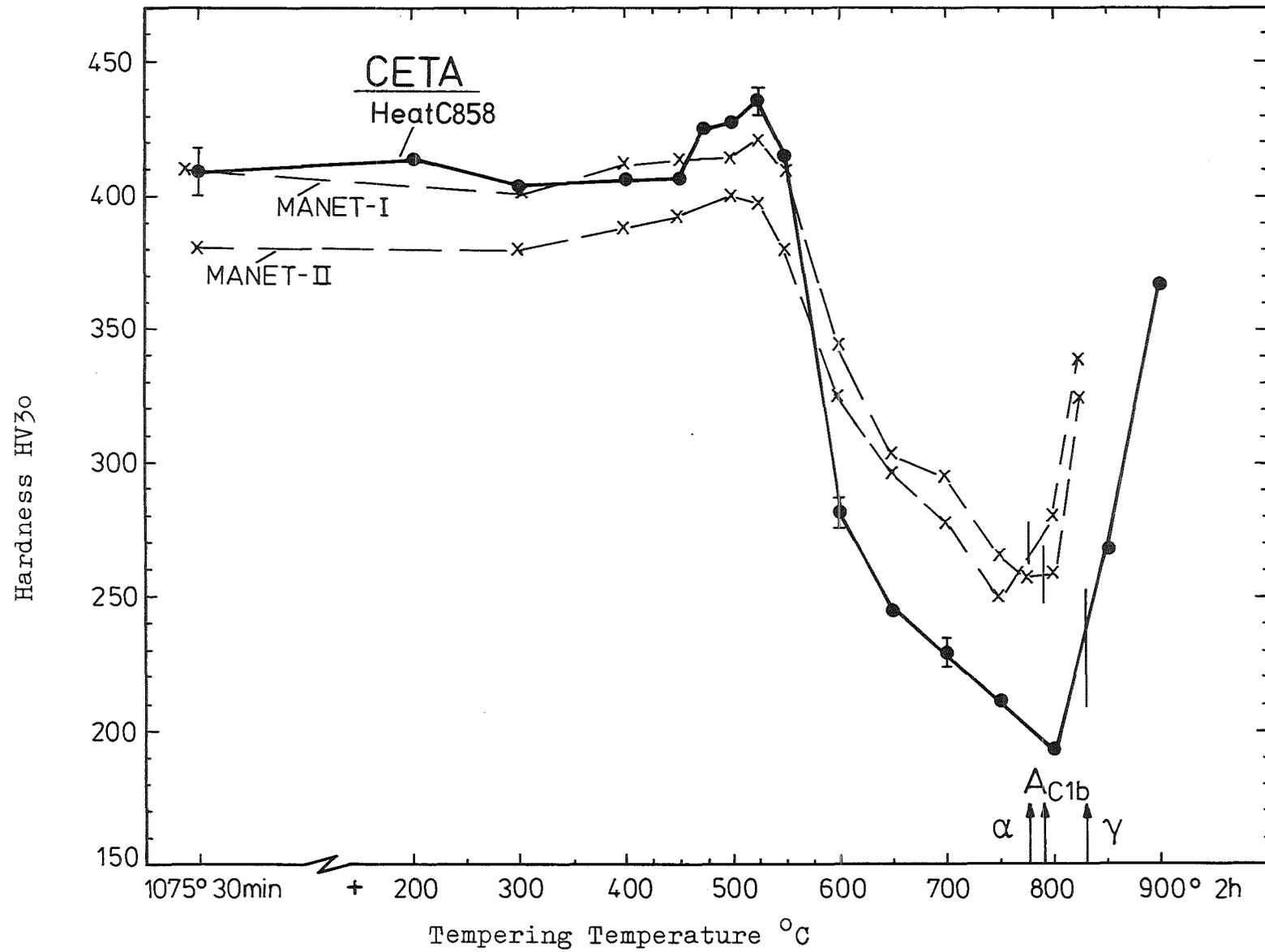
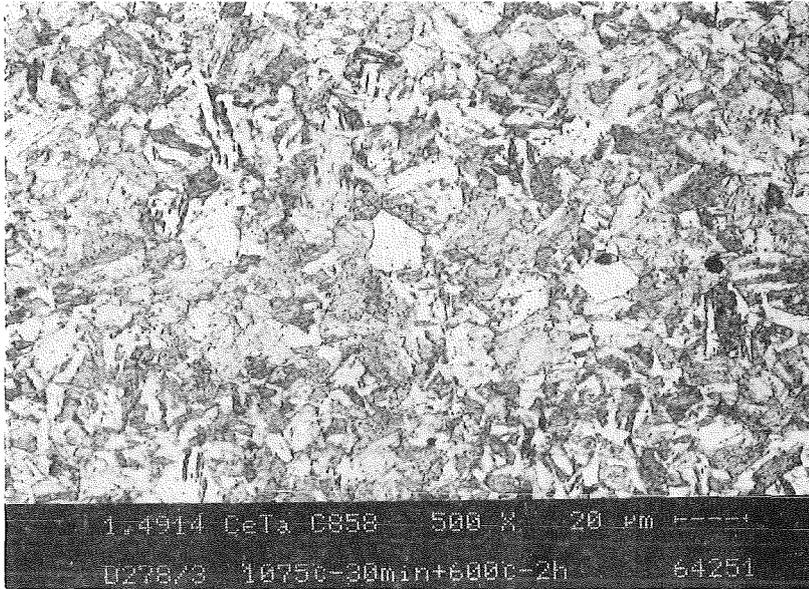


Fig 6: Tempering-Diagram

Fig. 7



a)

CETA
Heat C858

1075^o30min/air
+600^o2h/air

HV30=281-285

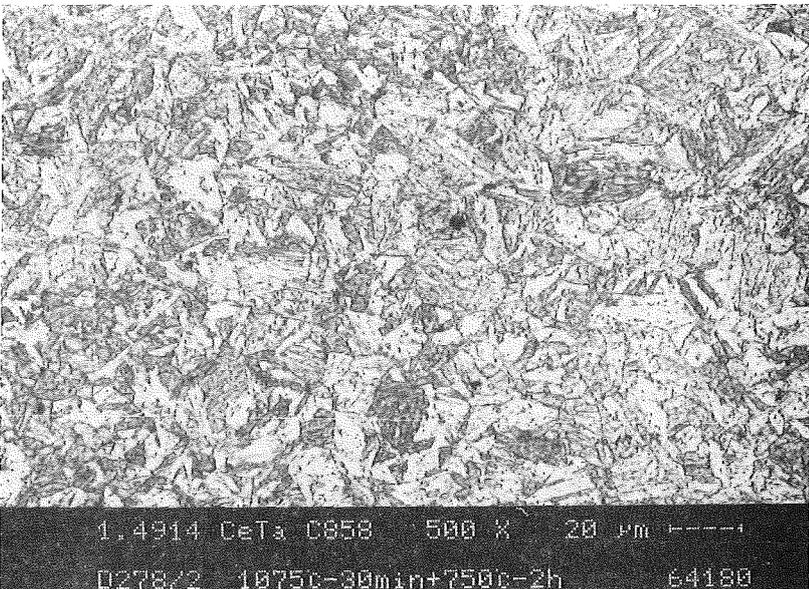


b)

1075^o30min/air
+700^o2h/air

HV30=223-235

59366



c)

