



**Forschungszentrum Karlsruhe**  
in der Helmholtz-Gemeinschaft

**Wissenschaftliche Berichte**  
FZKA 6707

**Ergebnisse von  
Charakterisierungsuntersuchungen  
zu physikalischen und  
mechanischen Eigenschaften  
des martensitischen 9% Cr-Stahles  
EUROFER '97**

**M. Schirra, A. Falkenstein, P. Graf,  
S. Heger, H. Kempe, R. Lindau,  
H. Zimmermann**

**Institut für Materialforschung**

**April 2002**



**Forschungszentrum Karlsruhe**

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6707

**Ergebnisse von Charakterisierungsuntersuchungen  
zu physikalischen und mechanischen Eigenschaften  
des martensitischen 9% Cr-Stahles  
EUROFER '97**

**M. Schirra, A. Falkenstein, P. Graf, S. Heger, H. Kempe,  
R. Lindau, H. Zimmermann**

**Institut für Materialforschung**

**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe  
2002**

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

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

**Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft**  
**Deutscher Forschungszentren (HGF)**

**ISSN 0947-8620**

## Zusammenfassung

Der europäische Referenzwerkstoff EUROFER für die Erste Wand eines DEMO-Fusionsreaktors ist als 3,5 t-Charge in verschiedenen Halbzeugabmessungen hergestellt worden. Nach dem historischen Vorspann über die Entwicklungslinie vom konventionellen martensitischen 12% Cr-Stahl über MANET und OPTIFER zum reduziert-aktivierenden EUROFER (RAFM-steel), werden die Ergebnisse der Versuche an 2 Halbzeugabmessungen ( $\varnothing 100$  mm und 14 mm Blech) zur Basis-Charakterisierung beschrieben. Die physikalischen und mechanischen Eigenschaften werden mit denen von OPTIFER-1W und dem 2%W-Stahl F82H-mod verglichen.

Zur Klärung des Umwandlungsverhaltens wurde ein kontinuierliches Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild erstellt und die Ausdehnungskoeffizienten für RT-1000°C bestimmt.

Härteversuche im Temperaturbereich 850-1120°C zeigen den Bereich der maximalen Härteannahme und die Korngrößenentwicklung. Anlassversuche und zusätzliche Glühversuche im T-Bereich 300-875°C geben Aufschluss über das Anlassverhalten und die zusätzlichen Glühversuche über die Anlassbeständigkeit.

Das Kerbschlagzähigkeitsverhalten wird für verschiedene Vergütungszustände und Proben aus 2 verschiedenen Halbzeugen für den Prüftemperaturbereich +60 bis -100°C beschrieben und die Duktilitätskriterien FATT-DBTT-68 J bestimmt. Auf den Einfluss der Korngröße und des O<sub>2</sub>-Gehaltes wird besonders hingewiesen.

Die Zugfestigkeitseigenschaften für verschiedene Vergütungszustände wurden im Prüftemperaturbereich RT-700°C bestimmt.

Das Alterungsverhalten der Vergütungsstruktur, infolge langzeitiger Temperatureinwirkung, wurde durch Stabilisierungsglühungen mit verschiedenen T/t-Kombinationen auf die Zugfestigkeitseigenschaften untersucht. EUROFER zeigt bei den Zugfestigkeitseigenschaften praktisch kaum einen Einfluss der Glühbehandlungen und bei den Kerbschlagzähigkeitseigenschaften nur eine moderate Erhöhung der Temperaturen für die Zähigkeitskriterien, d.h., EUROFER ist nicht alterungsanfällig.

Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten wird im T-Bereich 450-650°C untersucht, und bisher ist der Versuchszeitraum bis rd. 15 000 h experimentell abgedeckt. Der bisherige Stand des Versuchsprogramms erlaubt die Festlegung der Mindestwerte für die 1% Zeit-Dehngrenzen und die Zeitstandfestigkeit für 20 000 h Einsatzzeit. Das Kriechverhalten mit dem daraus abgeleiteten Spannungsexponenten kann für den experimentell abgedeckten Spannungsbereich sicher angegeben werden. Für den auslegungsrelevanten Spannungsbereich  $\leq 100$  MPa bis 550°C fehlen allerdings Kriechdaten.

Zur Klärung dieser Frage wurden spezielle Kriechversuche bei 500° und 550°C in 2001 begonnen, die für die Auslegung von Komponenten wichtige Dehngrenzen (0,01-1%) und insbesondere die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit im niedrigen Spannungsbereich experimentell bestimmen sollen. Auf die Problematik einer einfachen Extrapolation wird hingewiesen.

In den Anhängen A-C wird auf die Gefügeausbildung dieser Stahlgruppe in Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung anhand des modifizierten Schaeffler-Diagramms (A), Details zur Versuchsdurchführung (B) und der c-Optimierung im Extrapolationsverfahren nach Larson-Miller eingegangen (C).



## Results of Investigations Regarding the Physical and Mechanical Properties of the Martensitic 9% Cr Steel EUROFER '97

### Abstract

The EUROFER European reference material for the first wall of a DEMO fusion reactor was produced as a 3.5 t batch of rods and plates. Following the history of the development activities from conventional martensitic 12% Cr steel, MANET and OPTIFER up to low-activated EUROFER (RAFM steel), the results obtained from experiments on rods of 100 mm diameter and plates of 14 mm shall be presented for a basic characterization. The physical and mechanical properties shall be compared with those of OPTIFER-1W and the F82H-mod 2% W steel.

To determine the conversion behavior, a continuous cct diagram was plotted. In addition, the extension coefficients were determined for room temperature up to 1000°C.

Hardening experiments in the temperature range of 850 – 1120°C illustrated the range of maximum hardness as well as grain size development. Tempering tests and additional annealing experiments in the temperature range of 300 – 875°C allowed conclusions to be drawn with regard to the tempering behavior and stability.

The notch impact behavior was described for various heat treatments and sample types at test temperatures ranging from +60 to –100°C. Furthermore, the ductility criteria FATT-DBTT-68 J were determined. Particular attention was paid to the influence of the grain size and O<sub>2</sub> content.

