



Forschungszentrum Karlsruhe
Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte
FZKA 5624

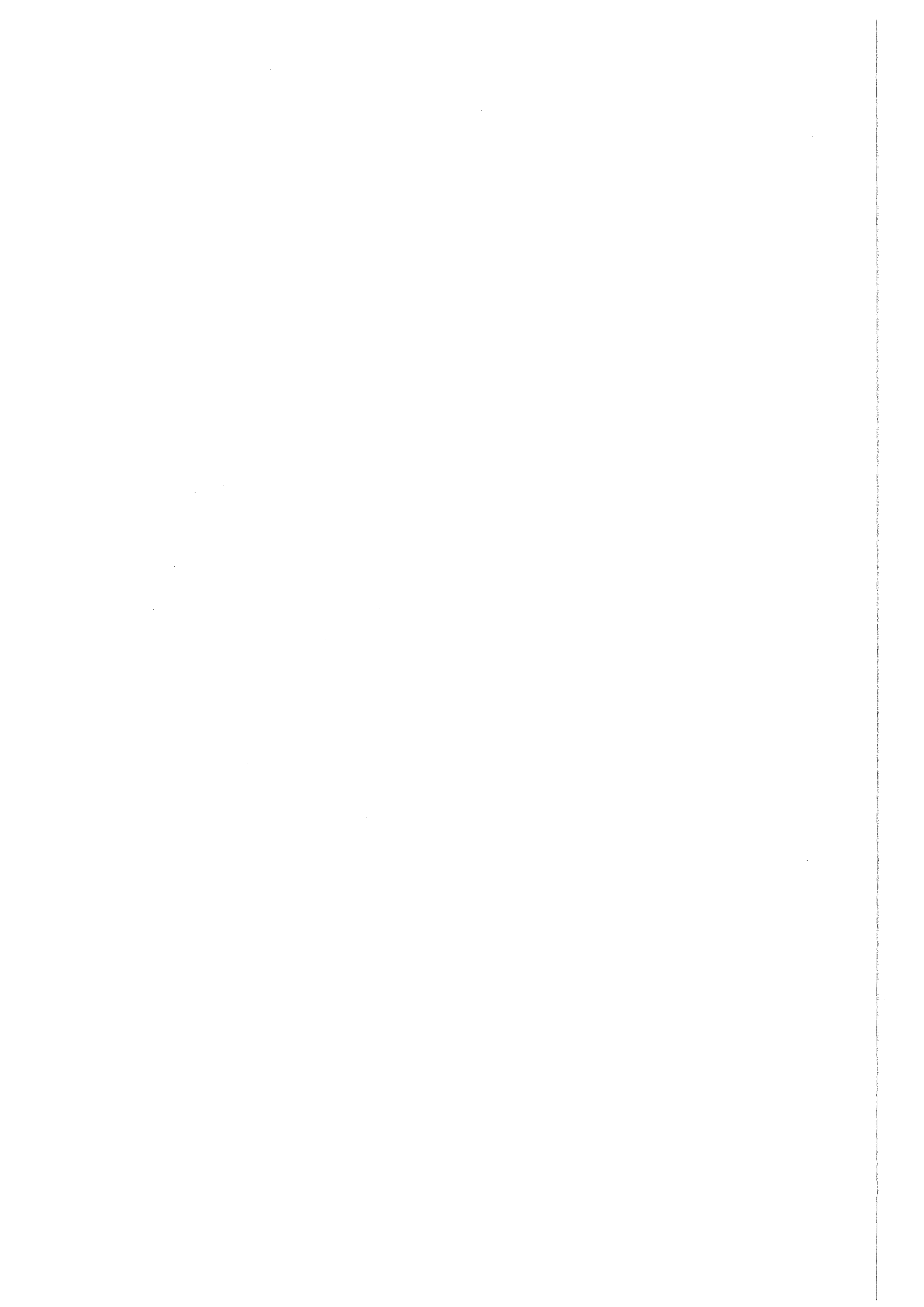
**OPTIFER, ein weiterer
Schritt zur Entwicklung
niedrigaktivierender
martensitischer Stähle**
**Ergebnisse von Charakterisie-
rungsversuchen**

**M. Schirra, K. Ehrlich, S. Heger,
M. T. Hernández, J. Lapeña**

**Institut für Materialforschung
Projekt Kernfusion**

Association Forschungszentrum Karlsruhe/EURATOM

November 1995



Forschungszentrum Karlsruhe

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 5624

**OPTIFER, ein weiterer Schritt zur Entwicklung niedrigaktivierender
martensitischer Stähle**

Ergebnisse von Charakterisierungsversuchen

M. Schirra, K. Ehrlich, S. Heger

M.T. Hernández, J. Lapeña**

Institut für Materialforschung

Projekt Kernfusion

Association Forschungszentrum Karlsruhe / EURATOM

***ITN - CIEMAT (Madrid)**

Programa de Materiales

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

1995

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

**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe**

ISSN 0947-8620

Kurzfassung

Im Rahmen der Entwicklungsarbeiten zu niedrigaktivierenden Strukturmaterialien für Fusionsreaktoren wurden 4 martensitische Fe-9.5Cr-Legierungen konzipiert mit unterschiedlichen Gehalten an Wolfram-Tantal und/oder Germanium als Substitutionselemente für Mo, Ni, Nb und Al. Für diese OPTIFER-Stähle wurden erstmals auf Grund neuerer Aktivierungsrechnungen die maximalen Konzentrationen aller radiologisch unerwünschter Begleitelemente bestimmt und für die Legierungshersteller spezifiziert. Die realen Legierungen liegen nach der doppelt-vakuum-Erschmelzung nur bei einigen Begleitelementen innerhalb der Spezifikation. Bei der Mehrzahl besteht noch eine erhebliche Lücke zwischen radiologischem Wunsch und metallurgisch/analytischer Wirklichkeit.

Das Umwandlungs- und Vergütungsverhalten entspricht in etwa dem konventioneller martensitischer 9-12% Cr-Stähle. Ein deutlicher Fortschritt ergab sich in Bezug auf das Kerbschlagzähigkeitsverhalten. Die W(Ce)-legierte OPTIFER-Version hat sowohl in der Hochlage als auch in der Lage des Steilabfalls (DBTT) bessere Werte als der konventionelle Stahl MANET-II aus dem Fusionsprogramm bei besseren Festigkeitskennwerten oberhalb 500°C. Die Ge(Ce)-Version weist bei nur moderatem Verlust in den Festigkeitswerten (im Vergleich zu MANET-II) eine deutliche Verbesserung in den Kerbschlagwerten und theoretisch eine stärkere Abnahme der Dosisrate als die W(Ce)-Version auf und liegt nahe bei der Abklingkurve des reinen Eisens.

OPTIFER, a Further Step in Development of Low Activation Martensitic Steels. Results of Characterization Experiments

Abstract

Within the framework of the development of low activation structural materials to be used in nuclear fusion reactors four martensitic Fe 9.5 Cr alloys were conceived with different contents of tungsten-tantalum and/or germanium as substitutions for Mo, Ni, Nb, and Al. As a result of recent activation calculations, the maximum concentrations of all accompanying elements, which are not desirable under radiological aspects, were determined for the first time for these OPTIFER steels and laid down in specifications for the manufacturers of the alloys. After double-vacuum melting, only the real alloys with some of these accompanying elements added are within the specifications. For the majority of alloys the gap between requests in radiological terms and the metallurgical/analytical reality is still considerable.

The behavior during transformation and heat treatment roughly corresponds to that of conventional martensitic 9 - 12% Cr steels. Progress has been conspicuous as regards the notch impact toughness behavior. Both at upper shelf level and in ductile brittle transition (DBTT) the W(Ce) alloyed OPTIFER variant exhibits more favorable values than the conventional MANET-II steel from the fusion program, with better strength characteristics above 500 °C. With an only moderate decrease in strength values (compared to MANET-II), the Ge(Ce) variant excels by a distinct improvement in notch impact toughness values and, theoretically, a stronger reduction in dose rate than the W(Ce) variant and comes close to the decay curve of pure iron.

Résumé

OPTIFER, un pas supplémentaire vers le développement d'aciers martensitiques de faible activation. Résultats d'essais de caractérisation.

Dans le cadre des travaux de développement sur des matériaux de structure de faible activation pour des réacteurs thermonucléaires, on a conçu 4 alliages martensitiques au Fe-9,5Cr ayant des teneurs variables en tungstène-tantale et/ou germanium comme éléments de substitution pour Mo, Ni, Nb et Al. Pour ces aciers OPTIFER, pour la première fois, on a utilisé des calculs d'activation plus récents pour déterminer les concentrations maximales de tous les éléments résiduels indésirables radiologiquement et pour les spécifier pour les fabricants d'alliages. Après la refusion sous double vide, les alliages réels ne respectent la spécification que pour quelques éléments résiduels. Pour la plupart d'entre eux, des écarts notables subsistent entre l'idéal radiologique et la réalité métallurgique/analytique.

Le comportement à la transformation et au traitement de trempe et de revenu correspond approximativement à celui des aciers martensitiques classiques à 9-12% de Cr. Un progrès sensible a été atteint pour le comportement de résilience. La version OPTIFER allié au W(Ce) présente non seulement dans la zone supérieure, mais aussi dans la zone de transition (DBTT) de meilleurs valeurs que l'acier classique MANET-II du programme de réacteurs thermonucléaires, pour de meilleures caractéristiques de résistance mécanique à plus de 500°C. La version du Ge(Ce), pour des pertes de résistance mécanique modérées (par rapport à MANET-II), présente une amélioration notable des valeurs de résilience et, théoriquement, une diminution plus forte du débit de dose que la version au W(Ce) et se rapproche de la courbe de désactivation du fer pur.

Resumen

OPTIFER, un paso mas hacia el desarrollo de un acero martensítico poco activable. Resultados de los ensayos de caracterización.

En el marco del desarrollo de materiales de baja activación para reactores de fusión, se han diseñado 4 aleaciones martensíticas de Fe-9,5 Cr con diferentes contenidos de W, Ta, y/o Ge que actúan como elementos de sustitución del Mo, Ni, Nb y Al. Para estas aleaciones OPTIFER se han determinado por primera vez, los valores nominales para las concentraciones máximas de todos los elementos indeseables desde el punto de vista radiológico en base a recientes cálculos de radiación neutronica. En las aleaciones reales, después de la fundición (doble vacío) solamente para algunos elementos la concentración está dentro de las especificaciones. Para la mayoría de los elementos hay una discrepancia considerable entre deseo radiológico y realidad metalurgica.

El comportamiento durante la transformación, el templeado y revenido corresponde aproximadamente al de los aceros martensíticos convencionales de 9-12% Cr.

Un comportamiento distinto se observa en relación a la tenacidad. La versión OPTIFER-W(Ce) tiene tanto en upper-shelf como en DBTT valores mejores que el acero MANET-II del programa de fusión, y mejores valores de resistencia a temperaturas por encima de 500°C. También la versión Ge(Ce) muestra del mismo modo un mejoramiento a la tenacidad, con una pérdida moderada en los valores de tracción y teóricamente una disminución del plazo de dosis más rápido que W(Ce) y cerca de la curva de desactivación de hierro puro.

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	1
2.	Versuchsmaterial	2
3.	Versuchsergebnisse	3
3.1	Umwandlungsverhalten	3
3.2	Härteverhalten	4
3.3	Anlaßverhalten	5
3.4	Zugfestigkeitseigenschaften	7
3.5	Kerbschlagzähigkeitsverhalten	9
3.6	Zeitstandverhalten	10
4.	Diskussion und vorläufige Bewertung	12
5.	Literatur	15

1. Einleitung

Die Verwendung von martensitischen Stählen als Blanket-Strukturmaterial für die in der Planung befindlichen Fusionsanlagen hat gegenüber austenitischen Stählen bzw. Vanadin-Legierungen u.a. Vorteile aufgrund der besseren Strahlenbeständigkeit bzw. weiter entwickelter Herstellungs- und Verarbeitungstechnologien [1, 2]. Die weltweit betriebenen Entwicklungsarbeiten beschränken sich nicht nur auf die Modifikation von konventionellen martensitischen Stählen aus dem nichtnuklearen Bereich für den Einsatz in einer Fusionsmaschine, sondern führten auch zu einer speziellen Entwicklungslinie für niedrigaktivierende Legierungen in der Nukleartechnik [3, 4, 5]. Dabei werden in den konventionellen martensitischen Stählen die durch Neutronenstrahlung stark aktivierten Legierungselemente mit langsamer Abklingzeit (z.B. Nb, Mo, Ni) substituiert und eine größere Anzahl unerwünschter Begleitelemente, denen bisher in der Metallurgie keine besondere Bedeutung beigemessen wurde, auf ein sehr niedriges Konzentrationsniveau gedrückt. Die Substitution der vorgenannten Elemente bedeutet aber einen massiven metallurgischen Eingriff, sind doch diese Elemente u.a. die Garanten für das Festigkeits- und Zähigkeitsniveau der konventionellen Legierungen. In einem ersten Entwicklungsschritt wurden Versuchslegierungen mit Cer und Tantal als Substitutionselemente vom Forschungszentrum Karlsruhe gemeinsam mit CIEMAT-Madrid hergestellt und untersucht, wobei gezeigt wurde, daß die Anforderungen in bezug auf Festigkeit und Zähigkeit erfüllbar sind [6, 7]. Auf der Grundlage neuerer Aktivierungsrechnungen, unter Berücksichtigung sequentieller Reaktionen, wurden für alle unerwünschten Begleitelemente die maximal zulässigen Obergrenzen bestimmt [8, 9, 25].

In einem weiteren Entwicklungsschritt wurde darauf aufbauend vom Forschungszentrum Karlsruhe im Rahmen des Projektes Kernfusion eine Gruppe martensitischer Stähle entworfen, die unter der Bezeichnung OPTIFER (optimierter Ferrit) im europäischen Longterm-programm untersucht und weiterentwickelt werden [10]. Der vorliegende Bericht enthält die Ergebnisse der Charakterisierungsarbeiten an diesen OPTIFER-Stählen, die vom Forschungszentrum Karlsruhe/IMF-I in Zusammenarbeit mit dem CIEMAT-/Programa de Materiales im Rahmen des europäischen Projektes Kernfusion und der Acciones Integradas bisher erarbeitet wurden.

2. Versuchsmaterial

Konzipiert wurden 4 Varianten eines 9,5% Cr-Stahles, wie sie in der Tabelle 1 aufgeführt sind. In der Gruppe A ist die Grundzusammensetzung und in der Gruppe B sind die variierten Substitutionselemente aufgeführt. Bei den Varianten Ia und Ib handelt es sich um einen W-Ta-legierten Stahl, bei dem der Desoxidationsprozeß variiert wurde (über Cer bzw. Yttrium). Variante II sollte als wesentliche Substitutionselemente Ge + Ta [28] und Variante III 1.5% Ta enthalten.

Die Gruppe C umfaßt die radiologisch zulässigen Obergrenzen aller unerwünschten Begleitelemente. Eine Einhaltung dieser extrem niedrigen Konzentration ist die Voraussetzung für die sogenannten niedrigaktivierenden Stähle, d.h. die Abklingkurve der Dosisrate verläuft möglichst nahe bei der des reinen Eisens, so daß in einem überschaubaren Zeitraum bestrahlte Komponenten ohne besondere Schutzmaßnahmen wieder handhabbar sind (Hands-on Level) [8, 9, 25]. Die Realisierung der vorgeschlagenen Varianten sollte auch aufzeigen, welche Konzentrationen bei dem heutigen Stand der Technik eingehalten werden können. Ferner ergibt sich für die Chemiker ein erheblicher Handlungsbedarf in bezug auf Entwicklung geeigneter Analysemethoden zum sicheren Nachweis dieser z.T. extrem niedrigen Konzentrationen.

Die 4 Varianten wurden von der Fa. SAARSTAHL-Völklingen als 25 kg-Chargen doppelt vakuumerschmolzen. D.h. nach der 1. Erschmelzung im Vakuum Induktionsofen wurde der Kokillenabguß auf \varnothing 75 mm geschmiedet und auf \varnothing 70 mm abgedreht. Anschließend wird dieser Stab als selbstverzehrende Elektrode im Vakuum-Lichtbogenofen umgeschmolzen. Der dann vorliegende Block von \varnothing 100 mm wurde zu 4-kant 25 mm-Stäben ausgeschmiedet, womit auch die Verformbarkeit dieser Legierungen demonstriert wurde.

Erste Gefügeuntersuchungen nach verschiedenen Wärmebehandlungen ergaben, daß alle Varianten δ -Ferrit-frei waren und metallografisch kein Restaustenit erkennbar war, d.h. erwartungsgemäß und in Übereinstimmung mit dem CrNi-Diagramm sind alle Varianten als vollmartensitisch anzusehen [11, 12].