1075^o30min/air
+750^o2h/air

HV30=212-214

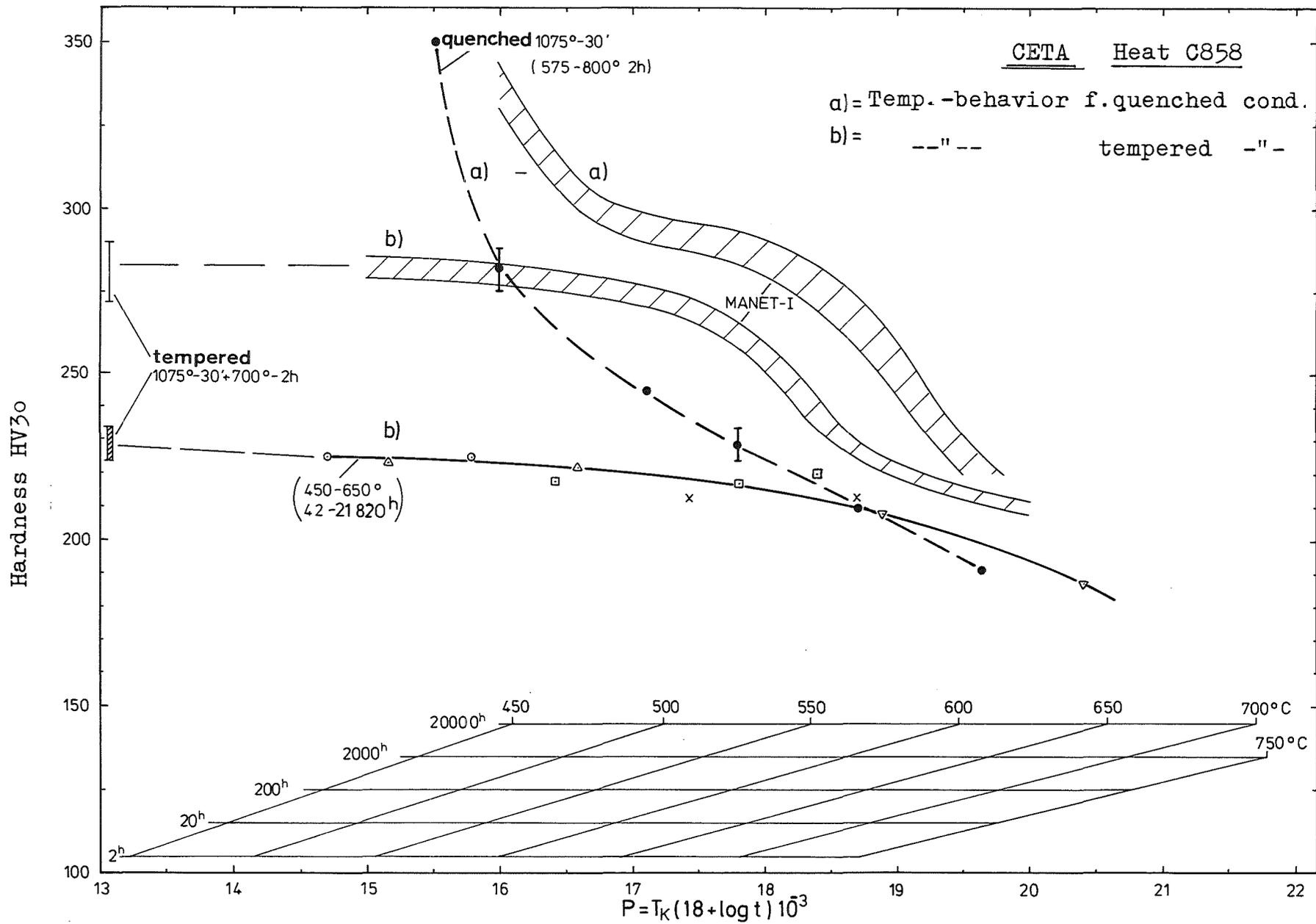


Fig 8: Tempering-Master-Curve (by Hollomon-Jaffe)

CETA Chg.C858

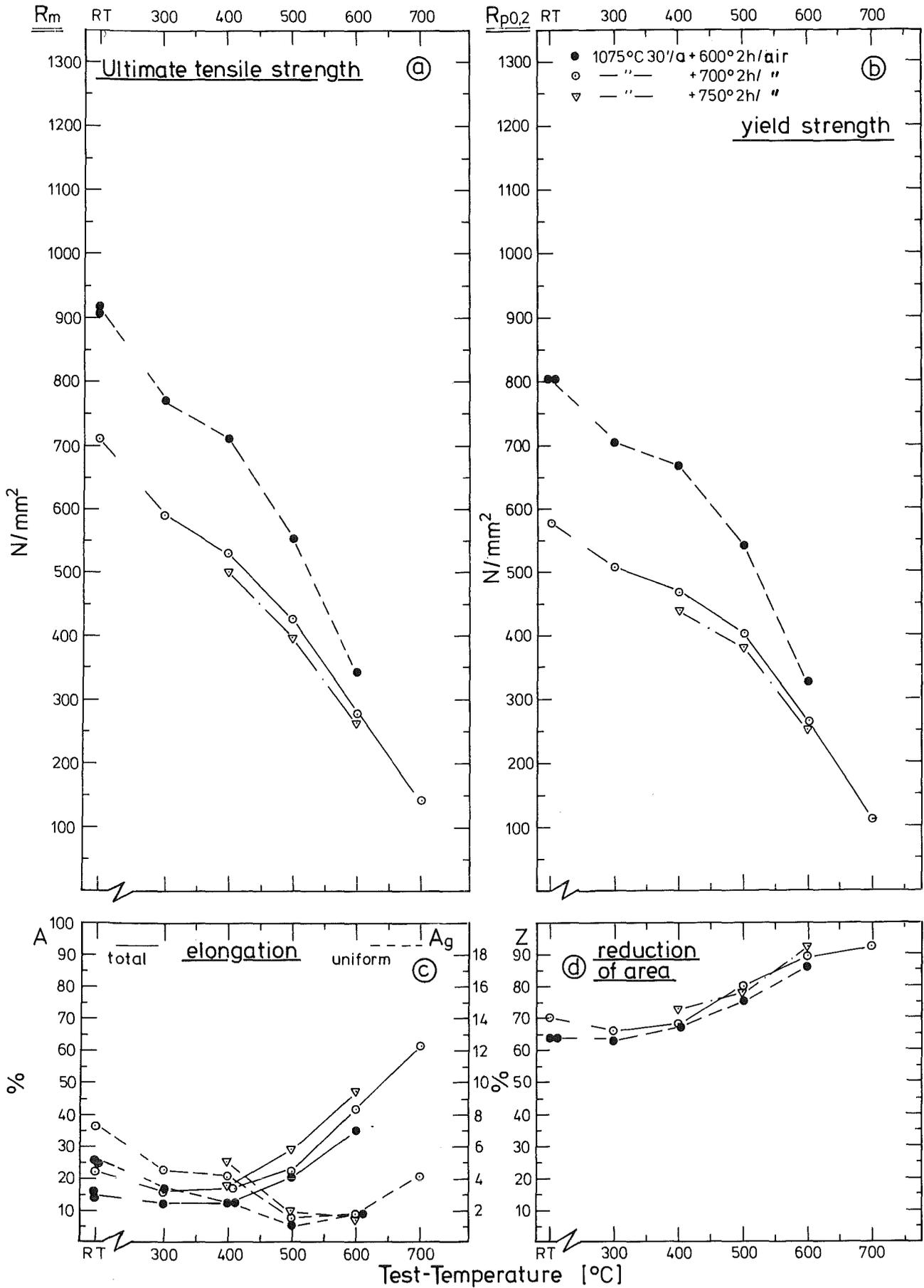


Fig.9: Tensile properties

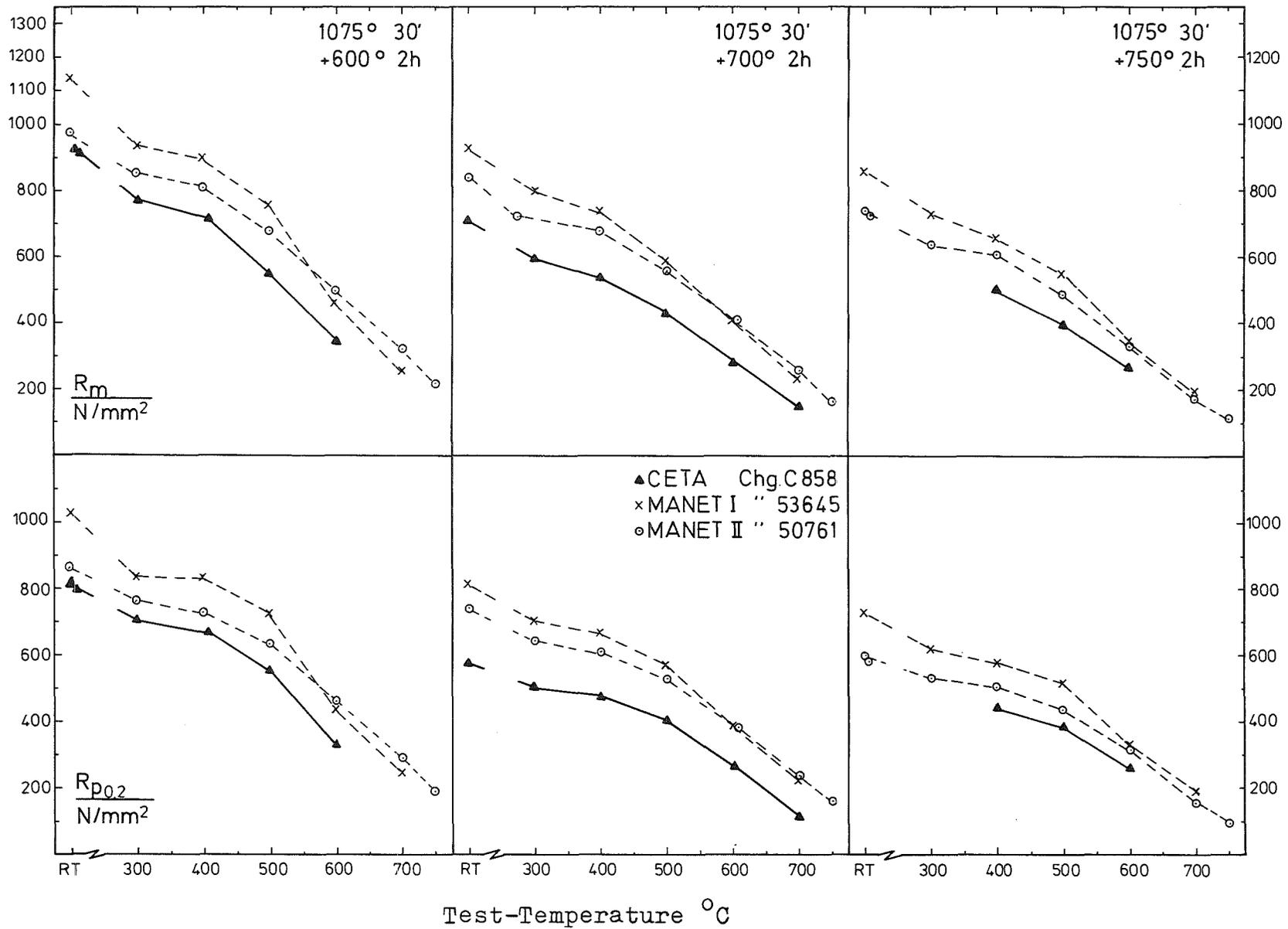


Fig 1o: Ultimate tensile strength R_m and yield strength $R_{p0.2}$
vs. test-temperature and tempering condition.