Tensile strengths were determined for various heat treatments at temperatures ranging from room temperature to 700°C.

Aging due to a long-term heat treatment was investigated by means of stabilization annealing experiments. These experiments were carried out with various T/t combinations and included measurements of tensile strength. In EUROFER, tensile strength was hardly affected by a heat treatment. Temperatures for the notch impact criteria were found to be subject to a moderate increase only. From this, it can be concluded that EUROFER is not susceptible to aging.

Creep rupture strength and creeping were investigated in the temperature range of 450 – 650°C. So far, a duration of up to about 15 000 h has been covered by the experiments. The status of the test program allows for an extrapolation of the minimum 1% time-strain limits and creep rupture strength to a period of 20 000 h. Creep behavior and the stress exponent derived can be calculated reliably for the experimental stress range. For the design-relevant stress range of  $\leq 100$  MPa up to 550°C, however, creep data are still lacking.

For this purpose, special creep experiments at 500°C and 550°C were started in 2001. They are aimed at experimentally determining design-relevant strain limits (0.01 - 1%) and in particular the stress dependence of minimum creep rate in the low-stress range. The problems associated with a simple extrapolation shall be outlined.

Annexes A – C shall deal with the steel structure formation as a function of the chemical composition, based on the modified Schaeffler diagram (A), details of the test conduct (B), and c-optimization in extrapolation according to Larson-Miller (C).

1. The first part of the document discusses the importance of maintaining accurate records of all transactions and activities.

2. It then outlines the various methods used to collect and analyze data, including surveys, interviews, and focus groups.

3. The next section describes the results of the data collection process, highlighting key findings and trends.

4. Finally, the document concludes with a summary of the overall findings and recommendations for future research.

5. The following table provides a detailed breakdown of the data collected during the study.

6. This table shows the distribution of responses across different categories, allowing for a more granular analysis of the data.

7. The data indicates that a significant portion of respondents are concerned about the impact of climate change on their daily lives.

8. Furthermore, the study found that there is a strong correlation between income level and concern about climate change.

9. These findings suggest that climate change is a pressing issue for many people, particularly those with lower incomes.

10. The results also highlight the need for more targeted communication and education efforts to address these concerns.

11. In conclusion, this study provides valuable insights into public opinion on climate change and its potential impacts.

12. The findings underscore the importance of continued research and action to address this global challenge.

13. The data collected during the study is available in the appendix for further review and analysis.

14. The authors would like to thank the participants and staff who made this study possible.

15. This document is intended to provide a clear and concise summary of the study's findings and conclusions.

16. The information presented here is based on the data collected and analyzed during the study.

17. The authors reserve the right to make changes to this document as more information becomes available.

18. For more information, please contact the research team at the following email address: [email address]



## History

Development of the LA steels started from the high-temperature, so-called 12% Cr steels. They had been applied for decades in the construction of conventional plants, power plants, and turbines. Consequently, their manufacturing and processing technology was well established [5 - 10] contrary to the longer-term development of vanadium-based alloys, for instance.

In 1965, development activities of the Forschungszentrum Karlsruhe / Institute for Materials Research (FZK-IMF) started with the Nb-free steel 1.4922 used in plant construction and the Nb-stabilized 1.4914 used for aircraft propulsion units [11]. Under the fast breeder project (PSB), a modified version of the 1.4914 material with improved toughness was developed for use as fuel element wrapper after various problems had been dealt with and solved (Fig. 1, stage I). This stage of development is presented in detail in [12 - 14].

In a next step, a potential first-wall material was developed for the planned NET facility (Next European Torus) within the framework of the nuclear fusion project (PKF). This material was referred to as MANET (MArtensite for NET) (Fig. 1, stage II) [15 - 21]. By optimizing the chemical composition, high-temperature stability and the conversion behavior were improved. At the same time, the notch impact behavior was more favorable (due to the finer grain). New findings with regard to the N/Al relation resulted in a  $\delta$ -ferrite-free, more stable structure, an optimized precipitation behavior, and improved creeping [22 - 25].

Based on this experience, the first, so-called low-activation alloys CeTa and TaHf were produced in 1986. For this, the alloying elements having a long decay time due to strong activation by neutron irradiation (Nb, Mo, Ni, Al) had been substituted by Ta, W, and Ce [4b, 26]. The alloys were specified along the lines of international development programs. A variety of CrMnWVNTa test alloys (LA series) had already been produced and tested in particular by the Culham Laboratory/British Steel, Great Britain [27, 28].

The specification of the alloys was based on activation calculations which, at that time, were characterized by contradictions regarding element activation due to various spectra, computation methods, and core data libraries. In some cases, simple neutron-induced collision processes were taken into consideration only. Only with the introduction of sequential reactions by S. Cierjacks [29 – 32] and their international acceptance [4b] and after further harmonization efforts could well-founded project-related statements be made with regard to the activation of the elements and alloys and generally accepted decay curves be plotted, as shown by the 3 examples in Fig. 2 [33 – 34]. As a consequence, several alloying elements were rejected or limited (Hf, Ta, W) and new maximum upper limits were obtained for all radiologically undesired accompanying elements. Part of these limits is found to be in the ppm and sub-ppm range and cannot yet be achieved metallurgically and analytically. This is why this stage of development is also referred to as reduced-activated steels (RAFM = Reduced Activated Ferritic Martensitic steel).

The development line of the OPTIFER alloys (OPTImized FERrite) started at FZK in 1992 within the framework of the European Long-term Programme [35 – 37] (Fig. 1, stage III). The OPTIFER alloys are 9.5% Cr-Mn-V-Ta steels with 1% W or W-free variants with germanium [38] (Table 1).

Parallel to the work on OPTIFER, a Japanese version of a 8% Cr-Mn-V steel with 2% W has been investigated since 1994. This RAFM steel, called F82H-mod, was molten to a batch of 5 tons by JAERI/NKK and made available as plate material by IEA (IEA batch) to European laboratories for joint examinations (round-robin tests) [39].