Die chemische Zusammensetzung geht aus der Tabelle 2 hervor. Vom Hersteller liegen für jede Variante 2 Analysen vor, die durch eine Kontrollanalyse von CIEMAT weitgehend bestätigt werden. Die Legierungselemente der Gruppen A+B sind bis auf geringe Abweichungen gegenüber der Spezifikation in Tabelle 1 weitgehend eingehalten worden. Lediglich bei der mit Yttrium desoxidierten Variante Ib ist der Stickstoff und Schwefelanteil deutlich niedriger ausgefallen

und die Gehalte an Ce, Ta und Al sind erhöht gegenüber den mit Cer desoxidierten Varianten.

Die Anteile der unerwünschten Begleitelemente (Gruppe C) sind anschaulich im Bild 1 dargestellt. Soweit bisher sicher analysiert, sind gegenüber dem radiologisch Wünschenswertesten (limit) lediglich die Gehalte an Si, Ti und Sn weitgehend eingehalten worden, wohingegen bei den Elementen Mo, Ni, Cu und Al deutliche und bei Nb ein beträchtlicher Unterschied zwischen Wunsch und metallurgischer Wirklichkeit besteht. Diese Darstellung verdeutlicht auch den Entwicklungsaufwand, der im metallurgischen und analytischen Bereich noch betrieben werden muß.

3. Versuchsergebnisse

3.1 Umwandlungsverhalten

Für Wärmebehandlungen ist die Kenntnis des Umwandlungsverhaltens der martensitischen Stähle sehr wesentlich, wobei in der Praxis dem Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild für kontinuierliche Abkühlung eine besondere Bedeutung zukommt. Aus diesem Grunde wurden für alle wesentlichen Varianten im Rahmen der Entwicklungsarbeiten des Forschungszentrums Karlsruhe an den sogenannten 12% Cr-Stählen entsprechende ZTU-Diagramme erstellt [13].

Für die OPTIFER-Legierungen sind im Bild 2 die ZTU-Schaubilder wiedergegeben, wobei für die W-Ta-Varianten lediglich 1 Diagramm (für Ib) erstellt wurde, weil lediglich der unterschiedliche Desoxidationsprozeß keine wesentliche Änderung im Umwandlungsverhalten erwarten lassen sollte. Im Vergleich zum konventionellen martensitischen Stahl MANET-II aus dem Fusionsprogramm [14], der auch bei der langsamsten Abkühlgeschwindigkeit von 0,2°/min noch keine perlitische Umwandlung zeigt, erfolgt sowohl bei den OPTIFER-Varianten als auch bei der Vorgänger-Legierung CeTa ab 2,5°/min bzw. 5°/min die Umwandlung in der Perlit-Stufe. Diese Abkühlgeschwindigkeiten sind jedoch noch immer ausreichend, um auch größere Abmessungen bei Luftabkühlung vollmartensitisch durchzuhärten (Lufthärter). Die Perlitausbildung kann sowohl lamellar (P) als auch globular (F+Kb) sein. Auf Grund des niedrigen C-Niveaus wird bei keiner dieser Legierungen eine voreutektoide Karbidausscheidung beobachtet.

Die Ta-Version OPTIFER III zeigt den frühesten Umwandlungsbeginn in der P-Stufe, die höchsten Werte für die Martensitbildungstemperaturen M_s und M_f und deutlich niedrigere Abschreckhärtewerte (O an der Abszisse). Die Ursache sind aus der Schmelze ausgeschiedene Primärkarbide (Ta_3C), die einen Teil des Koh-

lenstoffgehaltes binden, der somit nicht mehr der Matrix zur Verfügung steht. Hierauf wird im Kapitel 3.2 noch näher eingegangen. Die für die Wahl der maximalen Anlaßtemperatur sehr wesentliche α - γ -Umwandlungstemperatur A_{c1b} liegt für die OPTIFER- und CeTa-Legierungen deutlich höher. Die auch bei OPTIFER höheren M_s - und M_f -Temperaturen vermindern die Gefahr des Auftretens von Restaustenit.

Die Abkühlung eines $\varnothing 10$ mm Stabes an Luft entspricht dem Verlauf der Abkühlkurve $\lambda = 1.0$. Bei Wärmebehandlung von Probenrohlingen im Muffelofen steht dann als Bezeichnung (Temp.)/Luft. Die entstehende Zunder- und Entkohlungsschicht wird bei der Probenfertigstellung abgearbeitet. Werden fertige Proben vergütet, erfolgt zur Vermeidung der Oxidationsschicht die Wärmebehandlung unter Vakuum im Quarzrezipienten. Die Abkühlgeschwindigkeit liegt dann im Bereich $\lambda = 1-3$ und gewährleistet gemäß ZTU-Schaubild eine volle martensitische Durchhärtung. Für die Behandlung steht dann (Temp.)-V/Vakuum.

3.2 Härteverhalten

Zur Ermittlung des Härteverhaltens wurden Proben im Temperaturbereich von 950° bis 1150° gehärtet, an denen anschließend die Härte und Korngröße bestimmt wurden. Diese Versuche dienen der Festlegung der optimalen Härtetemperatur unter Berücksichtigung einer ausreichend kleinen Korngröße wegen günstiger Kerbschlagzähigkeitseigenschaften.

Im Bild 3a ist die Ansprunghärte in Abhängigkeit von der Härtetemperatur aufgetragen. Die Varianten OPTIFER-Ia (Δ), Ib (∇) und II (\bullet) erreichen das maximale Härteniveau (≈ 400 HV30) ab 950° Härtetemperatur.

Zum Vergleich ist die Härtekurve von CeTa eingezeichnet, die ab 850° mit zunehmender α - γ -Umwandlung steil ansteigt und ebenfalls ab 950° ein Plateau bei ≈ 410 HV30 erreicht. Das etwas höhere Härteniveau hängt mit dem höheren C-Gehalt von CeTa (0.17%) zusammen. Die Ta-legierte OPTIFER-Charge 666 weist dagegen bei 950° Härtetemperatur nur eine Härte von 330 HV30 auf, die sich bei 1150° noch bis auf 350 HV30 erhöht. Die metallografische Untersuchung ergab, wie schon im Kapitel zuvor kurz erwähnt, daß zahlreiche, aus der Schmelze gebildete Primärkarbide (Ta_3C) vorliegen (s. Bild 4), die einen Teil des Kohlenstoffs abgebunden haben, der für die Martensitbildung bzw. Martensithärte nicht mehr zur Verfügung steht.

Die Härte in Abhängigkeit vom C-Gehalt ist im Bild 5 anhand von Literaturangaben und eigenen Befunden an verschiedenen Entwicklungslegierungen dargestellt [5, 15]. Ein Härteniveau von 340 HV30 entspräche einem Matrix-C-Gehalt von $\approx 0.07\%$. Deutlich ist auch die etwas niedrigere Härte der CeTa-Legierung erkennbar, die allerdings nur 0.48% Ta und wesentlich weniger Primärkarbide aufweist.

Die metallografische Untersuchung der Härteproben erbrachte in Bezug auf die Austenitkorngröße folgende Ergebnisse (Bild 3-b): Die kornfeinende Wirkung von Tantal ist offensichtlich. Die Variante III mit 1.6% Ta (Chg. 666) weist bis 1100° Härtetemperatur noch ein extrem feines Korn auf. Die beiden W-Varianten Ia + Ib mit den etwas differierenden Ta-Anteilen von 0.066% bzw. 0.16% zeigen auch bis 1075° unterschiedliche Korngrößen auf, jedoch sind diese mit ~ 45 bzw. $30 \mu\text{m}$ noch als ausreichend fein anzusehen. Im Vergleich zu CeTa mit rd. 0.5% Ta ergibt sich eine gute Übereinstimmung. Die Wahl von 1075° als Härtetemperatur für diese Varianten sichert ein ausreichend feines Korn und die direkte Vergleichbarkeit mit den Ergebnissen an anderen Entwicklungslegierungen [2, 5, 7, 14]. Dagegen hat der Ge-Zusatz bei der OPTIFER-Charge 668 keine kornfeinende Wirkung. Mit steigender Härtetemperatur nimmt der mittlere Korndurchmesser von $30 \mu\text{m}$ bei 950° auf $150\text{-}180 \mu\text{m}$ bei 1075° zu. Im Hinblick auf günstiges Kerbschlagzähigkeitsverhalten wird für diese Variante sowohl 950° (maximale Härte + feines Korn) als auch 1075° als Härtetemperatur (wg-Vergleich) gewählt. Dabei kann auch der technologische Aspekt im Auge behalten werden, daß Temperaturen $< 1000^\circ\text{C}$ im Herstellungs- und Verarbeitungsprozeß wirtschaftlicher und praktikabler sind als Temperaturen $> 1000^\circ\text{C}$.

3.3 Anlaßverhalten

Der Einfluß der Anlaßtemperatur auf die Härte, und damit indirekt auch auf die Festigkeit, geht aus Bild 6 hervor. Ausgehend vom Härteniveau 390-410 HV30 für die OPTIFER-Chargen 664, 667, 668 und CeTa der bei 1075° bzw. 950° gehärteten Proben, haben Anlaßbehandlungen bis 450° 2h keinen wesentlichen Einfluß auf die Härte. Im Anlaßtemperaturbereich 475-525° bildet sich ein Sekundärhärtemaximum mit Werten von 420-430 HV30 aus. Dieses Maximum wird in mehr oder weniger stark ausgeprägter Form bei allen 8-12% Cr-Stählen beobachtet und ist vom C-Gehalt abhängig. Daher ist es auch verständlich, daß bei der Charge 666 (\square), bei der ein Teil des C-Gehaltes vorab über TaC-Primärkarbide abgebunden wurde, dieses Maximum nicht auftritt. Oberhalb 550° setzt die Anlaßwirkung voll ein und bis 800° fallen die Härtewerte für alle Varianten auf 175-190 HV30 ab.

Der Härteanstieg bei 850° hängt mit dem Überschreiten von Ac_{1b} zusammen, wenn die α - γ -Umwandlung einsetzt und beim Abkühlen eine erneute Teilhärtung erfolgt.

Anhand dieses Vergütungsschaubildes kann man die maximale Anlaßtemperatur mit einem gewissen Sicherheitsabstand zur α - γ -Umwandlungstemperatur Ac_{1b} festlegen. Für die weiteren Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften wurde als Referenzanlaßtemperatur 750° gewählt.

Das Gefüge der OPTIFER-Varianten nach der Referenzvergütungsbehandlung 1075°30' + 750°2h (Chg. 664, 667, 666, 668) bzw. 950°2h + 750°2h (Chg. 668) geht aus den Bildtafeln 7-9 hervor. Zunächst ist in der Bildtafel 7 beispielhaft die Entwicklung des martensitischen Gefüges und der Korngröße in Abhängigkeit von der Härtetemperatur (950-1150°) für OPTIFER anhand der Charge 664 dargestellt. Die Gefüge des Referenzzustandes mit 1075° Härtetemperatur + 750° Anlaßtemperatur für OPTIFER-Ia, Ib, III enthält Bildtafel 8. Die der Härtetemperatur 1075° vorgeschaltete Austenitisierung bei 950°-2h bedeutet eine Homogenisierungsbehandlung des geschmiedeten Materials. Der Gefügevergleich zeigt deutlich das wesentlich feinere Gefüge der Ta-reichen Charge 666. Für die Gehaltige Charge 668 ist der gewählte Referenzzustand mit 950° Härtetemperatur + 750° Anlaßtemperatur im Bild 9 dargestellt, mit dem Gefüge für 1075° + 750°.

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 (Stabilisieren n. DIN 17014). 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 [16], der später durch eine Arbeit von Larson und Miller [17] zur Beschreibung des Zeitstandfestigkeitsverhaltens bekannter wurde.

An den OPTIFER-Chargen wurden Proben des Referenzzustandes (gehärtet + 750°2h/L) im Temperaturbereich 500-750° zusätzlich Glühzeiten von 20 bis 2000h unterworfen und anschließend metallografisch untersucht. Im Bild 10 wird die Änderung der Härte in der Temperatur-Zeit-Abhängigkeit dargestellt. Unter

a) sind die Kurven für den nur gehärteten Zustand für zweistündiges Anlassen bei 450-800° aufgeführt (aus Bild 6). Der Einfluß der zusätzlichen Glühungen bei 500-750° und 20 bis 2000 h auf die Härte wird durch die Kurven mit geschlossenen Symbolen (b) dargestellt und diese veranschaulichen, wie sich die Härte des ursprünglich eingestellten Vergütungszustandes ändert, wenn das Material langfristig bei erhöhten Temperaturen beansprucht wird.

Bis zu einem P-Wert von 18.5 (dies entspricht $\sim 550 > 20\ 000$ h bzw. $600^\circ > 5000$ h) ist keine Änderung in der Härte erkennbar. Erst darüberhinaus zeigt sich eine leichte Härteabnahme bei den OPTIFER-Chargen 664, 667 und 668 mit der gleichen Tendenz wie die Legierung CeTa.

Die OPTIFER-Charge 666 mit 1.5% Ta dagegen zeigt ab $P \geq 19.4$ eine ausgeprägte Härteabnahme bis auf Werte von ~ 100 HV30. Die Ursache ist eine Rekristallisation des Vergütungsgefüges mit Grobkornbildung, wie die metallografischen Befunde in der Bildtafel 11 zeigen (Sekundärrekristallisation [29]). Die 3 Gefügebilder gelten für die Glühversuche bei 500°-600°-700° über jeweils 2000 h. Die zusätzlich eingetragenen Härtewerte für weitere Glühtemperaturen und -zeiten veranschaulichen den Beginn und Fortgang der Rekristallisation.

3.4 Zugfestigkeitseigenschaften

Von allen OPTIFER-Varianten wurden Zugversuche nach DIN 50145 durchgeführt. In einer ersten Serie wurden gehärtete und im Temperaturbereich 300-800° angelassene Proben bei Raumtemperatur geprüft, um den Einfluß der Anlaßtemperatur zu erfassen. In einer zweiten Serie wurden vergütete Proben (gehärtet + 750° angelassen) im T-Bereich 300-650° geprüft, um den Einfluß der Prüftemperatur auf die Zugfestigkeitskennwerte zu ermitteln (Tabelle 3-5).

Die bei RT ermittelten Kennwerte sind im Bild 12 in Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur aufgetragen. Bis 450° Anlaßtemperatur werden die Kennwerte nicht wesentlich beeinflusst, wobei die Charge 664, 667 und 668 fast identische Werte aufweisen, die auch denen der konventionellen MANET-II-Charge entsprechen. Die Ta-legierte Charge 666 hat fast erwartungsgemäß deutlich niedrigere Zugfestigkeits- und Streckgrenzenwerte, was in guter Übereinstimmung steht mit den niedrigeren Härtewerten in den Bildern 3+6. Oberhalb 600° ist die Anlaßwirkung sehr ausgeprägt, so daß alle OPTIFER-Varianten in fast gleichem Maße eine starke Abnahme der Festigkeitskennwerte R_m und $R_{p0.2}$ und eine mehr oder weniger starke Zunahme der Duktilitätskennwerte A , A_g und Z zeigen. Die Festigkeitskennwerte der OPTIFER-Chargen oberhalb 600° Anlaßtemperatur ent-

sprechen den CeTa-Werten und liegen unterhalb der MANET-II-Werte, d.h., MANET-II ist in diesem Temperaturbereich etwas anlaßbeständiger.

Bei 500° Anlaßtemperatur zeigen die Chargen 664, 667 und 668 eine Erhöhung der Zugfestigkeitswerte, aber z.T. eine deutliche Abnahme der Streckgrenzenwerte, was zu einem deutlichen Minimum im Streckgrenzenverhältnis $R_{p0.2}/R_m$ führt (Teilbild f). Dieser Effekt wurde auch bei weiteren Entwicklungslegierungen des FZK-IMF-Programmes gefunden (Bild 13a). Dieses Streckgrenzenminimum (nicht zu verwechseln mit der 475°-Versprödung) hat seine Ursache in komplexen Ausscheidungsvorgängen, die in der Literatur vielfach beschrieben sind, aber - wie im Falle dieses Streckgrenzenminimums - nur unzureichend mit mechanischen Eigenschaften korreliert wurden [18, 19]. Lediglich in einer Arbeit von Irvine et al. [20] wird an einem 12% CrNiMoV-Stahl der gleiche Effekt beschrieben, der mit steigendem C-Gehalt (0.13% - 0.26%) immer ausgeprägter wird. Ausführliche Strukturuntersuchungen der Autoren ergaben, daß durch die Abkühlung an Luft genügend Zeit bleibt, daß sich feine Fe_3C -Ausscheidungen bilden und nach Unterschreiten von M_5 ein Selbstanlaßeffect beobachtet wird. Beim nachfolgenden Anlassen bilden sich ab 450-500° feine Matrixausscheidungen (Cr_7C_3 , Cr_2C). Es wird eine Auflösung von Fe_3C anstelle von Cr_7C_3 in der Matrix beobachtet und ein Wachsen der $M_{23}C_6$ -Korngranzkarbide auf Kosten der Cr_7C_3 -Karbide, welche vergrößern. Dieser Befund wird durch eigene Untersuchungen an einer 1.4914-Variante bestätigt [21].