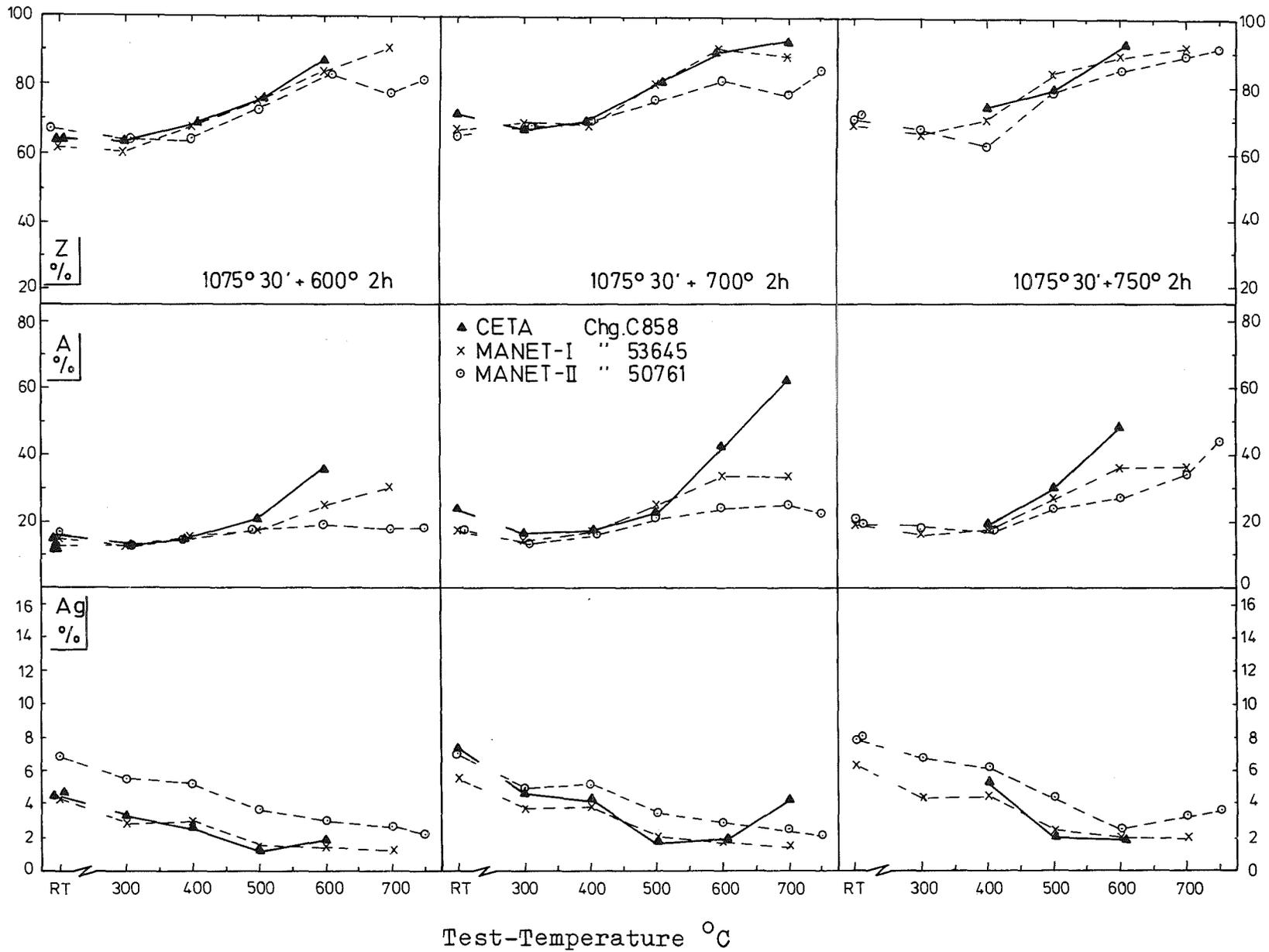


Fig 11: Reduction of area Z, total elongation A and uniform elongation Ag vs. test-temperature and tempering condition.

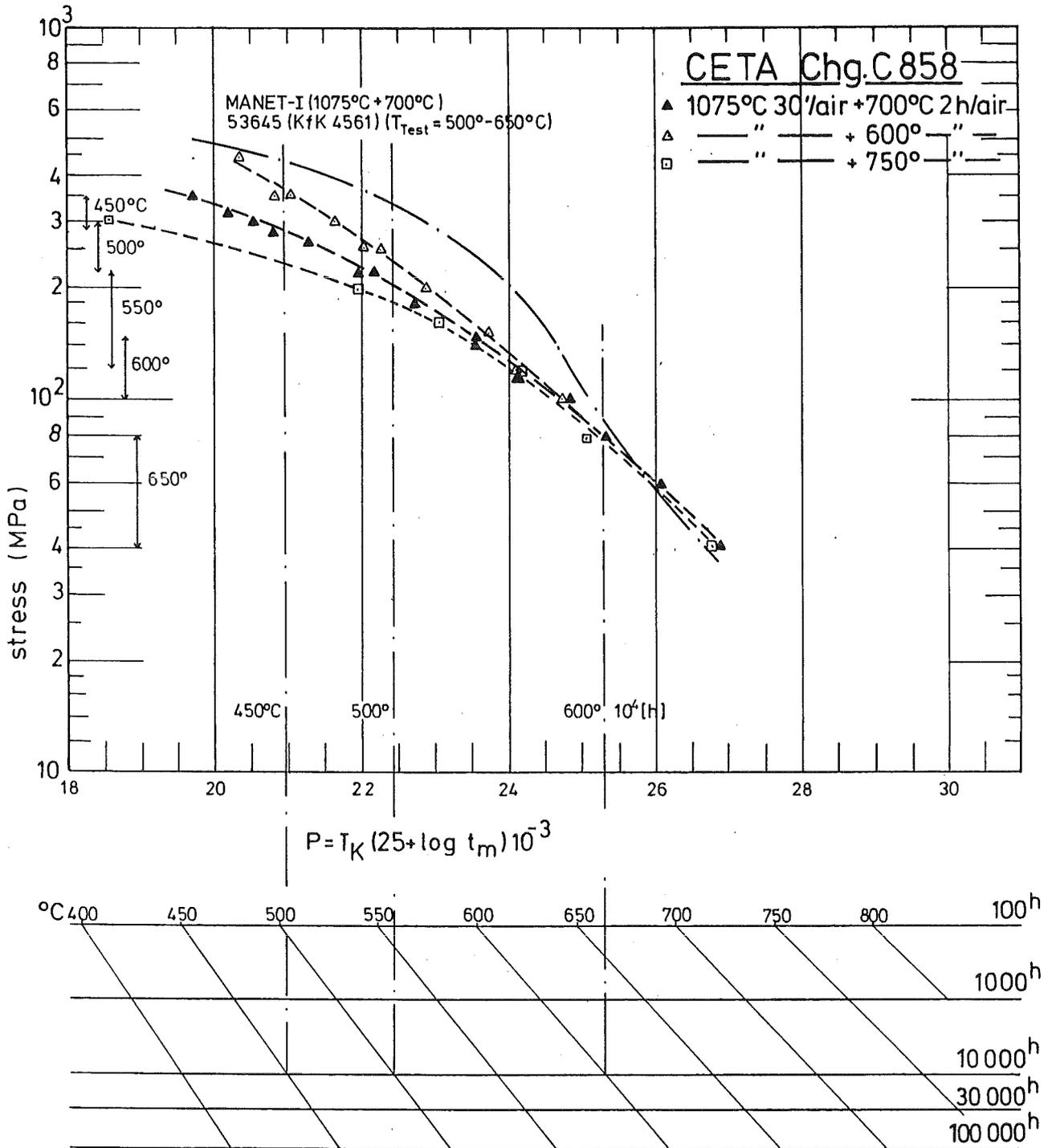


Fig:12:

Master-Curve
Larson-Miller-Parameter



IMF-I 6/92

Schirra

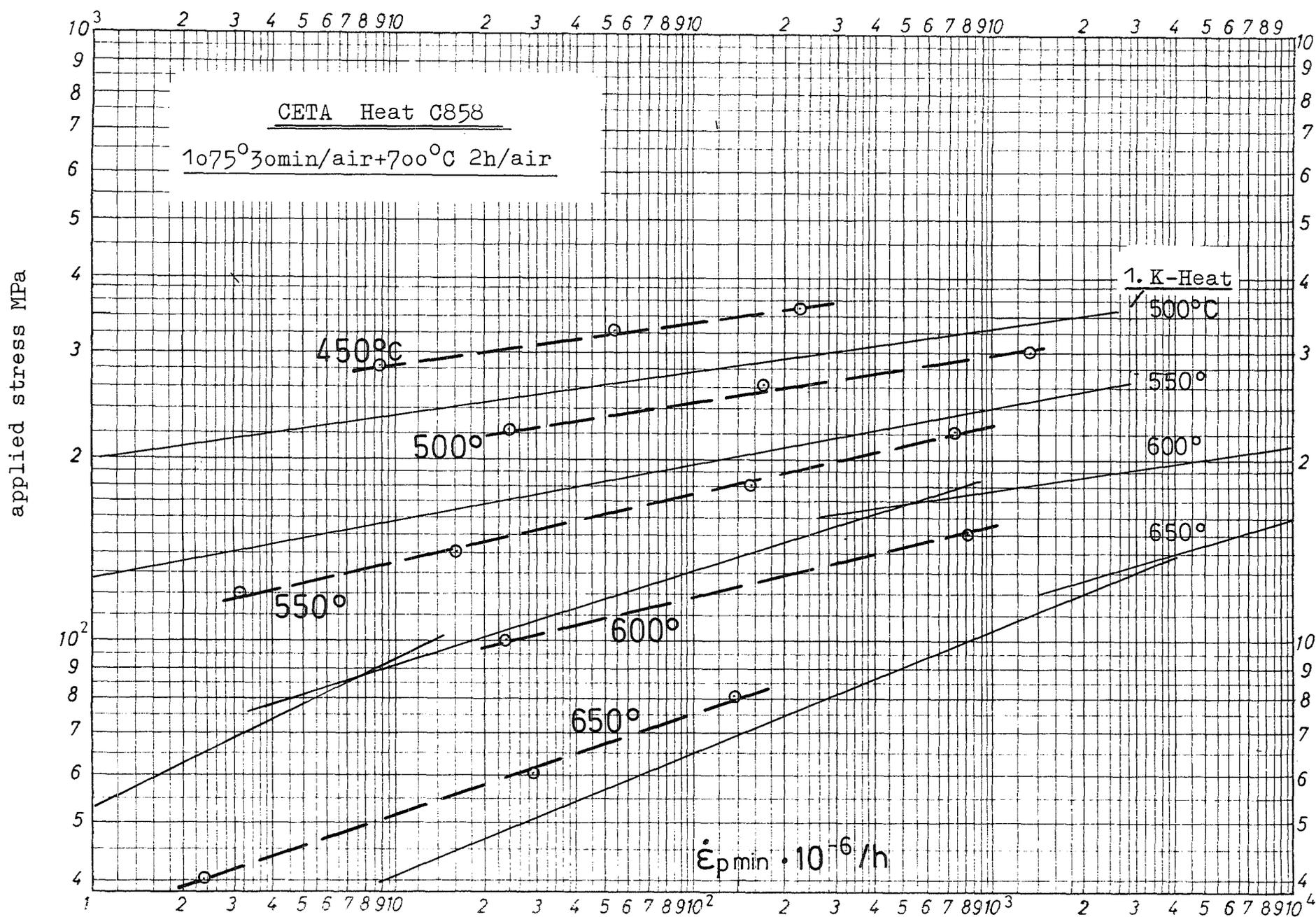
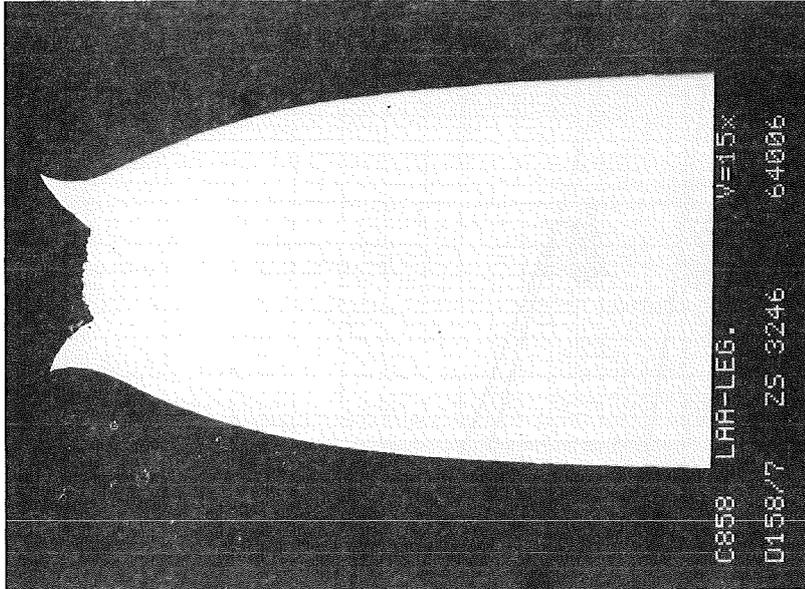


Fig 13: Minimum creep-rate $\dot{\epsilon}_{pmin}(abs)$ vs. applied stress.

gauge length (unetched)

Fig 14



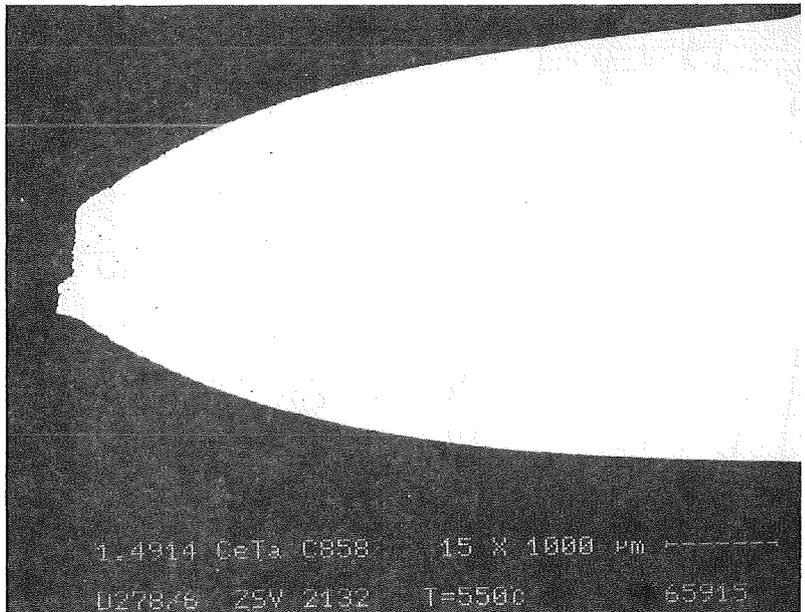
a)

CETA

Heat C858

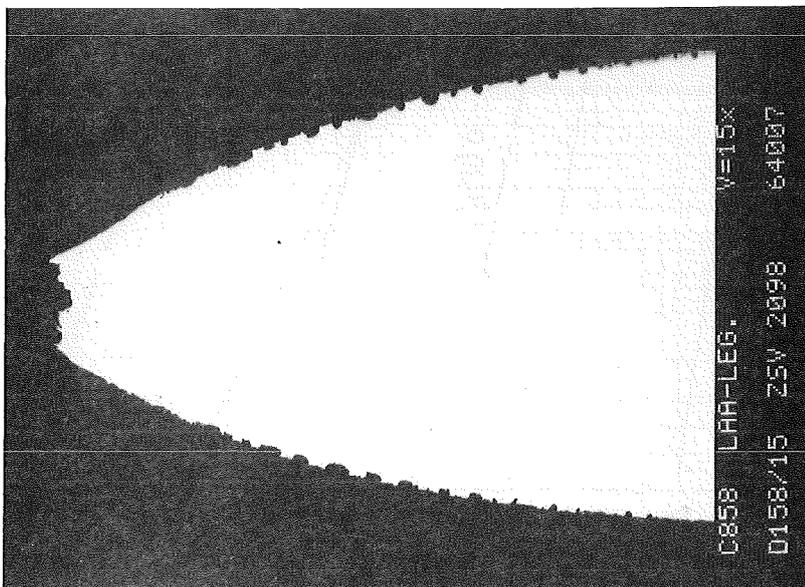
1075° 30min/air
+700° 2h/air

450°C 280 MPa
6704 h



b)