Based on the physical, mechanical, and structural data obtained for OPTIFER and F82H-mod [40, 41] and the findings made by various European countries with regard to the LA alloys (GB, F), BATMAN alloys (I), and OPTIMAX alloys (CH) [18], a specification was set up for a European reference alloy (Table 2a).

The material, designated EUROFER '97, has been available to European laboratories for various development activities since 1999 (Fig. 36).

## Resultados de estudios de caracterización sobre características físicas y mecánicas del acero martensítico con 9% de Cr EUROFER '97

### Resumen

El material de referencia europeo EUROFER para la primera pared de un reactor de fusión de demostración fue fabricado como variante de 3,5 t con diferentes dimensiones de semiproducto. Después de una sinopsis sobre las líneas de desarrollo desde el acero martensítico clásico con 12% de Cr hasta MANET y OPTIFER y el EUROFER de activación reducida (RAFM-steel), se describen los resultados de los ensayos hechos sobre 2 dimensiones de semiproductos ( $\varnothing$  100 mm y chapa de 14 mm) para obtener una caracterización de base. Se comparan las características físicas y mecánicas con las de OPTIFER-1W y del acero con 2% de W, F82H-mod.

Para estudiar el comportamiento de transformación, se estableció un diagrama de transformación tiempo-temperatura continuo y se determinó el coeficiente de dilatación para la temperatura ambiente de 1000°C.

Ensayos de temple en el campo de temperaturas de 850-1120°C suministran el campo de templabilidad máxima y la evolución del tamaño del grano. Ensayos de revenido y ensayos de recocido suplementarios en el campo de T de 300-875°C suministran informaciones sobre el comportamiento de revenido, y de los ensayos de recocido suplementarios puede deducirse la resistencia al revenido.

Se describe el comportamiento de resiliencia para diferentes estados de tratamiento y probetas de 2 semiproductos distinto para el campo de temperaturas de ensayo de +60 hasta 100°C, y se determinan los criterios de ductilidad FATT-DBTT-68J. Se llama la atención especialmente a la influencia del tamaño del grano y del contenido de O<sub>2</sub>.

Las características de resistencia a la tracción para diferentes estados de tratamiento se determinan en el campo de temperaturas de ensayo entre la ambiente y 700°C.

Se estudió el comportamiento de envejecimiento debido al efecto de temperatura de larga duración sobre las características de resistencia a la tracción, realizando recocidos de estabilización con combinaciones de T/t diferentes. En cuanto a las características de resistencia a la tracción se refiere, EUROFER prácticamente no presenta ninguna influencia de los tratamientos de recocido, y en lo que se refiere a las características de resiliencia, solamente presenta un aumento moderado de las temperaturas para los criterios de resiliencia, lo que significa que EUROFER no es susceptible de envejecer.

El comportamiento de resistencia a la rotura y a la fluencia se estudia en el campo de T de 450-650°C, y hasta ahora, un tiempo de ensayo de hasta 15 000 h es cubierto por la experiencia. El estado actual del programa de ensayo permite definir los valores mínimos de los límites de alargamiento con el tiempo del 1% y de la resistencia a la rotura para un tiempo de servicio de 20 000 h. El comportamiento de fluencia con el exponente de tensión que de aquí resulta puede indicarse seguramente para el campo de tensión cubierto experimentalmente. Pero para el campo de tensión importante para el diseño,  $\leq 100$  MPa hasta 550°C, no se dispone de datos de fluencia.

Para aclarar esta cuestión, se comenzaron en el año 2001 ensayos de fluencia especiales a 500 y 550°C destinados a determinar experimentalmente los límites de alargamiento importantes para el diseño de componentes (0,01-1%), sobre todo la variación de la velocidad de fluencia mínima en función de la tensión en el campo de tensiones bajas. Se señalan los problemas relacionados con una simple extrapolación.

En los anexos A-C, se comentan la estructura cristalina de este grupo de aceros en función de la composición química, basándose en un diagrama modificado de Schaeffler (A), así como los detalles referentes a la realización de los ensayos (B) y la optimización c en el procedimiento de extrapolación según Larson-Miller (C).

## Résultats d'études de caractérisation sur les caractéristiques physiques et mécaniques de l'acier martensitique à 9% de Cr EUROFER '97

### Résumé

Le matériau de référence européen EUROFER pour la première paroi d'un réacteur à fusion de démonstration a été fabriqué comme charge de 3,5 t à différentes dimensions de semi-produit. Après un aperçu historique sur la filière de développement qui va de l'acier classique martensitique à 12% de Cr jusqu'à MANET et OPTIFER et EUROFER d'activation réduite (RAFM-steel), on décrit les résultats des essais faits sur 2 dimensions de semi-produits ( $\varnothing 100$  mm et tôle de 14 mm) pour obtenir une caractérisation de base. On compare les caractéristiques physiques et mécaniques avec celles d'OPTIFER-1W et de l'acier à 2% de W, F82H-mod.

Pour étudier le comportement de transformation, on a établi un diagramme de transformation temps-température continu et déterminé le coefficient de dilatation pour la température ambiante de 1000°C.

Des essais de trempe dans le domaine de température de 850-1120°C donnent le domaine de trempabilité maximale et l'évolution de la grosseur des grains. Des essais de revenu et des essais de recuit supplémentaires dans le domaine de T de 300-875°C donnent des éclaircissements sur le comportement de revenu, et les essais de recuit supplémentaire permettent de conclure à la résistance au revenu.

On décrit le comportement de résilience pour différents états de traitement et des éprouvettes de 2 semi-produits différents pour le domaine de température d'essai de +60 à 100°C, et l'on détermine les critères de ductilité FATT-DBTT-68 J. On met l'accent spécialement sur l'influence de la grosseur des grains et de la teneur en O<sub>2</sub>.

Les caractéristiques de résistance à la traction pour différents états de traitement sont déterminées dans le domaine de température d'essai entre l'ambiante et 700°C.

