

# **Forschungszentrum Karlsruhe**

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6377

Untersuchungen zur Sättigung des Volumenschwellens im  
austenitischen Stahl DIN 1.4864 während der Bestrahlung mit  
Neutronen

Ralph Hübner

Institut für Materialforschung  
Projekt Nukleare Sicherheitsforschung

## Zusammenfassung

Im Bestrahlungsexperiment PFR-M2 wurden Druckkapseln aus dem Werkstoff DIN 1.4864 (0,07 % C, 15 % Cr, 35 % Ni, 1,6 % Si, 1,2 % Mn) bei nominell 420 und 500°C im Prototype Fast Reactor in Dounreay, Schottland bis zu einer maximalen Dosis von 69 bzw. 53  $\text{dpa}_{\text{NRT}}$  bestrahlt. Die Lösungsglühtemperatur war 1100°C und die Kaltverformung beim Ziehen der Rohre betrug 20%. Durch die Bestimmung der Durchmesser- und Längenänderung konnte das spannungsfreie und das spannungsgetriebene Schwellen, sowie das bestrahlungsinduzierte Kriechen bestimmt werden. Nach Abschluß der nichtzerstörenden Untersuchungen wurde ein Teil der Proben in den Heißen Zellen des Forschungszentrums Karlsruhe zerlegt und für die zerstörenden Nachuntersuchungen vorbereitet. Es wurde die Dichte bestimmt und die Mikrostruktur wurde mit Hilfe des Transmissionselektronenmikroskops (TEM) untersucht.

Das spannungsfreie Schwellen ist für 500°C bis zu Maximaldosis vernachlässigbar klein. Für 420°C wird ein sehr ungewöhnliches Verhalten beobachtet. Nach einer Inkubationsdosis von ca. 10  $\text{dpa}_{\text{NRT}}$  beginnt das Schwellen mit einer mittleren linearen Schwellrate von 0,04 %/ $\text{dpa}_{\text{NRT}}$ . Danach nimmt die Schwellrate jedoch wieder ab und beträgt für die letzten drei Bestrahlungskampagnen nur noch 0,01; 0,007 bzw. 0,015 %/ $\text{dpa}_{\text{NRT}}$ . Eine derartige Sättigung des Volumenschwellens wurde bisher noch für keine technische Legierung beobachtet. Die Untersuchungen der Mikrostruktur mit Hilfe des TEM ergaben für eine Dosis von 10  $\text{dpa}_{\text{NRT}}$  eine hohe Versetzungsdichte (ca.  $10^{11} \text{ cm}^{-2}$ ), sowie eine sehr hohe Dichte an kleinen kohärenten  $\gamma$  und  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ -Ausscheidungen. Am Ende der Bestrahlung, nachdem die Schwellrate einmal stark zugenommen hat, um dann wieder abzunehmen, ergaben die Untersuchungen eine vergleichbare Versetzungsdichte. Es finden sich ebenfalls kohärente  $\gamma$  und  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ -Ausscheidungen, wobei die Dichte insbesondere für die  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  gegenüber dem Wert bei 10  $\text{dpa}_{\text{NRT}}$  abgenommen hat und die Größe der Ausscheidungen zugenommen hat. Außerdem ergibt die EDX-Analyse eine Entmischung, wobei sich Ni-reiche und Cr- und Fe-reiche Zonen abwechseln. Dabei kann keine Korrelation mit Poren oder Ausscheidungen festgestellt werden. Eine derartige Entmischung kann bei 10  $\text{dpa}_{\text{NRT}}$  nicht festgestellt werden, wobei die laterale Auflösung auf ca. 50 nm beschränkt ist. Zwar können anhand dieser Ergebnisse bestimmte Hypothesen für die Erklärung der Sättigung ausgeschlossen werden, so z. B. eine Abnahme der Versetzungsdichte während der Bestrahlung, jedoch liefern diese Ergebnisse keine zwingende Erklärung für das beobachtete Verhalten.

Das spannungsgetriebene Schwellen ist bei 420°C etwa eine Größenordnung kleiner als das spannungsfreie Schwellen, während das spannungsgetriebene und das spannungsfreie Schwellen bei 500°C praktisch gleich groß sind. Sowohl bei 420°C als auch bei 500°C ist das spannungsgetriebene Schwellen proportional zur Umfangsspannung. Die Porenanalyse der 420°C Proben mit einer Bestrahlungsdosis von 10  $\text{dpa}_{\text{NRT}}$  ergibt eindeutig eine durch die mechanische Spannung beschleunigte Porenbildung als Ursache für das spannungsgetriebene Schwellen.

Das bestrahlungsinduzierte Kriechen bei 420°C besteht aus einem schwellunabhängigen Anteil, der mit dem SIPA-Mechanismus beschrieben werden kann und einem schwellabhängigen Anteil, der dem I-creep Modell von Gittus entspricht. Beide Anteile sind proportional zur Spannung. Bei 500°C ist das Kriechen nicht mehr proportional zur Spannung. Dieses Verhalten wird gewöhnlich erst ab ca. 600°C erwartet. Aufgrund der geringen Zahl an Spannungswerten ist eine detaillierte Analyse nicht möglich.

# Studies of the Saturation of Volume-swelling in the Austenitic Stainless Steel DIN 1.4864 during Neutron Irradiation

## Abstract

Pressurised capsules made of the austenitic steel DIN 1.4864 (0,07 % C, 15 % Cr, 35 % Ni, 1,6 % Si, 1,2 % Mn) have been irradiated in the Prototype Fast Reactor, Dounreay, Scotland, at 420 and 500°C up to maximum doses of 69 and 53 dpa<sub>NRT</sub>. The annealing temperature was 1100°C and the amount of cold working was 20%. The stress-free and the stress-induced swelling and the irradiation-induced creep could be determined by the diameter and length measurements. After the irradiation the density has been determined. Additionally the microstructure was investigated with a transmission electron microscope (TEM).

The stress-free swelling at 500°C is up to the maximum dose negligible. At 420°C a quite unusual behaviour is observed. After an incubation period of ca. 10 dpa<sub>NRT</sub> the swelling starts with an average linear swelling rate of 0,04 %/ dpa<sub>NRT</sub>. After that the swelling rate decrease and amounts to 0,01; 0,007 and 0,015 %/ dpa<sub>NRT</sub> for the last three irradiation campaigns. Such a saturation of volume swelling has never been before reported for a technical alloy. The examinations of the microstructure with the aid of the TEM reveal after an irradiation dose of 10 dpa<sub>NRT</sub> a high dislocation density (ca. 10<sup>11</sup> cm<sup>-2</sup>) and a high density of small coherent  $\gamma'$  and M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-precipitates. At the end of the irradiation, after the swelling rate has first increased and then decreased, the results of the dislocation density are nearly the same. There are also coherent  $\gamma'$  and M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-precipitates. The density especially of the M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> has decreased compared to that at 10 dpa<sub>NRT</sub> and the size of the precipitates has increased. Additionally the EDX-analysis reveals a decomposition at which high nickel areas and high chrome and iron areas change periodically. No correlation to voids or precipitates can be found. At 10 dpa<sub>NRT</sub> no decomposition can be detected, but the limit of resolution is 50 nm. With these results some hypotheses can be excluded, e.g. a collapse of the dislocation density during the irradiation, but they do not explain the swelling behaviour.

The stress-induced swelling at 420°C is about one order of magnitude smaller than the stress-free swelling, whereas at 500°C the stress-induced and the stress-free swelling are approximately the same. Both at 420°C as well as at 500°C the stress-induced swelling is proportional to the hoop stress. The analysis of the void structure of the 420°C samples with an irradiation dose of 10 dpa<sub>NRT</sub> yields definitely that an accelerated void nucleation by the stress is the reason for stress-induced swelling.

The irradiation-induced creep at 420°C can be described as consisting of two contributions. One of them is independent of swelling and can be described according to the SIPA mechanism. The other is swelling-driven and can be described according to the I-creep model by Gittus. Both contributions have a linear stress dependence. At 500°C irradiation-induced creep is no more proportional to the stress. This behaviour is usually expected only for temperature above ca. 600°C. A detailed analysis is not possible due to the few stress values.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>EXPERIMENTELLE DURCHFÜHRUNG</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>ERGEBNISSE</b>	<b>6</b>
3.1	Durchmesser- und Längenänderungen	6
3.2	Spannungsgetriebenes Schwellen	7
3.3	Bestrahlungsinduziertes Kriechen	9
3.4	TEM-Untersuchung	11
3.4.1	Porenstruktur	11
3.4.2	Ausscheidungsverhalten	13
3.4.3	Versetzungen	17
3.4.4	EDX-Analysen	17
<b>4</b>	<b>DISKUSSION</b>	<b>21</b>
4.1	Spannungsfreies Schwellen	21
4.2	Spannungsgetriebenes Schwellen	24
4.3	Bestrahlungsinduziertes Kriechen	25
<b>5</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG</b>	<b>27</b>
<b>6</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS</b>	<b>28</b>

## Liste der verwendeten Symbole

Symbol	Einheit	Erklärung
$\phi$	[n/cm <sup>2</sup> s]	Neutronenfluß
$\phi t$	[dpa <sub>NRT</sub> ]	Dosis
D	[mm]	Probendurchmesser
L	[mm]	Probenlänge
m	[g]	Probenmasse
$\rho$	[g/cm <sup>3</sup> ]	Probendichte
$\sigma$	[MPa]	Umfangsspannung
$\sigma_{hy}$	[MPa]	hydrostatischer Spannungsanteil
T	[°C]	Temperatur
$\Delta D/D_0$	[%]	Durchmesseränderung bezogen auf den Ausgangsdurchmesser
$\Delta L/L_0$	[%]	Längenänderung bezogen auf die Ausgangslänge
$\epsilon_s(\sigma = 0, \phi t)$	[%]	spannungsfreies lineares Schwellen
$\epsilon_s(\sigma, \phi t)$	[%]	spannungsgetriebenes lineares Schwellen
$\epsilon_s^{tot}(\sigma, \phi t)$	[%]	gesamtes lineares Schwellen
$\epsilon_K^w(\sigma, \phi t)$	[%]	wahres Kriechen
$\epsilon_K^s(\sigma, \phi t)$	[%]	scheinbares Kriechen
S	[%]	Volumenschwellen
$\bar{\epsilon}$	[%]	Vergleichsdehnung nach v. Mises
$\bar{\sigma}$	[MPa]	Vergleichsspannung nach v. Mises

# 1 Einleitung

Der Abbrand eines Brennelementes in einem schnellen Reaktor wird u.a. durch die Stabilität des Hüllrohres unter Neutronenbestrahlung bestimmt. Es ist bekannt, daß während der Bestrahlung eine Volumenvergrößerung durch die Bildung von Poren, das sogenannte Porenschwellen und bestrahlungsinduziertes Kriechen auftreten kann. Diese bestrahlungsinduzierten Deformationen begrenzen die Lebensdauer der Brennelemente. Sie lassen sich aber durch geeignete Wahl der Legierung und ihres metallurgischen Zustandes drastisch reduzieren. 1981 wurde ein Bestrahlungsexperiment im Prototype Fast Reactor (PFR) in Dounreay, Schottland begonnen, in dem sowohl der Einfluß der minoren Legierungselemente, als auch der Einfluß der Hauptlegierungselemente Chrom und Nickel auf das Bestrahlungsverhalten austenitischer Legierungen untersucht wurde. Es wurden Hüllrohrabschnitte, die zum Teil unter Innendruck standen, bei drei Temperaturen (420, 500 und 600°C) bestrahlt. Zwischen einzelnen Bestrahlungskampagnen wurden die Proben dem Reaktor entnommen und auf Dimensionsänderungen untersucht. Nach Abschluß der Bestrahlung wurden die Proben ins Forschungszentrum Karlsruhe zur Durchführung von Nachuntersuchungen transportiert. Als kommerzieller Vertreter der Klasse der 15Cr35Ni-Stähle wurde der Werkstoff-Nr. DIN 1.4864 ausgewählt. Dieser Werkstoff zeigte ein sehr ungewöhnliches Schwellverhalten, das eine genauere Nachuntersuchung angebracht erscheinen ließ. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind im folgenden dargestellt.

# 2 Experimentelle Durchführung

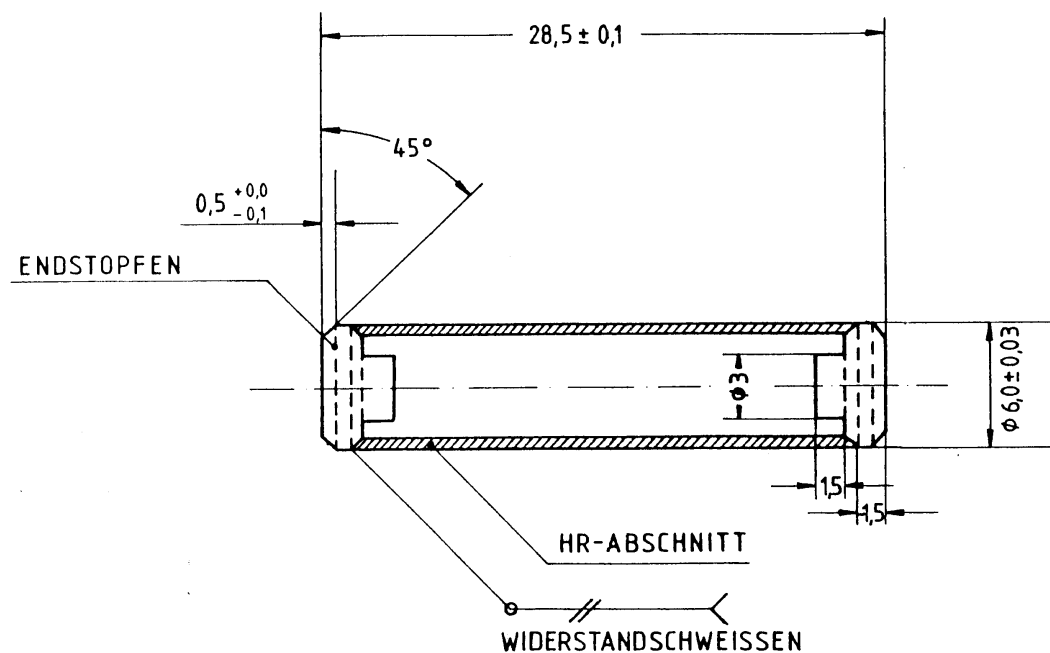
Die Bestrahlungen wurden im Prototype Fast Reactor (PFR) in Dounreay, Schottland in Kontakt mit dem Kühlmittel Natrium durchgeführt. Die Bestrahlungstemperaturen betragen nominell 420 und 500°C. Die auf die Dosis gemittelten Temperaturen sind für die ersten Bestrahlungskampagnen in Tabelle 1 angegeben. Die Abweichung zu den nominellen Werten betrug maximal 10°C. In Tabelle 1 sind auch die weiteren charakteristischen Bestrahlungsparameter zusammengestellt. Die Bestrahlungsdauer ist in sogenannten Effective Full Power Days (EFPD) angegeben. Aufgrund ihrer Position im Reaktor wurden die Proben nicht mit dem maximalen Neutronenfluß bestrahlt. Er betrug für alle Bestrahlungstemperaturen ca.  $3 - 5 \times 10^{15} \text{ n / cm}^2 \text{ s}$ . Zur Bestimmung der Zwischenzustände wurden bei 420°C zusätzliche Proben bei der letzten Bestrahlungskampagne bestrahlt. Da sie auf einer anderen Bestrahlungsposition eingesetzt waren, erreichten sie eine etwas höhere Dosis von 10,2 dpa<sub>NRT</sub>.

**Tabelle 1:** Bestrahlungsdaten nach Angaben des PFR-Betreibers AEA.

	Gemittelte Temperatur [°C]	Dauer [EFPD]	$\phi$ [n / cm <sup>2</sup> s]	Max Dosis [dpa <sub>NRT</sub> ]	akkumulierte Dosis [dpa <sub>NRT</sub> ]
Bestrahlungstemperatur 420°C					
1. Kampagne	426	88	$4,8 \times 10^{15}$	8,8	8,8
2. Kampagne	411	260	$4,8 \times 10^{15}$	24,8	33,6
3. Kampagne	411	162	$4,6 \times 10^{15}$	15,0	48,5
4. Kampagne		166	$3,3 \times 10^{15}$	11,3	59,8
5. Kampagne		120	$3,9 \times 10^{15}$	9,4	69,2
Bestrahlungstemperatur 500°C					
1. Kampagne	490	91	$4,9 \times 10^{15}$	8,1	8,1
2. Kampagne	497	178	$4,8 \times 10^{15}$	17,9	26,0
3. Kampagne		144	$4,5 \times 10^{15}$	13,3	39,3
4. Kampagne		169	$3,9 \times 10^{15}$	13,3	52,6

Die Proben wurden aus Hüllrohrabschnitten (6,0 mm Durchmesser und 0,38 mm Wandstärke) gefertigt, deren Enden durch widerstandsgeschweißte Endstopfen verschlossen wurden

(Abbildung 1). Dabei wurden die Proben mit Argon gefüllt. Der Innendruck wurde so gewählt, daß sich bei der jeweiligen Bestrahlungstemperatur eine Umfangsspannung  $\sigma$  von 0, 60, 92 oder 120 MPa ergibt.