550°C 120 MPa
21 820 h



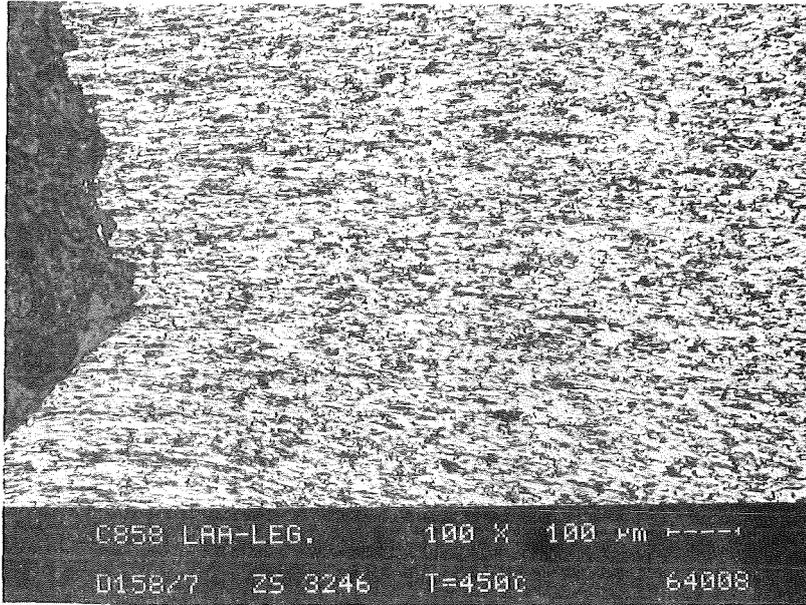
c)

650°C 40 MPa
13 130 h

1
mm

Fig 15

fracture zone (etched)



a)

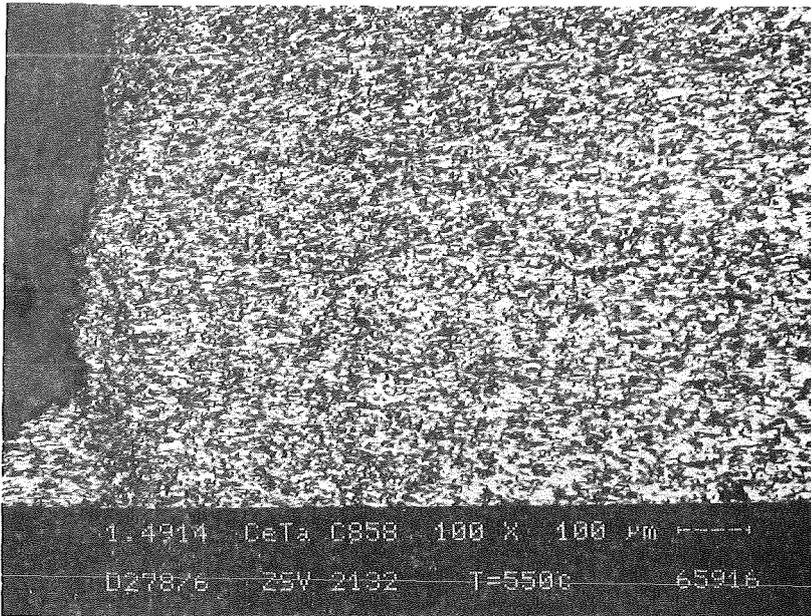
CETA

Heat C858

1075^o30min/air
+700^o2h/air

450^oC 280 MPa
6704 h

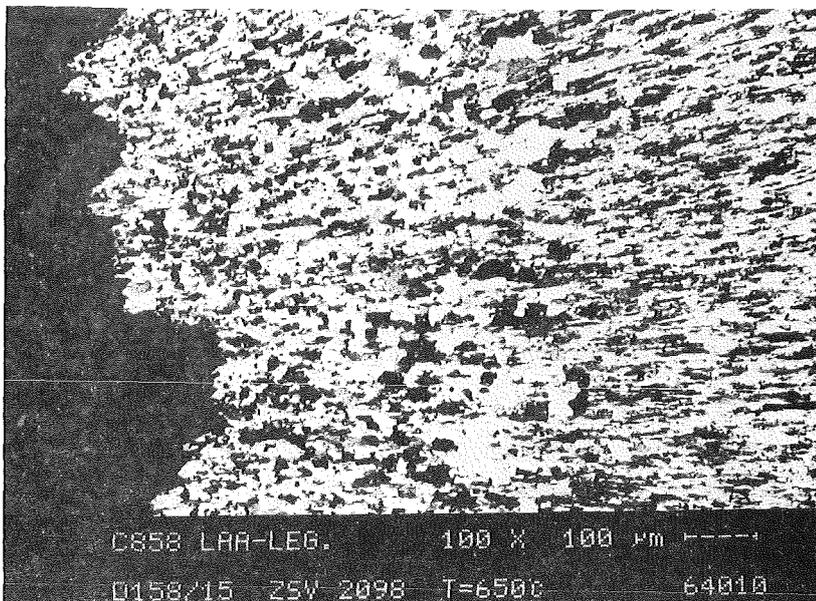
C858 LAA-LEG. 100 X 100 μm
0158/7 ZS 3246 T=450c 64008



b)

550^oC 120 MPa
21 820 h

1.4914 CeTa C858 100 X 100 μm
0278/6 ZSW 2132 T=550c 65916



c)

650^oC 40 MPa
13 130 h

C858 LAA-LEG. 100 X 100 μm
0158/15 ZSW 2098 T=650c 64010

head of specimen (etched)

Fig 16



a)

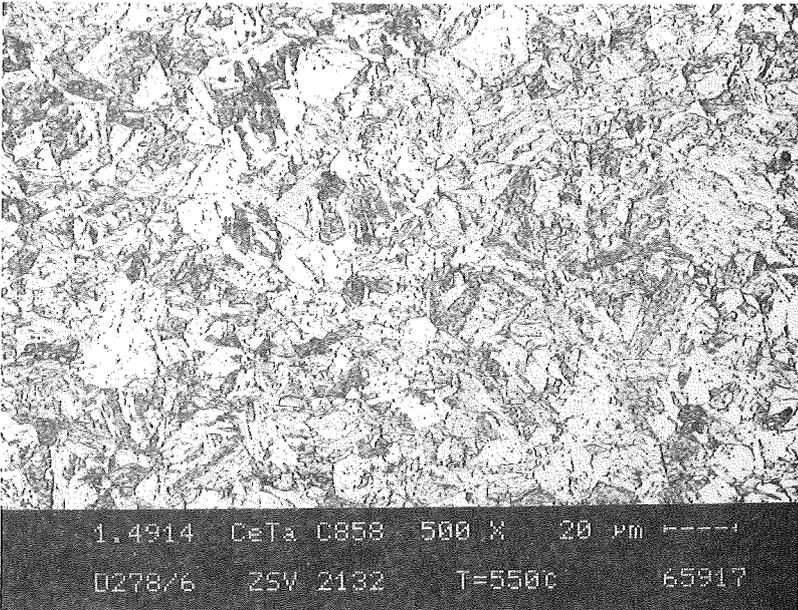
CETA

Heat C858

1075^o30min/air
+700^o2h/air

450^oC 280 MPa
6704 h

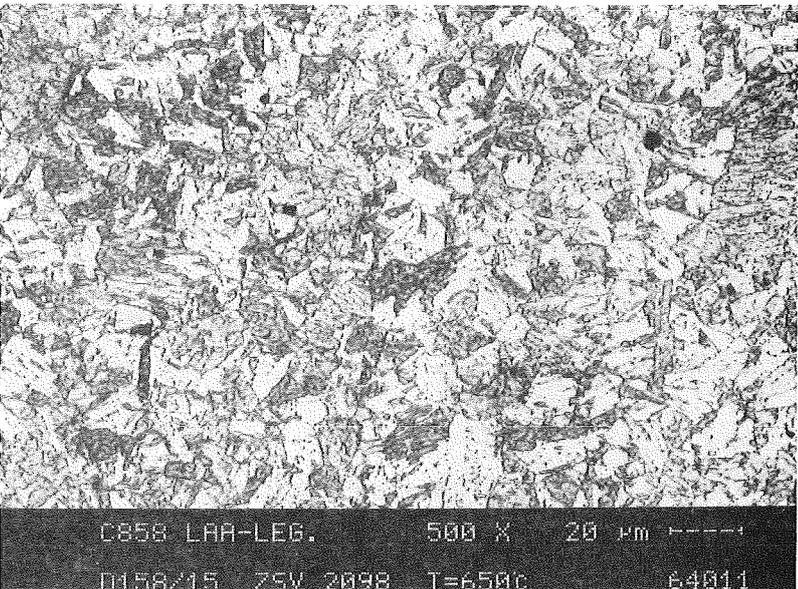
HV30=223-227



b)

550^oC 120 MPa
21 820 h

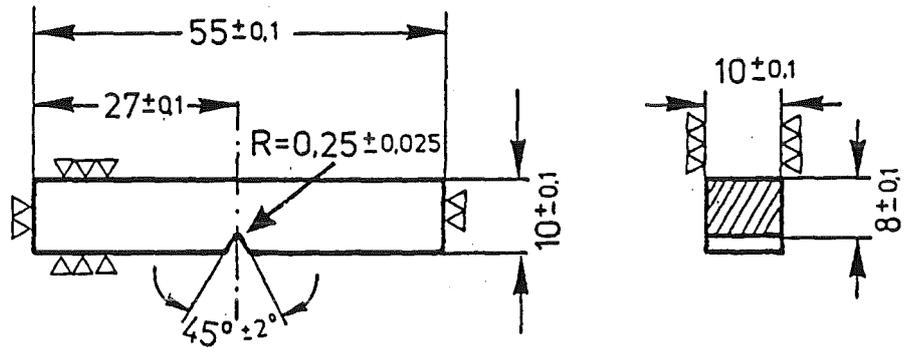
HV30=221-223



c)

650^oC 40 MPa
13 130 h

HV30=184-191



ISO-V-Notch impact bending specimen

Fig. 17: Dimension of ISO-V-notch bending specimen.