On a étudié le comportement de vieillissement dû à l'effet de température de longue durée sur les caractéristiques de résistance à la traction, en effectuant des recuits de stabilisation à des couples T/t différents. En ce qui concerne les caractéristiques de résistance à la traction, EUROFER ne présente pratiquement aucune influence des traitements de recuits, et pour ce qui est des caractéristiques de résilience, il ne présente qu'une augmentation modérée des températures pour les critères de résilience, ce qui signifie qu'EUROFER n'est pas susceptible de vieillir.

Le comportement de résistance à la rupture et au fluage est étudié dans le domaine de T de 450-650°C, et jusqu'à présent, une durée d'essai allant jusqu'à 15 000 h environ est couverte expérimentalement. L'état d'avancement du programme d'essai permet de définir les valeurs minimales des limites d'allongement-temps 1% et de la résistance à la rupture pour une durée de service de 20 000 h. Le comportement de fluage avec l'exposant de tension qui en résulte peut être indiqué sans équivoque pour le domaine de tension couvert par l'expérience. Mais pour le domaine de tension important pour la conception  $\leq 100$  MPa jusqu'à 550°C, on ne dispose pas de données de fluage.

Pour répondre à cette question, on a commencé en 2001 à effectuer des essais de fluage spéciaux à 500° et 550°C destinés à déterminer expérimentalement les limites d'allongement importantes pour la conception de composants (0.01-1%), notamment la variation de la vitesse de fluage minimale en fonction de la tension dans le domaine des basses tensions. On souligne les problèmes posés par une simple extrapolation.

Dans les annexes A-C, on évoque la structure cristalline de ce groupe d'aciers en fonction de la composition chimique, en partant d'un diagramme Schaeffler modifié (A), ainsi que des détails relatifs à la conduite des essais (B) et l'optimisation c dans le procédé d'extrapolation selon Larson-Miller (C).

## INHALTSVERZEICHNIS

|          |   |    |
|----------|---|----|
| 1        | Einleitung.....   | 1  |
| 2        | Historischer Vorspann.....  | 1  |
| 3        | Versuchsmaterial.....   | 3  |
| 4        | Versuchsergebnisse.....   | 5  |
| 4.1      | Umwandlungsverhalten.....   | 5  |
| 4.2      | Härte- und Anlassverhalten.....   | 6  |
| 4.3      | Kerbschlagzähigkeitseigenschaften.....  | 8  |
| 4.4      | Zugfestigkeitseigenschaften.....  | 10 |
| 4.5      | Alterungsverhalten.....   | 11 |
| 4.5.1    | Ergebnisse von Zugversuchen.....  | 12 |
| 4.5.2    | Ergebnisse von Kerbschlagversuchen.....   | 13 |
| 4.6      | Zeitstandverhalten.....   | 14 |
| 4.6.1    | Stand der Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche im T-Bereich<br>450-650°C.....       | 14 |
| 4.6.2    | Stand der Kriechversuche im niedrigen Spannungsbereich bei<br>500° und 550°C.....       | 19 |
| 5        | Diskussion der Versuchsergebnisse.....  | 21 |
| 6        | Literatur.....  | 23 |
| Anhang A | Die historisch-empirische Entwicklung des Gefügediagrammes<br>der CrNi-Stähle.....      | 31 |
| Anhang B | Bemerkungen zu experimentellen Details.....   | 35 |
| Anhang C | Extrapolationsverfahren und Optimierung des c-Wertes im<br>Larson-Miller Parameter..... | 42 |

1. The first part of the document discusses the importance of maintaining accurate records of all transactions and activities. It emphasizes that this is essential for ensuring transparency and accountability in the organization's operations.

2. The second part of the document outlines the various methods and tools used to collect and analyze data. It highlights the need for consistent data collection procedures and the use of advanced analytical techniques to derive meaningful insights from the data.

3. The third part of the document focuses on the role of technology in data management and analysis. It discusses how modern software solutions can streamline data collection, storage, and processing, thereby improving efficiency and reducing the risk of errors.

4. The fourth part of the document addresses the challenges associated with data security and privacy. It stresses the importance of implementing robust security measures to protect sensitive information and ensure compliance with relevant regulations.

5. The fifth part of the document provides a detailed overview of the data analysis process, from data cleaning and preprocessing to the final interpretation of results. It includes several examples of common data analysis techniques and their applications.

6. The sixth part of the document discusses the importance of data visualization in communicating complex information. It explores various visualization tools and techniques, such as charts, graphs, and dashboards, and provides guidance on how to design effective and user-friendly visualizations.

7. The seventh part of the document concludes by summarizing the key findings and recommendations of the study. It emphasizes the need for ongoing monitoring and evaluation of data management and analysis practices to ensure their continued effectiveness and relevance.

# Ergebnisse von Charakterisierungsuntersuchungen zu physikalischen und mechanischen Eigenschaften des martensitischen 9% Cr-Stahles EUROFER '97

## 1 Einleitung

Eines der technologischen Schlüsselthemen bei der Realisierung zukünftiger Fusionsreaktoren ist die Materialentwicklung. Insbesondere Legierungen für die 1. Wand, mit geringem Aktivierungspotential, die hitze- und erosionsbeständig sind und eine gute Resistenz gegen Neutronenstrahlung aufweisen [1,2]. Diese sogenannten Low Activation Alloys (LAA) weisen auf Grund ihrer chemischen Zusammensetzung ein deutlich schnelleres Abklingverhalten nach Betriebsende auf (Abnahme der  $\gamma$ -Dosisrate [Sv/h] und Nachwärme [W/kg]). Dies ist insbesondere für das nukleare Abfallmanagement von ganz entscheidender Bedeutung, weil, im Gegensatz zum Spaltungsreaktor, das Reaktionsprodukt der Kernverschmelzung (He) im Fusionsreaktor keine Langzeitradioaktivität besitzt. Der wesentliche Teil der Radioaktivität wird durch die Strukturmaterialien beigetragen, so dass die Umwelt- und Sicherheitskriterien Priorität haben [3].