**Abbildung 1:** Längsschnitt durch PFR-M2 Druckkapsel

Vor der Bestrahlung und nach jeder Bestrahlungskampagne wurden der Probendurchmesser  $D$ , die Probenlänge  $L$  und die Probenmasse  $m$  in den Heißen Zellen des PFR bestimmt. Aufgrund technischer Schwierigkeiten konnten die Längenmessungen nach den letzten Bestrahlungskampagnen nicht mehr durchgeführt werden. Außerdem konnten nach dem Ausstieg Großbritanniens aus der europäischen Zusammenarbeit und dem daraus resultierenden Abschalten des PFR die Proben der letzten Bestrahlungskampagne bei 420°C zwar noch entladen, aber nicht mehr im PFR vermessen werden. Diese Proben wurden ins Forschungszentrum Karlsruhe transportiert und mit einer eigens hierfür ertüchtigten Meßbank wurde in den Heißen Zellen der Durchmesser dieser Proben bestimmt. Der Vergleich von Messungen an identischen Proben in Dounreay und in Karlsruhe zeigt eine sehr gute Übereinstimmung innerhalb der Standardabweichung [Hüb97.1], so daß die Messungen in Dounreay direkt mit den Messungen in Karlsruhe fortgeschrieben werden können. Damit ergibt sich für die Durchmesser- und die Längenmessung eine Genauigkeit von  $\pm 2\mu\text{m}$ .

Mit der Bestimmung der Probenmasse kann der Innendruck der Proben überprüft werden. Durch die Verwendung von Argon als Füllgas konnte ein Druckverlust leicht durch die reduzierte Probenmasse nachgewiesen werden. Von den hier betrachteten Proben betrifft dies nur eine Probe mit  $\sigma = 120$  MPa, die bei 500°C während der letzten Bestrahlungskampagne einen Druckverlust erlitt.

Aus den Durchmesser- und Längenänderungen bezogen auf den Wert zu Beginn der Bestrahlung  $\Delta D/D_0$  bzw.  $\Delta L/L_0$  können einige charakteristische Größen für das Werkstoffverhalten unter Bestrahlung abgeleitet werden.

Das spannungsfreie lineare Schwellen  $\epsilon_s (\sigma = 0)$  entspricht einem Drittel des Volumenschwellens, d.h. der Volumenänderung durch Porenbildung, und wird aus der Durchmesseränderung einer drucklosen Probe bestimmt.

$$\epsilon_s (\sigma = 0, \phi t) = \frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V_0} = \frac{\Delta D}{D_0} (\sigma = 0, \phi t) \quad \text{Gl. 1}$$

Das spannungsgetriebene lineare Schwellen  $\varepsilon_s(\sigma)$  ist der Schwellenteil, der zusätzlich zum spannungsfreien Schwellen auftritt, wenn eine mechanische Spannung bei der Bestrahlung auf die Probe wirkt. Nach dem Soderberg-Theorem [Sod41] wird die Längenänderung einer druckbeaufschlagten Probe nur durch die Volumenänderung bestimmt. Daher kann das lineare spannungsgetriebene Schwellen als Differenz der Längenänderung einer druckbeaufschlagten und einer drucklosen Probe mit gleicher Dosis und Bestrahlungstemperatur bestimmt werden. Durch die Differenzbildung werden auch die Einflüsse der Endstopfen und der Schweißnaht auf die Längenänderung eliminiert.

$$\varepsilon_s(\sigma, \phi t) = \frac{\Delta L}{L_0}(\sigma, \phi t) - \frac{\Delta L}{L_0}(\sigma = 0, \phi t) \quad \text{Gl. 2}$$

Das gesamte lineare Schwellen  $\varepsilon_s^{\text{tot}}(\sigma)$  ist die Summe aus spannungsfreiem und spannungsgetriebenem Schwellen.

$$\varepsilon_s^{\text{tot}}(\sigma, \phi t) = \varepsilon_s(\sigma = 0, \phi t) + \varepsilon_s(\sigma, \phi t) \quad \text{Gl. 3}$$

Die Kriechdehnungen werden als Differenz der Durchmesseränderung einer druckbeaufschlagten Probe und dem linearen Schwellen bestimmt. Hierbei wird unterschieden, ob das spannungsgetriebene Schwellen berücksichtigt wird oder nicht.

Beim wahren Kriechen  $\varepsilon_K^w(\sigma)$  wird das gesamte lineare Schwellen von der Durchmesseränderung einer druckbeaufschlagten Probe abgezogen.

$$\varepsilon_K^w(\sigma, \phi t) = \frac{\Delta D}{D_0}(\sigma, \phi t) - \varepsilon_s^{\text{tot}}(\sigma, \phi t) \quad \text{Gl. 4}$$

Beim scheinbaren Kriechen  $\varepsilon_K^s(\sigma, \phi t)$  wird nur das spannungsfreie Schwellen von der Durchmesseränderung einer druckbeaufschlagten Probe abgezogen. Das spannungsgetriebene Schwellen wird als Kriechbeitrag betrachtet.

$$\varepsilon_K^s(\sigma, \phi t) = \frac{\Delta D}{D_0}(\sigma, \phi t) - \varepsilon_s(\sigma = 0, \phi t) = \frac{\Delta D}{D_0}(\sigma, \phi t) - \frac{\Delta D}{D_0}(\sigma = 0, \phi t) \quad \text{Gl. 5}$$

Bei den Berechnungen ist darauf zu achten, daß die druckbeaufschlagte und die drucklose Probe die gleiche Bestrahlungsdosis erhalten haben.

Nach der letzten Bestrahlung und der Bestimmung des Durchmessers und der Masse werden die Proben in den heißen Zellen zerlegt. Von einem Teil der Probe wird die Dichte bestimmt. Aus der Änderung der Dichte gegenüber dem unbestrahlten Werkstoff ergibt sich das Volumenschwellen nach folgender Formel:

$$\frac{\Delta V}{V_0}(\sigma, \phi t) = \frac{-\Delta \rho / \rho_0(\sigma, \phi t)}{1 + \Delta \rho / \rho_0(\sigma, \phi t)} \cong -\frac{\Delta \rho}{\rho_0}(\sigma, \phi t) \quad \text{Gl. 6}$$

Die Näherung gilt für kleine Schwellwerte bis ca.  $\Delta V/V_0 = 8\%$ . Aus der Genauigkeit der Dichtemessung ergibt sich ein absoluter Fehler für die Dichteänderung von  $\pm 0,4\%$ .

Schließlich werden von diesem Probenstück Proben für das Transmissionselektronenmikroskop (TEM) gefertigt. Im TEM wird die Entwicklung der Mikrostruktur und die Bildung von Ausscheidungen während der Bestrahlung untersucht. Die Versetzungsdichte wurde nach der Linienschnittmethode bestimmt [Hei70]. Ausscheidungen wurden anhand ihrer Beugungsbilder und der zugehörigen Dunkelfeldabbildungen identifiziert. Außerdem bietet die Analyse der Porenverteilung eine weitere Möglichkeit das Porenschwellen abzuschätzen. Aus dem Porendurchmesser und der Anzahl wird das Porenvolumen bestimmt, das dem Volumenzuwachs  $\Delta V$  entspricht. Aus der untersuchten Probenfläche und der Probendicke kann das Probenvolumen  $V$  berechnet werden. Der Quotient entspricht dem Betrage nach der Dichteänderung.



$$\frac{\Delta V}{V}(\sigma, \phi t) = -\frac{\Delta \rho}{\rho_0}(\sigma, \phi t) \quad \text{Gl. 7}$$

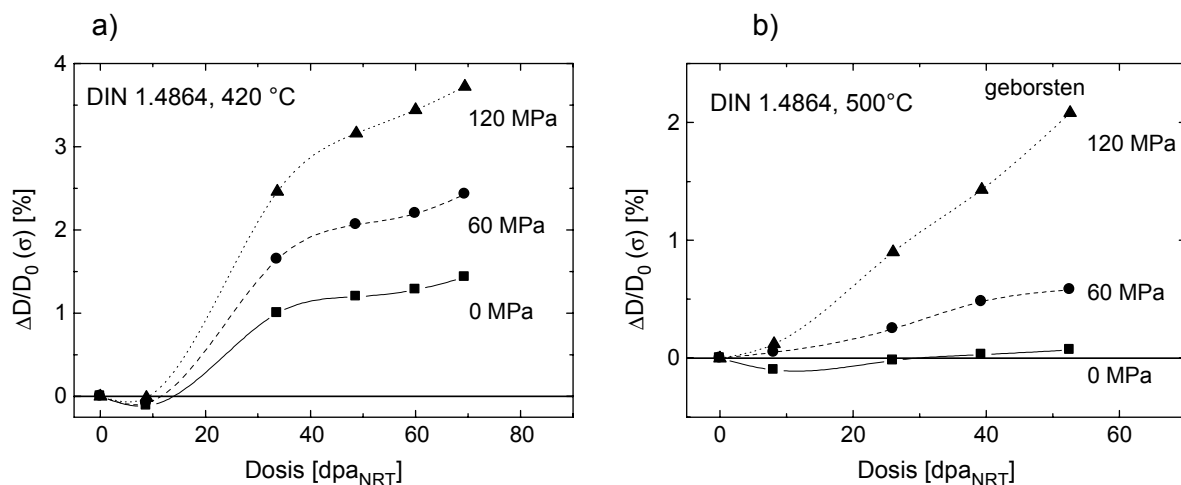
Außerdem kann mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenanalyse (EDX) im TEM lokal die chemische Zusammensetzung bestimmt werden. Dabei ist die laterale Auflösung durch den Durchmesser des Elektronenstrahls bestimmt. Bei den hier vorgestellten Untersuchungen betrug er ca. 50 nm. Ein Problem bei den Untersuchungen an bestrahlten Proben ist deren Radioaktivität. Durch die Neutronenbestrahlung entsteht u.a. das Element  $^{55}\text{Fe}$ , das durch Elektroneneinfang in  $^{55}\text{Mn}$  zerfällt. Diesem  $^{55}\text{Mn}$  fehlt direkt nach dem Zerfall ein Elektron in der K-Schale. Diese Lücke wird unter Aussendung der charakteristischen Röntgenlinien ( $K_\alpha$ ,  $K_\beta$  etc.) aus höheren Schalen gefüllt. Aus diesem Grund findet man in den Spektren bestrahlter Stahlproben einen sehr intensiven Mn- $K_\alpha$ -Peak. Dieser überlagert den Mn- $K_\alpha$ -Peak aus der Elektronenbestrahlung vollkommen und macht die Bestimmung des Mn-Gehaltes unmöglich. Eine Auswertung der Spektren hinsichtlich ihres Gehaltes an anderen Elementen ist dennoch möglich, wenn man von den Spektren den zuvor aufgenommenen Untergrund ohne Elektronenstrahl abzieht. Die Genauigkeit der so bestimmten chemischen Zusammensetzung liegt bei etwa  $\pm 1$  Gew.-%.

Bei dem hier untersuchten Werkstoff handelt es sich um einen kommerziellen austenitischen 15Cr-35Ni-Stahl. Die genaue Legierungszusammensetzung ist 15,63% Cr, 35,27% Ni, 0,072% C, 1,56% Si und 1,16% Mn. Die Lösungsglüh­temperatur betrug 1100°C und die Kaltverformung beim Ziehen der Rohre betrug 20%.

### 3 Ergebnisse

#### 3.1 Durchmesser- und Längenänderungen

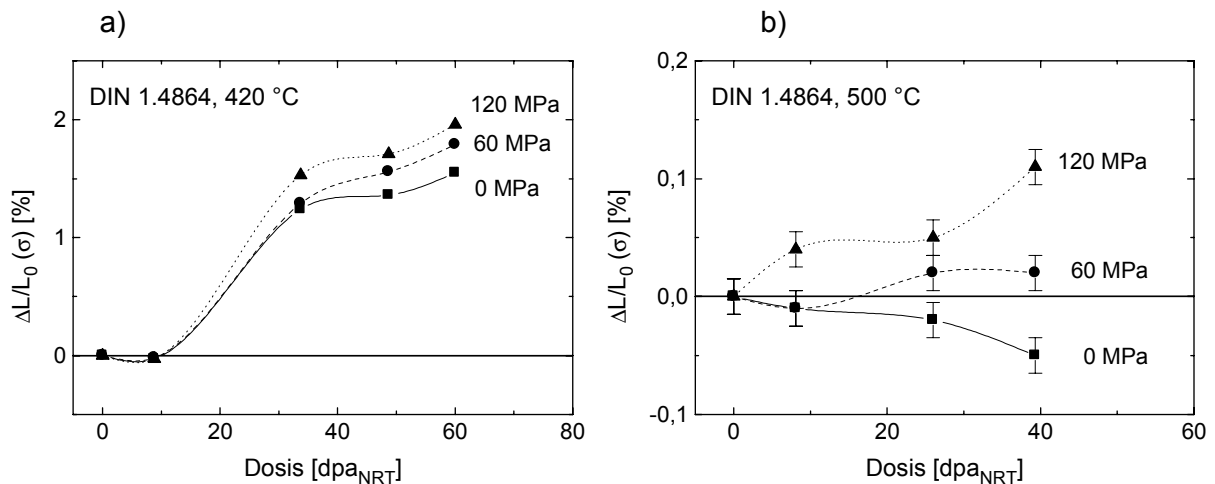
In Abbildung 2 sind die Durchmesseränderungen der untersuchten Proben zusammengestellt. Bei 420°C erkennt man den Sättigungseffekt der Schwellrate für die 0 MPa Probe, über den bereits in [Her90.2] und [Her93.2] für kleinere Dosen berichtet wurde. Das Schwellen beginnt während der zweiten Bestrahlungskampagne mit einer mittleren linearen Schwellrate von 0,04 %/dpa<sub>NRT</sub>. Danach nimmt die Schwellrate jedoch wieder ab und beträgt für die letzten drei Bestrahlungskampagnen nur noch 0,01; 0,007 bzw. 0,015 %/dpa<sub>NRT</sub>. Aufgrund der Kriech-Schwellkopplung weisen auch die druckbeaufschlagten Proben eine Abnahme der Durchmesseränderungsrate auf. Die nachgeschobenen Proben, die nur bei der letzten Bestrahlungskampagne bestrahlt wurden, zeigten bei einer Dosis von 10 dpa<sub>NRT</sub> noch kein Schwellen. Für die drucklose Probe wurde eine Verdichtung von  $\Delta D/D_0 = -0,1\%$  festgestellt.



**Abbildung 2:** Durchmesseränderung als Funktion der Bestrahlungsdosis. a) 420°C, b) 500°C.

Bei 500°C ist der lineare Schwellbetrag so gering ( $\Delta D/D_0$  ( $\sigma = 0$ ,  $\phi t = 69 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$ ) = 0,07 %), daß keine Aussage über eine Sättigung gemacht werden kann. Für die druckbeaufschlagten Proben ergibt sich eine nahezu lineare Dosisabhängigkeit. Dabei ist der letzte Wert der 120 MPa-Probe als untere Grenze für die tatsächliche Durchmesseränderung zu betrachten, da die Probe in Laufe der letzten Bestrahlungskampagne einen Druckverlust erlitt und von diesem Zeitpunkt an keine Umfangsspannung mehr wirkte.

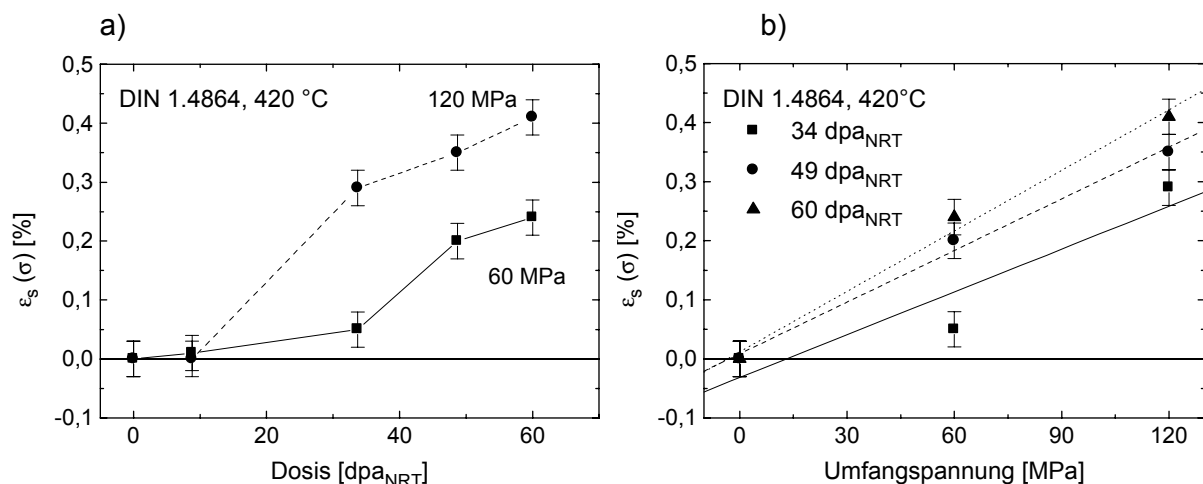
Die Längenänderungen in Abbildung 3 zeigen bei 420°C ebenfalls einen Sättigungseffekt. Bei 500°C sind die Längenänderungen sehr gering. Bei beiden Temperaturen ergibt sich dennoch ein signifikanter Spannungseinfluß auf die Längenänderung, d.h. es tritt spannungsgetriebenes Schwellen auf.