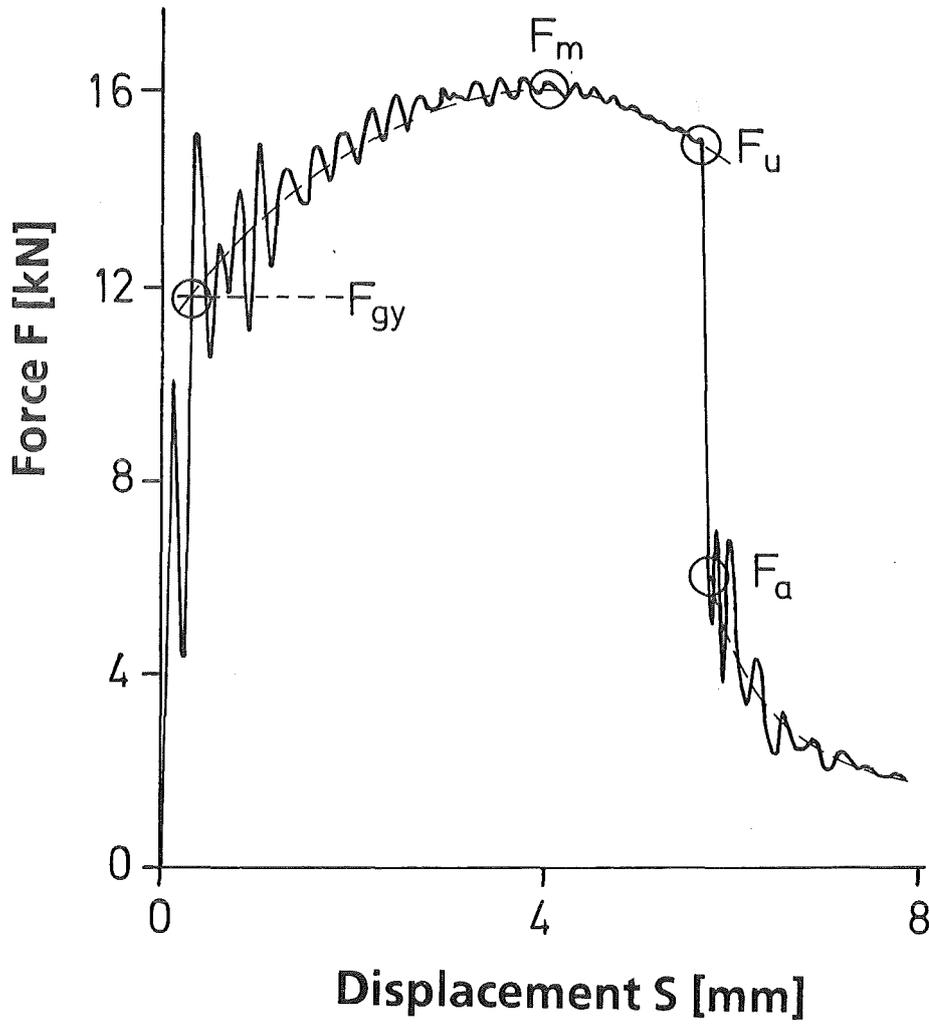


Fig. 18: Force-displacement diagram for the IKS after SEP 1315 (Mai 1987).

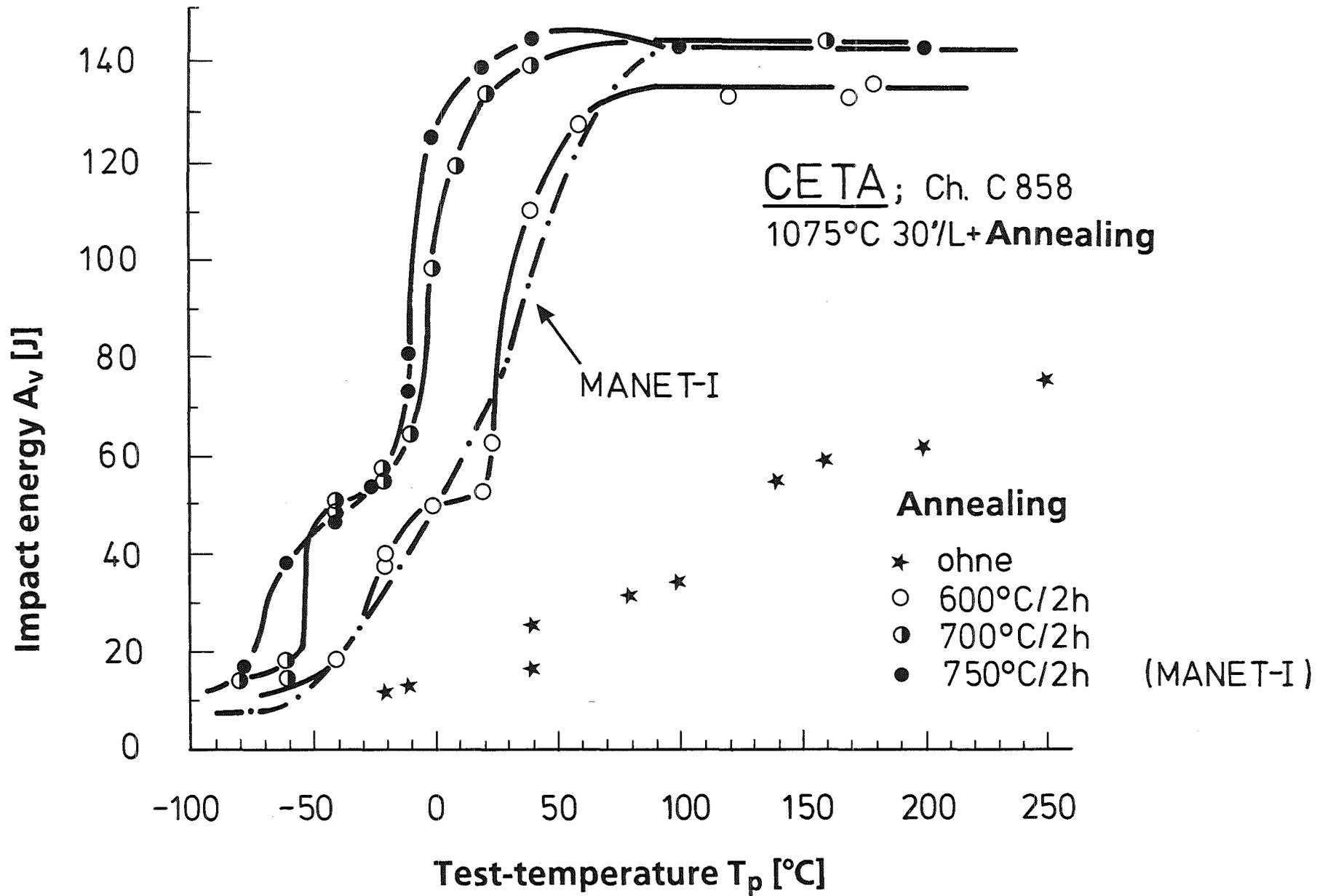


Fig.19: Impact energy of the steel CETA in dependency of the test temperature.