Wenn dieser Ausscheidungsablauf infolge der langsameren Abkühlung durch die Lufthärtung die Ursache für das Streckgrenzenminimum ist, sollte bei einer schnellen Abkühlung durch Wasserhärtung dieser Effekt nicht auftreten.

Von drei Legierungen wurden Proben bei 1075° 30 min in Wasser gehärtet und zwischen 300-700° angelassen und bei RT geprüft. Die Ergebnisse im Teilbild 13b zeigen, daß in der Tat bei 500° kein Minimum mehr auftritt. Auch im Zugfestigkeitsschaubild zeigen wassergehärtete Proben einen allmählichen Übergang in der Abhängigkeit von der Anlaßtemperatur statt der Maxima und Minima [14 - Bild 21]. Daß die OPTIFER-Charge 666 (■) und die MANET-I-Charge (○) kein, bzw. nur ein schwach ausgeprägtes Minimum aufweisen im Verhältnis zum C-Gehalt, wird verständlich, wenn man sich daran erinnert, daß in diesen beiden Legierungen zahlreiche Zr- bzw. Ta-Primärkarbide vorlagen, die einen Teil des C-Gehaltes abgebunden haben, der also bei den o.a. Sekundärkarbidbildungsvorgängen fehlt.

Die Zugversuchsergebnisse der vergüteten Proben, die im Temperaturbereich 300-600°C geprüft worden waren, sind im Bild 14 in Abhängigkeit von der Prüf-

temperatur dargestellt. Die besten Zugfestigkeits- und Streckgrenzenwerte werden mit der Charge 666 (Ta-Version) erreicht, gefolgt von der mit Cer desoxidierten W-Version (Chg. 664). Die Werte der mit Yttrium desoxidierten W-Version liegen dagegen etwas niedriger. Dies dürfte auf den niedrigeren N-Gehalt (60 gegen 160 ppm) zurückzuführen sein, der zudem noch durch den relativ hohen Al-Gehalt (150 ppm) als AlN abgebunden wird. Die Ge-legierte Charge 668 weist im Vergleich dazu die niedrigsten Werte auf, jedoch entsprechen diese im T-Bereich 400-650° immer noch denen der CeTa-Legierung. Auch besteht praktisch kein Unterschied, ob bei 1075° oder 950° gehärtet wurde.

Die Duktilitätskennwerte A, Ag und Z verhalten sich in dieser Reihenfolge umgekehrt, lediglich bei Prüftemperaturen bis 500° hat die Ta-Version auch günstigere Gleichmaßdehnungswerte gegenüber den W-Versionen.

Das Streckgrenzenverhältnis $R_{p0,2}/R_m$ wird für die Ta- und W-Version oberhalb 500°C wieder ungünstiger, wohingegen CeTa, OPTIFER-Ge und auch MANET-II [14] bis 600° Prüftemperatur eine Erhöhung dieses Kennwertes aufweisen (14f).

3.5 Kerbschlagzähigkeitsverhalten

Die Bruchzähigkeit ist ein sehr wichtiges Auswahlkriterium, weil bei stoßartiger Beanspruchung (z.B. Plasma-Abbruch, Handhabungseffekte) martensitische Stähle bei tieferen Temperaturen mit einem spröden Bruch reagieren. Ergebnisse von Bestrahlungsversuchen zeigen, daß dieser Übergang vom duktilen zum spröden Bruch (Steilabfall) zu höheren Temperaturen hin verschoben wird [1, 22, 23]. Ziel der Entwicklungsarbeiten muß also sein, nicht nur im Kerbschlagversuch ermittelte gute Werte in der Hochlage zu erreichen, sondern auch eine Verschiebung des Steilabfalles in der A_V -T-Kurve zu möglichst tiefen Temperaturen.

Von den 4 OPTIFER-Varianten wurden in jeweils zwei Vergütungszuständen (gehärtet +750° bzw. 780° angelassen) Kerbschlagversuche im Prüftemperaturbereich -100° bis +80°C zur Ermittlung einer vollständigen A_V -T-Kurve von der Fa. SAARSTAHL durchgeführt und an den Proben der kristalline Bruchanteil bestimmt.

Für den bei 750° angelassenen Zustand sind im Bild 15a die Werte für die verbrauchte Schlagarbeit (A_V) in Abhängigkeit von der Prüftemperatur aufgetragen. Die besten Werte ergeben sich mit der W(Ce)-Charge 664 und der Ge-Chg. 668. Die W(Y)-Charge 667 ist von diesen beiden Chargen deutlich im Steilabfall zu höheren Temperaturen hin abgesetzt, obwohl die Zugfestigkeits- und Streckgrenzenwerte (Bild 14) gegenüber der W(Ce)-Charge niedriger liegen. Die Ta-Charge 666 hat zwar in der Hochlage noch gute Werte, aber bezüglich des Steilabfalls

liegt sie noch ungünstiger als die zum Vergleich eingetragenen A_V -T-Kurven von MANET-II und CeTa. Die Ursache dürfte bei den zahlreich vorliegenden Primärkarbiden liegen (s. Bild 4), die als Rißinitiatoren wirken. Gerade dieser Vergleich veranschaulicht, daß beim Übergang von der konventionellen MANET-II-Variante zu OPTIFER dem relativ moderaten Verlust an Festigkeit ein ausgeprägter Gewinn an Zähigkeit gegenübersteht.

Für den stufenförmigen Verlauf der A_V -T-Kurven der Chargen 664 und 668 kann noch keine Erklärung gegeben werden. Für den Übergang duktil/spröde gibt es verschiedene Kriterien. Eines ist FATT (Fracture Appearance Transition Temperature) und bezeichnet die Temperatur, bei der 50% kristalliner Bruchanteil auftritt (Bild 15b). Die ermittelten FATT-Werte verdeutlichen nochmals den erheblichen Unterschied im Spröbruchverhalten der verschiedenen OPTIFER-Varianten und MANET-II. FATT entspricht in etwa auch einem anderen Kriterium, das dem Wert der halben Schlagarbeit zwischen Hoch- und Tieflage entspricht, nämlich DBTT (Ductile-Brittle-Transition-Temperature).

Um das Potential der Kerbschlagzähigkeit durch eine maximale Anlaßtemperatur auszuloten, wurden auch bei 780° angelassene Proben untersucht. Im Kapitel 3.1 und Bild 2 wird gezeigt, daß die α - γ -Umwandlungstemperaturen A_{c1b} zwischen 820-830° liegen, gegenüber 780° für MANET-II. Daher hat auch eine Anlaßtemperatur von 780° für OPTIFER noch einen ausreichenden Sicherheitsabstand zu A_{c1b} . Die Ergebnisse dieses Vergütungszustandes sind im Bild 16 dargestellt. Die Erhöhung der Anlaßtemperatur bewirkt eine weitere Verschiebung des Steilabfalls zu tieferen Temperaturen, was sich auch in entsprechend niedrigeren FATT-Werten zeigt.

3.6 Zeitstandverhalten

Metallische Werkstoffe haben die typische Eigenart, bei langzeitiger Beanspruchung bei höheren Temperaturen zu kriechen, bis sie, je nach Spannung, nach längerer oder kürzerer Zeit versagen. Dieses Verhalten wird im Zeitstandversuch (DIN 50118) geprüft, bei dem Proben unter konstanter Temperatur und Last, die weit unter der Zugfestigkeit liegt, eingesetzt werden. Diese Versuche sollen den praxisrelevanten Einsatzzeitraum der Werkstoffe abdecken oder diesem möglichst nahekommen, da einer Extrapolation von Kurzzeitversuchsergebnissen auf lange Beanspruchungszeiten enge Grenzen gesetzt sind. Für Anlagenstrukturwerkstoffe bedeutet das in jedem Falle auch Versuche mit Standzeiten größer als 104 h.

Die Zeitstandversuche an den OPTIFER-Varianten werden im Temperaturbereich 450-700°C durchgeführt und decken bisher teilweise den Standzeitbereich bis \approx 8000 h ab. Die Versuche werden mit Gewindekopfproben der Abmessung \varnothing 5 x 25 mm ($d_o \times L_o$) in identischen Anlagen beim FZK und CIEMAT 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. Dieser Teil des Untersuchungsprogrammes, unter Einschluß der begleitenden Gefügeuntersuchungen an den geprüften Proben, dürfte bis Ende 95/Anfang 96 abgeschlossen sein. Die detaillierte Auswertung und insbesondere die Bewertung des Kriechverhaltens, wird Gegenstand einer weiteren Arbeit sein.

Im Rahmen dieses Berichtes soll lediglich anhand des Bildes 17 eine erste Übersicht über die Zeitstandfestigkeit der OPTIFER-Varianten im Vergleich zum MANET-II und CeTa-Stahl beim gegenwärtigen Stand der Untersuchungen gegeben werden. In dieser Darstellung sind auf der Abszisse Standzeit und Prüftemperatur mit einem werkstoffabhängigen Festwert in einem Parameter verknüpft [17]. Die aus den Einzelwerten sich ergebende Mittelwertkurve für jede Legierung wird als Zeitstand-Hauptkurve bezeichnet. Mit Hilfe des unterhalb angegebenen Auflösungsnetzes lassen sich in erster Näherung die Spannungen für experimentell noch nicht abgedeckte Standzeiten abschätzen.

Die höchsten Zeitstandfestigkeitswerte werden zunächst im unteren T/t-Bereich von der Ta-Charge 666 erreicht, sie liegen noch über den Werten des MANET-II-Stahles. Durch die bei dieser Variante beobachtete Rekristallisation, die im Kapitel 3.3 (Bilder 10 + 11) schon beschrieben wurde und unter Spannungseinfluß beschleunigt abläuft, kommt es bei $T \geq 600^\circ$ zu einem drastischen Abfall der Zeitstandfestigkeit. Ob diese Abnahme auch bei $\leq 550^\circ$ Prüftemperatur auftritt, müssen die noch laufenden Langzeitversuche zeigen.

Die mit Cer desoxidierte W-Variante 664 liegt in den Zeitstandfestigkeitswerten im Bereich von MANET-II, scheint aber oberhalb $P=25$ stabiler zu sein. Diese bessere Stabilität scheint aber nach den bisher vorliegenden Daten mit einem deutlichen Duktilitätsverlust verbunden zu sein. Für eine klare Aussage hierzu sind aber auch die Ergebnisse der Langzeitversuche abzuwarten. Die Kurve der mit Yttrium

desoxidierten W-Charge 667 ist gegenüber der Charge 664 zu deutlich niedrigeren Zeitstandfestigkeitswerten hin abgesetzt.

Die Ursache ist das ungünstige N/Al-Verhältnis, das auch schon zu einer Verminderung der Zugfestigkeitswerte führte, wie im Bild 14 gezeigt wurde. In einer Arbeit [24] wurde an zahlreichen CrNiMoVNB-Stählen nachgewiesen, daß bei Vorliegen eines relativ hohen Al-Gehaltes der als Legierungselement zugesetzte N-Anteil primär als AlN abgebunden wird und nicht mehr zur Karbonitridbildung zur Verfügung steht. Bei einem ausgeprägten N-Defizit kommt es zu einer Kriechanomalie in der Kriechkurve (bei der Charge 667 nicht beobachtet) und zu einem deutlichen Festigkeitsverlust.

Auf Grund der vom Hersteller angegebenen Doppelanalyse (Tabelle 2) ergibt sich nach stöchiometrischer Rechnung für die Charge 667 ein N-Defizit, wie die nachfolgende Aufstellung zeigt, und für die Charge 664 ein Überschuß ($N - (Al \cdot 0.52)$).

Chg. 664	N/Al	=	157/80	=	+ 115 ppm N
Chg. 667		=	62/150	=	- 16 ppm N
Chg. 666		=	173/100	=	+ 121 ppm N
Chg. 668		=	159/80	=	+ 117 ppm N

Die Kurve der Ge-legierten Charge 668 entspricht praktisch der OPTIFER-Vorgängerlegierung CeTa. Diese Mittelwertkurve der Ge-Charge ergibt sich aus Standzeitwerten von Proben, die sowohl bei 950° als auch bei 1075° gehärtet worden waren. Eine Absenkung der Härtetemperatur hat bei dieser Variante keinen Einfluß auf die Zeitstandfestigkeit.

Eine gleichartige Auftragung der bisher vorliegenden Zeiten für 1% Kriechdehnung führt zu einem ähnlichen Bild und gleicher Abstufung im Vergleich der verschiedenen Legierungen zueinander.

4. Diskussion und vorläufige Bewertung

Nachdem im ersten Schritt gezeigt wurde, daß die Substitution von Nb, Mo und Ni durch Cer und Tantal bei einem martensitischen 9.5% Cr-Stahl durchaus zu befriedigenden Festigkeitswerten und guten Zähigkeitswerten führte, wurden die OPTIFER-Stähle mit W, Ta und Ge als Substitutionselemente entworfen. Dabei wurden auch für alle radiologisch ungünstigen Begleitelemente, unter Berücksichtigung der sequentiellen Reaktionen, die maximalen Konzentrationen festgelegt und in die Materialspezifikation aufgenommen [25]. Die sich aus diesen Rechnungen ergebenden Abklingkurven der Ausgangsaktivität von rd. $5 \cdot 10^4$

Sv/h, im Bild 18 als OPTIFER-specif. bezeichnet, ergaben für die W-freien Versionen mit Ta bzw. Ge eine Abklingverhalten, das nahe an reines Eisen heranreicht. Die mit rd. 1% Wolfram spezifizierten Versionen zeigen oberhalb 10^2 Jahren ein deutlich verzögertes Abklingverhalten und unterschreiten den "Hands-on Level" erst nach $2 \cdot 10^3$ Jahren.

Die metallurgische Wirklichkeit zeigt allerdings die Kurve (x) für OPTIFER-real, die sich aus den Rechnungen mit den tatsächlichen Konzentrationen der hergestellten Legierungen (Tabelle 2) ergibt und weitgehend der Kurve von CeTa entspricht. Der wesentliche Beitrag für dieses stark verzögerte Abklingverhalten der realen OPTIFER-Legierungen ist dem mit rd. 100 ppm noch um 4 Größenordnungen zu hohen Nb-Anteil zuzuordnen. Diese Darstellung und Bild 1 zeigen deutlich, welche Anstrengungen auf metallurgischem und analytischem Gebiet noch notwendig sind, um die maximal zulässigen Konzentrationen an radiologisch ungünstigen Begleitelementen einzuhalten und auch sicher zu bestimmen. Dies gilt für alle Varianten von potentiellenniedrigaktivierenden Legierungen.

Unabhängig davon erlauben die bisherigen physikalisch-mechanischen Untersuchungen an den 4 OPTIFER-Versionen folgende vergleichende Aussagen und Bewertungen:

- Eine Desoxidation über Yttrium beim Schmelzprozeß der Wolfram-Varianten ist weniger effizient als über Cer, weil ein höherer Rest-Al-Gehalt festgestellt wird und Stickstoff als Legierungselement zu stark abgebrannt bzw. eliminiert wird. Damit verbunden sind ungünstigere Festigkeits- und Kerbschlagzähigkeitseigenschaften.
- Die Ta-Version (1.6%) bildet beim Erstarren zahlreiche Primärkarbide, die einen Teil des C-Gehaltes abbinden und das Härungsverhalten ungünstig beeinflussen. Damit verbunden ist ein ungünstiges Kerbschlagzähigkeitsverhalten (hohe FATT) sowie frühe Neigung zur Rekristallisation und Grobkornbildung.
- Die besten Kerbschlagzähigkeitswerte werden mit der W(Ce)- und Ge(Ce)-Version [28] erreicht. Sowohl in der Hochlage als auch bezüglich der Temperatur des Steilabfalls (FATT bzw. DBTT) stellen diese beiden OPTIFER-Varianten einen erheblichen Fortschritt gegenüber CeTa und dem konventionellen martensitischen 10.5% Cr-Stahl MANET-II dar.
- Trotz gleicher Kerbschlagzähigkeit weist die W(Ce)-Version gegenüber der Ge(Ce)-Version deutlich bessere Zug- und Zeitstandfestigkeitswerte auf, die

bei $T \geq 550^{\circ}\text{C}$ noch über den Werten von MANET-II liegen, wohingegen die Werte der Ge(Ce)-Version denen von CeTa entsprechen.