**Abbildung 3:** Längenänderung als Funktion der Bestrahlungsdosis. a) 420°C, b) 500°C.

### 3.2 Spannungsgetriebenes Schwellen

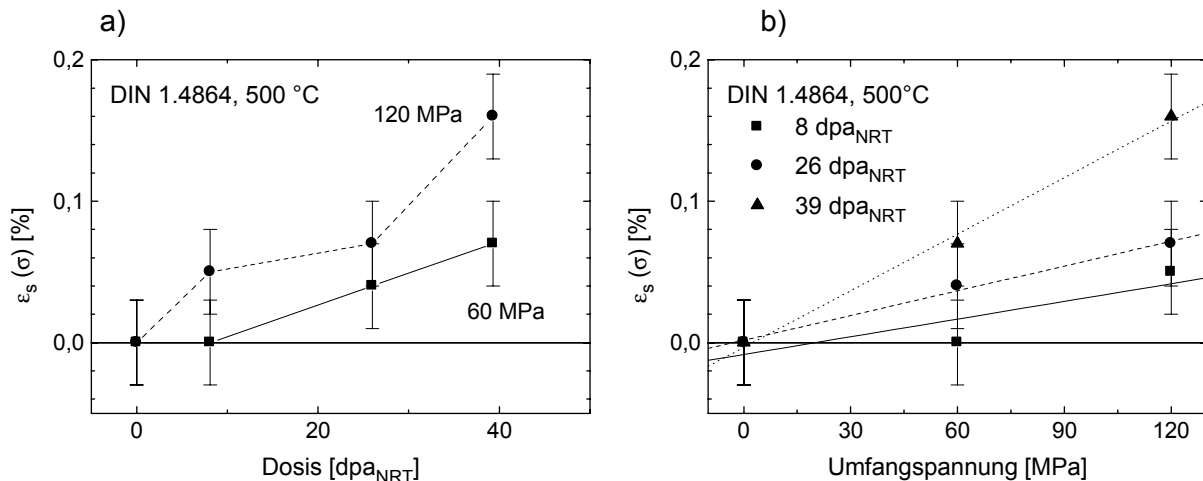
In Abbildung 4 ist das spannungsgetriebene Schwellen bei 420°C, das nach Gleichung 2 aus den Längenänderungen bestimmt wurde, als Funktion der Dosis dargestellt. Auch hier scheint eine Abnahme der Schwellrate aufzutreten, wobei der Effekt aufgrund des größeren Meßfehlers nicht so eindeutig ist wie beim spannungsfreien Schwellen. Trägt man das spannungsgetriebene Schwellen als Funktion der Umfangsspannung auf, so ergibt sich zumindest für die Meßwerte bei höheren Dosen eine lineare Spannungsabhängigkeit.



**Abbildung 4:** Spannungsgetriebenes Schwellen bei 420°C. a) Dosisabhängigkeit, b) Spannungsabhängigkeit.

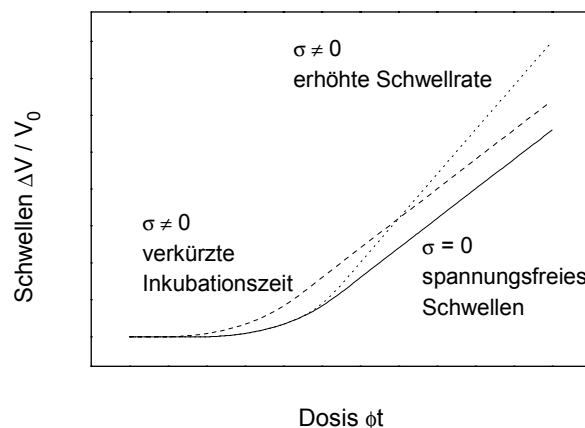
Das bei 500°C auftretende spannungsgetriebene Schwellen liegt in der gleichen Größenordnung wie das spannungsfreie Schwellen bei dieser Temperatur. Eine Sättigung kann hier nicht beobachtet werden. Trägt man das spannungsgetriebene Schwellen als Funktion der

Umfangsspannung auf, so können auch diese Daten mit einer linearen Spannungsabhängigkeit beschrieben werden.



**Abbildung 5:** Spannungsgetriebenes Schwellen bei 500°C  
a) Dosiabhängigkeit, b) Spannungsabhängigkeit

Zur mathematischen Beschreibung des erhöhten Schwellens unter Spannung ist es notwendig, die Voraussetzungen für spannungsfreies Schwellen zu betrachten. Damit Porenschwellen in einer Probe auftritt, müssen zwei Voraussetzungen erfüllt sein [Her81]: 1. Für die Porenentstehung müssen sog. Porenkeime gebildet werden. Dies können Leerstellen-Cluster oder He-Blasen sein. 2. Für das Porenwachstum muß ein Nettofluß von Leerstellen zu den Poren vorhanden sein. Eine mechanische Spannung kann zum einen die Bildung von Porenkeimen erleichtern bzw. beschleunigen. In diesem Fall wird durch die Spannung die Inkubationsdosis verkürzt. Zum anderen kann die Spannung den Nettofluß von Leerstellen zu den Poren erhöhen. Dieser Mechanismus resultiert in einer erhöhten Schwellrate. In Abbildung 6 sind die Auswirkungen der beiden Modelle auf das Schwellen als Funktion der Dosis dargestellt [Gar81.2]. Im Falle der verkürzten Inkubationsdosis ergibt sich nach Erreichen einer konstanten Schwellrate ein konstantes spannungsgetriebenes Schwellen, während im Falle der erhöhten Schwellrate das spannungsgetriebene Schwellen mit zunehmender Dosis zunimmt.



**Abbildung 6:** Schematische Darstellung der diskutierten Modelle zum spannungsgetriebenen Schwellen.

Mathematisch können die beiden Fälle folgendermaßen beschrieben werden, wenn die Porenbildung abgeschlossen ist und eine konstante Schwellrate erreicht ist [Her81] ( $\Delta V/V_0$ : Volumenänderung,  $\sigma_{Hy}$ : hydrostatischer Spannungsanteil) :

Erhöhte Schwellrate:

$$\frac{\Delta V}{V_0}(\sigma_{hy}, \phi t) = \frac{\Delta V}{V_0}(\sigma_{hy} = 0, \phi t) \times (1 + A \times \sigma_{hy}) \quad \text{Gl. 8}$$

Verkürzte Inkubationsdosis:

$$\frac{\Delta V}{V_0}(\sigma_{hy}, \phi t) = \frac{\Delta V}{V_0}(\sigma_{hy} = 0, \phi t) + B \times \sigma_{hy} \quad \text{Gl. 9}$$

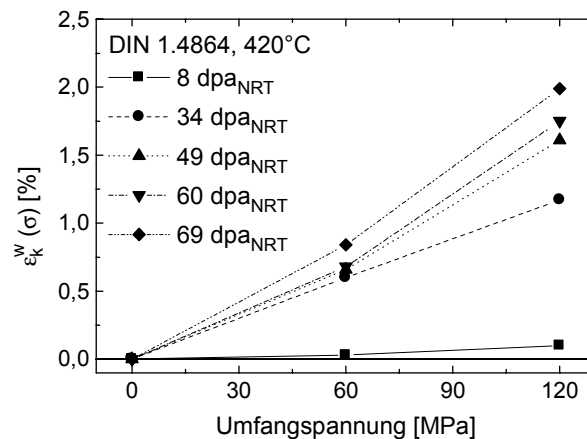
Bei beiden Temperaturen können die Ergebnisse mit beiden Formeln gleich gut beschrieben werden. Es ist daher anhand der mathematischen Analyse keine Entscheidung über den zugrundeliegenden Mechanismus möglich. Es ergibt sich:

$$420^\circ\text{C}: A = 5,4 \pm 0,2 \times 10^{-3} \text{MPa}^{-1} \quad B = 1,9 \pm 0,3 \times 10^{-4} \text{MPa}^{-1}$$

$$500^\circ\text{C}: A = 60 \pm 40 \times 10^{-3} \text{MPa}^{-1} \quad B = 0,5 \pm 0,26 \times 10^{-4} \text{MPa}^{-1}$$

Der Koeffizient A aus Gleichung 8 beschreibt das spannungsgetriebene Schwellen relativ zum spannungsfreien Schwellen. Da bei 500°C das spannungsfreie Schwellen um 2-3 Größenordnungen kleiner ist als bei 420°C, jedoch das spannungsgetriebene Schwellen bei beiden Temperaturen in der gleichen Größenordnung liegt, ergibt sich für 500°C ein deutlich größerer Koeffizient A als bei 420°C. Der Koeffizient B aus Gleichung 9 beschreibt dagegen das spannungsgetriebene Schwellen nur als Funktion der hydrostatischen Spannung. Er ist daher bei 500°C entsprechend den Absolutwerten des spannungsgetriebenen Schwellens kleiner als bei 420°C.

### 3.3 Bestrahlungsinduziertes Kriechen



**Abbildung 7:** Spannungsabhängigkeit des wahren Kriechens bei 420°C

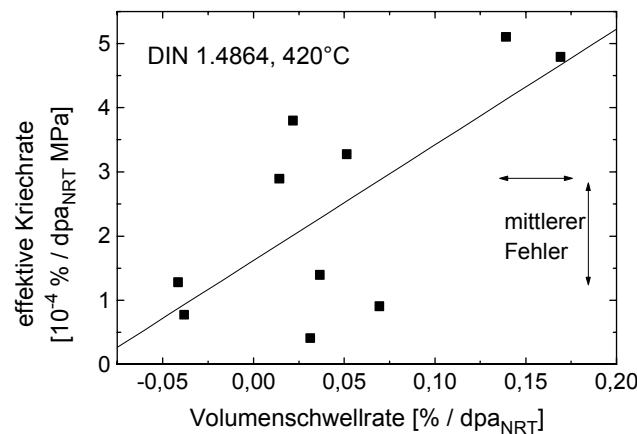
In Abbildung 7 sind die nach Gleichung 4 bestimmten Werte für die wahre Kriechdehnung als Funktion der Umfangsspannung dargestellt. Für 420°C ergibt sich eine im wesentlichen lineare Spannungsabhängigkeit. Da das Verhalten der Durchmesseränderung für die druckbeaufschlagten Proben (Abbildung 2) eine Kopplung zwischen Kriechen und Schwellen nahelegt, wird das bestrahlungsinduzierte Kriechen mit folgender Formel [Gar94] analysiert.

$$\frac{\dot{\bar{\epsilon}}}{\bar{\sigma}} = B_0 + D \cdot \dot{S} \quad \text{Gl. 10}$$

mit:  $\bar{\epsilon}$ : Vergleichsdehnung nach v. Mises  $\bar{\epsilon} = 2/\sqrt{3} \cdot \epsilon_K^w$   
 $\bar{\sigma}$ : Vergleichsspannung nach v. Mises  $\bar{\sigma} = \sqrt{3}/2 \cdot \sigma$   
 $\dot{S}$ : Volumenschwellrate  $S = 3 \cdot \epsilon_S^{\text{tot}}(\sigma)$

Diese Formel hat sich für die Analyse des bestrahlungsinduzierten Kriechens von austenitischen Stählen bewährt [Hüb99]. Es wird dabei angenommen, daß sich das bestrahlungsinduzierte Kriechen aus zwei Anteilen zusammensetzt. Ein Anteil ist unabhängig vom Schwellen proportional zu Dosis und Spannung und wird durch den SIPA-Mechanismus [Hea74.1] erklärt. Der zweite Anteil ist ebenfalls proportional zur Spannung, aber gleichzeitig auch proportional zum Schwellen. Zur Erklärung dient hier das I-Creep Modell von Gittus [Git72]. Die Analyse der Kriech- bzw. Schwellrate ( $\dot{\epsilon} = \Delta\epsilon/\Delta\phi t$ ) hat den Vorteil, daß durch die Differenzbildung die Verdichtung zu Beginn der Bestrahlung keinen Einfluß auf den Schwellwert mehr besitzt. Da die Kriechdehnung immer als Differenz der Dimensionsänderung von druckbeaufschlagter und druckloser Probe bestimmt wird, hat die Verdichtung grundsätzlich keinen Einfluß auf sie.

Bestimmt man die Kriech- und Schwellraten als Änderung zwischen zwei Zwischenvermessungen und trägt die Kriechrate gegen die Schwellrate auf, so ergibt sich folgendes Bild.



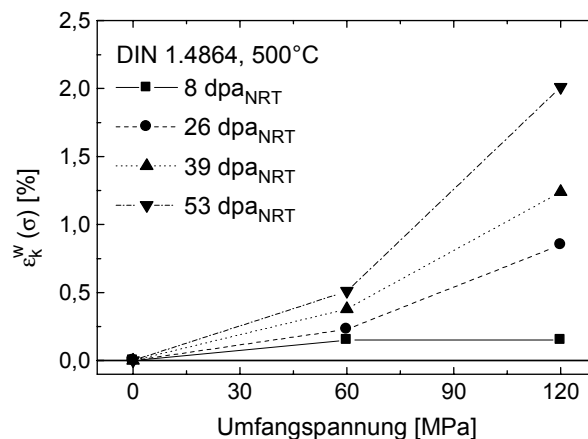
**Abbildung 8:** Effektive Kriechrate  $\dot{\epsilon}/\bar{\sigma}$  als Funktion der Volumenschwellrate  $\dot{S}$  für 420°C und  $\phi t = 9 - 69 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$ .

Die lineare Regressionsanalyse ergibt:

$$B_0 = (1,6 \pm 0,5) \times 10^{-6} \text{ 1/MPa dpa}_{\text{NRT}}$$

$$D = (1,8 \pm 0,7) \times 10^{-3} \text{ 1/MPa}$$

Auffallend ist die große Streuung und der große Fehler der Meßwerte. Dieser ergibt sich aus der niedrigen Volumenschwellrate nach Einsetzen der Sättigung  $\dot{S} = 0,015 - 0,07 \text{ \%/dpa}_{\text{NRT}}$ , die als Differenz zweier großer Zahlen bestimmt wird. Dennoch sind diese Ergebnisse eine Bestätigung für die Kriech-Schwellkopplung, da bei Abnahme der Schwellrate auch die Kriechrate zurückgeht.



**Abbildung 9:** Spannungsabhängigkeit des wahren Kriechens bei 500°C.

Die Spannungsabhängigkeit des wahren Kriechens bei 500°C ist in Abbildung 9 dargestellt. Es ergibt sich eine mit zunehmender Dosis stärker werdende Abweichung von der linearen Spannungsabhängigkeit, die normalerweise für diese Temperatur noch erwartet wird. Eine Beschreibung mit Gleichung 10 ist daher nicht möglich. Da eine genauere Analyse der Spannungsabhängigkeit anhand zweier Spannungswerte nicht möglich ist, wird auf eine weitergehende Analyse verzichtet.

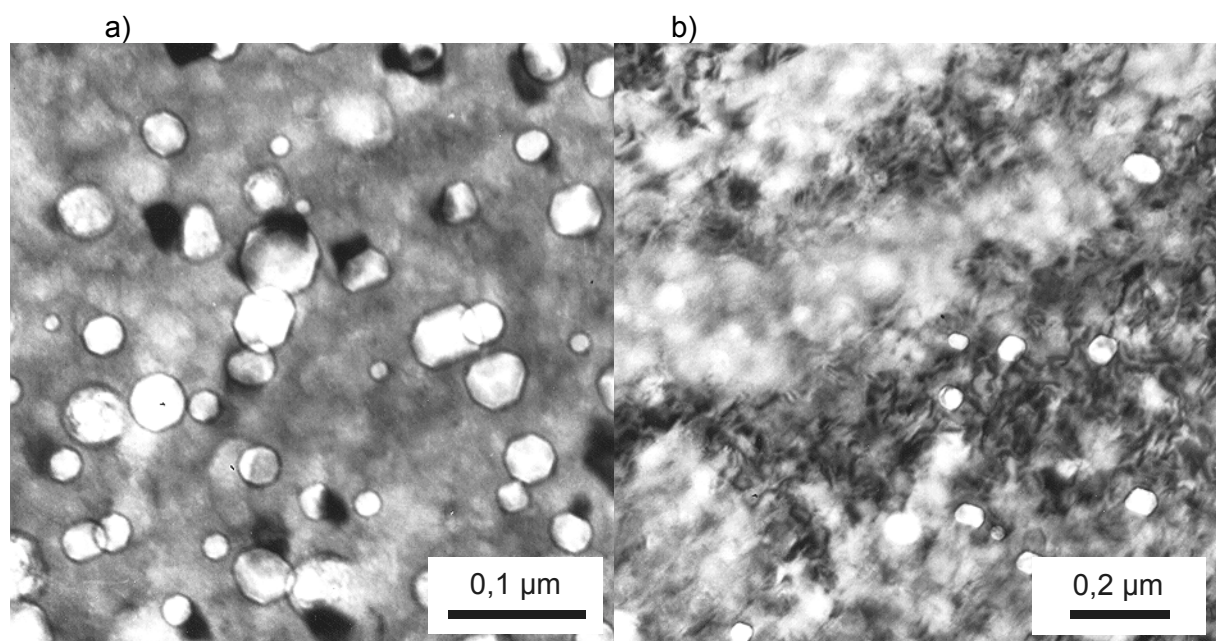
### 3.4 TEM-Untersuchung

#### 3.4.1 Porenstruktur

In Tabelle 2 sind die Ergebnisse der Porenanalyse und Dichtemessung zusammengefasst. Für den Vergleich der Schwellwerte sind auch die Durchmesseränderungen für die drucklosen Poren angegeben. Vergleicht man die Werte für das Volumenschwellen, die mit den drei Methoden bestimmt wurden, so ergibt sich mit Ausnahme der Probe T10 bei allen Proben das höchste Schwellen aus der Porenanalyse. Dagegen sind die Ergebnisse aus Durchmesseränderung und Dichteänderung vergleichbar, wenn man den absoluten Fehler von  $\pm 0,4\%$  der Dichteänderung berücksichtigt. Diese Unterschiede ergeben sich, weil bei der Porenanalyse die Verdichtung zu Beginn der Bestrahlung durch Erholung der Versetzungsstruktur und Ausscheidungsbildung nicht berücksichtigt wird. Die maximal mit Hilfe der Durchmesseränderung beobachtete Verdichtung entspricht für die Proben T08 und T18 einer Volumenänderung von  $-0,4\%$  bzw.  $-0,3\%$ .