CETA Chg. C 858; 1075 °C - 30' L + Annealing

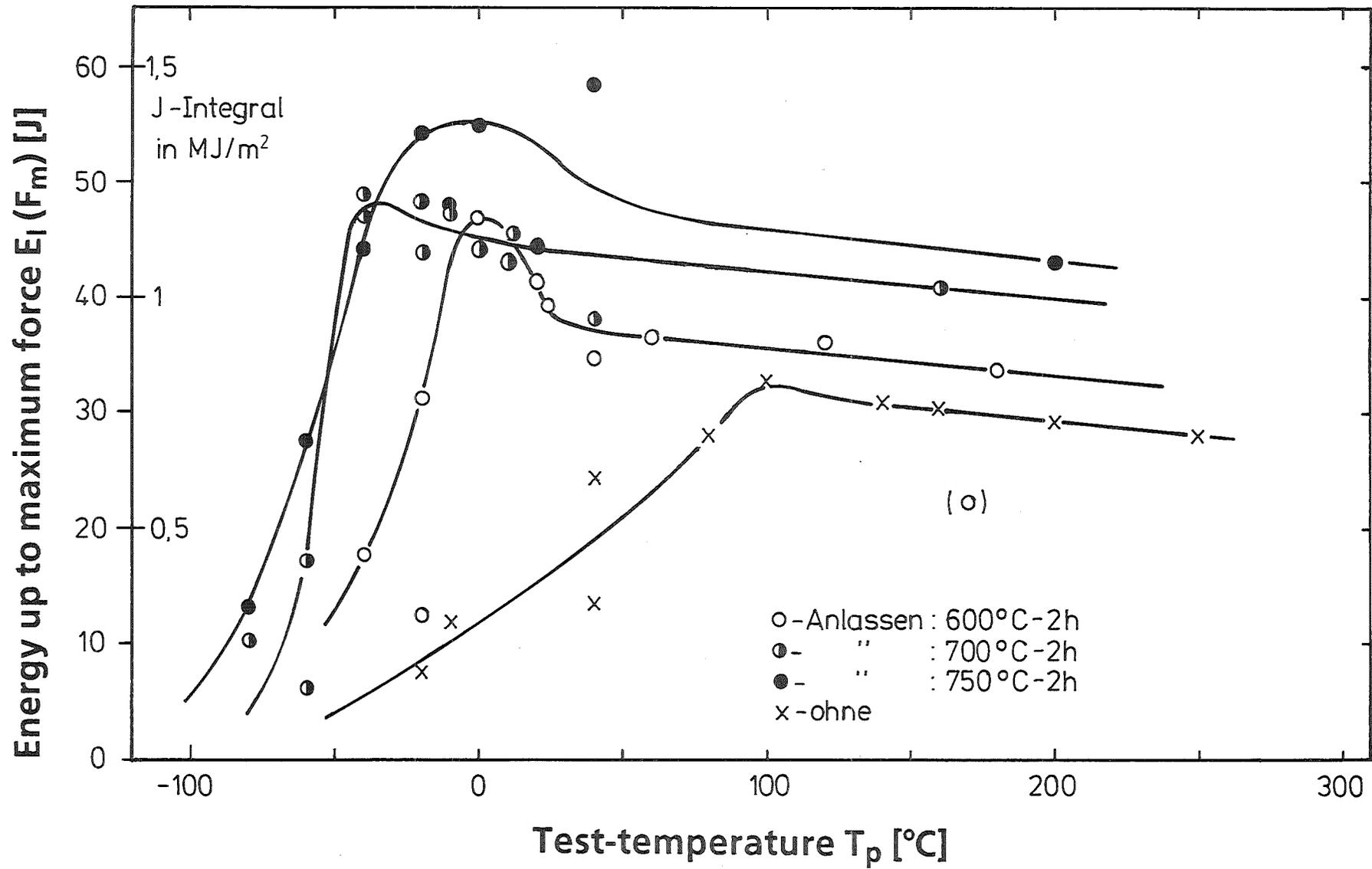


Fig. 20: J-Integral of the steel CETA in dependency of the test temperature.

CETA

Chg. C858 ; 1075°C - 30' L + Anlassen

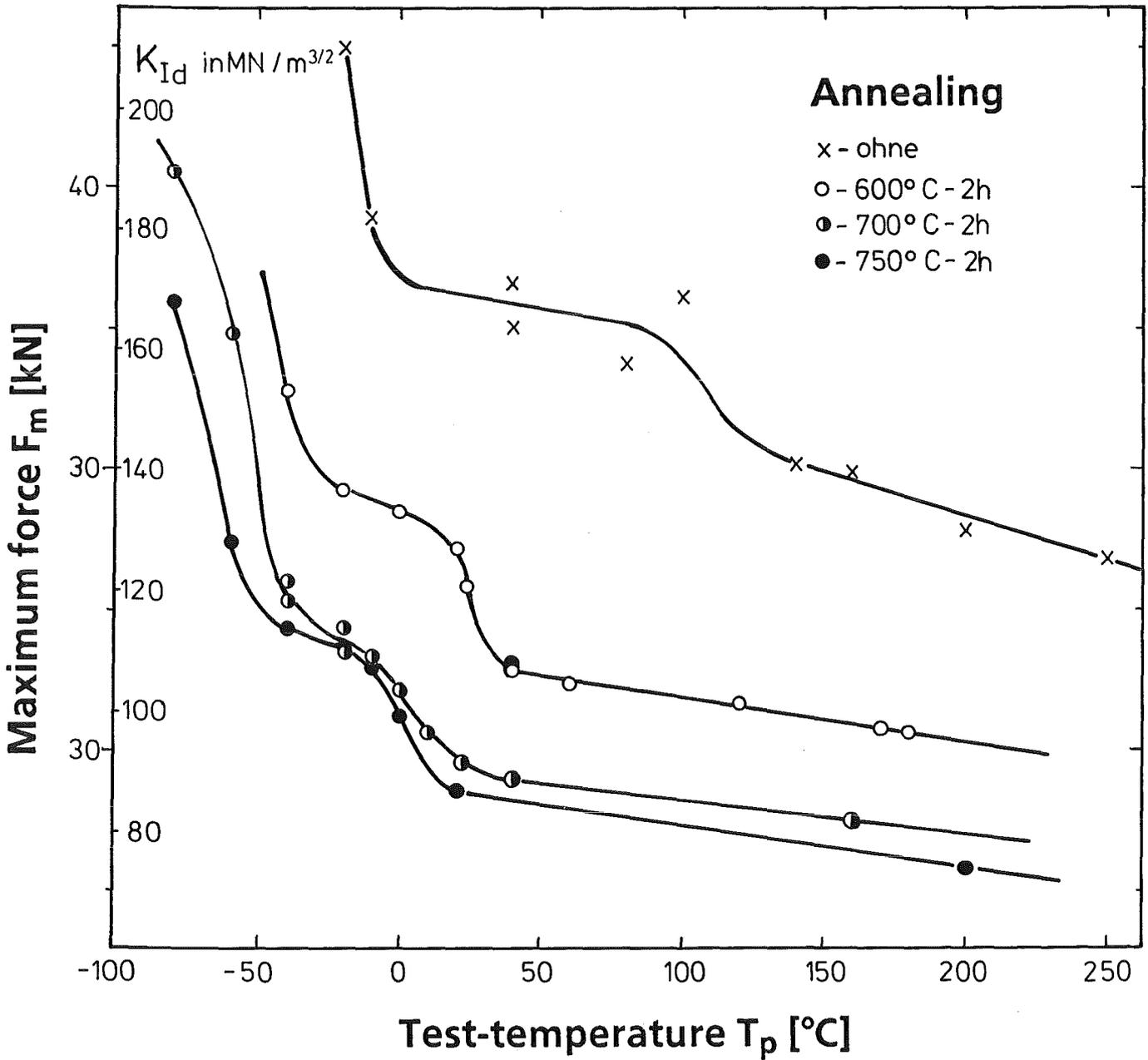


Fig. 21: Fracture strength of the steel CETA in dependency of the test temperature.

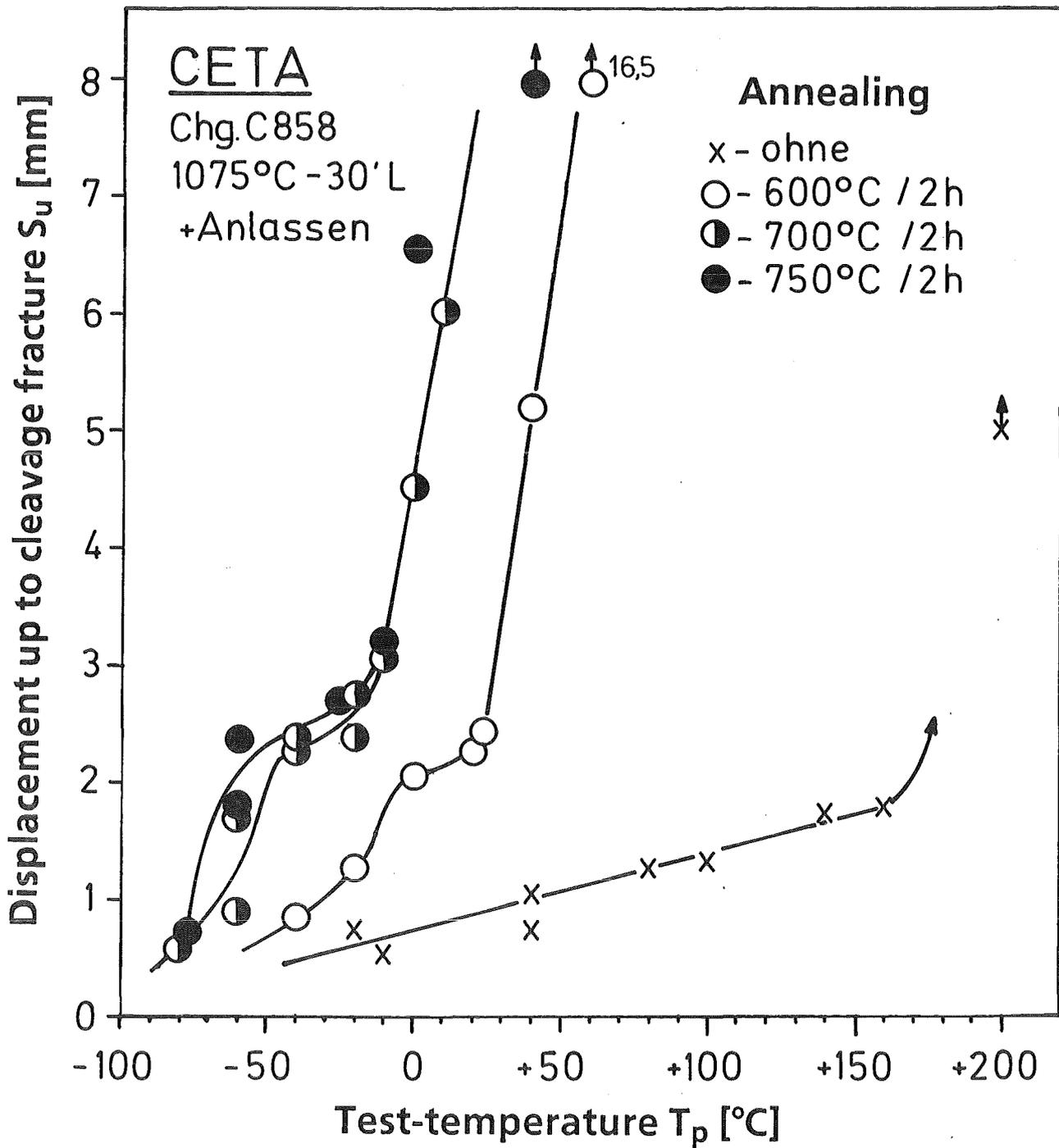


Fig. 22: Bending displacement up to cleavage fracture of the steel CETA in dependency of the test temperature.