Für eine abschließende Bewertung des Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhaltens müssen noch die Ergebnisse der Langzeitversuche abgewartet werden, insbesondere wegen des Einflusses der Langzeitbeanspruchung auf die Duktilitätskennwerte. Bezüglich der Verbesserung des Kerbschlagzähigkeitsverhaltens haben die OPTIFER-Stähle noch ein erhebliches Potential durch Optimierung der Vergütungsbehandlung. Schon bei der Ge(Ce)-Version wurde gezeigt, daß eine Absenkung der Härtetemperatur von 1075° auf 950° keinen nachteiligen Einfluß auf die Zug- und Zeitstandfestigkeitswerte hat, aber das Kerbschlagzähigkeitsverhalten deutlich verbessert. An einer OPTIFER-Vorcharge (8.5% Cr + W, V, Ta) haben L. Schäfer et al. systematisch Härte- und Anlaßtemperatur variiert und den Einfluß auf Kerbschlagzähigkeit und Zugfestigkeit aufgezeigt [26, 27]. Bei dieser W-Version geht allerdings mit abnehmender Härtetemperatur die Verbesserung der Kerbschlagzähigkeitseigenschaften mit einer deutlichen Abnahme der Zugfestigkeitskennwerte einher.

Eine Absenkung der Härtetemperatur auf $\leq 1000^{\circ}$ ist aus technologischer Sicht für die Komponentenfertigung und -vergütung vorteilhaft.

In einer weiteren Arbeit werden die Ergebnisse der mikrostrukturellen Untersuchungen zusammengefaßt, insbesondere im Hinblick auf die Zugabe und Wirkung von Germanium. Erst die Bewertung dieser Ergebnisse mit den physikalisch-mechanischen Eigenschaften erlaubt eine Auswahl im Hinblick auf die Erschmelzung neuer Varianten bzw. einer "best-variante".

Danksagung

Die Autoren danken den Herren Falkenstein und Schweiger für die sachgerechte Durchführung der Wärmebehandlungs-, Zug- und Zeitstandversuche und den Herren Graf und Zimmermann für die metallografischen Untersuchungen.

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

Die Arbeit wurde im Rahmen der projektbezogenen Förderung (Acciones Integradas Hispano-Alemanas 1995) durch das BMBF unterstützt.

5. Literatur

- [1] K. Ehrlich, K. Anderko
"Metallische Werkstoffe als Erste-Wand-Werkstoffe für zukünftige Fusionsreaktoren". Journal of Nuclear Materials 171 (1990) S. 139-149

- [2] K. Ehrlich, D.R. Harries, A. Möslang (Editorial)
"Characterization and Assessment of Ferritic/Martensitic Steels".
FZKA 5626, in Vorbereitung

- [3] Proceedings of the IEA workshops on Low-Activation-Materials
a) Ispra/Italien, 1.-3.10.1990
b) Culham/GB, 8.-12.4.1991
c) JAERI/Japan, 26.-28.10.1992

- [4] S. Cierjacks, K. Ehrlich, E. Materna-Morris, L. Schäfer, M. Schirra,
C. Wassilew
"The physical metallurgy of 9-12% Cr-Steels. The development of
MANET and the Low Activation Alloy CeTa". See [3 c], Seite 125-148

- [5] K. Ehrlich, M. Schirra
"Entwicklungsarbeiten an Nb-stabilisierten martensitischen 9-12%
Chromstählen für Anwendungen in der Energietechnik". 15. Vortrags-
veranstaltung der AG Warmfeste Stähle und Hochtemperaturwerkstoffe,
Düsseldorf, 6.11.92

- [6] E. Dequidt, J. Arroyo, M. Schirra
"The Mechanical Behaviour of Newly Designed Low Activation High
Chromium Martensitic Steels". Journal of Nuclear Materials 179 (1991)
659-662

- [7] K. Anderko, K. Ehrlich, L. Schäfer, M. Schirra
"Ceta, ein Entwicklungsschritt zu einem schwach aktivierbaren martensiti-
schen Stahl". KfK 5060, Juni 1993

- [8] S. Cierjacks, Y. Hino
"The Importance of Sequential (x,n) Reactions on Element Activation of Fusion Reactor Materials". Journal of Nuclear Materials 170 (1990)
S. 134-139
- [9] S. Cierjacks
"Nuclear data needs for "Low-activation" fusion materials development". Fusion Engineering and Design 13 (1990) S. 229-239
- [10] K. Ehrlich, S. Kelzenberg, H.D. Röhrig, L. Schäfer, M. Schirra
"The Development of Ferritic-Martensitic Steels with Reduced Longterm Activation". Proceedings of ICFRM-6, Stresa-Italy, 27.9.-1.10.93. Journal of Nuclear Materials 212-215 (1994) S. 678-683
- [11] M. Schirra, S. Heger
"Der Einfluß des δ -Ferrit-Gehaltes auf die Vergütungseigenschaften und das Zugfestigkeits- und Zeitstandverhalten eines CrNiMoVNb-Stahles mit 9-14% Chrom". KfK 5080, Febr. 1994
- [12] M. Schirra
"Die historisch-empirische Entwicklung des Gefügediagramms der Cr-Ni-Stähle". Stahl und Eisen 112 (1992) Heft 10, S. 117-120
- [13] M. Schirra, H. Finkler
"Das Umwandlungsverhalten der hochwarmfesten martensitischen Stähle mit 8-14% Cr". FZKA 5607, Sept. 1995
- [14] M. Schirra, P. Graf, S. Heger, H. Meinzer, W. Schweiger, H. Zimmermann
"MANET-II, Untersuchungsergebnisse zum Umwandlungs- und Vergütungsverhalten und Prüfung mechanischer Eigenschaften". KfK 5177, Mai 1993
- [15] J.Z. Briggs, T.D. Parker
"The Super 12% Cr-Steels". Climax Molybdenum Company, New York 1963

- [16] 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
- [17] F.R. Larson, J. Miller
"A time-temperature relationship for rupture and creep stresses". Trans. ASME 72 (1952) 765/75
- [18] H. Wisniowski
"Hochwarmfeste 12%-Chromstähle". DEW-Technische Berichte, Heft 2, 1969, S. 117-133
- [19] W. Wessling
"Wärmebehandlung und mechanische Eigenschaften der hochwarmfesten Vergütungsstähle mit 12% Chrom". Sie und Wir, Siegen, Band 17, 1976, S. 4-12
- [20] K.J. Irvine, D.J. Crowe, F.B. Pickering
"The physical metallurgy of 12% chromium steels". Journal of the Iron and Steel Inst., Aug. 1960, S. 386-405
- [21] E. Materna-Morris, M. Schirra, K. Ehrlich
"The correlation between fracture behaviour and microstructure in a Nb-bearing, fully martensitic steel of type 1.4914". Materials for Nuclear Reactor Core Applications, Proc. Intern. Conf., Vol. 1, British Nuclear Energy Society, London, 263-269
- [22] R.L. Klueh, K. Ehrlich, F. Abe
"Ferritic/martensitic steels: promises and problems". Journal of Nuclear Materials 191-194 (1992) S. 116-124
- [23] M. Rieth, B. Dafferner, H.D. Röhrig, C. Wassilew
"Charpy impact properties of martensitic 10.6% Cr-steel (MANET-I) before and after neutron exposure". Fusion Engineering and Design 29 (1995) S. 365-370

- [24] M. Schirra, K. Anderko
"Anomalies in creep-curves of martensitic 9-14% chromium steels under long-term loading". Steel research 61 (1990) Nr. 6, S. 242-250
- [25] K. Ehrlich, S. Cierjacks, S. Kelzenberg, A. Möslang
"The development of structural materials for reduced long-term activation". 17th Intern. Symposium, Sun Valley - Idaho, USA, June 20-23, 1994, to be published in ASTM-STP 1270
- [26] L. Schäfer, H. Kempe
"Metallkundliche und mechanische Untersuchungen an dem schwach aktivierbaren martensitischen Chromstahl OPTIFER-IV". KfK 5353, August 1994
- [27] L. Schäfer, M. Schirra, K. Ehrlich
"Mechanical properties at low-activation-martensitic-8-10 CrWVTa steels of type OPTIFER. Paper to be presented at ICFRM-7, 25.-27.9.95, Obninsk, Russia
- [28] M. Schirra, K. Ehrlich, L. Schäfer
"Germanium enthaltender Stahl und seine Verwendung".
Patent 44 32 516 v. 18.7.95
- [29] H. Böhm
"Einführung in die Metallkunde". B.I. - Hochschultaschenbuch 196-196a, S. 158-160

LA-Versuchsschmelzen OPTIFER

Leg. Element	Variante I a	Variante I b	Variante II	Variante III
A) Fe	Basis	→		
Cr	9,3 - 9,7	Gew.%→		
C	0,11 - 0,13	→		
Mn	0,4 - 0,8	→		
P	max. 0,005	→		
S	max. 0,005	→		
V	0,2 - 0,3	→		
B	0,005 - 0,007	→		
N	0,02 - 0,04	→		
B) W	0,8 - 1,2	0,8 - 1,2	/	/
Ce	0,10	0,10	max. 0,1	max 0,1
Ta	0,06 - 0,10	0,06 - 0,10	0,06 - 0,10	1,3 - 1,7
Ge	/	/	1,0 - 1,5	/
Desoxidation über	Cer	Yttrium	Cer	Cer

C) Si < 0,04 %	Ti < 0,02 %	Zr < 0,01 %
Al < 1 ppm	Ag < 0,01 ppm	Eu < 0,02 ppm
Cu < 10 ppm	Tb < 0,01 ppm	Ir < 0,1 ppm
Ni < 10 ppm	Ho < 0,01 ppm	Bi < 2 ppm
Mo < 1 ppm	Sn < 30 ppm	Ca < 2 ppm
Nb < 0,01 ppm	Nd < 2 ppm	K < 2 ppm
Co < 10 ppm	Sm < 0,5 ppm	Rh /
Os < 10 ppm	Re < 10 ppm	Ru < 10 ppm
Hf < 10 ppm	H /	O /

Spezifikation

Tabelle 2:
OPTIFER-Chargen

Chemische Zusammensetzung

	Charge 664 - W-Ta(Ce)			667 - W-Ta(Y)			666 - Ta-(Ce)			Charge 668 - Ge, Ta(Ce)			Spezifikation
	Hersteller		CIEMAT	Hersteller		CIEMAT	Hersteller		CIEMAT	Hersteller		CIEMAT	
A) Fe	Basis →									Fe-Basis			
Cr	9,33	9,26	9,4	9,50	9,50	9,5	9,31	9,33	9,5	9,5	9,43	9,6	9,3 - 9,7
C	0,10	0,10	0,12	0,12	0,115	0,11	0,12	0,12	0,15	0,125	0,125	0,10	0,11 - 0,13
Mn	0,50	0,50	0,49	0,481	0,51	0,49	0,486	0,508	0,49	0,479	0,505	0,48	0,4 - 0,8
P	0,0046	0,0047	0,006	0,0039	0,004	0,005	0,004	0,004	0,005	0,0042	0,0044	<0,005	max. 0,005
S	0,005	0,005	0,006	0,001	0,001	0,002	0,002	0,002	0,003	0,002	0,002	0,003	max. 0,005
V	0,26	0,259	0,26	0,234	0,235	0,23	0,248	0,248	0,24	0,284	0,279	0,30	0,2 - 0,3
B	0,0062	0,0059	0,0066	0,0063	0,0063	0,0072	0,0065	0,0063	0,0082	0,006	0,0057	0,006	0,005 - 0,007
N	0,0153	0,0161		0,0059	0,0065		0,0169	0,0177		0,0157	0,0161		0,02 - 0,04
B) W	0,965	0,964	0,96	0,978	0,975	0,96	0,024	0,023	0,02	0,005	0,006	<0,01	0,8 - 1,2 bzw. /
Ce	< 0,001	< 0,001	< 0,001	0,042	0,040	0,034	< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001	0,1 bzw. max. 0,1
Ta	0,066	0,065	0,065	0,161	0,165	0,15	1,59	1,61	1,6	0,010	0,025	< 0,002	1,3 - 1,7 bzw. 0,06-01
Ge	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,12	1,19		1 - 1,5
C) Si	0,06	0,06	0,07	0,047	0,047	0,08	0,068	0,067	0,07	0,038	0,039	0,06	< 0,04
Al	0,008	0,008	0,007	0,015	0,015	0,010	0,010	0,010	0,009	0,008	0,008	< 0,001	< 0,0001
Cu	0,035	0,035	0,046	0,007	0,007	0,004	0,006	0,006	0,005	0,007	0,007	0,0055	< 0,001
Ni	0,005	0,005	0,007	0,005	0,005	0,01	0,005	0,005	0,012	0,005	0,005	< 0,008	< 0,001
Mo	0,005	0,005	0,003	0,005	0,005	0,003	0,005	0,005	0,003	0,005	0,005	< 0,0025	< 0,0001
Nb	0,009	0,009	0,010	0,010	0,011	0,02	0,017	0,017	0,01	0,009	0,009	< 0,01	< 0,000001
Ti	0,007	0,007	0,007	0,008	0,008	0,006	0,013	0,014	0,011	0,006	0,007	< 0,004	< 0,02
Sn	0,0005	0,0005	< 0,001	0,0005	0,0005	< 0,001	0,0005	0,0005	< 0,001	0,0005	0,0005	< 0,005	< 0,003
As	0,0093	0,0095	< 0,001	0,0091	0,0091	< 0,01	0,0084	0,0085	< 0,001	0,0085	0,0088	< 0,01	
Sb	< 0,0002	< 0,0002		< 0,0002	< 0,0002		< 0,0002	< 0,0002		< 0,0002	< 0,0002	< 0,005	
Zr													< 0,010

- 20 -

A = Grundzusammensetzung
B = varrierte Legierungselemente
C = Begleitelemente

Co, Os, Hf, Ag, Ho
Tb, Nd, Sm, Re, Eu
Ir, Bi, Ca, K, Ru

Tabelle 3:

OPTIFER - Legierungen **1075° 30' /Luft gehärtet**
Zugversuchsergebnisse (Einfluß der Anlaßtemperatur)
Prüftemperatur: RT **Probe: Ø 3 x 35mm (do x Lo)**

Charge Nr.	Anlaß-temp. °C	Pr. Nr.	R _m N/mm ²	R _{p0,2} N/mm ²	A %	Ag %	Z %	R _{p0,2} /R _m
664 (W-Ce)	gehärtet +800°2h	1	552	403	18,6	11,3	75,0	0,73
		2	548	403	16,6	9,8	75,0	0,74
	+750°	3	635	532	11,7	5,1	71,6	0,84
		4	649	543	13,1	6,2	67,8	0,84
	+700°	5	789	698	10,6	5,0	67,8	0,89
		6	785	696	9,7	3,8	67,8	0,89
	+600°	7	978	860	10,3	4,5	64,0	0,88
		8	966	852	10,3	4,4	66,0	0,88
	+550°	15	1260	1025	10,0	4,8	67,8	0,81
		16	1231	1000	8,5	3,5	67,8	0,81
	+500°	9	1311	887	11,1	5,7	64,0	0,68
		10	1280	877	8,6	3,3	64,0	0,68
	+450°	11	1255	1013	13,1	7,5	68,0	0,81
		12	1247	1005	11,1	6,7	60,0	0,81
	400°	13	1229	1019	10,0	4,3	64,0	0,83
		14	1222	1012	10,1	4,3	64,0	0,83
	+300°	17	1237	1006	8,3	4,0	64,0	0,81
	gehärtet	18	1247	893	8,6	4,65	64,0	0,72

Charge Nr.	Anlaß-temp. °C	Pr. Nr.	R _m N/mm ²	R _{p0,2} N/mm ²	A %	Ag %	Z %	R _{p0,2} /R _m
667 (W-Ta-Ce)	gehärtet +800°2h	1	554	406	17,4	11,2	73,2	0,73
		2	553	405	17,9	11,7	75,0	0,73
	+750°	3	593	459	14,3	7,3	71,5	0,78
		4	600	465	15,7	8,4	73,2	0,78
	+700°	5	657	541	12,0	5,7	71,5	0,82
		6	654	539	11,9	5,3	71,5	0,82
	+600°	7	912	817	8,9	3,3	75,0	0,90
		8	911	815	9,3	3,6	73,2	0,90
	+550°	15	1263	1027	9,3	4,2	71,7	0,81
		16	1261	1029	8,6	3,2	68,0	0,82
	+500°	9	1312	960	11,1	5,8	71,4	0,73
		10	1318	960	10,6	5,3	71,4	0,73
	+450°	11	1283	1027	11,4	6,6	64,0	0,80
		12	1270	1011	12,0	6,9	64,0	0,80
	+400°	13	1268	1050	11,4	7,2	62,0	0,83
		14	1244	1036	8,3	4,8	60,0	0,83
	+300°	17	1260	1022	8,0	3,9	64,0	0,81
	gehärtet	18	1277	919	8,6	4,8	57,7	0,72

Tabelle 4:

OPTIFER - Legierungen **1075° 30'/Luft gehärtet**
Zugversuchsergebnisse (Einfluß der Anlaßtemperatur)
Prüftemperatur: RT **Probe: Ø 3 x 35 mm (do x Lo)**