**Tabelle 2:** Ergebnisse der Porenanalyse und Dichtemessung für 420 und 500°C.

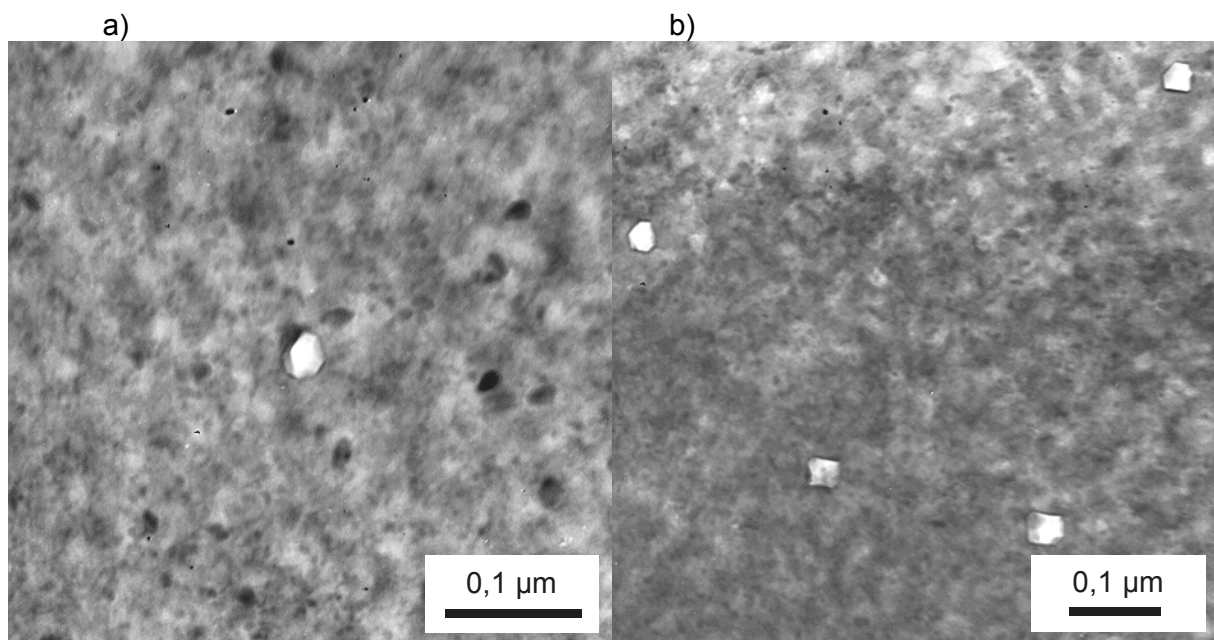
Probe	T08	T11	T01	T10	T21	T18	T15	T12
Bestrahlungstemperatur [°C]	420					500		
Dosis $\phi$ [dpa <sub>NRT</sub> ]	69			10		53		
Umfangsspannung $\sigma$ [MPa]	0	60	120	0	92	0	60	120
Mittlerer Porendurchmesser d [nm]	37,0	38,6	40,0	40,3	37,6	60,2	60,3	69,3
Porenkonzentration c [ $10^{15} \text{ cm}^{-3}$ ]	1,6	1,5	1,6	0,01	0,03	0,08	0,06	0,08
$\Delta V/V$ [%]	5,6	6,1	6,9	0,04	0,09	1,0	0,7	1,6
$\Delta \rho/\rho_0$ [%]	4,8	5,3	5,7	0,6	-0,1	0,6	0,7	0,5
$3 \Delta D/D_0$ [%]	4,3			-0,3		0,2		



**Abbildung 10:** Porenstruktur der drucklosen Hochdosisproben. a) 420°C, 69 dpa<sub>NRT</sub>, homogene Porenverteilung, b) 500 °C, 53 dpa<sub>NRT</sub>, links oben porenfreier Bereich.

Vergleicht man die drucklosen Proben mit der höchsten Dosis bei 420 und 500°C (T08 und T18) in Abbildung 10, so zeigt sich, die Porenkonzentration mit steigender Temperatur drastisch abnimmt und bei 500°C nur noch 5% des Wertes bei 420°C beträgt. Der mittlere Porendurchmesser ist bei 500°C deutlich größer als bei 420°C. Auch in der räumlichen Porenverteilung unterscheiden sich die 420 und die 500°C Proben. Während die Poren bei 420°C homogen in der Probe verteilt sind, existieren bei 500°C größere Bereiche ohne Poren.

Der Vergleich der beiden drucklosen 420°C Proben mit unterschiedlicher Dosis in Abbildung 10 a) und Abbildung 11 a) (T08 und T10) zeigt, daß sich bereits bei 10 dpa<sub>NRT</sub> erste Poren gebildet haben, obwohl die Durchmesseränderung noch kein Volumenschwellen anzeigt. Der Durchmesser dieser ersten Poren liegt bereits in der gleichen Größenordnung wie der mittlere Porendurchmesser der Hochdosisprobe. Dies läßt sich nur so erklären, daß in der Anfangsphase die Porenbildung behindert ist, während das Wachstum der bereits gebildeten Poren sehr schnell ist.



**Abbildung 11:** Einfluß der Umfangsspannung auf die Porenstruktur der 420°C Proben mit geringer Bestrahlungsdosis (10 dpa<sub>NRT</sub>). a) 0 MPa, einzelne Pore, b) 92 MPa, Porennest.

Untersucht man den Spannungseinfluß auf das Porenschwellen, so zeigt sich bei den Hochdosisproben nur bei 420°C ein eindeutiger Zusammenhang. Der mittlere Porendurchmesser wird mit zunehmender Spannung größer, wobei die Porenkonzentration unverändert bleibt. Bei 500°C ergibt sich nur bei der 120 MPa-Probe (T12) ein vergrößerter Porendurchmesser gegenüber der drucklosen Probe. Die Porenkonzentration ist für alle drei Proben vergleichbar. Bei dieser Aussage ist allerdings zu beachten, daß aufgrund der geringen Porenkonzentration bei 500°C die Auswertung auf einer deutlich geringeren Anzahl von Poren beruht als bei 420°C. Während bei 420°C der mittlere Porendurchmesser durch Auswertung von ca. 1000 Poren bestimmt wurde, mußte er bei 500°C mit ca. 100 Poren bestimmt werden. Dadurch ergibt sich bei 420°C eine deutlich höhere statistische Signifikanz der Aussagen. Für die 420°C Proben mit nur 10 dpa<sub>NRT</sub> (T10 und T21) zeigt sich ein signifikanter Einfluß der Spannung auf die Porenkonzentration, die bei 92 MPa etwa um den Faktor drei größer ist als in der drucklosen Probe. Der Porendurchmesser ist dagegen sogar in der druckbeaufschlagten Probe etwas kleiner als in der drucklosen. Allerdings gilt auch für diese Proben, daß nur relativ wenige Poren (ca. 50) zur Bestimmung des mittleren Porendurchmessers vermessen werden konnten. Im TEM-Bild in Abbildung 11 wird der Spannungseinfluß auf die Konzentration besonders deutlich. Während ohne Spannung nur einzelne Poren zu beobachten sind, haben sich in der druckbeaufschlagten Probe Porennester gebildet. Dies zeigt, daß die angelegte Spannung die Porenbildung erleichtert.

### 3.4.2 Ausscheidungsverhalten

In Tabelle 3 sind die beobachteten Ausscheidungen mit ihrem Kristallsystem und ihren experimentell bestimmten Gitterkonstanten zusammengestellt. Außerdem sind die, in der Literatur für diese Ausscheidungen angegebenen Gitterkonstanten angeführt.

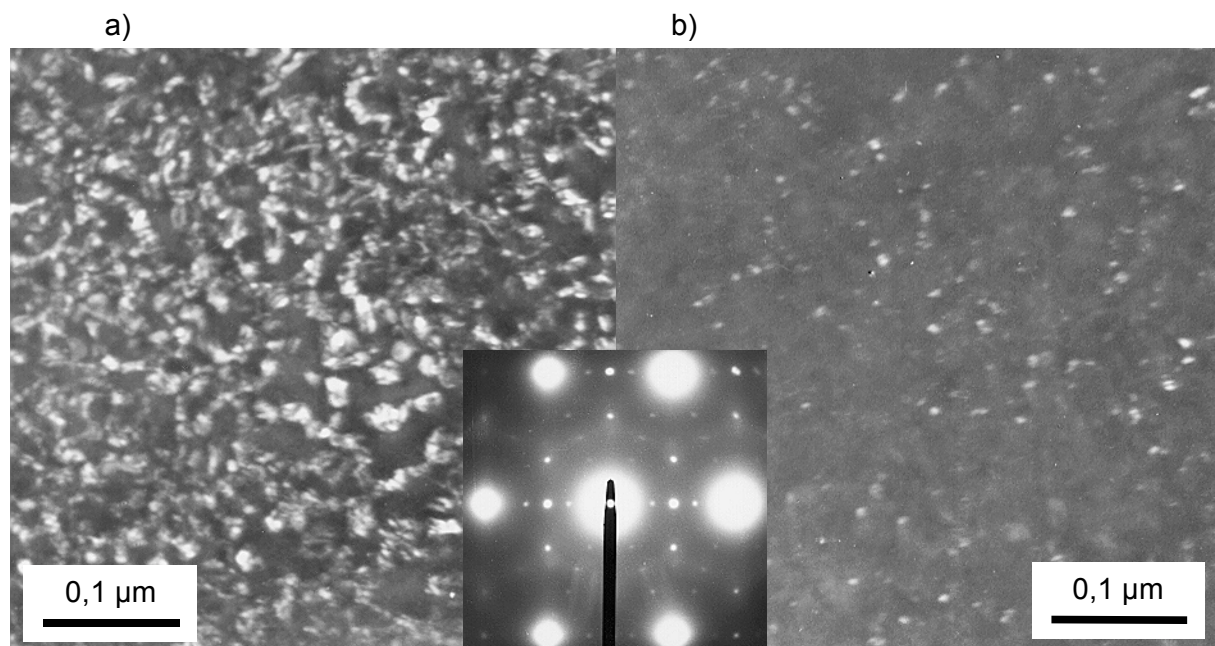
**Tabelle 3:** Zusammenstellung der kristallographischen Daten der beobachteten Ausscheidungen.

Ausscheidung	Kristallsystem	Gitterkonstante [Å] gemessen	Gitterkonstante [Å] Literatur
$M_{23}C_6$	Fm3m	$10,66 \pm 0,09$	10,6 [Lee80], 10,7 [Yan87]
$\gamma'$ ( $Ni_3Si$ )	Pm3m	$3,56 \pm 0,01$	3,5 [Lee80]

Im Ausgangszustand Lösungsglühen und 20% Kaltverformung finden sich nur sehr große intragranulare  $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen, die sich auch in den bestrahlten Proben wiederfinden.

Nach der Bestrahlung bei 420°C können sowohl bei 10 als auch bei 69  $dp_{NRT}$  kohärente  $M_{23}C_6$  und  $\gamma'$ -Ausscheidungen in der Matrix nachgewiesen werden. Die Ausscheidungen lassen sich im Beugungsbild durch die charakteristischen Reflexe leicht identifizieren. So liegen die Reflexe der  $\gamma'$ -Ausscheidungen genau auf halber Distanz von Nullstrahl zu den Matrixreflexen. Die Reflexe der  $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen liegen dagegen auf 1/3 und 2/3 der Distanz von Nullstrahl zu den Matrixreflexen.

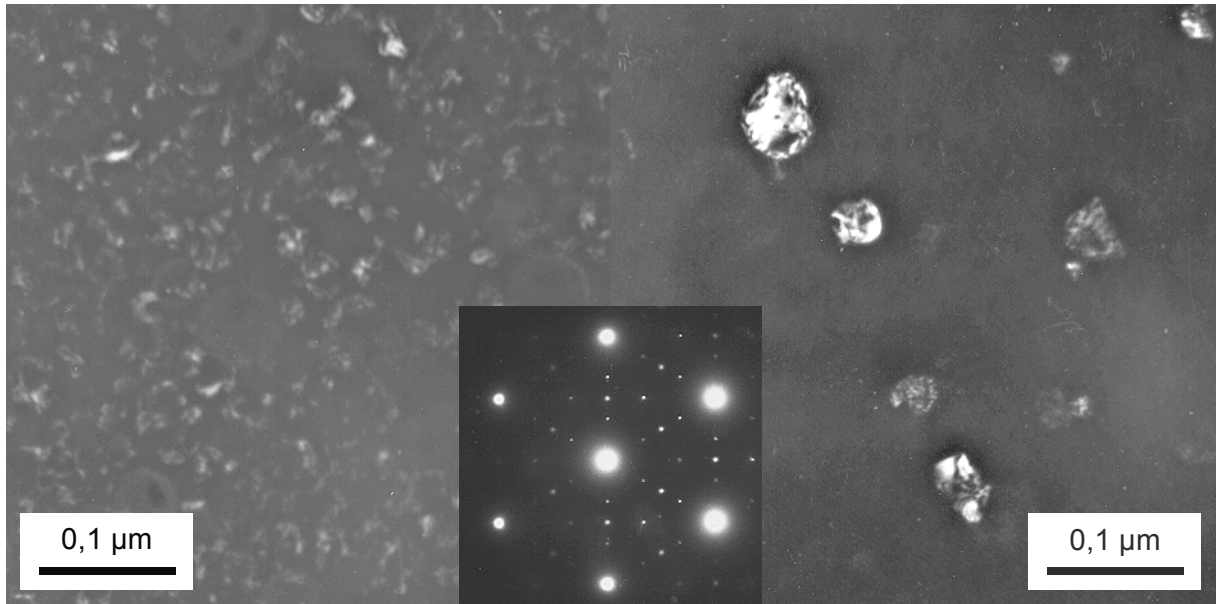
In Abbildung 12 sind die zu den Ausscheidungsreflexen gehörigen Dunkelfeldaufnahmen der 10  $dp_{NRT}$  Probe abgebildet. Man erkennt eine sehr hohe  $\gamma'$ -Dichte. Die Dichte an  $M_{23}C_6$  ist deutlich geringer. Die Größe der Ausscheidungen ist mit 5 – 10 nm für die  $M_{23}C_6$  und 10 – 20 nm für die  $\gamma'$ -Ausscheidungen sehr klein.



**Abbildung 12:** Dunkelfeldaufnahmen a) der  $\gamma'$  und b) der  $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen in der bei 420°C mit einer Dosis von 10  $dp_{NRT}$  bestrahlten 0 MPa Probe.

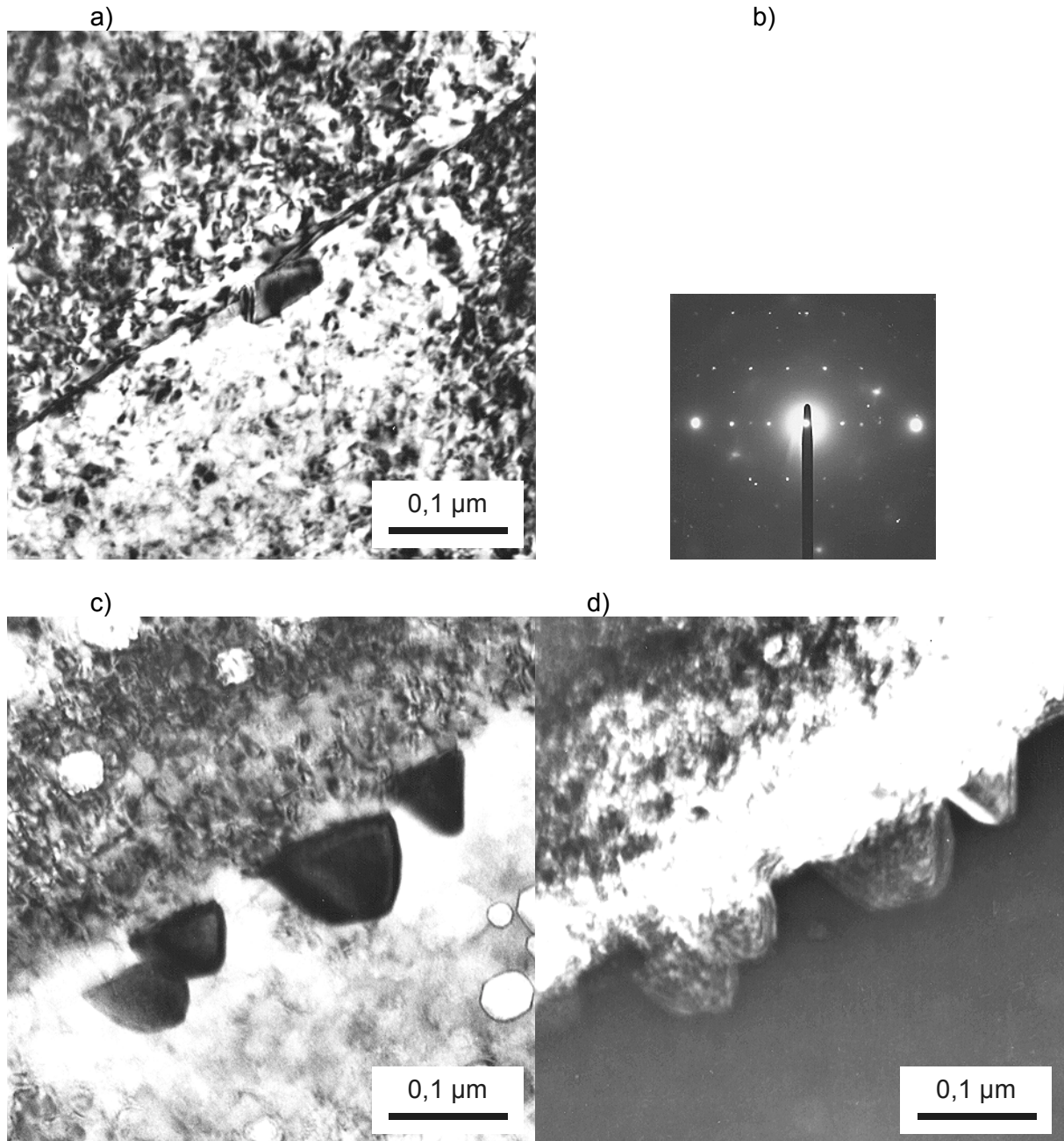


In Abbildung 13 ist zu erkennen, daß die Dichte der Ausscheidungen bei 69 dpa<sub>NRT</sub> geringer ist als bei 10 dpa<sub>NRT</sub>. Insbesondere die M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-Dichte hat deutlich abgenommen. Die Größe der  $\gamma'$ -Ausscheidungen ist mit 10 – 20 nm unverändert. Dagegen sind die M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-Ausscheidungen mit 30 – 70 nm größer als bei 10 dpa<sub>NRT</sub>. Die M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> Ausscheidungen sind oft mit Poren assoziiert.