Die Aktivierungsrechnungen zeigen, dass grundsätzlich mehrere Metalle als Basis für LA-Legierungen in Frage kommen (z.B. V, Cr, Ti, Fe), jedoch neben dem Aspekt der Aktivierung sind auch die sonstigen physikalisch/mechanischen Eigenschaften und die Technologie der Herstellung und Verarbeitung zu Komponenten von ganz entscheidender Bedeutung. In dem Zeitraum bis zur Realisierung von ITER haben nur die auf Fe-Basis hergestellten martensitischen 8-11% CrWVTa-Legierungen eine Chance als Kernstrukturmaterial zur Verfügung zu stehen [4].

Mit der Legierung EUROFER als Referenzmaterial für einen Demonstrationsreaktor (DEMO) ist bei der Entwicklung ein wesentliches Etappenziel erreicht worden, und deshalb scheint es angebracht, im Rahmen dieses Berichtes den langen Weg dorthin zu beschreiben.

## 2 Historischer Vorspann

Die Entwicklung der LA-Stähle hatten ihren Ausgang bei den hochwarmfesten sog. 12% Cr-Stählen, die seit Jahrzehnten im konventionellen Anlagen-, Kraftwerks- und Turbinenbau verwendet wurden und somit die Herstellungs- und Verarbeitungstechnologie etabliert war [5-10]; im Gegensatz z.B. zu der längerfristig angelegten Vanadin-Basis Legierungsentwicklung.

Ausgangspunkt der Entwicklungsarbeiten im Forschungszentrum Karlsruhe/Institut für Materialforschung (FZK-IMF) war ab 1965 der Nb-freie Stahl 1.4922 aus dem Anlagenbau und der Nb-stabilisierte Luftfahrtwerkstoff 1.4914 aus dem Triebwerksbau [11]. Im Rahmen des Projektes Schneller Brüter (PSB) wurde als Brennelement-Kastenwerkstoff eine modifizierte Version des 1.4914 mit verbesserten Zähigkeitseigenschaften entwickelt, nachdem verschiedene Problemkreise bearbeitet und gelöst worden waren (Bild 1, Stufe I). Diese Entwicklungsstufe ist ausführlich in [12-14] dargestellt.

In einem weiteren Schritt wurde im Rahmen des Projektes Kernfusion (PKF) für die geplante Anlage NET (Next European Torus) eine Variante als potentieller 1. Wand-Werkstoff entwickelt, die unter der Bezeichnung MANET (MArtensit für NET) in der Literatur Eingang fand (Bild 1, Stufe II) [15-21]. Durch Optimierung der chemischen Zusammensetzung konnte die Hochtemperaturfestigkeit bei gleichzeitig günstigerem Kerbschlagzähigkeitsverhalten (wegen feinerem Korn) erhöht, sowie das Umwandlungsverhalten verbessert werden. Insbesondere die Erkenntnis zur N/Al-Relation führten zu einer  $\delta$ -Ferrit-freien stabileren Struktur, optimalerem Ausscheidungsverhalten und verbessertem Kriechverhalten [22-25].

Auf dieser breiten Erfahrungsbasis wurden 1986 die ersten sogenannten niedrigaktivierenden Legierungen CeTa und TaHf hergestellt, bei denen die durch Neutronenstrahlung stark aktivierten Legierungselemente mit langer Abklingzeit (Nb, Mo, Ni, Al) durch Ta, W, Ce substituiert wurden [4b, 26]. Die Spezifikation dieser Legierungen orientierte sich an internationalen Entwicklungsprogrammen. Insbesondere in Großbritannien hatten Culham Laboratory/British Steel schon zahlreiche unterschiedliche CrMnWVNTa-Versuchslegierungen (LA-Reihe) hergestellt und erprobt [27, 28].

Die Aktivierungsrechnungen, die den Legierungsspezifikationen zu Grunde lagen, waren in dieser Zeit allerdings geprägt durch kontroverse Aussagen zur Elementaktivierung wg. unterschiedlicher Spektren, Rechenmethoden und Kerndatenbibliotheken. So wurden teilweise nur die einfachen neutroneninduzierten Stoßprozesse berücksichtigt. Erst die Einführung der sequentiellen Reaktionen durch S. Cierjacks [29-32] und deren internationale Akzeptanz [4b], sowie weiterer Harmonisierungen konnten fundierte, projektbezogene Aussagen zur Aktivierung der Elemente und aktuellen Legierungen gemacht werden und allgemein akzeptierte Abklingkurven erstellt werden, wie 3 Beispiele im Bild 2 zeigen [33-34]. Dies hatte zur Folge, dass einige Legierungselemente nicht mehr in Frage kamen bzw. begrenzt werden mussten (Hf, Ta, W) und sich für alle radiologisch unerwünschten Begleitelemente neue maximale Obergrenzen ergaben. Diese liegen teilweise im ppm- und sub-ppm-Bereich und sind z.Zt. metallurgisch und analytisch noch nicht erreichbar. Deshalb spricht man bei dem bisher erreichten Entwicklungszustand auch von reduziert-aktivierenden Stählen (RAFM = Reduced Activated Ferritic Martensitic steel).

Mit diesen Vorgaben begann im FZK 1992 die Entwicklungslinie der OPTIFER-Legierungen (OPTimierter FERrit) im Rahmen des europäischen Longterm-program [35-37] (Bild 1, Stufe III). Dabei handelt es sich um 9,5% Cr-Mn-V-Ta-Stähle mit 1% W bzw. W-freie Varianten mit Germanium [38] (Tabelle 1).

Parallel zu den OPTIFER-Arbeiten wurden seit 1994 Untersuchungen an einer japanischen Version eines 8% Cr-Mn-V-Stahles mit 2% W durchgeführt. Dieser F82H-mod genannte



RAFM-Stahl wurde von JAERI/NKK als 5 to Charge erschmolzen und als Plattenmaterial den europäischen Labors über die IEA (IEA-Charge) für gemeinsame Untersuchungen (round-robin-tests) zur Verfügung gestellt [39].