Charge Nr.	Anlaß-temp. °C	Pr. Nr.	R _m N/mm ²	R _{p0,2} N/mm ²	A %	Ag %	Z %	R _{p0,2} /R _m
666 (Ta-Ce)	gehärtet +800°2h	1	515	393	14,0	7,9	73,3	0,77
		2	520	401	16,3	9,3	71,5	0,77
	+750°	3	662	578	10,3	4,1	64,1	0,88
		4	655	573	9,4	4,0	68,0	0,88
	+700°	5	770	697	9,4	3,3	67,8	0,91
		6	768	695	8,7	3,3	67,8	0,91
	+600°	7	970	877	8,3	2,8	62,0	0,90
		8	975	879	8,9	3,1	64,0	0,90
	+550°	15	1070	909	9,7	5,0	60,0	0,85
		16	1059	907	9,1	4,5	64,0	0,85
	+500°	9	1074	905	8,7	4,2	60,0	0,84
		10	1084	914	9,7	4,9	64,0	0,84
	+450°	11	1088	921	9,1	4,0	62,0	0,85
		12	1101	928	9,6	4,5	59,8	0,85
	+400°	13	1094	939	8,3	3,9	64,0	0,86
		14	1095	939	9,0	4,2	62,0	0,86
	+300°	17	1097	934	7,4	3,2	60,0	0,85
		gehärtet	18	1101	904	7,6	3,2	59,8

950° 2h/Luft gehärtet

Charge Nr.	Anlaß-temp. °C	Pr. Nr.	R _m N/mm ²	R _{p0,2} N/mm ²	A %	Ag %	Z %	R _{p0,2} /R _m
668 GeTaCe	gehärtet +800°2h	1	543	383	23,4	13,9	75,0	0,71
		2	542	383	24,7	15,0	76,7	0,71
	+750°	3	597	467	17,1	10,6	71,5	0,78
		4	597	466	17,4	10,9	73,2	0,78
	+700°	5	703	613	10,4	4,8	73,3	0,87
		6	704	611	12,0	5,3	71,6	0,87
	+600°	7	862	774	9,7	3,9	79,8	0,90
		8	868	775	10,9	4,9	79,8	0,90
	+550°	15	1191	1008	8,9	3,2	69,8	0,85
		16	1250	1036	9,4	3,9	66,1	0,83
	+500°	9	1359	1023	10,0	5,2	64,0	0,75
		10	1371	999	12,8	6,6	64,0	0,73
	+450°	11	1282	1015	12,3	7,4	66,0	0,79
		12	1280	1017	12,7	7,2	64,0	0,79
	+400°	13	1246	1032	11,1	6,1	62,0	0,83
		14	1240	1034	9,7	4,7	62,0	0,83
	+300°	17	1238	999	8,3	3,8	61,8	0,81
		gehärtet	18	1271	889	8,3	4,1	59,8

Tabelle 5:
Zugversuchsergebnisse (Einfluß der Prüftemperatur)
OPTIFER - Legierungen **Proben: Ø 5 x 25 mm (do x Lo)**

Charge Nr.	Zustand	Prüf-temp.	R _m	R _{p0.2}	A	Ag	Z	R _{p0.2} /R _m
664 (WTaCe)	1075°30'/L +750°2h/L	RT	701	601	10,6	4,6	76,7	0,86
		450	497	464	17,2	1,6	75,0	0,93
		500	458	437	20,0	1,4	72,9	0,95
667 WTaY	"	RT	639	509	12,0	5,8	78,2	0,80
		450	449	405	20,0	2,6	73,8	0,90
		500	421	396	20,8	1,4	81,5	0,94
666 TaCe	"	RT	711	632	9,3	3,0	74,8	0,89
		450	514	493	14,6	2,8	66,5	0,96
		500	476	460	16,4	1,0	64,0	0,97
668 GeTaCe	"	RT	662	550	12,6	5,9	73,3	0,83
		450	448	409	21,0	2,85	75,0	0,91
		500	395	371	24,0	1,74	77,0	0,94
		600	283	273	27,2	0,97	84,0	0,96
668	950°2h/L +750°2h/L	RT*)	597	467	17,2	10,8	72,3	0,78
		350	478	409	16,8	4,25	66,4	0,86
		400	456	397	17,2	3,8	73,0	0,87
		420	449	394	16,8	4,3	74,0	0,88
		450	438	396	21,2	3,1	77,0	0,90
		500	382	355	23,6	2,0	82,3	0,93
		550	331	318	27,2	1,1	85,6	0,96
		600	277	265	27,0	1,1	87,1	0,96
		650	206	187	35,2	1,4	91,0	0,91

*) Mittelwert aus Ø 3 x 35 mm Proben

ENSAYOS DE TRACCION A REALIZAR SOBRE PROBETAS 5X25mm (do x Lo) PROCEDENTES DEL KFK

Material	Temperatura de ensayo (°C)	Numero de probeta	R _m (N/mm ²)	R _{p0.2} (N/mm ²)	A (%)	Ag (%)	Z (%)	R _{p0.2} /R _m
664 (WTaCe)	300	1	576.98	514.63	17.2	2.6	80.69	0.89
	400	2	549.25	500.75	16.6	2	78.03	0.91
	600	3	415.38	379.01	21.4	1.3	83.42	0.91
	650	4	349.15	302.19	23.5	1.2	86.96	0.86
667 (WTaY)	300	1	536.77	443.25	19.24	2.2	76.46	0.82
	400	2	515.52	444.69	17.2	1.9	80	0.86
	600	3	397.04	359.76	20.04	1.2	85.09	0.91
	650	4	317.55	268.02	27.76	1.1	91.57	0.84
666 (TaCe)	300	1	602.28	548.09	15.88	3.9	74.49	0.91
	400	2	572.06	528.92	13.88	2.8	71.14	0.92
	600	3	440.74	400.69	17.8	1.3	76.16	0.91
	650	4	363.77	316.04	21.16	1.6	81.11	0.87

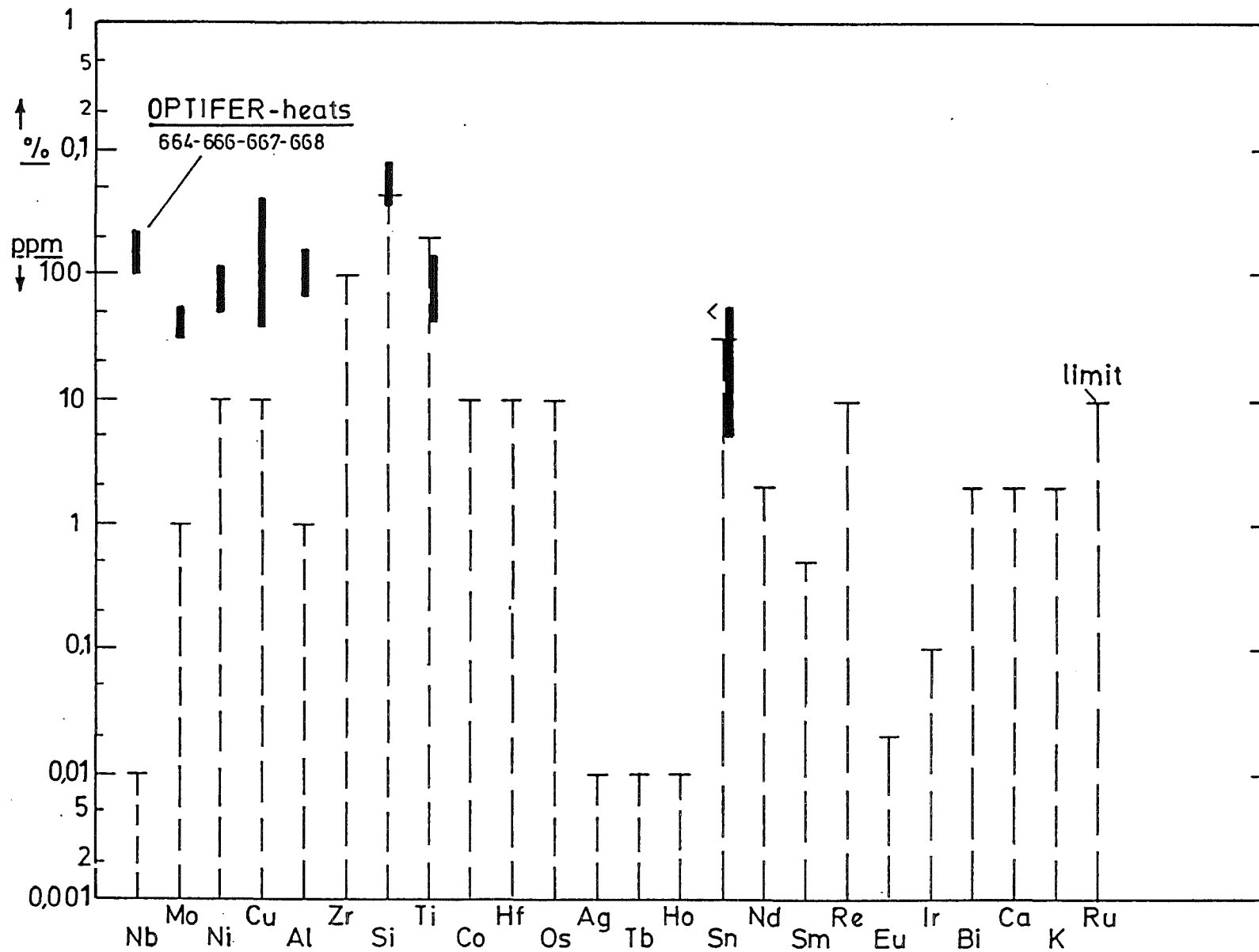
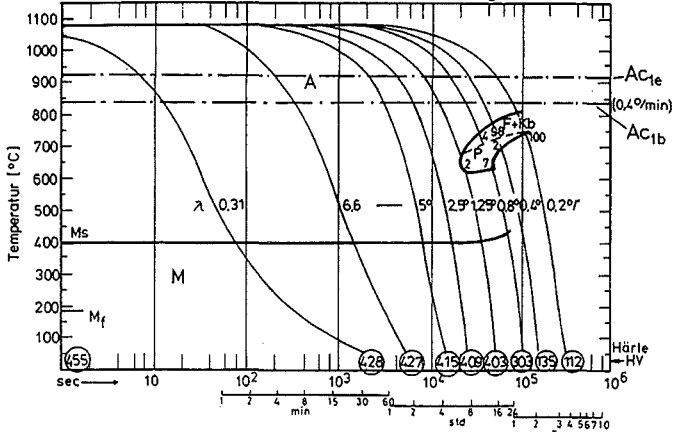


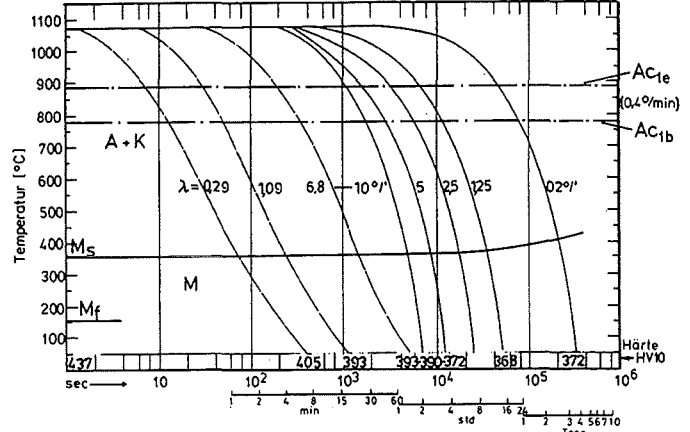
Fig. 1: Undesirable tramp-elements in LA-steels

Werkstoff: OPTIFER Ib (WtaY) Chg: 667
 Austenitisierung: 1075° -15min, Abschreckkorngroße: 6-8 ASTM



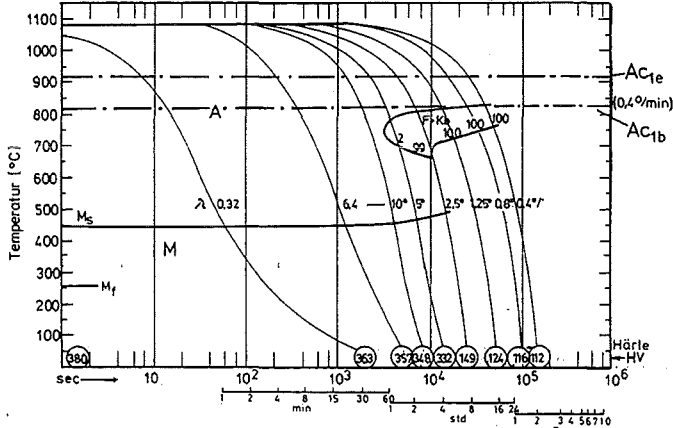
A+K=Bereich des Austenits u. Karbids 1-100 = Gefügeanteile in %
 F+K= " der Ferrit-u. Karbidbildung 0,31-6,6 = Abkühlungsparameter λ
 P= " " Perlitbildung 10mm in Wasser ± λ=0,01
 M= " " Martensitbildung 01 0,06
 Luft 1,0

Werkstoff: MANET - II Chg: 50806
 Austenitisierung: 1075° -15min, Abschreckkorngroße: 9-10



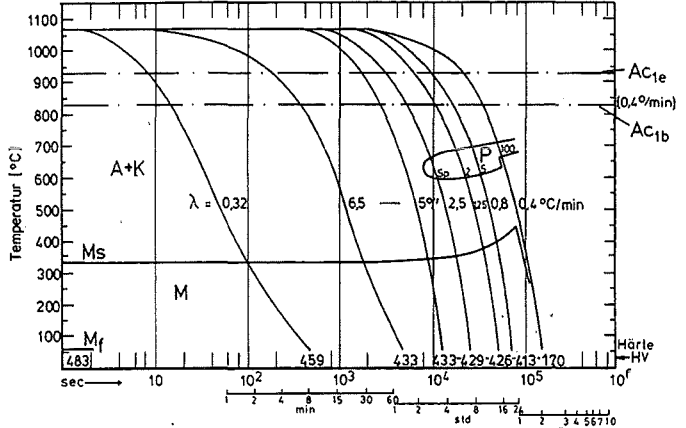
A+K=Bereich des Austenits u. Karbids 1-100 = Gefügeanteile in %
 F+K= " der Ferrit-u. Karbidbildung 0,29-6,8 = Abkühlungsparameter λ
 P= " " Perlitbildung 10mm in Wasser ± λ=0,01
 M= " " Martensitbildung 01 0,06
 Luft 1,0

Werkstoff: OPTIFER III (TaCe) Chg: 666
 Austenitisierung: 1075°C -15min, Abschreckkorngroße: 8-9 ASTM



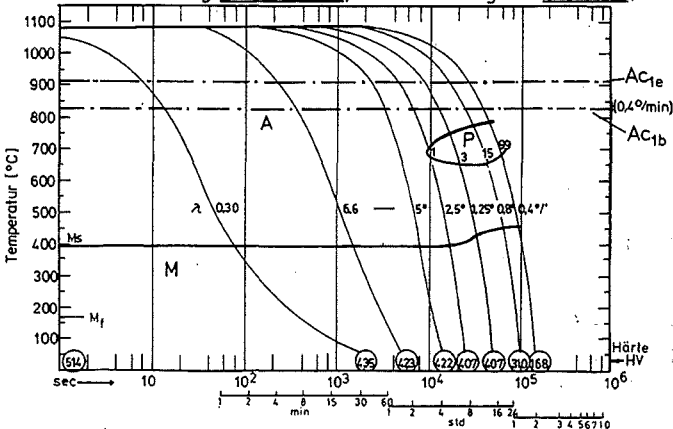
A+K=Bereich des Austenits u. Karbids 1-100 = Gefügeanteile in %
 F+K= " der Ferrit-u. Karbidbildung 0,32-6,4 = Abkühlungsparameter λ
 P= " " Perlitbildung 10mm in Wasser ± λ=0,01
 M= " " Martensitbildung 01 0,06
 Luft 1,0

Werkstoff: LA-Stahl mit Ce+Ta Chg: C 858
 Austenitisierung: 1075°C -15min, Abschreckkorngroße: 8-8 1/2



A+K=Bereich des Austenits u. Karbids 1-100 = Gefügeanteile in %
 F+K= " der Ferrit-u. Karbidbildung 0,32-6,5 = Abkühlungsparameter λ
 P= " " Perlitbildung 10mm in Wasser ± λ=0,01
 M= " " Martensitbildung 01 0,06
 Luft 1,0

Werkstoff: OPTIFER II (GeCe) Chg: 668
 Austenitisierung: 1075°C -15min, Abschreckkorngroße: 3-5 ASTM



A+K=Bereich des Austenits u. Karbids 1-100 = Gefügeanteile in %
 F+K= " der Ferrit-u. Karbidbildung 0,3-6,6 = Abkühlungsparameter λ
 P= " " Perlitbildung 10mm in Wasser ± λ=0,01
 M= " " Martensitbildung 01 0,06
 Luft 1,0