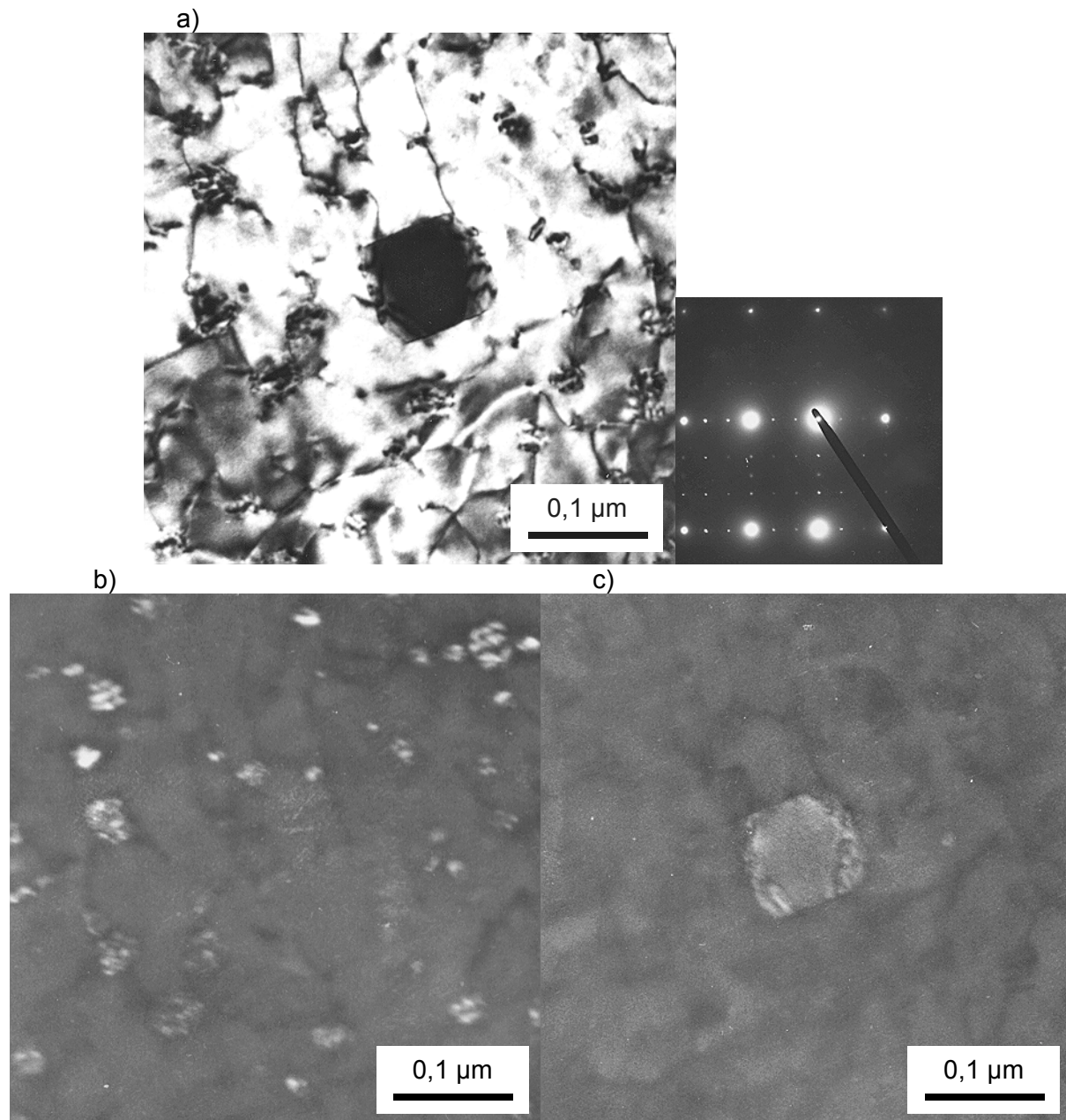
**Abbildung 13:** Dunkelfeldaufnahmen a) der  $\gamma'$  und b) der M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-Ausscheidungen in der bei 420°C mit einer Dosis von 69 dpa<sub>NRT</sub> bestrahlten 0 MPa Probe.

Auf den Korngrenzen finden sich sowohl bei 10 als auch bei 69 dpa<sub>NRT</sub> M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-Ausscheidungen, die kohärent zu einem Korn in das andere hineinwachsen. Dabei nimmt sowohl die Belegungsdichte als auch die Größe der Ausscheidungen mit der Dosis zu wie in Abbildung 14 erkennbar ist.

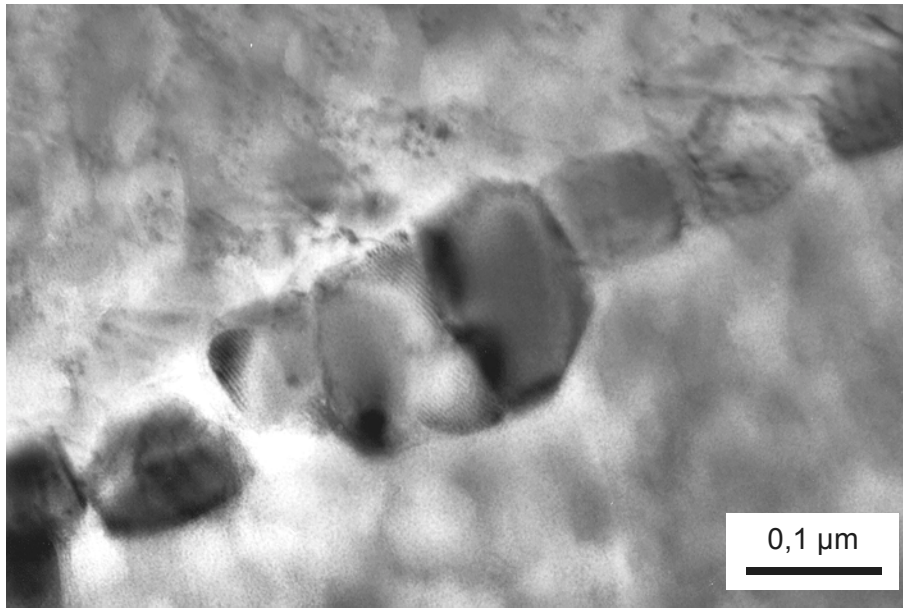


**Abbildung 14:** Korngrenzenausscheidungen in den bei 420°C bestrahlten Proben a) nach einer Bestrahlungsdosis von 10 dpa<sub>NRT</sub>, b) Beugungsbild zu c), c) nach einer Bestrahlungsdosis von 69 dpa<sub>NRT</sub>, d) Dunkelfeldaufnahme zu c).

Bei 500°C finden sich ebenfalls kohärente  $M_{23}C_6$  und  $\gamma'$ -Ausscheidungen, die in Abbildung 15 dargestellt sind. Dabei ist die Dichte sowohl der  $M_{23}C_6$  als auch der  $\gamma'$ -Ausscheidungen deutlich geringer als bei 420°C. Die Ausscheidungen sind mit 20 – 40 nm für die  $\gamma'$  und 50 – 100 nm für die  $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen größer als in der Hochdosisprobe bei 420°C. Die Korngrenzen sind massiv mit zum Teil sehr großen  $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen belegt (Abbildung 16).



**Abbildung 15:** Ausscheidungen nach der Bestrahlung bei 500°C mit einer Bestrahlungsdosis von 53  $dp_{NRT}$ . a) Hellfeldbild mit Beugungsaufnahme, b) Dunkelfeldaufnahme der  $\gamma'$ -Ausscheidungen, c) Dunkelfeldaufnahme einer  $M_{23}C_6$ -Ausscheidung.



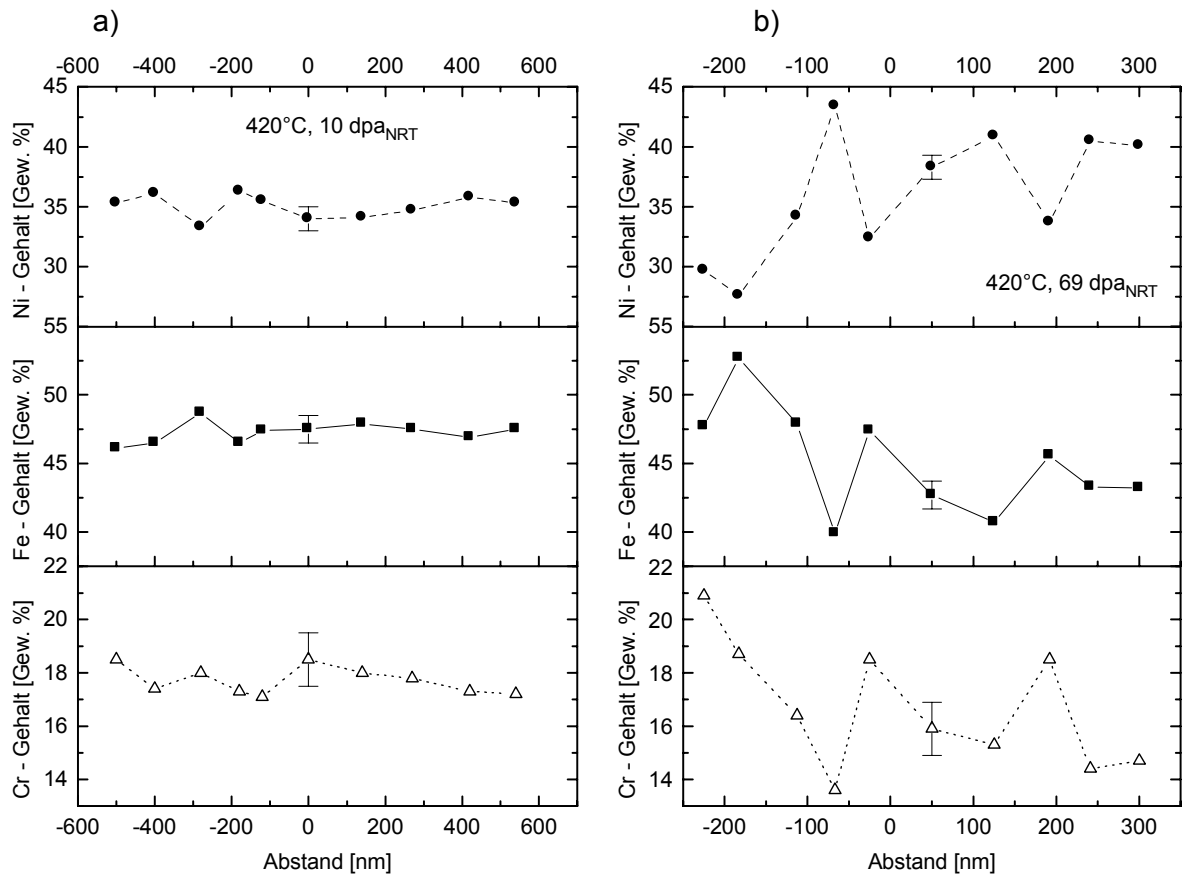
**Abbildung 16:** Korngrenzenausscheidungen nach der Bestrahlung bei 500°C mit einer Bestrahlungsdosis von 53 dpa<sub>NRT</sub>.

### 3.4.3 Versetzungen

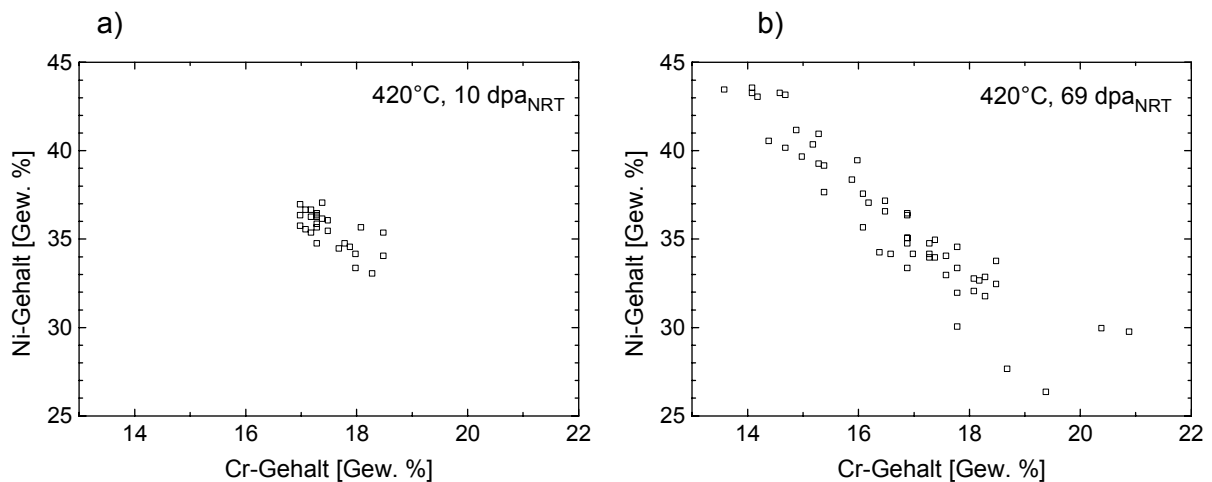
Die Versetzungsdichte im Ausgangszustand Lösungsglühen und 20% Kaltverformung beträgt ca.  $3 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ . Durch die Bestrahlung bei 420°C steigt sie auf  $10 - 15 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$  nach 10 dpa<sub>NRT</sub> an. Diese hohe Dichte wird auch am Ende der Bestrahlung bei 69 dpa<sub>NRT</sub> beobachtet. Die Bestrahlung bei 500°C hat nur einen geringen Einfluß auf die Versetzungsdichte, die auf ca.  $2 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$  zurückgeht.

### 3.4.4 EDX-Analysen

Da in der Literatur über Entmischungphänomene in Stählen mit einem Ni-Anteil von 35% berichtet wird [Rus92, Gar96], wurden an den Proben des 1.4864 auch EDX-Untersuchungen durchgeführt. Dabei wurden in jeder Probe mehrere Konzentrationsprofile entlang einer Linie aufgenommen. In Abbildung 17 sind typische Ergebnisse für die 0 MPa-Proben mit einer Bestrahlungstemperatur von 420°C dargestellt. Es sind nur die Konzentrationen der Hauptlegierungselemente Fe, Cr und Ni zusammengestellt worden. Mn als weiteres Legierungselement konnte aufgrund der Radioaktivität der Proben, wie in Kapitel 2 dargestellt, nicht bestimmt werden. Die Werte für den Si-Gehalt liegen bei allen Proben im Bereich von 0,5 – 3% im wesentlichen innerhalb des Schwankungsbereichs von  $\pm 1\%$  um dem mittleren Legierungsanteil von 1,5%. Für die Hauptlegierungselemente gibt es jedoch deutliche Unterschiede in den Konzentrationsprofilen. Bei einer Dosis von 10 dpa<sub>NRT</sub> liegen die Werte innerhalb des Bereichs der durch die Genauigkeit der Methode bestimmt ist. Bei 69 dpa<sub>NRT</sub> dagegen treten sehr starke Schwankungen in der Legierungszusammensetzung auf. Dabei verändern sich die Anteile von Cr und Fe gewissermaßen synchron, während der Ni-Gehalt sich genau entgegengesetzt verhält. D.h. bei hohem Fe-Gehalt ist der Cr-Gehalt ebenfalls erhöht und der Ni-Gehalt reduziert. Das Maß der Entmischung wird erkennbar, wenn man für jeden Meßpunkt den Ni-Gehalt gegen den Cr-Gehalt aufträgt (Abbildung 18).

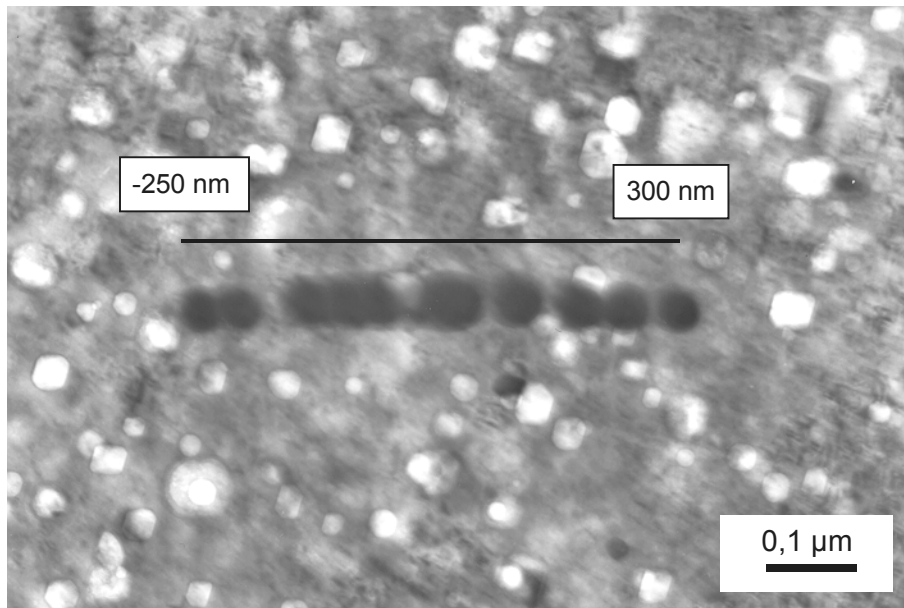


**Abbildung 17:** Konzentrationsprofile der Proben mit einer Bestrahlungstemperatur von 420°C. a) 10 dpa<sub>NRT</sub> b) 69 dpa<sub>NRT</sub>.