Auf der Grundlage der an OPTIFER und F82H-mod gewonnenen Erkenntnisse aus physikalischen, mechanischen und strukturellen Untersuchungen [40, 41], sowie den Erfahrungen in den verschiedenen europäischen Ländern mit den LA-(GB,F), BATMAN-(I) und OPTIMAX-(CH)-Legierungen [18], wurde die Spezifikation für eine europäische Referenzlegierung erarbeitet (Tabelle 2a). In der Tabelle 2b sind als Vergleich die Analysen von OPTIFER (1W) und F82H-mod (2W) angegeben.

Motivation für eine solche Großcharge war:

- Erzielung von Erfahrungen hinsichtlich der Produktion eines hochreinen Stahles im "beinahe"-industriellen Maßstab; dabei Sammlung von Erfahrungen, inwieweit an Kleinchargen gewonnene Erfahrungen im metallurgischen Herstellungsprozess sich auf die Großcharge übertragen lassen.
- Erzielung von Erkenntnissen in der Halbzeugproduktion hinsichtlich Umformeigenschaft, Homogenität der mechanischen Eigenschaften, Erreichbarkeit vorgegebener mechanischer und mikrostruktureller Kennwerte und deren Gleichförmigkeit.
- Gewinnung fertigungstechnologischer Erkenntnisse bei der Herstellung eines 1:2 Modells eines Blanket-Moduls hinsichtlich Umformbarkeit, Schweißbarkeit (MIG/TIG, EB, Diffusionsschweißen, HIPing).
- In einem gemeinsamen Untersuchungsprogramm der EU-Assoziation sollten die wichtigsten mechanischen und metallurgischen Eigenschaften und das Verhalten unter Bestrahlung charakterisiert werden.

Das Material mit der Bezeichnung EUROFER '97 steht seit 1999 den europäischen Labors für unterschiedliche Entwicklungsarbeiten zur Verfügung (Bild 36).

Die Perspektiven für weitere Entwicklungsarbeiten in Richtung EUROFER-ODS oder V-Legierungen mit internationalen Stellungnahmen sind in [42-45] aufgezeigt.

Der vorliegende Bericht enthält die im Rahmen der Grundcharakterisierung im FZK/IMF I bis Ende 2001 durchgeführten Arbeiten an EUROFER '97. Erste Ergebnisse sind in [46-49] publiziert worden.

### 3 Versuchsmaterial

Nach einer europaweiten Ausschreibung erhielt die Böhler Edelstahl GmbH (Austria) von der Europäischen Kommission den Fertigungsauftrag für EUROFER. Es wurden Halbzeuge unterschiedlicher Geometrie (Platten, Schmiedestäbe, Rohre, Schweißdraht) im Gesamtgewicht von 3,5 t geliefert. Die hierzu notwendigen Chargen wurden im Vakuum-

Lichtbogenofen erschmolzen und nochmals im VLO umgeschmolzen. Die Herstellroute ist von Herstellerseite in [50] beschrieben.

Die Proben für die Basischarakterisierung entstammen den  $\varnothing$  100 mm-Schmiedestäben (Charge E 83699) und dem gewalzten 14 mm-Plattenmaterial (Charge E 83698).

Die chemische Zusammensetzung der beiden Chargen lt. Werkszeugnis geht aus Tabelle 3 (A) hervor. Die Legierungselemente (a) liegen gut innerhalb der Spezifikation, bis auf den leicht höheren Ta-Gehalt, was allerdings der Feinkörnigkeit zugute kommt. Die bisher vom FZK/IMF an der Charge B3698 (B) und von CEA publizierte Werte von 3 Chargen und 5 Abmessungen (C) [51] decken sich gut mit den Herstellerangaben. Bei den radiologisch kritischen Begleitelementen (C) konnten die angestrebten Werte, insbesondere bei Nb und Ni, noch nicht erreicht werden. Auf die metallurgische Problematik wird in [50] näher eingegangen.

Der Unterschied zwischen radiologischem Wunsch bei den kritischen Elementen und der metallurgischen Wirklichkeit wird augenfällig, wenn man die bisher vorliegenden Werte der Gruppe (C)-Elemente den radiologisch maximalen Obergrenzen gegenüberstellt [32-34]. Im Bild 3 sind die realen Gehalte der OPTIFER-F82H-mod und EUROFER-Chargen eingezeichnet. Deutlich ist aber auch erkennbar, dass seit den ersten OPTIFER-Chargen bis zu EUROFER '97 erhebliche Fortschritte erzielt wurden. Insbesondere beim kritischsten aller Elemente (Nb) ist man vom 100-200 ppm-Niveau auf Werte von 1-5 ppm (F82H-mod/OPTIFER-Xb) gekommen.

Benützt man die bisher ermittelten Analysenwerte für Aktivierungsrechnungen, erhält man die im Bild 4 dargestellten Abklingkurven; z.B. EUROFER-real ( $\Delta$ ), gegenüber dem Idealfall bei Einhaltung bzw. Unterschreitung aller Obergrenzen als EUROFER-ref. ( $\diamond$ ). Der dominierende Einfluss von Nb wird erkennbar im Verlauf der Kurven für F82H-mod mit 1-2 ppm Nb ( $\nabla$ ) und EUROFER mit 10-15 ppm Nb ( $\Delta$ ). Desweiteren zeigt der konventionelle martensitische 10% Cr-Stahl MANET-II mit 0,25% Nb als Legierungselement im Zeitbereich  $>10^2$  Jahren ein höheres Aktivitätsniveau als der austenitische Nb-freie Stahl 316 L, obwohl dieser rd. 15% Ni + Mo aufweist gegenüber 1,3% Ni + Mo in MANET-II. Auch bezüglich der Abfallbehandlung ist der Fortschritt mit dem bisherigen Entwicklungsstand der LA-Legierungen erkennbar. So wären die konventionellen Legierungen (AISI-316 L, MANET-II) nach Abklingzeiten von  $>10^2$  Jahren noch als hochradioaktiver Abfall (HLW) anzusehen, wohingegen EUROFER-real und F82H-mod-real als schwachradioaktiver Abfall (LLW) gelten würden [34, 39, 42].