Legierung	Ac _{1b}	Ac _{1e}	M _s	M _f
WtaCe-664	820	900	418	222°C
WtaY -667	830	920	400	190
TaCe -666	820	920	442	260
GeCe -668	825	920	395	172
CeTa-C858	830	930	335	60
MANET-II	780	890	357	156

Bild 2: ZTU-Schaubilder für kontinuierliche Abkühlung

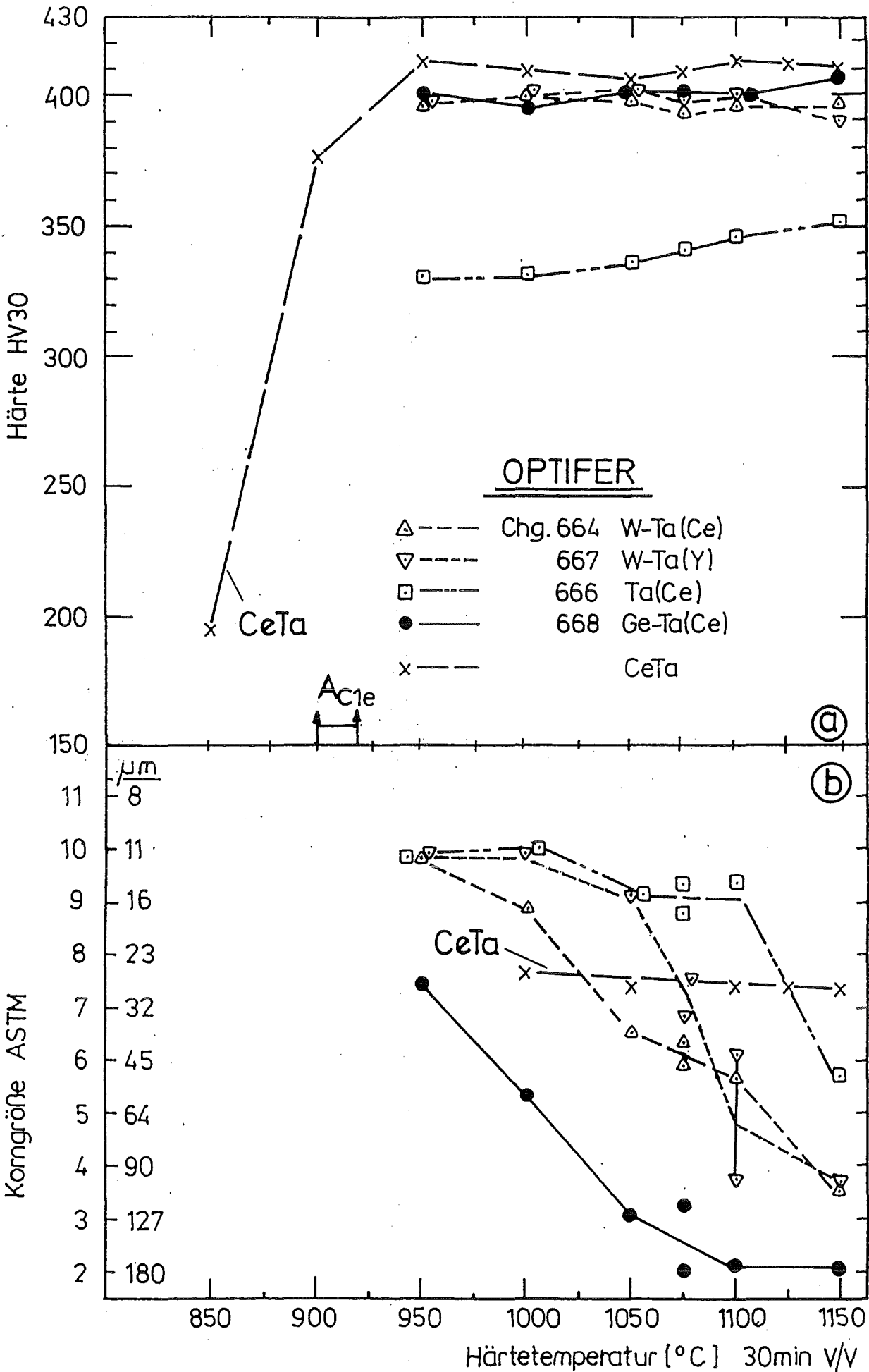
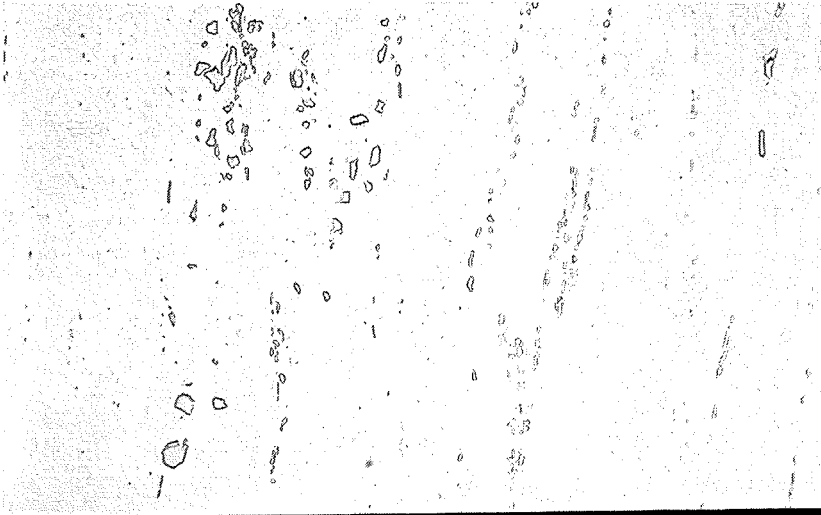


Bild 3 : Härte-Diagramm



OPTIFER-III

Charge 666

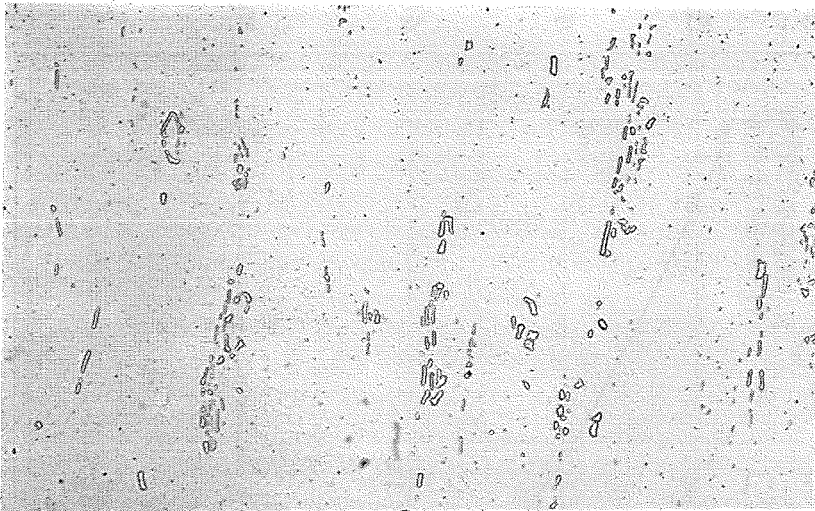
Primärkarbide (Ta₃C)



OPTIFER-Chg.666 500 X 20 µm -----
D445/1 950c 30min 66536

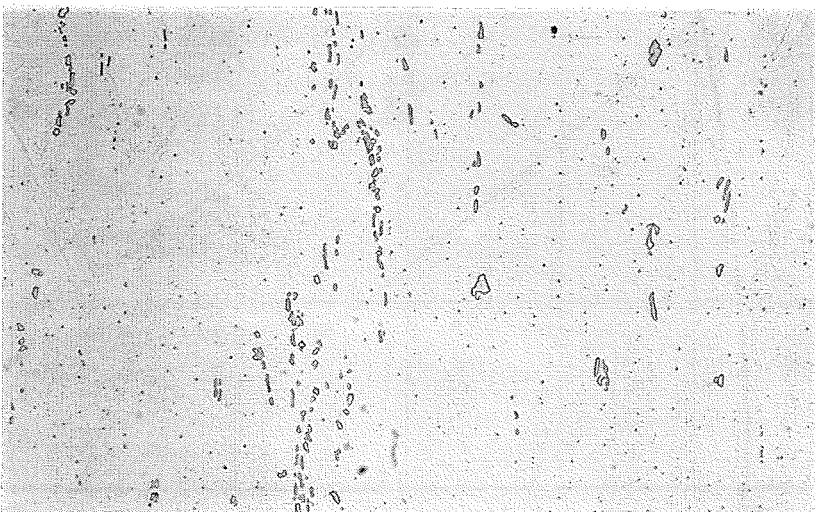
← gehärtet

HV30=328-331



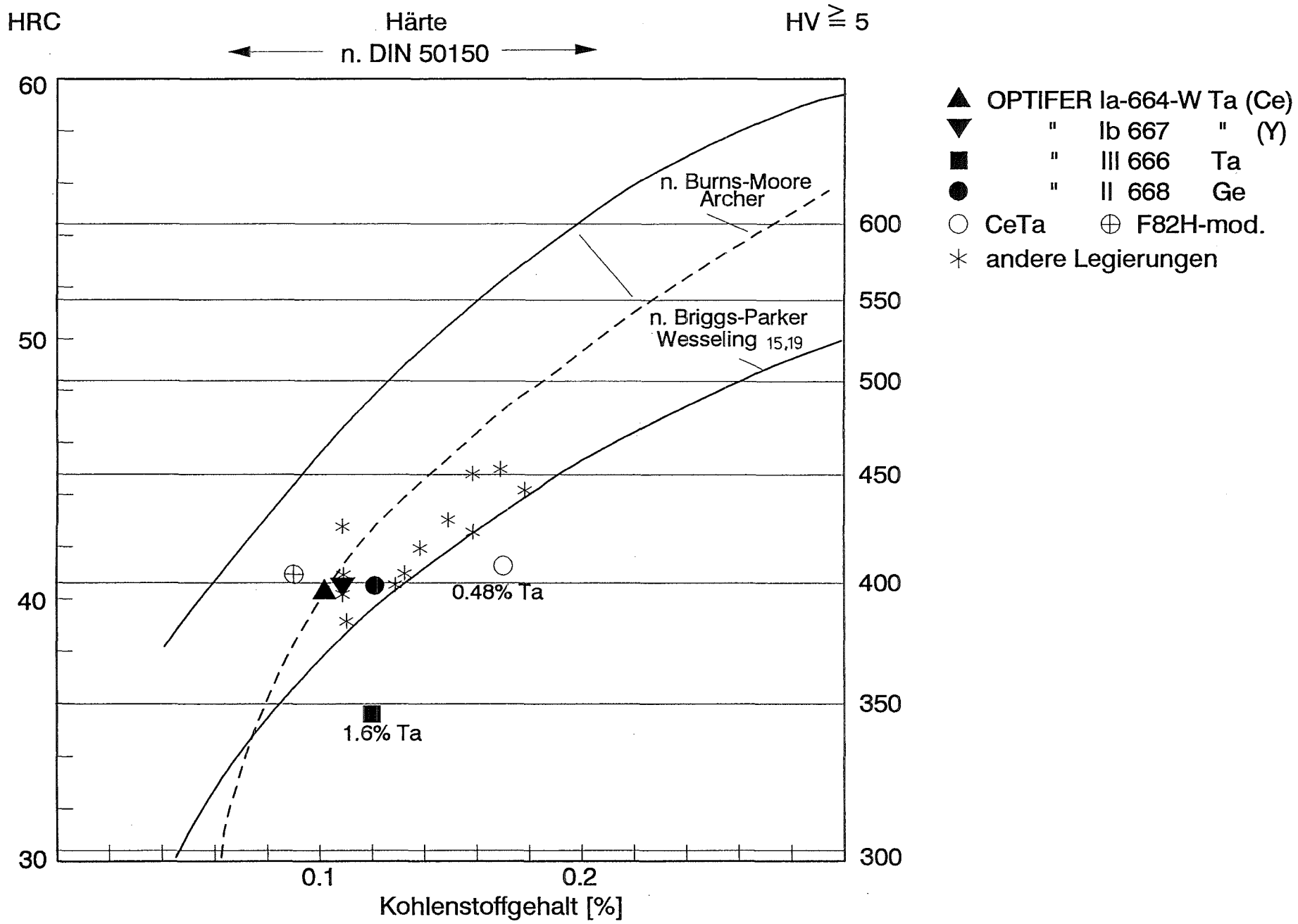
OPTIFER-Chg.666 500 X 20 µm -----
D445/4 1075c 30min 66539

339-344



OPTIFER-Chg.666 500 X 20 µm -----
D445/6 1150c 30min 66541

348-355



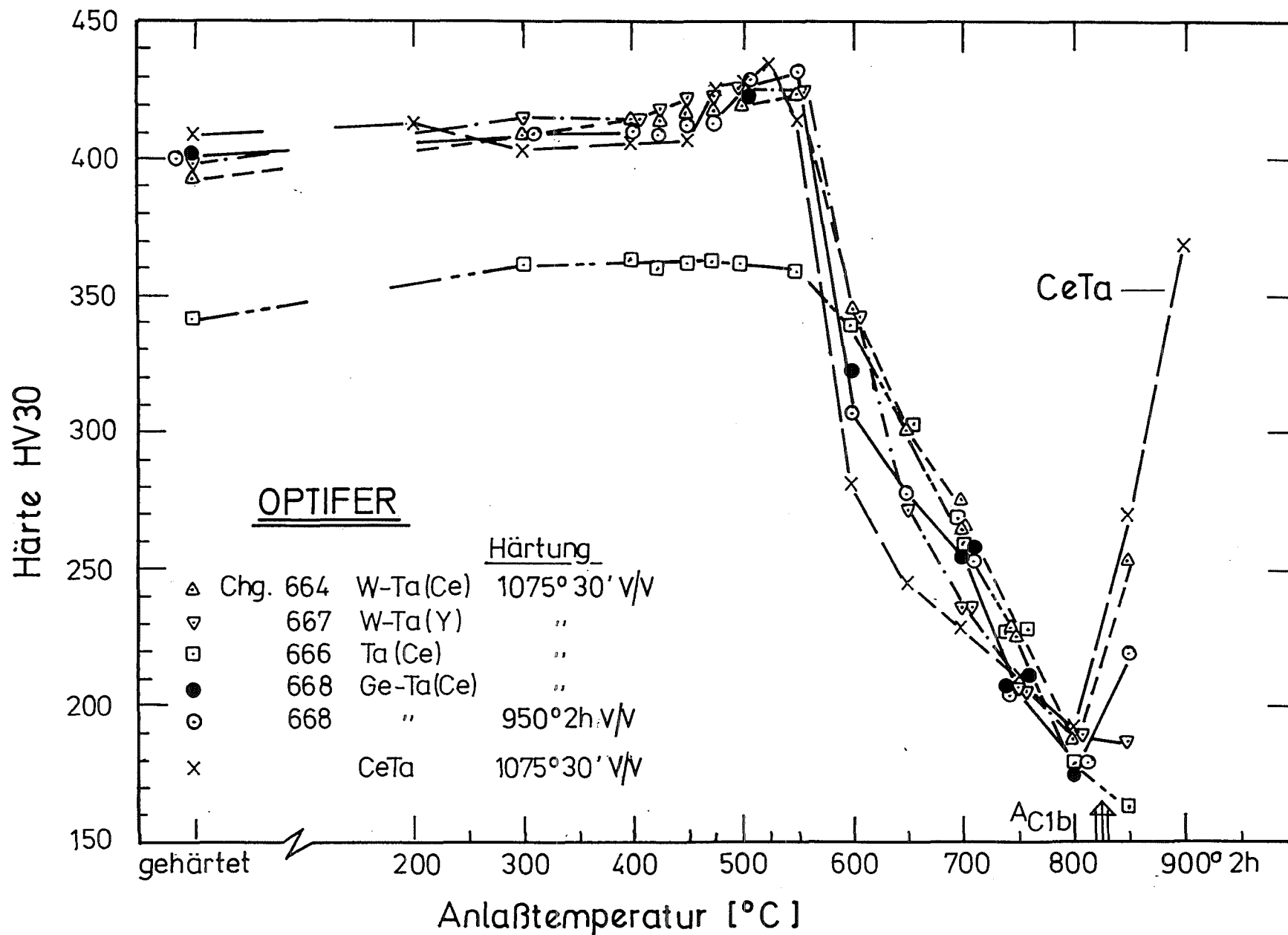


Bild 6 : Vergütungsdiagramm (Anlaßschaubild-DIN 17014)