**Abbildung 18:** Ni-Gehalt als Funktion des Cr-Gehalts der Proben mit einer Bestrahlungstemperatur von 420°C. a) 10 dpa<sub>NRT</sub> b) 69 dpa<sub>NRT</sub>.

In Abbildung 19 ist ein TEM-Bild der 69 dpa<sub>NRT</sub> Probe mit den Kontaminationsflecken, die zum Konzentrationsprofil in Abbildung 17 b) gehören, dargestellt. Der räumliche Nullpunkt des Konzentrationsprofils liegt dabei auf der großen Poren in der Mitte der Reihe von Kontaminationsflecken. Ein Zusammenhang zwischen der Legierungszusammensetzung und der Nähe der Messungen zu Poren kann dabei nicht festgestellt werden. Dies wird insbesondere durch die letzten drei Messungen auf der rechten Seite (ca. 150 – 300 nm) deutlich. Die beiden vorletzten Flecken, die in einer Gruppe von Poren liegen, zeigen einen normalen (ca. 35%) und einen erhöhten (ca. 40%) Ni-Gehalt. Außerhalb der Porengruppe bleibt der Ni-Gehalt auf dem hohen Wert.



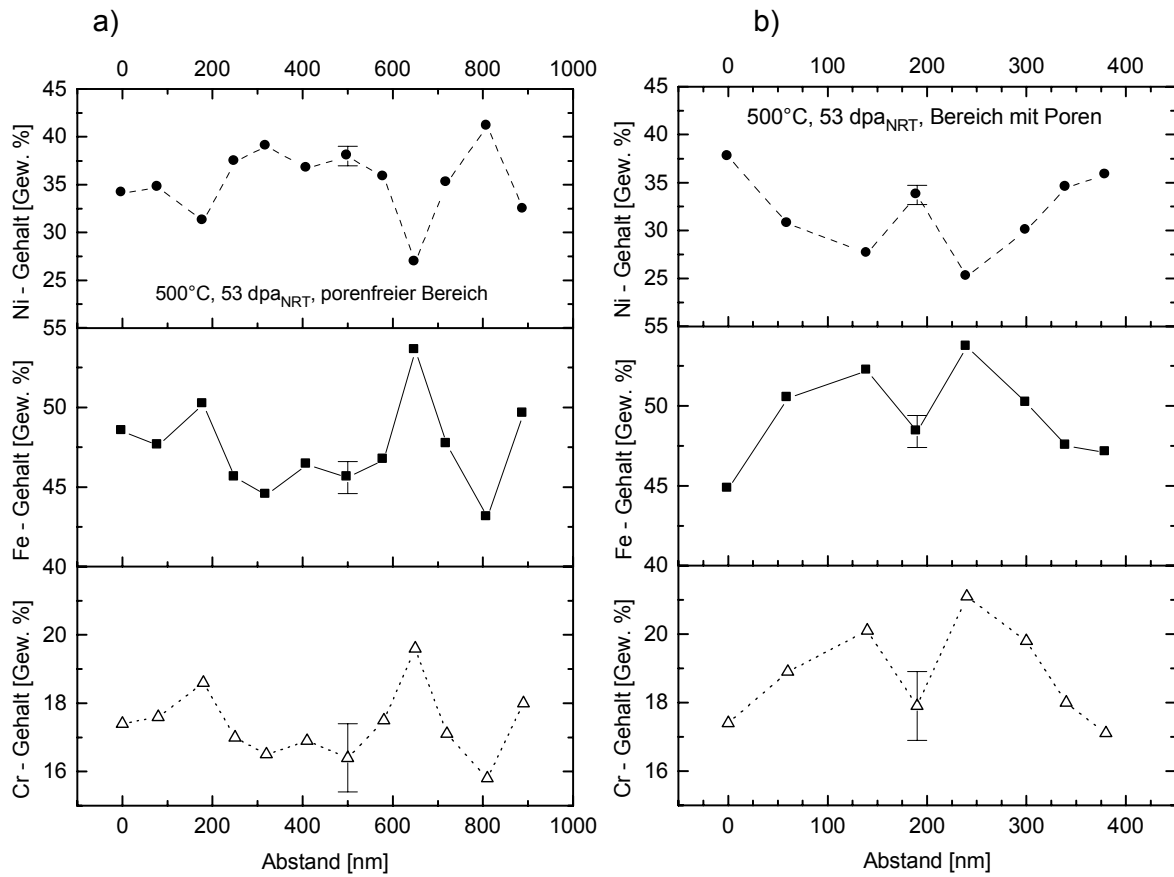
**Abbildung 19:** Kontaminationsflecken in der Probe mit 69 dpa<sub>NRT</sub> bei 420°C, die zum Konzentrationsprofil in Abbildung 17 b) gehören.

Der Einfluß der Ausscheidungen auf die gemessene Legierungszusammensetzung ist aufgrund ihrer geringen Größe im Vergleich zum Elektronenstrahl gering. So ergab die Analyse einer mit einer Pore assoziierten  $M_{23}C_6$ -Ausscheidung mit einem Durchmesser von ca. 20 nm folgende Zusammensetzung: 1,9% Si, 15,8% Cr, 42,5% Fe und 39,7% Ni. Im Vergleich dazu liegt die Zusammensetzung der großen  $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen bei 70 - 75% Cr, 20 - 25% Fe und 6 - 7% Ni. D.h. trotz der kleinen Ausscheidung wurde bei der Analyse im wesentlichen die Matrixzusammensetzung bestimmt. Diese Argument trifft auch auf die noch kleineren  $\gamma'$ -Ausscheidungen zu.

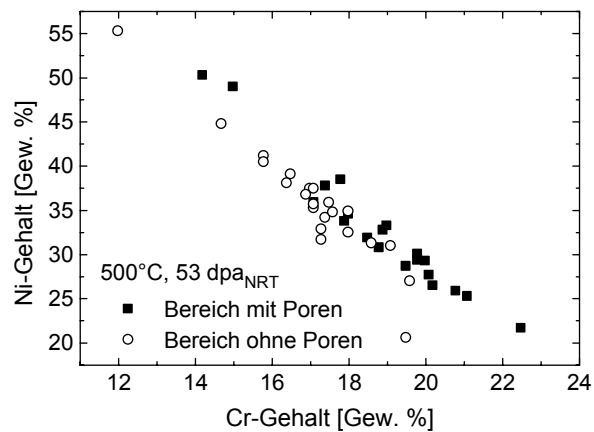
Die Ergebnisse der EDX-Analyse der 500°C Probe sind in Abbildung 20 dargestellt. Da die Porenverteilung in dieser Probe inhomogen ist (Abbildung 10) wurden mehrere Konzentrationsprofile sowohl in Bereichen mit als auch ohne Poren bestimmt. Die Abbildung zeigt, daß in beiden Bereichen eine Entmischung beobachtet werden kann, bei der die auftretenden Extremwerte für die Elementanteile ähnlich Beträge aufweisen. Allerdings scheint in der mittlere Ni-Gehalt im Bereich ohne Poren höher als im Bereich mit Poren zu sein. Umgekehrt ist im Bereich ohne Poren der mittlere Cr-Gehalt niedriger als im Bereich mit Poren. Dieser Eindruck wird bestätigt, wenn man für alle Meßpunkte den Ni-Gehalt gegen den Cr-Gehalt aufträgt (Abbildung 21). Bestimmt man die mittleren Anteile der Hauptlegierungselemente getrennt für Bereiche mit und ohne Poren, so ergibt sich:

Mit Poren	$C_{Cr} = 18,8 \pm 1,9 \%$	$C_{Ni} = 32,5 \pm 7,2 \%$	$C_{Fe} = 48,6 \pm 5,2 \%$
Ohne Poren	$C_{Cr} = 17,1 \pm 1,6 \%$	$C_{Ni} = 35,7 \pm 6,5 \%$	$C_{Fe} = 47,2 \pm 5,0 \%$

Aufgrund der Entmischung ergeben sich zwar relativ große Standardabweichungen, dennoch ergibt sich die Tendenz überdurchschnittlich hoher Ni-Gehalte in porenfreien Bereichen und überdurchschnittlich hoher Cr-Gehalt in Bereichen mit Poren.



**Abbildung 20:** Konzentrationsprofile der Probe mit einer Bestrahlungstemperatur von 500°C und einer Dosis von 59 dpa<sub>NRT</sub>. a) Bereich ohne Poren, b) Bereich mit Poren.



**Abbildung 21:** Ni-Gehalt als Funktion des Cr-Gehalts der Probe mit einer Bestrahlungstemperatur von 500°C und einer Dosis von 59 dpa<sub>NRT</sub>.

## 4 Diskussion

### 4.1 Spannungsfreies Schwellen

Ausgangspunkt dieser Untersuchung war die Fragestellung, wie das bestrahlungsinduzierte Schwellen durch geeignete Legierungswahl reduziert werden kann, um so den möglichen Abbrand der Brennelemente zu erhöhen. Neben der Optimierung der minoren Legierungselemente [Hüb99] wurde deshalb in Bestrahlungsexperiment PFR-M2 sowie in den Simulationsexperimenten durch Bestrahlung mit Ni-Ionen auch der Gehalt der Hauptlegierungselemente Chrom und Nickel systematisch variiert. Als kommerzieller Vertreter der Stähle mit 15% Cr und 35% Ni wurde der Werkstoff-Nr. DIN 1.4864 ausgewählt. Da im Simulationsexperiment mit Ni-Ionen [Gul83] nur Proben mit einer Bestrahlungsdosis untersucht wurden, wurde keine Aussage über die Dosisabhängigkeit des Schwellens gemacht. Im Laufe der Bestrahlung im PFR stellt sich dann das ungewöhnliche Schwellverhalten dieses Stahles heraus. Nach den ersten beiden Zwischenvermessungen (bis 34 dpa<sub>NRT</sub>) zeigte sich das für austenitische Stähle erwartete Schwellverhalten in Form einer Inkubationsdosis von ca. 10 dpa<sub>NRT</sub> mit anschließendem Schwellen. Aufgrund der Erfahrung mit anderen austenitischen Stählen erwartete man nach dem Schwellbeginn eine bis zum Erreichen der Gleichgewichtsschwellrate zunehmende Schwellrate. Statt dessen ergaben jedoch die weiteren Zwischenvermessungen eine wieder abnehmende Schwellrate, die bis zur letzten Durchmesserbestimmung nach 69 dpa<sub>NRT</sub> auf einem sehr niedrigem Niveau blieb. In den ersten Veröffentlichungen von Herschbach et al. [Her90.2, Her93.2] über diese Beobachtung konnte aufgrund des Mangels an mikrostrukturellen Untersuchungen keine Aussage über die Ursachen der Sättigung gemacht werden. Im Laufe der Bestrahlung wurden im Experiment PFR-M2 einzelne Proben aufgrund ihrer hohen Schwellbeträge nicht mehr weiterbestrahlt. Die dann freiwerdenden Plätze in den Bestrahlungsrigs wurden u.a. mit weiteren 1.4864 - Proben besetzt, um so insbesondere mikrostrukturelle Untersuchungen an Proben mit niedriger Dosis vornehmen zu können. Diese Proben hatten beim Abschluß der Bestrahlungen eine Dosis von 10 dpa<sub>NRT</sub> erhalten.

Um die Ergebnisse der Untersuchungen richtig einordnen zu können ist es notwendig die Ursachen und Mechanismen des Porenschwellens zu verstehen. Damit Schwellen überhaupt auftritt, müssen für die bestrahlungsinduzierten Punktdefekte (Leerstellen und Zwischengitteratome) zwei Bedingungen gleichzeitig erfüllt sein [Ven76]:

- Eine ausreichende Übersättigung an Leerstellen muß vorhanden sein.
- Die Beweglichkeit der Leerstellen und Gitteratome muß groß genug sein, um die Wanderung von Leerstellen hin zur wachsenden Pore und die von Gitteratomen weg von der wachsenden Pore zu ermöglichen.

Beide Bedingungen sind im Temperaturbereich  $0,3 < T/T_m < 0,5$  erfüllt ( $T_m$ : Schmelztemperatur der Legierung). Oberhalb von  $0,5 T_m$  wird durch die beschleunigte Diffusion der Leerstellen deren Konzentration auf das Niveau des thermischen Gleichgewichts gedrückt und die Übersättigung an Leerstellen ist zu gering für das Porenwachstum. Unterhalb von  $0,3 T_m$  ist die Beweglichkeit der Leerstellen zu gering, um den für die Porenbildung notwendigen Leerstellenfluß zu erzeugen. In diesem Temperaturbereich ist die Rekombination der Leerstellen mit den beweglicheren Zwischengitteratomen der dominante Mechanismus.

Außer diesen beiden Randbedingungen für die Punktdefekteigenschaften müssen außerdem noch bestimmte Bedingungen für die Punktdefektseen erfüllt sein [Bra72]. So müssen mindestens zwei verschiedene Senkentypen vorhanden sein. Ein Senkentyp muß mit Leerstellen und Zwischengitteratomen unterschiedlich wechselwirken, d. h. für beide Punktdefektarten muß die Anziehung unterschiedlich sein (sog. „bias“). Hierbei handelt es sich im allgemeinen um Versetzungen, die aufgrund der größeren Gitterverzerrungen mit den Zwischengitteratomen stärker wechselwirken als mit Leerstellen. Der zweite notwendige Senkentyp, sog. neutrale Senken, wechselwirkt mit beiden Punktdefektarten gleich stark. Hierbei handelt es sich um Poren bzw. Blasen und inkohärente Ausscheidungen. Gibt es keine Senken mit bias, so ist der Nettofluß von Punktdefekten, d.h. die Differenz aus Leerstellen- und



Zwischengitteratomenfluß, zu den Senken gleich Null. Auch wenn nur Senken mit unterschiedlicher Wechselwirkung vorhanden sind, muß aufgrund der Masseerhaltung der Punktdefekte der Nettofluß zu diesen Senken gleich Null sein. Nur wenn außerdem noch neutrale Senken existieren, kann sich ein Nettofluß von Zwischengitteratomen zu Versetzungen und ein Nettofluß von Leerstellen zu den neutralen Senken aufbauen. Dieser Nettofluß von Leerstellen zu neutralen Senken wie He-Blasen oder inkohärenten Ausscheidungen bewirkt ein Porenwachstum und das Porenschwellen.

Außer diesen beiden Senkentypen tritt noch ein weiterer Senkentyp auf, der zwar nicht für das Auftreten des Porenschwellens notwendig ist, es jedoch stark beeinflussen kann: Senken mit variablem bias für Punktdefekte. Hierbei handelt es sich um kohärente Ausscheidungen, deren Grenzfläche nur eine bestimmte Anzahl von Punktdefekten einer Sorte zugleich aufnehmen kann. Ist die Grenzfläche bereits mit Punktdefekten einer Sorte belegt, so wird die Grenzfläche im weiteren Verlauf bevorzugt Punktdefekte der anderen Sorte aufnehmen, die dann mit den bereits vorhandenen Punktdefekten rekombinieren. Durch diesen Effekt bewirken die kohärenten Ausscheidungen eine erhöhte Punktdefektrekombinationsrate.

Unter der Annahme einer linearen Dosisabhängigkeit für das Volumenschwellen leiten Brailsford und Bullough [Bra72] folgende Formel für die Schwellrate ab:

$$\left. \frac{d}{d\phi t} \right| \frac{\Delta V}{V_0} \cong \frac{(Z_i - Z_v) \rho_d 4\pi r_s C_s}{(\rho_d + 4\pi r_s C_s)(\rho_d + 4\pi r_s C_s + 4\pi r_p C_p)} \quad \text{Gl. 11}$$

mit:  $Z_i - Z_v$ : "bias" der Wechselwirkung von Punktdefekten mit Versetzungen  
(i: Zwischengitteratome, v: Leerstellen)

$\rho_d$ : Versetzungsdichte

$r_s, C_s$ : Radius und Konzentration der neutralen Senken. Sind sowohl Poren, als auch inkohärente Ausscheidungen als neutrale Senken vorhanden, so gilt:  
 $4\pi r_s C_s = 4\pi(r_{ip}C_{ip} + r_v C_v)$  mit ip: inkohärente Ausscheidungen und v: Poren

$r_p, C_p$ : Radius und Konzentration der kohärenten Ausscheidungen.

Der Einfluß der verschiedenen Legierungselemente läßt sich anhand des oben dargestellten Modells zumindest qualitativ gut erklären. So ergaben Untersuchungen zum Einfluß des Ni-Gehaltes auf das Schwellverhalten für ternäre Fe-15Cr-XNi eine maximale Schwellresistenz bei ca. 40% Ni bei einer Bestrahlung bei 400 – 500°C [Gar87]. Dieses Verhalten erklärt sich aus dem Einfluß des Nickel auf die Leerstellenbeweglichkeit. Mit zunehmendem Ni-Gehalt nimmt diese zu und damit die Leerstellenübersättigung ab. Dies führt zu einer zunehmenden Inkubationsdosis mit zunehmendem Ni-Gehalt [Esm85.1]. Dieser Effekt sollte bis zu einem Ni-Gehalt von ca. 75% wirksam sein. Bei Ni-Gehalten von ca. 30 - 40% tritt jedoch eine Entmischung auf, in deren Verlauf es zu Ni-reichen und Ni-armen Zonen kommt [Rus92]. Chrom spielt in diesem Fall nur die Rolle eines Stellvertreters für Eisen [Dod87]. In den Ni-armen und Cr-reichen Zonen bilden sich leichter Poren, so daß die Schwellresistenz verloren geht [Gar87]. Im Laufe der Bestrahlung kommt es durch den inversen Kirkendall-Effekt zu einer Anreicherung von Nickel in der Umgebung der Poren. Hierdurch werden ehemals Ni-arme Zonen in denen sich Poren gebildet haben zu Ni-reichen Zonen und die ursprünglich Ni-reichen Zonen verarmen an Nickel, so daß die Porenbildung schließlich auch in diesen Zonen beginnt [Bra85].