Relative drop of force $\Delta F/F_m$ during cleavage fracture

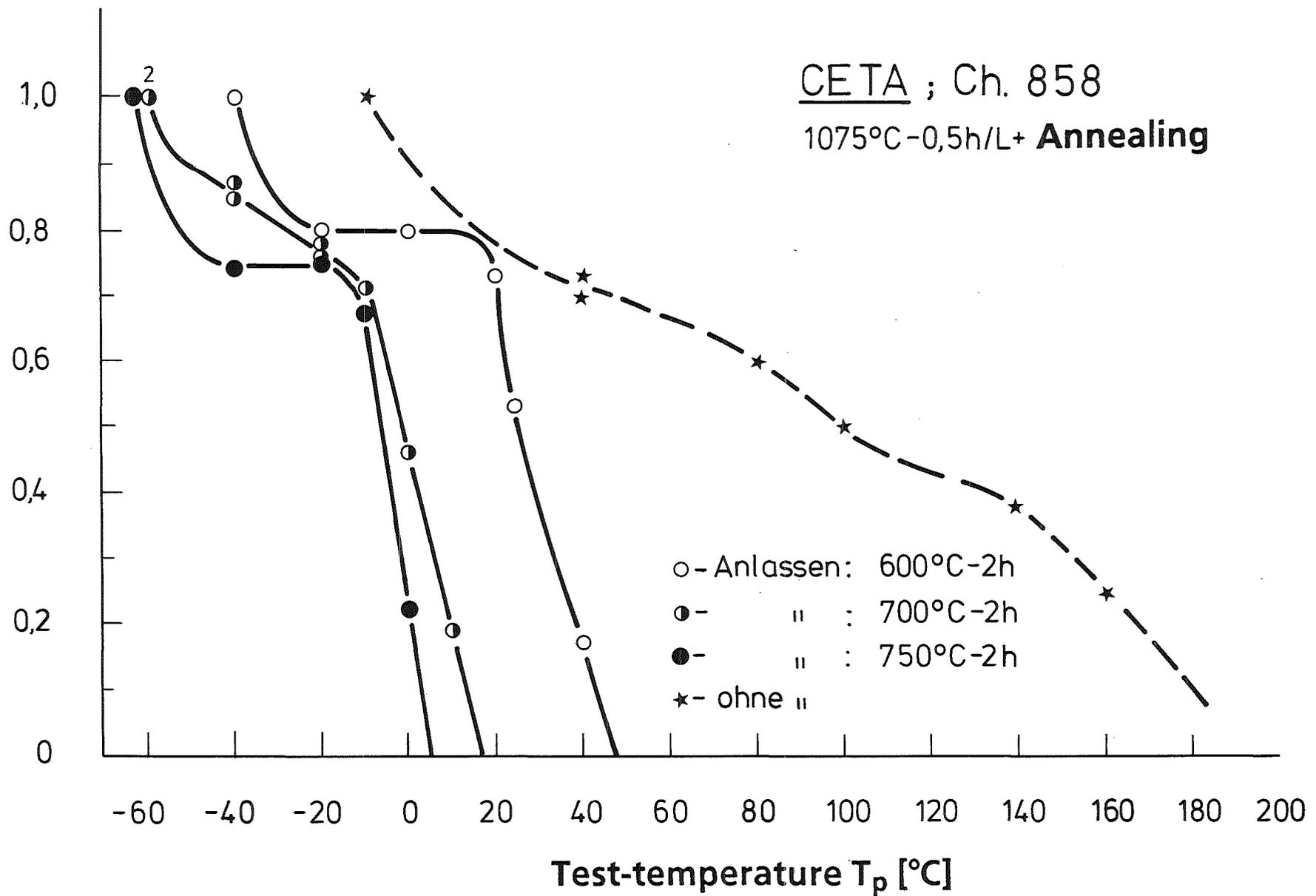


Fig. 23: Relative drop of the force during the cleavage fracture of the steel CETA in dependency of the test temperature.

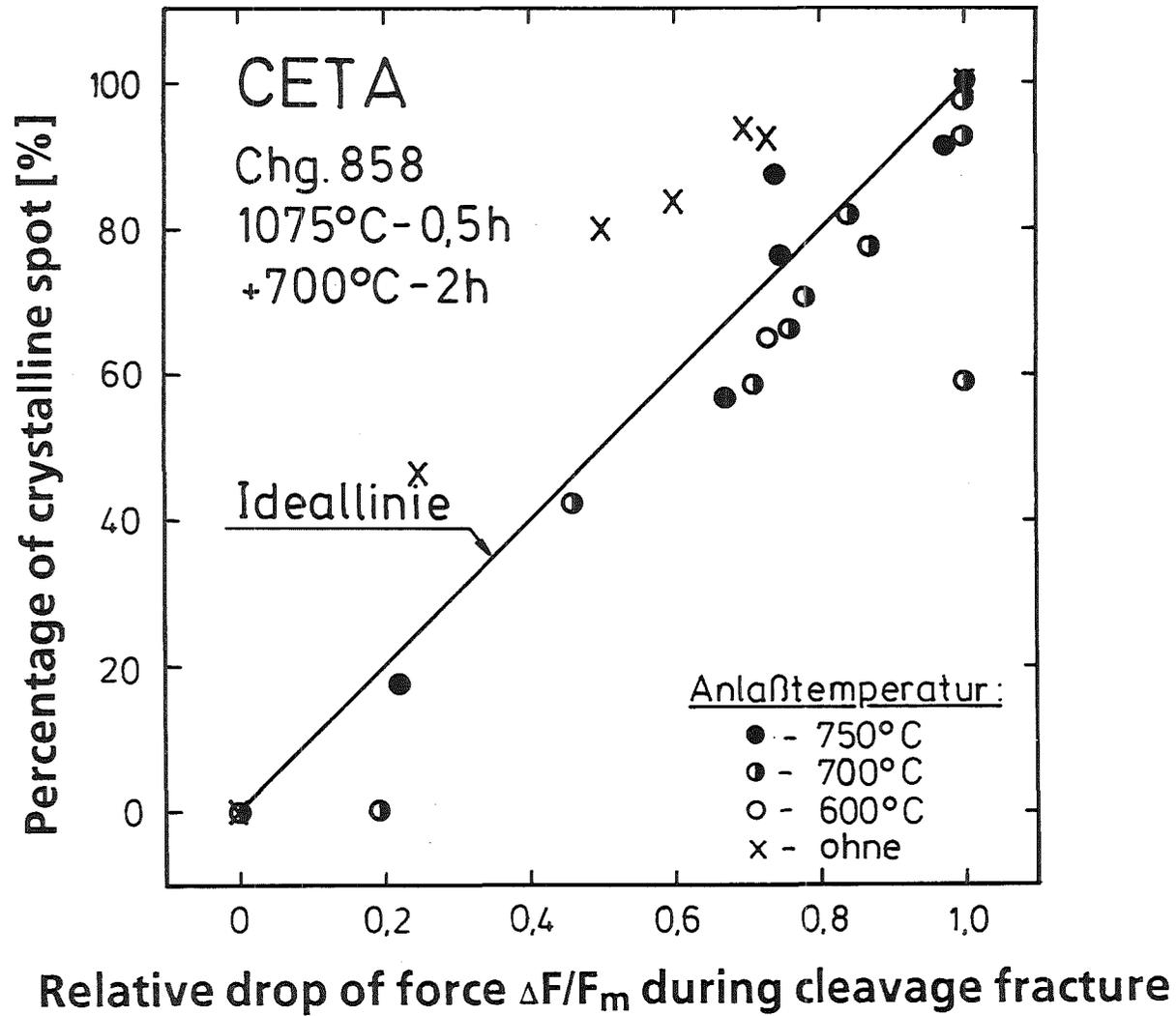


Fig. 24: Correlation of the crystalline spot and the drop of the force during the cleavage fracture for the steel CETA.