Bild 7

Einfluß der
Härtetemperatur

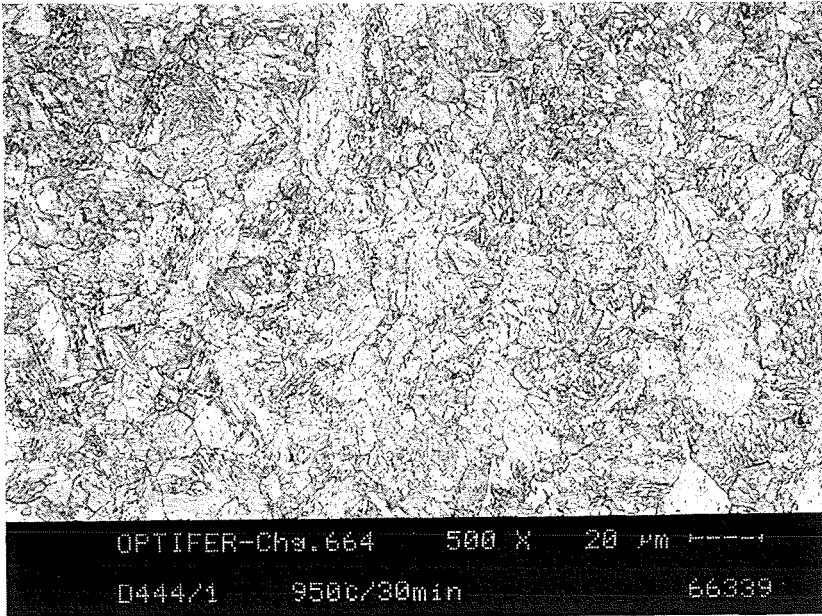
OPTIFER-Ia

Charge 664

gehärtet 950°30'V/V

Korngröße

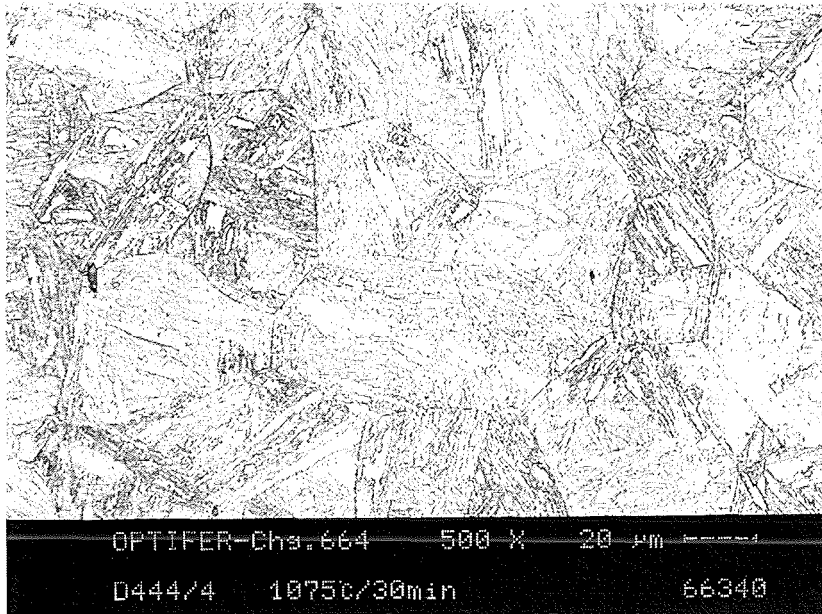
ASTM 10



HV₃₀=396-400

1075°30'V/V

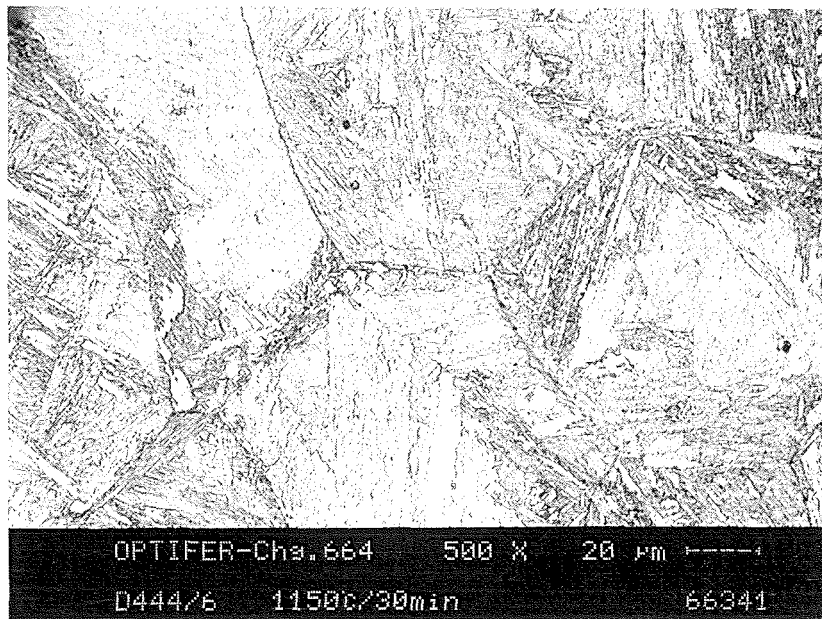
ASTM 6



391-396

1150°30'V/V

ASTM 3,5



396-400



Referenzzustand

1075°30'V/V+750°2hV/V

OPTIFER-Chs.664 500 X 20 µm -----
D479/11 9650 2h+10750 30'+7500 2h 66656

HV30=226-229

OPTIFER-Ia

Charge 664

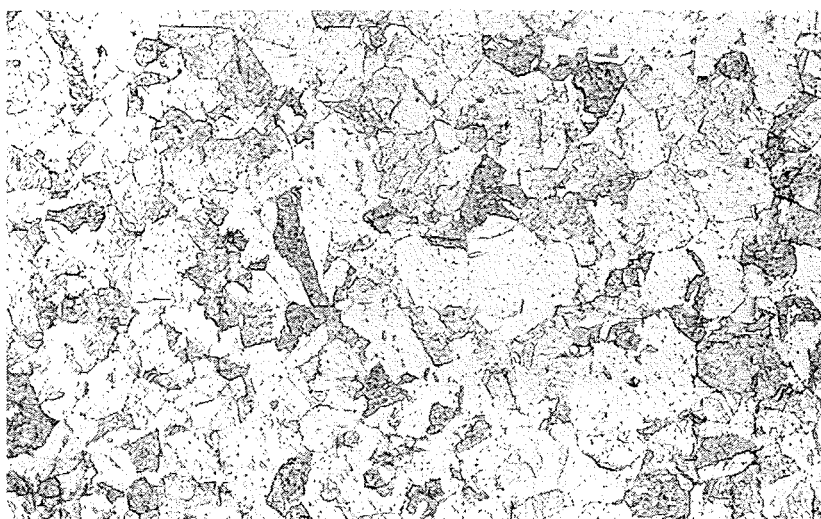


OPTIFER-Ib

Charge 667

OPTIFER-Chs.667 500 X 20 µm -----
D481/11 9650 2h+10750 30'+7500 2h 66664

206...



OPTIFER-III

Charge 666

OPTIFER-Chs.666 500 X 20 µm -----
D480/11 9650 2h+10750 30'+7500 2h 66660

228-230

OPTIFER-II Charge 668



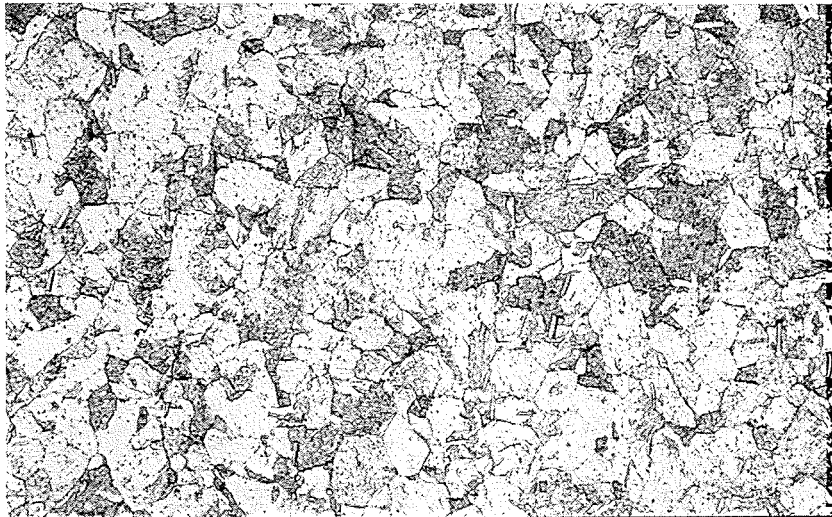
Referenzzustand

950°2hV/V+750°2hV/V

HV30=203-207



206-207



OPTIFER-Cha.666 500 X 20 µm
0523/7 500°C 2000h 67235

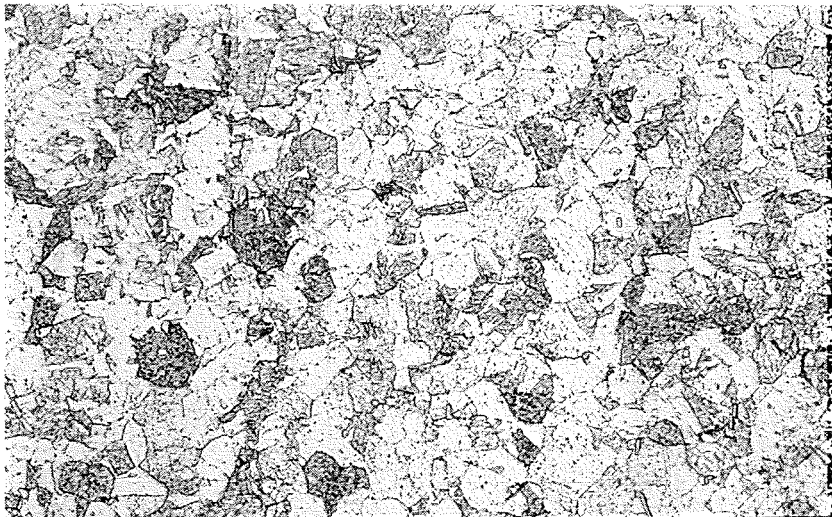
HV₃₀=234...

OPTIFER-III

Charge 666

vergütet+500°2000h

		HV ₃₀
20h	700°	224-229
	750°	122-128 ^{x)}
200h	675°	223-227 ^{x)}
	700°	116-117 ^{xx)}
2000h	725°	112-114 ^{xx)}
	650°	158-197 ^{x)}
	700°	107-110 ^{xx)}
	750°	102-103 ^{xx)}



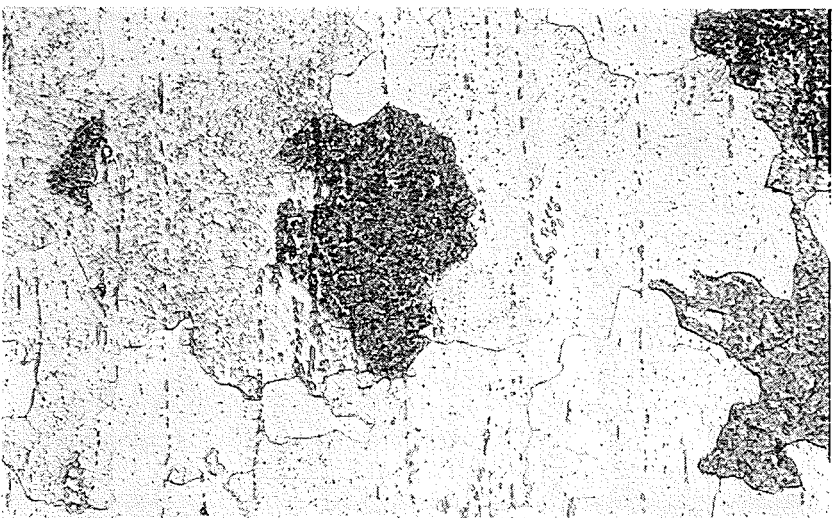
OPTIFER-Cha.666 500 X 20 µm
0523/9 600°C 2000h 67236

230-233

x) beginnende oder teilweise Rekristallis.

xx) völlige Rekristallisation.

vergütet+600°2000h



OPTIFER-Cha.666 500 X 20 µm
0523/11 700°C 2000h 67237

107-110

vergütet+700°2000h

OPTIFER

Probe: \varnothing 3 x 35mm ($d_0 \times L_0$)
 V : 0,35mm/min

Charge: 664 1075° 30'/L \triangle ---
 667 " " ∇ ---
 666 " " \square ---
 668 950° 2h/L \bullet —

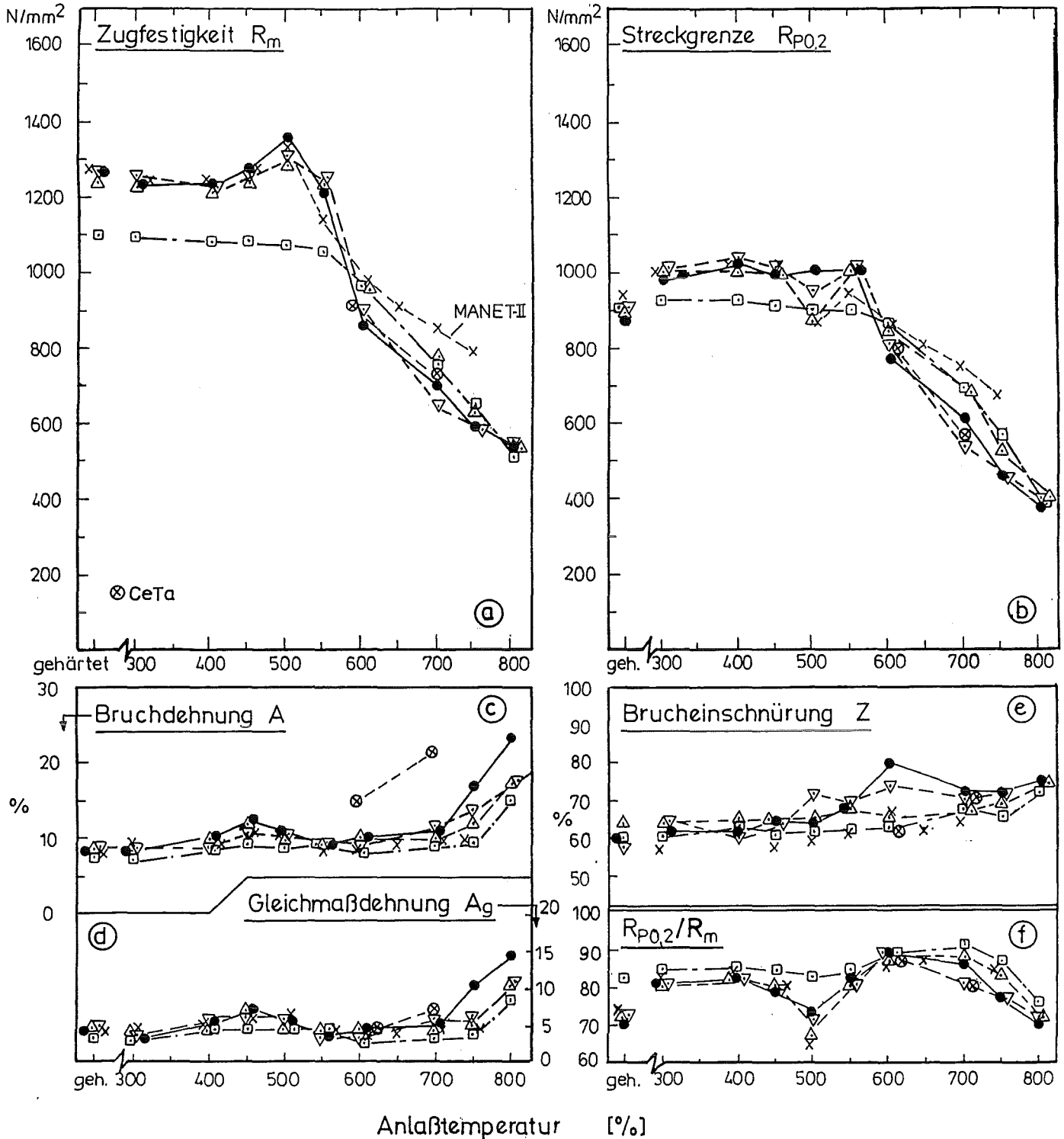


Bild 12: Einfluß der Anlaßtemperatur auf die Zugfestigkeitseigenschaften bei RT
 (Anlaßschaubild-DIN 17014)

○ MANET-I Chg. 53645 1075° 30' / Luft C=0,14%^{x)}
 ● MANET-II " 50761 " " " C=0,11%
 ▼ 1.4914 - X1 " C 998 " " " C=0,11%
 x 1.K. Chg. 51482 975° 30' / Luft C=0,17%
 △ " " " 1075° 30' / Luft
 □ " " " 1125° 30' / Luft