Die Ursache für die Entmischung ist eine Mischungslücke im Fe-Ni-Phasendiagramm im Bereich der Invar-Legierungen mit ca. 35% Ni. Diese Mischungslücke ist unter normalen Bedingungen sehr schmal und ist daher schwer nachzuweisen. Durch Bestrahlungseffekte wie beschleunigte Diffusion wird sie allerdings verbreitert, so daß sie in bestrahlten Werkstoffen leichter nachgewiesen werden kann [Rus92]. Die Zugabe von Silizium und Titan zu Fe-15Cr-35Ni unterdrückt zwar das Schwellen hat jedoch keinen Einfluß auf die Entmischung [Wat99]. Es bilden sich in diesem Fall Ni-reiche Ausscheidungen ( $\gamma'$ ; Ni<sub>3</sub>Si), welche die Ni-Segregation unter Umständen beeinflussen. Nachweisen läßt sich eine Entmischung normalerweise mit Hilfe der EDX-Analyse, wenn die Entmischungsperiode nicht kleiner als die laterale Auflösung des Elektronenstrahls ist [Gar96]. Außerdem kann es bei der Präparation

der TEM-Proben aufgrund der unterschiedlichen Cr-Ni-Gehalte zu selektivem Elektropolieren kommen, wobei die Ni-armen Zone stärker abgetragen werden als die Ni-reichen Zonen. Das Auftreten dieses Effektes ist allerdings von den Randbedingungen wie Temperatur und Elektrolyt abhängig, so daß beim Ausbleiben eines selektiven Elektropolierens eine Entmischung trotzdem nicht ausgeschlossen werden kann.

Eine Sättigung des Schwellens bzw. eine Abnahme der Schwellrate wurde bisher nur bei reinem Nickel [Stu92], reinem Aluminium [Wit85] und reinem Molybdän [Stu94] beobachtet. Im Falle von reinem Nickel wird die Abnahme der Schwellrate durch den Kollaps der Versetzungsdichte verursacht. Durch die geringe Versetzungsdichte die sich in Nickel unter n- Bestrahlung bildet (eine Größenordnung kleiner als in Edelstählen), existiert kein Nettofluß von Zwischengitteratomen zu den Versetzungen und somit auch kein Nettofluß von Leerstellen zu den Poren und die Schwellrate nimmt ab. Im Falle von Aluminium bildet sich im Laufe der Bestrahlung durch Transmutation Silizium [Far77] (ca. 0,4% nach  $10^{24}$  n/m<sup>2</sup>). Dieses Silizium ist in Aluminium nicht löslich und diffundiert zu den Poren, so daß sich im Laufe der Bestrahlung Schalen aus Silizium um die Poren bilden, welche die Absorption weiterer Leerstellen in der Pore behindern [Gar93.5]. Im Falle von Molybdän kann keine Ursache angegeben werden, es scheint jedoch ein Zusammenhang mit der sich bildenden Porenüberstruktur zu bestehen.

Betrachtet man nun die Ergebnisse der Nachuntersuchungen an DIN 1.4864, so zeigt sich, daß die Ergebnisse der Dichtemessungen und der TEM-Analyse der Porenstruktur die Ergebnisse der Durchmesserbestimmung bestätigen. D. h. bei dem beobachteten Effekt der Sättigung der Schwellrate bei 420°C handelt es sich tatsächlich um einen Effekt des Porenschwellens und nicht um einen experimentellen Artefakt der Durchmesserbestimmung. Eine falsche Dosisberechnung kann ebenfalls ausgeschlossen werden, da im Experiment PFR-M2 ca. 100 Proben parallel bestrahlt wurden und nur die drei Proben aus DIN 1.4864 das ungewöhnliche Verhalten zeigen. Bei einer falschen Dosisangabe müßten alle Proben zumindest Anomalien im Schwellverhalten zeigen.

Die TEM-Untersuchungen nach der Bestrahlung zeigen im Bereich der Inkubationsdosis eine hohe Versetzungsdichte (ca.  $10^{11}$  cm<sup>-2</sup>), sowie eine sehr hohe Dichte an kleinen kohärenten  $\gamma'$  und M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-Ausscheidungen. Eine Entmischung kann nicht festgestellt werden, wobei die laterale Auflösung auf ca. 50 nm beschränkt ist. Am Ende der Bestrahlung, nachdem die Schwellrate einmal stark zugenommen hat, um dann wieder abzunehmen ergaben die Untersuchungen eine vergleichbare Versetzungsdichte. Es finden sich ebenfalls kohärente  $\gamma'$  und M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-Ausscheidungen, wobei die Dichte insbesondere für die M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> gegenüber dem Wert bei 10 dpa<sub>NRT</sub> abgenommen hat und die Größe der Ausscheidungen zugenommen hat. Außerdem ergibt die EDX-Analyse eine Entmischung, wobei sich Ni-reiche und Cr- und Fe-reiche Zonen abwechseln. Dabei kann keine Korrelation mit Poren oder Ausscheidungen festgestellt werden.

Gleichung 11 zeigt, daß eine Änderung der Schwellrate durch eine Änderung der Versetzungsdichte bzw. der Ausscheidungsparameter verursacht werden kann. So ist eine Zunahme der Schwellrate mit einer Zunahme der Versetzungsdichte bzw. der Dichte der neutralen Senken (Poren und inkohärente Ausscheidungen) oder der Abnahme der Dichte an Senken mit variablem bias verbunden. Normalerweise verlaufen die mikrostrukturellen Änderungen monoton. Dabei existieren für viele Parameter wie die Versetzungsdichte Gleichgewichtswerte, die in Abhängigkeit vom Neutronenfluß und der Bestrahlungstemperatur nach ca. 20 dpa<sub>NRT</sub> erreicht werden [Gar94]. Im Falle der DIN 1.4864 Proben ist entweder die Entwicklung nicht monoton verlaufen (z. B. die Versetzungsdichte nimmt erst zu, um später im Laufe der Bestrahlung wieder abzunehmen) oder es gibt zwei Parameter, die sich mit unterschiedlicher Geschwindigkeit ihrem Gleichgewichtszustand nähern und unterschiedlichen Einfluß auf die Schwellrate besitzen (z. B. Erhöhung der Versetzungsdichte läßt die Schwellrate zunehmen und eine spätere Bildung von kohärenten Ausscheidungen läßt die Schwellrate wieder abnehmen.). Da die Versetzungsdichte bei beiden untersuchten Bestrahlungsdosen praktisch identisch ist, muß davon ausgegangen werden, daß die Gleichgewichtsdichte bereits nach 10 dpa<sub>NRT</sub> erreicht ist, und somit eine Zunahme der Versetzungsdichte nicht für

die Zunahme der Schwellrate verantwortlich ist. Geht man von einer monotonen Zunahme der Porendichte und einer monotonen Abnahme der Dichte an kohärenten Ausscheidungen von 10 bis 69  $\text{dpa}_{\text{NRT}}$  aus, so ergibt sich in beiden Fällen eine Zunahme der Schwellrate, so daß auch ein unterschiedlicher zeitlicher Verlauf nicht zu einer Zu- und wieder Abnahme der Schwellrate führen würde. Daher scheint eine nicht-monotone Änderung der Mikrostruktur notwendig, um das Schwellverhalten des DIN 1.4864 zu erklären. Der einzige mikrostrukturelle Parameter, der eine solche nicht-monotone Änderung unter relativ einfachen Bedingungen vollziehen kann, ist die Dichte der  $\gamma'$ -Ausscheidungen. Diese Ausscheidungen bilden sich in austenitischen Stählen nur unter Bestrahlung und sind thermisch nicht stabil. So lösten sich die in AISI 316 durch Bestrahlung gebildeten  $\gamma'$ -Ausscheidungen nach einer Glühung bei 500°C nach 1000 h vollständig auf [Yan80]. Nach 500 h findet sich allerdings noch ein Großteil der ursprüngliche  $\gamma'$ -Dichte. D. h. wenn die Proben nach ca. 10  $\text{dpa}_{\text{NRT}}$  ohne Bestrahlung hohen Temperaturen ausgesetzt waren, könnte sich die  $\gamma'$ -Dichte zumindest reduzieren, wenn nicht gar gegen Null gehen. Dies würde die Rekombinationsrate reduzieren und die Schwellrate nimmt zu. Im Laufe der weiteren Bestrahlung bilden sich jedoch wieder kohärente  $\gamma'$ , die Rekombinationsrate nimmt zu und die Schwellrate ab. Allerdings gibt es keine Hinweise darauf, daß eine solche Temperaturexkursion ohne Bestrahlung tatsächlich stattgefunden hat. Daher ist diese Aussage nur eine Hypothese, die experimentell überprüft werden müßte.

## **4.2 Spannungsgetriebenes Schwellen**

Der Effekt des spannungsgetriebenen Schwellens wurde für eine Reihe von austenitischen Stählen bei verschiedenen Temperaturen und metallurgischen Zuständen beobachtet. Für eine Übersicht siehe [Has92].

Für die makroskopische Beschreibung des spannungsgetriebenen Schwellens existieren zwei Ansätze [Gar81.2]. In einem Fall führt die angelegte Spannung zu einer reduzierten Inkubationsdosis bei ansonsten unverändertem Schwellverhalten. Insbesondere hat die Spannung in diesem Fall keinen Einfluß auf die Schwellrate. Im anderen Fall bleibt die Inkubationsdosis unverändert und die Schwellrate nimmt bei angelegter Spannung zu (Abbildung 6). Auf der mikrostrukturellen Ebene erklärt sich eine reduzierte Inkubationsdosis durch eine erleichterte bzw. beschleunigte Porenbildung, während die erhöhte Schwellrate von einem beschleunigten Porenwachstum verursacht wird. Die Analyse der Porenstruktur mit dem TEM liefert eine Aussage, ob das erhöhte Schwellen durch mehr Poren, d.h. durch eine erhöhte Porenkonzentration oder durch größere Poren verursacht wird. Wenn allerdings nur Proben mit einer Dosis vorliegen, gibt es nur eine bedingte Korrelation zwischen den Ergebnissen der TEM-Analyse und dem zugrundeliegenden Mechanismus. So kann ein vergrößerter Porendurchmesser sowohl durch ein beschleunigtes Porenwachstum bei gleicher Inkubationsdosis als auch durch eine verlängerte Wachstumsphase bei reduzierter Inkubationsdosis verursacht werden. Erst wenn zu jeder Spannung mehrere Proben mit unterschiedlichen Dosen vorliegen, kann eine Aussage zur Wachstumsgeschwindigkeit gemacht werden. Nur im Falle einer erhöhten Porenkonzentration ist eindeutig auf eine erleichterte Porenbildung zu schließen. In der Literatur wird sowohl über einen vergrößerten Porendurchmesser als auch über eine erhöhte Porenkonzentration berichtet. Ein vergrößerter Porendurchmesser wurde in DIN 1.4981 mit 14 % Kaltverformung bei 480°C [Her81], in AISI 316 mit 10 % Kaltverformung bei 550°C [Por83] und in AISI 316 mit 20 % Kaltverformung bei 440°C [Lau87] gefunden. Eine erhöhte Porenkonzentration findet sich in lösungsgeglühtem AISI 316 bei 500°C [Bra77.3], in AISI 316 mit 10 % Kaltverformung bei 400°C [Por83], in AISI 316 mit 20 % Kaltverformung bei 440°C [Lau87] und in einem lösungsgeglühten russischen Stahl (16 % Cr, 15 % Ni, 3 % Mo, 0,7 % Nb) bei 450°C [Sha90]. Dabei ist auffällig, daß beide Effekte bei identischen Legierungen im gleichen Experiment auftreten [Por83, Lau87], wobei sich die Bestrahlungsbedingungen Temperatur und Spannung zum Teil nur geringfügig unterscheiden. Da in diesen Experimenten keine zwei Proben mit identischen Bestrahlungsbedingungen untersucht wurden, kann nicht festgestellt werden, ob die Unterschiede tatsächlich durch die unterschiedlichen Bestrahlungsbedingungen verursacht wurden, oder ob eventuell unbeobachtete Parameter eine Rolle spielen.

Da die meisten Experimente mit Druckkapseln durchgeführt wurden kann keine Aussage gemacht werden, welchen Einfluß der Spannungszustand auf das spannungsgetriebene Schwellen hat. Jedoch zeigen zwei Experimente, die mit Flachzugproben [Sah85] bzw. mit 4-Punkt-Biegeproben [Lau87] durchgeführt wurden, daß Zug- und Druckspannungen mit gleichem Betrag auch den gleichen Betrag an spannungsgetriebenem Schwellen induzieren, wobei die Einflüsse auf die Porenstruktur identisch sind. Dies bedeutet, daß nicht wie ursprünglich angenommen die hydrostatische Spannung für das spannungsgetriebene Schwellen verantwortlich ist.

In dem hier vorgestellten Experiment wurde das spannungsgetriebene Schwellen sowohl während der Bestrahlung durch die Längenänderung als auch nach der Bestrahlung durch die Dichteänderung und die TEM-Analyse der Porenstruktur bestimmt. Beachtet man die Tatsache, daß bei der Analyse der Porenstruktur die Verdichtung zu Beginn der Bestrahlung nicht berücksichtigt wird, so stimmen die Werte innerhalb der Meßfehler überein. Die maximal beobachteten Werte für das lineare spannungsgetriebene Schwellen liegen für 420°C, 60 dpa<sub>NRT</sub> und 120 MPa bei 0,4% und für 500°C, 40 dpa<sub>NRT</sub> und 120 MPa bei 0,15%. Damit ist der Betrag des spannungsgetriebenen Schwellens bei 420°C etwa eine Größenordnung kleiner als das spannungsfreie Schwellen, während das spannungsgetriebene und das spannungsfreie Schwellen bei 500°C praktisch gleich groß sind. Sowohl bei 420°C als auch bei 500°C ist das spannungsgetriebene Schwellen proportional zur Umfangsspannung. Eine Entscheidung, ob die mechanische Spannung zu einer reduzierten Inkubationsdosis oder zu einer erhöhten Schwellrate führt, kann durch die mathematische Analyse nicht getroffen werden, da die Daten mit beiden Formeln gleich gut beschrieben werden können. Die Analyse der Porenstruktur der Hochdosisproben ergibt bei 420°C eine Zunahme des Porendurchmessers bei konstanter Porenkonzentration. Bei 500°C sind die Ergebnisse nicht eindeutig, wobei sowohl die Porenkonzentration als auch der mittlere Porendurchmesser aufgrund der inhomogenen Porenverteilung und des geringen Schwellvolumens mit einer hohen Unsicherheit behaftet sind. Im Gegensatz dazu ergab die Porenanalyse der 420°C Proben mit 10 dpa<sub>NRT</sub> ein eindeutiges Bild. Bei diesen Proben haben sich gerade erste Poren gebildet. Dabei zeigt die druckbeaufschlagte Probe eine deutlich höhere Porenkonzentration, wobei die Poren sich in sog. Porennestern konzentrieren. In der drucklosen Probe dagegen finden sich nur einzelne Poren. Aufgrund dieses Ergebnisse kann für die DIN 1.4864 bei 420°C festgestellt werden, daß eine erleichterte Porenbildung für das spannungsgetriebene Schwellen verantwortlich ist.

### **4.3 Bestrahlungsinduziertes Kriechen**

Unter Bestrahlung mit Neutronen oder geladenen Teilchen tritt Kriechen bereits in einem Temperaturbereich auf, in dem das thermische Kriechen zu vernachlässigen ist. Die Ursache für dieses sog. bestrahlungsinduzierte Kriechen ist die starke Punktdefektübersättigung im Werkstoff unter Bestrahlung [Gar94]. Matthew und Finnie [Mat88] geben einen ausführlichen Überblick über die existierenden Modelle zur Beschreibung des bestrahlungsinduzierten Kriechens, die sich in einige grundlegende Gruppen einteilen lassen.

Eine Gruppe von Mechanismen, die das Kriechen beschreibt, wenn kein Schwellen auftritt, ist das SIPA-Kriechen (Stress Induced Preferred Absorption of defects) [Hea74.1]. Hier sind alle Mechanismen zusammengefaßt, bei denen die Zwischengitteratome bevorzugt von Versetzungen mit bestimmten Orientierungen zur Spannung absorbiert werden. Dadurch können diese Versetzungen bevorzugt klettern und es kommt zum Kriechen. Da dieser Mechanismus unabhängig von neutralen Senken ist, beschreibt er das Kriechen in Abwesenheit von Schwellen. Die Ableitung ergibt eine lineare Spannungsabhängigkeit der Kriechrate. Die unterschiedliche Absorption von Zwischengitteratomen an Versetzungen kann durch die veränderte Wechselwirkungsenergie der Zwischengitteratome mit dem Spannungsfeld um eine Versetzung erklärt werden. Je nach Orientierung der Versetzung kann diese Wechselwirkungsenergie erhöht oder erniedrigt werden [Hea74.1]. In einem weiteren Modell ("elastodiffusion") bewirkt die Spannung eine Anisotropie der Diffusionskonstanten, die dann durch einen Tensor beschrieben werden muß [Woo84]. Die Absorption von Punktdefekten an einer

linienförmigen Senke wie einer Versetzung hängt in diesem Fall von der Orientierung der Versetzung relativ zu den Hauptachsen des Tensors ab.