Die angelieferten Halbzeuge lagen im vergüteten Zustand vor. Lt. Werkszeugnis wurden die im Rahmen dieser Charakterisierungsarbeiten verwendeten Materialien wie folgt behandelt:

|         |                       |  |
|---------|-----------------------|--|
| Stab:   | $\varnothing$ 100 mm: | 979° 1h 51 min/Luft + 739° 3h 42min/Luft |
| Platte: | 14 mm:                | 980° 27 min/Luft + 760° 90 min/Lift      |

Aus den vom Hersteller mitgelieferten T/t-Schrieben ist erkennbar, dass die für das  $\varnothing$  100 mm Material angegebene Austenitisierungszeit 1h 51min auch die Aufheizzeit umfasst, wohingegen die Haltezeit nur 1h 15 min beträgt. Die unterschiedliche Anlasstemperatur beim

Ø100- und 14 mm-Material resultiert aus der Forderung, dass gleiche Vergütungshärte bei den Halbzeugen erreicht werden sollte. Der Einfachheit halber wird im Rahmen dieser Arbeit als Vergütungsbehandlung

für Ø 100 = 980°/L + 740°/L und

für 14 mm = 980°/L + 760°/L

angegeben.

Als Beispiel für das vollmartensitische Vergütungsgefüge sind im Bild 5 metallografische Aufnahmen vom Ø 100 mm Schmiedematerial aus der Rand- und Kernzone mit den Angaben zur Härte und Korngröße zusammengestellt. Weitere Ergebnisse zu metallografischen Untersuchungen an Stab- und Plattenmaterial wurden zwischenzeitlich in [52] mitgeteilt.

## 4 Versuchsergebnisse

### 4.1 Umwandlungsverhalten

Für Wärmebehandlungen an umwandlungsfähigen Stählen ist die Kenntnis des Umwandlungsverhaltens von wesentlicher Bedeutung. In der Praxis dominieren kontinuierliche Aufheiz- und Abkühlvorgänge, und demzufolge ist das kontinuierliche-ZTU-Schaubild wichtiger als das isotherme-ZTU-Schaubild [53]. Die Fa. SAARSTAHL hat in unserem Auftrag für EUROFER'97 ein Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild für kontinuierliche Abkühlvorgänge mit einer Austenitisierungstemperatur von 980°C aufgestellt entsprechend der Referenzhärte-temperatur (Bild 6). Die Umwandlungspunkte ergaben sich für

$A_{c1b} = 820^{\circ}\text{C}$        $M_s = 385^{\circ}$       Perlitbildung: ab 5°/min  
 $A_{c1e} = 890^{\circ}\text{C}$        $M_f = 215^{\circ}$

Zu beachten ist, dass  $M_s$ ,  $M_f$  und P-Bildung von der Austenitisierungstemperatur abhängig sind, wohingegen die  $A_c$ -Punkte in der Aufheizphase bestimmt werden und somit von  $T_{Au}$  unabhängig sind. Dies wird deutlich im Bild 7, in dem vergleichbare Varianten von Stählen aus Tabelle 1 gegenübergestellt sind für  $T_{Au} < 1000^{\circ}$  (a) und  $T_{Au} > 1000^{\circ}$  (b). Insbesondere der Bereich der Perlitbildung verschiebt sich bei höheren  $T_{Au}$  zu langsameren Abkühlgeschwindigkeiten [53]. EUROFER'97 ist praktisch identisch mit OPTIFER-V (B) und der W-freien Version OPTIFER-IV (D). Aus den Dilatometerkurven für die  $A_c$ -Bestimmung lässt sich auch der Ausdehnungskoeffizient  $\alpha$  für die verschiedenen T-Intervalle bestimmen:

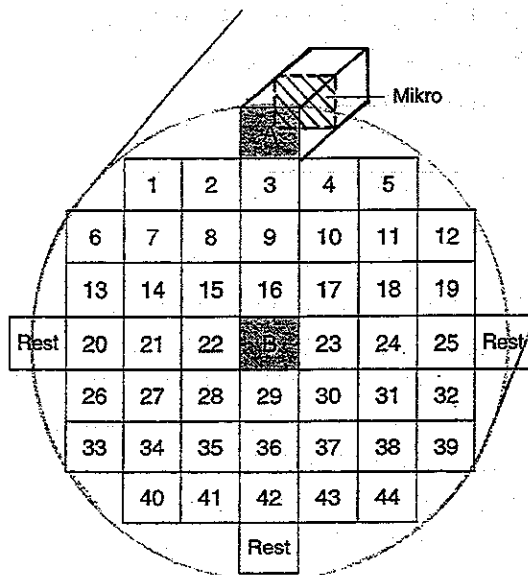
|            |   |   |
|------------|---|---|
| 20 - 100°: | $\alpha = 12,23 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ |   |
| 20 - 200°: | = 12,04   |   |
| 20 - 300°: | = 12,01   |   |
| 20 - 400°: | = 12,14   | > $A_{c1}$  |
| 20 - 500°: | = 12,33   | 20 - 800 = $12,74 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ |
| 20 - 600°: | = 12,56   | 20 - 900 = 10,07                                  |
| 20 - 700°: | = 12,79   | 20 - 1000 = 11,26                                 |

Eine bisher unbeantwortete Frage, wie sich nach der Austenitisierung längere isotherme Haltezeiten im umwandlungsfreien Temperaturbereich zwischen Perlitbildung und Martensitstufe nach weiterer Abkühlung auf RT (Härtung) auf das zu erwartende martensitische Gefüge auswirken, konnte durch eine Versuchsreihe am Stahl F82H-mod geklärt werden [40]. Diese Frage ist insofern von Bedeutung, wenn größere oder komplizierte Bauteile nicht in einem Zug von der Austenitisierungstemperatur bis RT wegen Verzugsgefahr abgeschreckt werden können (Stufenabkühlung bzw. Warmbadhärtung).

Eine Probenserie wurde bei 1040°C austenitisiert und in einen Ofen von 500°C umgesetzt (Martensitbildungstemperatur  $M_s = 425^\circ\text{C}$ ). Nach verschiedenen langen Haltezeiten des unterkühlten Austenits (5 h bis 10 000 h) wurden die Proben an Luft abgekühlt (Bild 8). Die metallografische Nachuntersuchung ergab bei allen Proben, selbst bei den über das normale Maß hinausgehenden extrem langen Zeiten von 500 - 10 000 h, unterschiedslos ein vollmartensitisches Gefüge mit gleichem Härteniveau, wie es auch bei kontinuierlicher Abkühlung mit 1,25°/min erreicht wird.