OPTIFER

⊗ Chg. 664 W-Ce 1075° 30' / Luft C = 0,10
 ▲ .. 667 W-Y " " C = 0,12
 ■ .. 666 Ta-Ce " " C = (0,12)^{x)}
 ⊠ .. 668 Ge-Ce 950° 2h / Luft C = 0,125

x) Zr- bzw. Ta-Primärkarbide

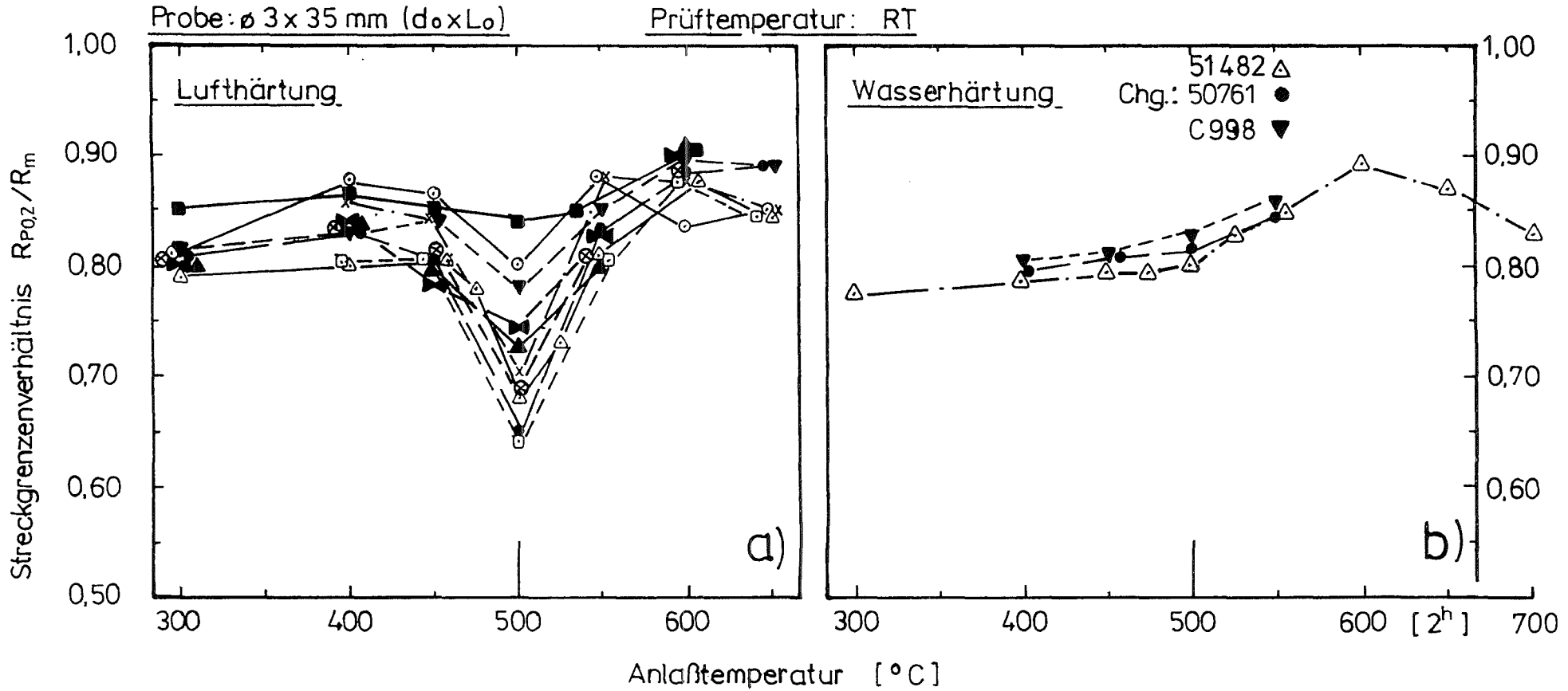


Bild 13: Einfluß der Anlaßtemperatur auf das Streckgrenzenverhältnis bei Raumtemperatur verschiedener martensitischer Stähle mit 9-11% Cr

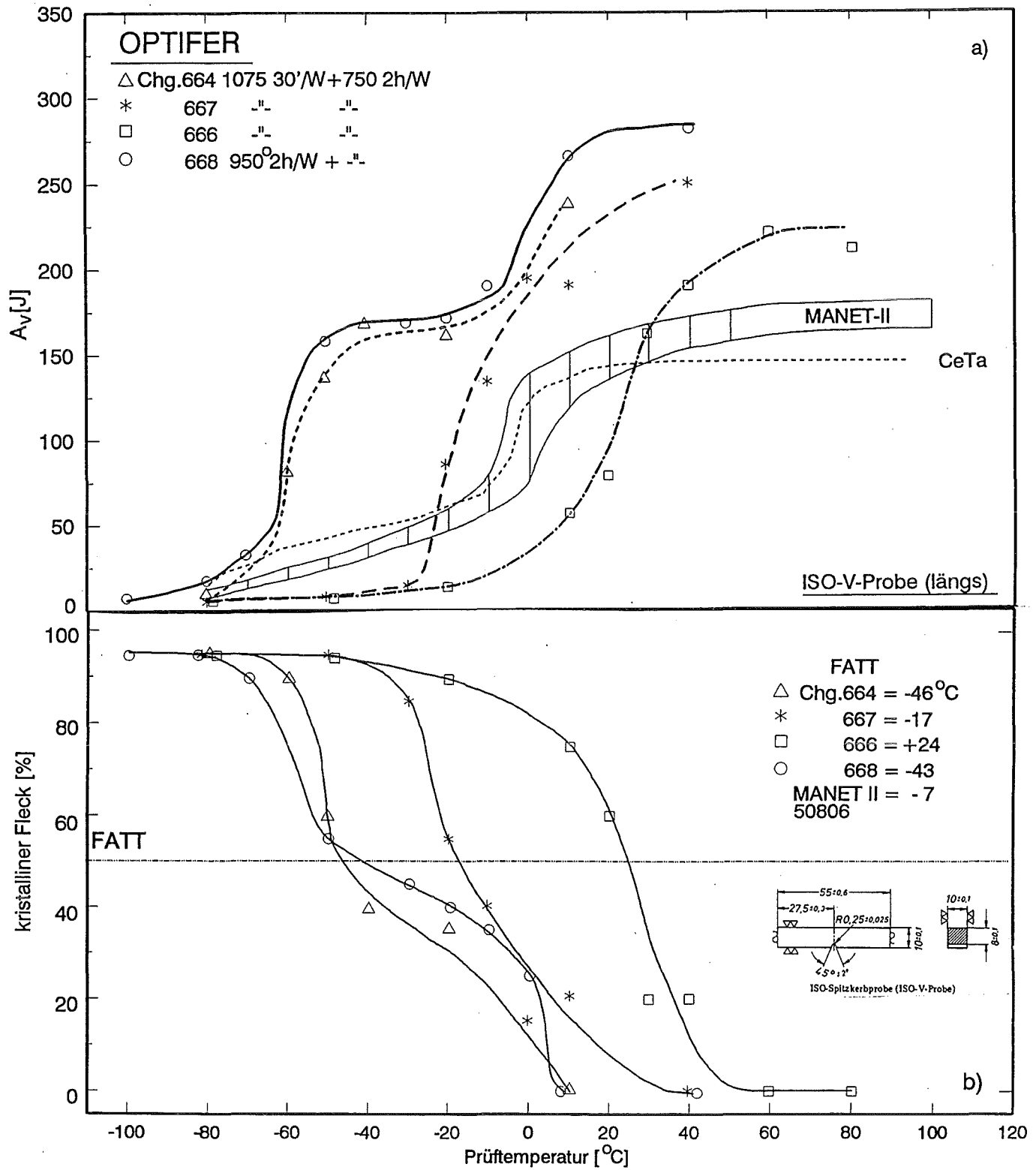


Bild 15: Kerbschlagzähigkeits-Diagramm

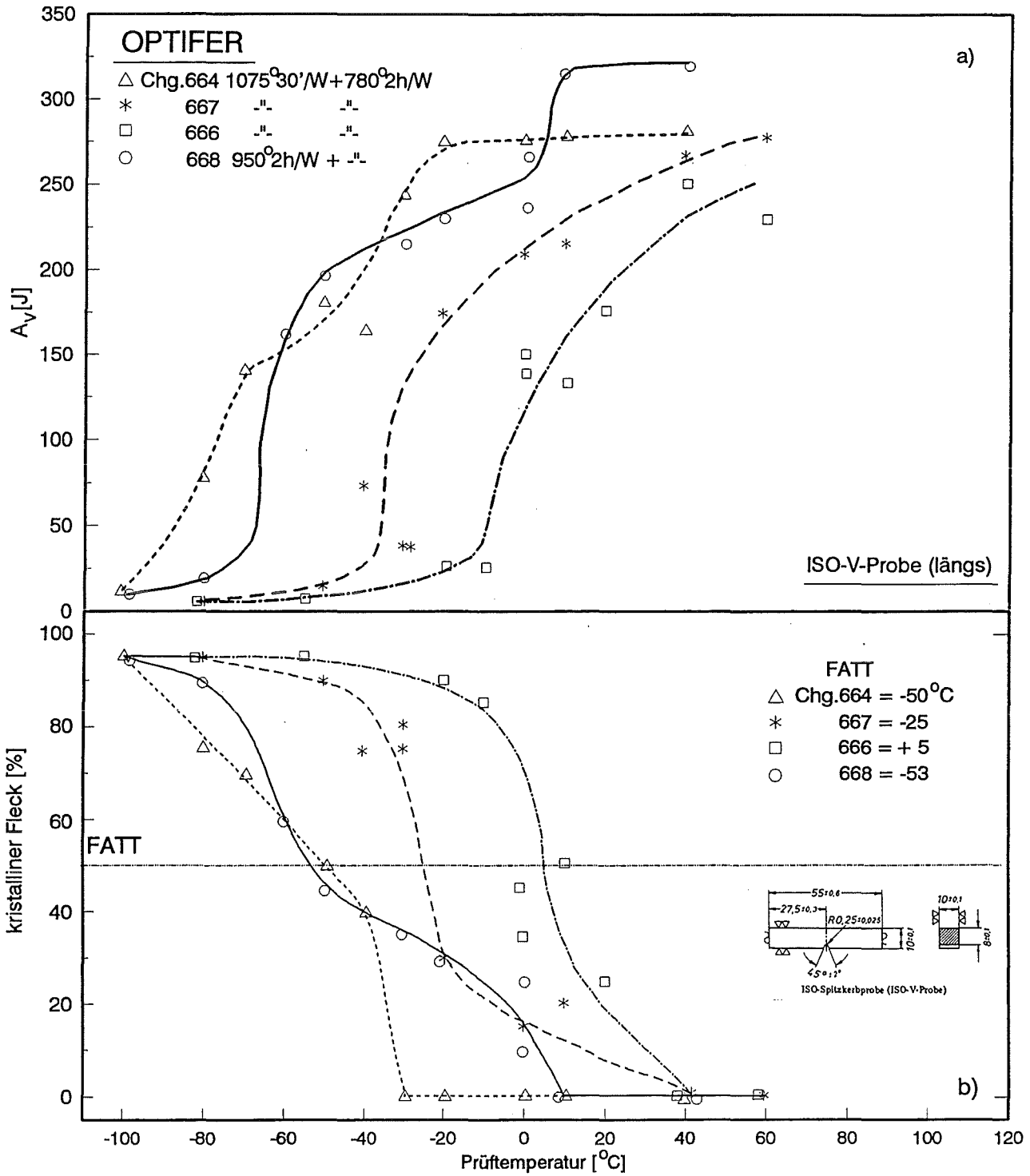


Bild 16: Kerbschlagzähigkeits-Diagramm

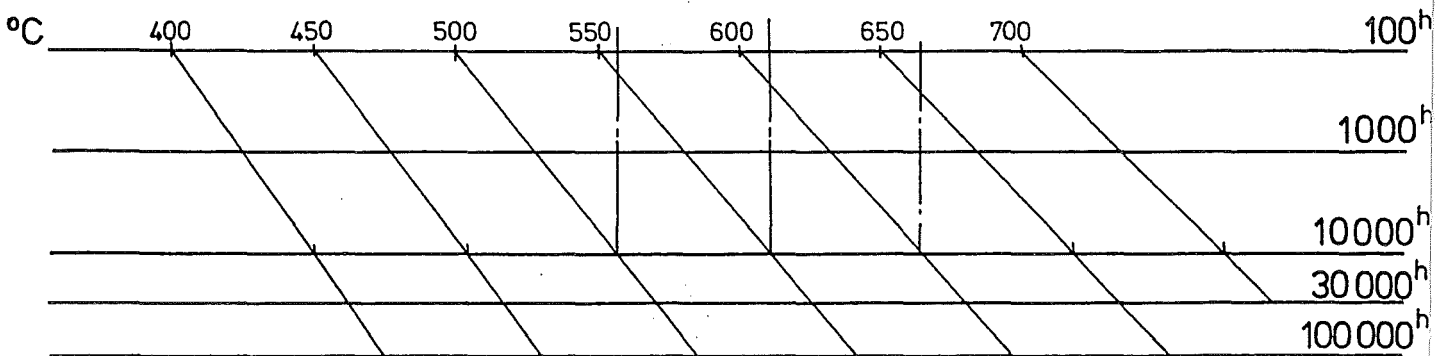
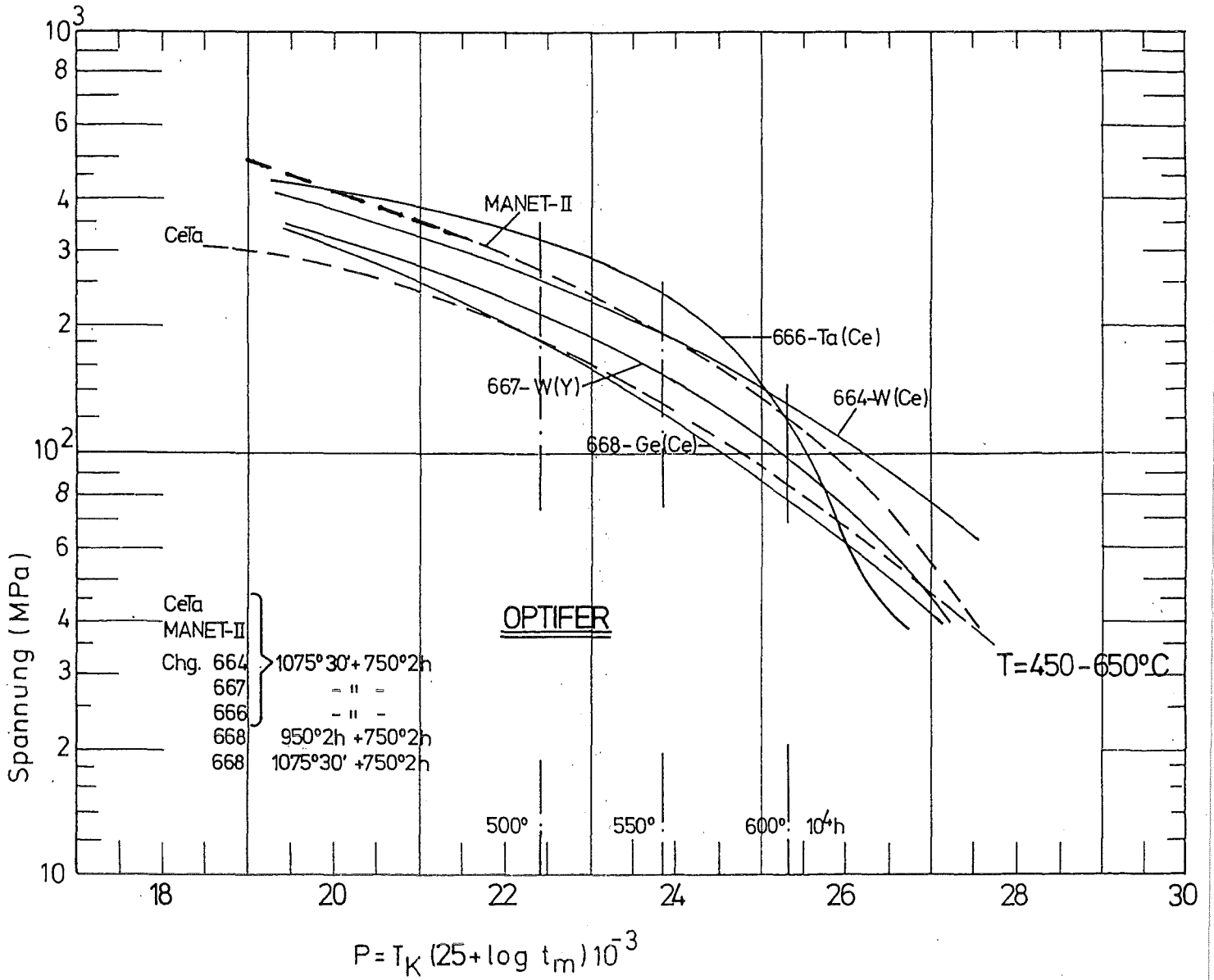


Bild 17 : Zeitstand - Hauptkurve
(Larson - Miller - Parameter)

Fig.18