Eine weitere wichtige Gruppe von Kriechmechanismen beschreibt das durch Klettern der Versetzungen beschleunigte Versetzungsgleiten. Hierzu gehört auch das I-creep Modell von Gittus [Git72]. Durch den Nettofluß von Zwischengitteratomen zu den Versetzungen können diese Gleithindernisse leichter überklettern. Da der Nettofluß von Zwischengitteratomen zu den Versetzungen gleich dem Nettofluß von Leerstellen zu den Poren ist, ist die Kriechrate bei diesem Modell proportional zu Schwellrate. Die Ableitung ergibt auch in diesem Fall eine lineare Spannungsabhängigkeit der Kriechrate.

Wird die Bestrahlung bei höheren Temperaturen durchgeführt kommt es bei  $T \approx \frac{1}{2} T_m$  zu zusätzlichen Kriechbeiträgen durch thermisches Kriechen. Da es jedoch zu Wechselwirkungen zwischen dem bestrahlungsinduzierten Kriechen und dem thermischen Kriechen kommt, können diese beiden Effekte nicht unabhängig voneinander betrachtet werden. Wassilew [Was89] untersuchte das Kriechverhalten verschiedener Austenite für  $T \geq \frac{1}{2} T_m$ . Dabei beobachtete er eine starke Abhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit von der Spannung. Bei Überschreiten einer sog. Übergangsspannung kommt es zu einer sprunghaften Änderung der Spannungsabhängigkeit. Unterhalb der Übergangsspannung gilt  $\dot{\epsilon} \propto \sigma$ , während oberhalb der Übergangsspannung  $\dot{\epsilon} \propto \sigma^n$  ( $n \geq 1$ ) gilt.

Entsprechend der oben genannten Kriechmechanismusgruppen wird die Kriechrate mit zwei Termen beschrieben. Ein Term davon ist proportional zur Spannung (SIPA-Term), während der zweite Term proportional zur Spannung und Schwellrate ist (I-Creep-Term).

$$\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\sigma}} = B_0 + D \cdot \dot{\sigma}$$

Das bestrahlungsinduzierte Kriechen bei 420°C läßt sich gut mit dieser Formel beschreiben. Die Werte für die Konstanten  $B_0$  und  $D$  liegen in dem Bereich, der auch für andere austenitischen Stähle beobachtet wird [Hüb99]. Bei 500°C ist das bestrahlungsinduzierte Kriechen nicht mehr proportional zur angelegten Umfangsspannung. Dieser Effekt tritt normalerweise erst ab ca. 600°C auf, wenn bereits durch Bestrahlung beschleunigtes thermisches Kriechen auftritt. Eine genauere Analyse insbesondere der Spannungsabhängigkeit, die auch eine Aussage über die zugrundeliegenden Mechanismen erlauben würde, ist mit zwei Werten für die Umfangsspannung nicht möglich.

## 5 Zusammenfassung

Im Bestrahlungsexperiment PFR-M2 wurden Druckkapseln aus dem Werkstoff DIN 1.4864 bei nominell 420 und 500°C im Prototype Fast Reactor in Dounreay, Schottland bis zu einer maximalen Dosis von 69 bzw. 53 dpa<sub>NRT</sub> bestrahlt. Die Lösungsglühtemperatur war 1100°C und die Kaltverformung beim Ziehen der Rohre betrug 20%. Durch die Bestimmung der Durchmesser- und Längenänderung konnte das spannungsfreie und das spannungsgetriebene Schwellen, sowie das bestrahlungsinduzierte Kriechen bestimmt werden. Nach Abschluß der nichtzerstörenden Untersuchungen wurde ein Teil der Proben in den Heißen Zellen des Forschungszentrums Karlsruhe zerlegt und für die zerstörenden Nachuntersuchungen vorbereitet. Es wurde die Dichte bestimmt und die Mikrostruktur wurde mit Hilfe des Transmissionselektronenmikroskops (TEM) untersucht.

Das spannungsfreie Schwellen ist für 500°C bis zu Maximaldosis vernachlässigbar klein. Für 420°C wird ein sehr ungewöhnliches Verhalten beobachtet. Nach einer Inkubationsdosis von ca. 10 dpa<sub>NRT</sub> beginnt das Schwellen mit einer mittleren linearen Schwellrate von 0,04 %/dpa<sub>NRT</sub>. Danach nimmt die Schwellrate jedoch wieder ab und beträgt für die letzten drei Bestrahlungskampagnen nur noch 0,01; 0,007 bzw. 0,015 %/dpa<sub>NRT</sub>. Eine derartige Sättigung des Volumenschwellens wurde bisher noch für keine technische Legierung beobachtet. Die Untersuchungen der Mikrostruktur mit Hilfe des TEM ergaben für eine Dosis von 10 dpa<sub>NRT</sub> eine hohe Versetzungsdichte (ca.  $10^{11}$  cm<sup>-2</sup>), sowie eine sehr hohe Dichte an kleine kohärenten  $\gamma$  und M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-Ausscheidungen. Am Ende der Bestrahlung, nachdem die Schwellrate einmal stark zugenommen hat, um dann wieder abzunehmen, ergaben die Untersuchungen eine vergleichbare Versetzungsdichte. Es finden sich ebenfalls kohärente  $\gamma$  und M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>-Ausscheidungen, wobei die Dichte insbesondere für die M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> gegenüber dem Wert bei 10 dpa<sub>NRT</sub> abgenommen hat und die Größe der Ausscheidungen zugenommen hat. Außerdem ergibt die EDX-Analyse eine Entmischung, wobei sich Ni-reiche und Cr- und Fe-reiche Zonen abwechseln. Dabei kann keine Korrelation mit Poren oder Ausscheidungen festgestellt werden. Eine derartige Entmischung kann bei 10 dpa<sub>NRT</sub> nicht festgestellt werden, wobei die laterale Auflösung auf ca. 50 nm beschränkt ist. Zwar können anhand dieser Ergebnisse bestimmte Hypothesen für die Erklärung der Sättigung ausgeschlossen werden, so z. B. ein Kollaps der Versetzungsdichte während der Bestrahlung, jedoch liefern diese Ergebnisse keine zwingende Erklärung für das beobachtete Verhalten.

Das spannungsgetriebene Schwellen ist bei 420°C etwa eine Größenordnung kleiner als das spannungsfreie Schwellen, während das spannungsgetriebene und das spannungsfreie Schwellen bei 500°C praktisch gleich groß sind. Sowohl bei 420°C als auch bei 500°C ist das spannungsgetriebene Schwellen proportional zur Umfangsspannung. Die Porenanalyse der 420°C Proben mit einer Bestrahlungsdosis von 10 dpa<sub>NRT</sub> ergibt eindeutig eine durch die mechanische Spannung beschleunigte Porenbildung als Ursache für das spannungsgetriebene Schwellen.

Das bestrahlungsinduzierte Kriechen bei 420°C besteht aus einem schwellunabhängigen Anteil, der mit dem SIPA-Mechanismus beschrieben werden kann und einem schwellabhängigen Anteil, der dem I-creep Modell von Gittus entspricht. Beide Anteile sind proportional zur Spannung. Bei 500°C ist das Kriechen nicht mehr proportional zur Spannung. Dieses Verhalten wird gewöhnlich erst ab ca. 600°C erwartet. Aufgrund der geringen Zahl an Spannungswerten ist eine detaillierte Analyse nicht möglich.

## 6 Literaturverzeichnis

- [Bra72] A. D. Brailsford, R. Bullough, „The Rate Theory of Swelling due to Void Growth in Irradiated Metals“, *Journal of Nuclear Materials*, 44 (1972) 121 - 135
- [Bra77.3] H. R. Brager, F. A. Garner, G. L. Guthrie, „The Effect of Stress on the Microstructure of Neutron Irradiated Type 316 Stainless Steel“, *Journal of Nuclear Materials*, 66 (1977) 301 - 321
- [Bra85] H. R. Brager, F. A. Garner, „Microsegregation Observed in Fe-35Ni-7,5Cr Irradiated in EBR-II“, *Effects of Radiation on Materials: 12th International Symposium*, ASTM STP 870, F.A. Garner and J.S. Perrin, Eds., American Society for Testing and Materials, 1985, 139 - 150
- [Dod87] R.A. Dodd, F.A. Garner, J.J. Kai, T. Lauritzen, W.G. Johnston, „Spinodal Like Decomposition and Swelling Induced by Ion Irradiation in Simple Fe-Ni and Fe-Ni-Cr alloys“, *Radiation-Induced Changes in Microstructure, 13th International Symposium (Part I) ASTM STP 955*, F. A. Garner, N. H. Packan, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1987, 788 – 804
- [Esm85.1] B. Esmailzadeh, A.S. Kumar, „Influence of Composition on Steady-State Void Nucleation in Irradiated Alloys“, *Effects of Radiation on Materials: 12th International Symposium*, ASTM STP 870, F.A. Garner and J.S. Perrin, Eds., American Society for Testing and Materials, 1985, 468 - 480
- [Far77] K. Farrell, J. Bentley, D.N. Braski, „Direct Observation of Radiation Induced Coated Cavities“, *Scripta metallurgica* 11 (1977) 243 - 248
- [Gar81.2] F. A. Garner, E. R. Gilbert, D. L. Porter, „Stress-Enhanced Swelling of Metals during Irradiation“, *Effects of Radiation on Materials: 10th Conference*, ASTM STP 725, D. Kramer, H. R. Brager, and J. S. Perrin, Eds., American Society for Testing and Materials, 1981, 680 – 697
- [Gar87] F.A. Garner, A.S. Kumar, „The Influence of Both Major and Minor Element Composition on Void Swelling in Austenitic Steels“, *Radiation-Induced Changes in Microstructure, 13th International Symposium (Part I) ASTM STP 955*, F. A. Garner, N. H. Packan, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1987, 289 – 314
- [Gar93.5] F.A. Garner, „Evolution of Microstructure in Face-Centered Cubic Metals during Irradiation“, *Journal of Nuclear Materials*, 205 (1993) 98 - 117
- [Gar94] F. A. Garner, „Irradiation Performance of Cladding and Structural Steels in Liquid Metal Reactors“, *Nuclear Materials, Materials Science and Technology: A Comprehensive Treatment*, Vol 10a, B. R. T. Frost, Ed., VCH, Weinheim, 1994, 419 - 543
- [Gar96] F.A. Garner, H. Watanabe, K.C. Russell, J.M. McCarthy, R.A. Dodd, J.J. Hoyt, „Irradiation Induced Spinodal-Like Decomposition of Fe-35Ni and Fe-Cr-35Ni Alloys“, *The Invar Effect, A Centennial Symposium*, Jerry Wittenauer, Ed., The Minerals, Metals & Materials Society, 1997, 117 - 135
- [Git72] J. H. Gittus, „Theory of Dislocation-Creep due to the Frenkel Defects or Interstitialcies produced by the Bombardment with Energetic Particles“, *Philos. Mag*, 25 (1972) 345
- [Gul83] D. Gulden, G. Knoblauch, „Void Swelling in Cold Worked Commercial Alloys with Ni-contents between 15% and 44% after Heavy Ion Irradiation“, *Dimensional Stability and Mechanical Behaviour of Irradiated Metals and Alloys (Proc. BNES Conf. Brighton, 1983) Vol. 1*, British Nuclear Energy Society, London (1983) 17

- [Has92] M. H. Hassan, J. P. Blanchard, G. L. Kulcinski, „Stress-Enhanced Swelling Mechanisms and Implications for Fusion Reactors“, University of Wisconsin Fusion Technology Report UWFD-901, May 1992, Madison WI
- [Hea74.1] P. T. Heald, M. V. Speight, „Steady-State Irradiation Creep“, *Philos. Mag*, 29 (1975) 1075
- [Hei70] M.v. Heimendahl, Einführung in die Elektronenmikroskopie, Vieweg, Braunschweig, 1970
- [Her81] K. Herschbach, W. Schneider, K. Ehrlich, „Bestrahlungsinduziertes Kriechen und Schwellen des austenitischen Werkstoffes Nr. 1.4981 zwischen 400 und 500°C (RIPCEX I)“, *Journal of Nuclear Materials*, 101 (1981) 326 - 335
- [Her90.2] K. Herschbach, H.-J. Bergmann, „Beobachtung einer Sättigung von Schwellen und bestrahlungsinduziertem Kriechen in einem austenitischen 15Cr-35Ni-Stahl bei Neutronenbestrahlung“ *Journal of Nuclear Materials*, 175 (1990) 143 - 146
- [Her93.2] K. Herschbach, H.-J. Bergmann, „DIN 1.4864 (15Cr-35Ni-Fe) – A Non Swelling Austenitic Steel for Fast Breeder Fuel Element Applications?“, Jahrestagung Kerntechnik, Mannheim 1993, Köln, 315 - 318
- [Hüb97.1] R. Hübner, unveröffentlichter Bericht Januar 1997
- [Hüb99] R. Hübner, „Das Bestrahlungsverhalten des austenitischen Stahls DIN 1.4970“, Wissenschaftlicher Bericht FZKA 6372, in Vorbereitung
- [Lau87] T. Lauritzen, S. Vaidyanathan, W. L. Bell, W. J. S. Yang, „Irradiation-Induced Swelling in AISI 316 Steel: Effect of Tensile and Compressive Stress“, Radiation-Induced Changes in Microstructure, 13th International Symposium (Part I) ASTM STP 955, F. A. Garner, N. H. Packan, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1987, 101 – 113
- [Lee80] E. H. Lee, P. J. Maziasz, A. F. Rowcliffe, „The Structure and Composition of Phases occurring in Austenitic Stainless Steels in Thermal and Irradiation Environments“, Phase Stability during Irradiation, J. R. Holland, L. K. Mansur, D. I. Potter, Eds., The Metallurgical Society of AIME, Pittsburgh, 1980, 191 – 218
- [Mat88] J. R. Matthews, M. W. Finnis, „Irradiation Creep Models – An Overview“, *Journal of Nuclear Materials*, 159 (1988) 257 - 285
- [Por83] D. L. Porter, M. L. Takata, E. L. Wood, „Direct Evidence for Stress-Enhanced Swelling in Type 316 Stainless Steel“, *Journal of Nuclear Materials*, 116 (1983) 272 – 276
- [Rus92] K.C. Russell, F.A. Garner, „Thermal and Irradiation-Induced Phase Separation in Fe-Ni Based Invar-Type Alloys“, *Met. Trans. A*, 23A (1992) 1963 - 1992
- [Sah85] H. K. Sahu, P. Jung, „Void Swelling and Irradiation Creep in Stainless Steel under Compressive and Tensile Stress“, *Journal of Nuclear Materials*, 136 (1985) 154 - 158
- [Sha90] V. K. Shamardin, V. N. Golovanov, A. V. Povstyanko, V. S. Neustroev, Y. K. Bilashvili, I. S. Golovnin, G. V. Kalashnik, V. V. Romaneev, „Irradiation Creep and Swelling of OX16H15M3B Steel and Its Modification OX16H15M3BP Steel“, Effects of Radiation on Materials: 14th International Symposium (Vol. II) ASTM STP 1046, N. H. Packan, R. E. Stoller, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1990, 753 - 765
- [Sod41] C. R. Soderberg; „Interpretation of Creep Tests on Tubes“, *Transactions of the American Society for Mechanical Engineers*, 63 (1941) 737-748
- [Stu92] J.F. Stubbins, F.A. Garner, „Swelling and Microstructure of High Purity Nickel Irradiated with Fast Neutrons in EBR-II“, *Journal of Nuclear Materials*, 191 - 194 (1992) 1295 - 1299



- [Stu94] J.F. Stubbins, F.A. Garner, „Saturation of Swelling in Neutron Irradiated Molybdenum and its Dependence on Irradiation Temperature and Starting Microstructural State“, *Journal of Nuclear Materials*, 212 - 215 (1994) 1298
- [Ven76] H. Venker, K. Ehrlich, „Relation between Partial Diffusion Coefficients in Alloys and their Swelling Behaviour under Fast Neutron Irradiation“, *Journal of Nuclear Materials*, 60 (1976) 347 - 349
- [Was89] C: Wassilew, „Bestrahlungsinduziertes Kriechen und Schwellen Experimentelle Ergebnisse, phänomenologische Modelle und Modellgleichungen für Metalle -“, KfK 4668, November 1989
- [Wat99] H. Watanabe, F.A. Garner, „Influence of Si and Ti on the Microstructural Evolution of Fe-Cr-35Ni Alloys Irradiated with Neutrons or Self-Ions“, to be published in *Effects of Radiation on Materials: 19th International Symposium ASTM STP 1366*, M. L. Hamilton, A. S. Kumar, S. T. Rosinski, M. L. Grossbeck, Eds., American Society for Testing and Materials, 1999
- [Wit85] W. v. Witzenburg, A. Mastenbroek, „Effect of Cold Work on Void Swelling in Aluminium at High Neutron Fluences“, *Journal of Nuclear Materials*, 133 & 134 (1985) 553 - 557
- [Woo84] C. H. Woo, „Irradiation Creep due to Elastodiffusion“, *Journal of Nuclear Materials*, 120 (1984) 55 - 64
- [Yan80] W.J.S. Yang, H.R. Brager, F.A. Garner, „Radiation Induced Phase Development in AISI 316“, *Phase Stability during Irradiation*, J. R. Holland, L. K. Mansur, D. I. Potter, Eds., The Metallurgical Society of AIME, Pittsburgh, 1980, 257 – 269
- [Yan87] W. J. S. Yang, „Precipitate Evolution in Type 316 Stainless Steel Irradiated in EBR-II“, *Radiation-Induced Changes in Microstructure, 13th International Symposium (Part I) ASTM STP 955*, F. A. Garner, N. H. Packan, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1987, 628 - 646