## 4.2 Härte- und Anlassverhalten

Durch die Wahl der Härte- und/oder Anlass temperatur lassen sich bei Vergütungsstählen so gegensätzliche Eigenschaften wie Zähigkeit und Festigkeit über die Korngröße und Härte einstellen. Zu Klärung des Härte- und Anlassverhaltens wurden Proben aus einer 15 mm Scheibe des  $\varnothing 100$  mm Stabes M-MB hergestellt (Skizze).



Probe A und B wurden für die im Kapitel 3 beschriebenen metallografischen Untersuchungen des Anlieferzustandes verwendet. Die Proben 1-7 wurden für die Härteversuche im Temperaturbereich  $850^\circ - 1120^\circ\text{C}$  jeweils 30 min austenitisiert. Die Austenitisierung erfolgte im Quarzrezipienten unter Vakuum, um Entkohlung und Verzunderung zu vermeiden. Die Abkühlung erfolgt durch Wegziehen des Ofens und entspricht bei der geringen Materialmenge einer Abkühlung an Luft ( $T, t V/V$ ). Die 15 mm lange Probe wurde anschließend halbiert, die Schnittfläche ist die Mikrofläche und liegt quer zur Stabachse. Die Härtemessungen zeigen, dass das maximale Härteplateau ab  $T > 900^\circ\text{C}$  erreicht

wird (Bild 9-Aa). Die metallografische Bestimmung der Korngröße ergab nur eine mäßige Kornvergrößerung mit steigender Austenitisierungstemperatur (Bild 9-Ab und Tabelle).

Der Vergleich im Bild 9B mit F82H-mod und verschiedenen OPTIFER-Varianten zeigt ein ähnliches Verhalten, wobei die Unterschiede in der Ansprunghärte in erster Linie vom C+N-Gehalt abhängig sind. Die deutlich niedrigere Härte von OPTIFER-III mit 1,6% Ta hängt mit der Bildung von Primärkarbiden ( $Ta_3C$ ) und dadurch abgebundenem C-Gehalt zusammen

[37]. Die Korngröße (b) ist vom Ta-Gehalt abhängig und wie in [40, 41] klar gezeigt wurde, ist ein Ta-Gehalt <0,02% (F82H-mod, OPTIFER-II) zur Erzielung eines ausreichend feinen Kornes nicht ausreichend, weswegen für EUROFER '97 als Untergrenze 0,05% spezifiziert wurde.

| Ergebnisse der Härteversuche  | HV30 <sup>*)</sup> | Korngröße |
|-------------------------------|--------------------|-----------|
| Probe Nr. 1 = 850°30'V/V      | 245                | 10 µm     |
| 2 = 900°30'V/V                | 406                | 11        |
| 3 = 950°30'V/V                | 421                | 13,5      |
| 4 = 1000°30'V/V               | 430                | 14,3      |
| 5 = 1040°30'V/V               | 412                | 21,4      |
| 6 = 1080°30'V/V               | 412                | 48,1      |
| 7 = 1120°30'V/V               | 400                | 52,5      |
| *) Mittelwert aus 3 Messungen |                    |           |

Zum Anlassverhalten wurden zwei Versuchsreihen durchgeführt, einmal mit 1040°C als Härtetemperatur und mit einer erniedrigten Härtetemperatur von 980°C.

Unabhängig von der Härtetemperatur ergaben sich praktisch zwei deckungsgleiche Anlasskurven (Bild 10A) mit dem bekannten Sekundärhärtemaximum zwischen 500-550°C und dem Härteabfall infolge der Anlasswirkung bis 800°C Anlasstemperatur. Der Härteanstieg ab 850°C ist auf die erneute Teilaustenitisierung (Überschreiten von Ac<sub>1b</sub>) zurückzuführen.

| Ergebnisse der Anlassversuche (Proben Nr. 8-32) |             |             |            |                                 |            |                  |     |
|---|-------------|-------------|------------|---------------------------------|------------|------------------|-----|
|   |             |             | b)         | 950°2hV/V+1040°30'V/V+750°2hV/V |            | 206 Kgr.=22,1 µm |     |
| a)  | 1040°30'V/V | + 300°2h/L  | HV30 = 419 | c)                              | 980°30'V/V | + 300°2h/L       | 420 |
|   | ▪           | + 400°2h/L  | = 420      |                                 | ▪          | + 400°2h/L       | 424 |
|   | ▪           | + 500°2h/L  | = 421      |                                 | ▪          | + 500°2h/L       | 427 |
|   | ▪           | + 525°sh/L  | = 435      |                                 | ▪          | + 525°2h/L       | 438 |
|   | ▪           | + 550°2h/L  | = 435      |                                 | ▪          | + 550°2h/L       | 437 |
|   | ▪           | + 600°2h/L  | = 352      |                                 | ▪          | + 600°2h/L       | 362 |
|   | ▪           | + 650°2hV/V | = 300      |                                 | ▪          | + 650°2hV/V      | 299 |
|   | ▪           | + 700°2hV/V | = 264      |                                 | ▪          | + 700°2hV/V      | 260 |
|   | ▪           | + 750°2hV/V | = 210      |                                 | ▪          | + 750°2hV/V      | 213 |
|   | ▪           | + 800°2hV/V | = 194      |                                 | ▪          | + 800°2hV/V      | 196 |
|   | ▪           | + 850°2hV/V | = 307      |                                 | ▪          | + 850°2hV/V      | 344 |
|   | ▪           | + 875°2hV/V | = 412      |                                 | ▪          | + 875°2hV/V      | 418 |

In der Tabelle ist unter b) eine Probe aufgeführt, bei der eine Homogenisierungsbehandlung bei 950°C der Vergütungsbehandlung vorgeschaltet wurde. Diese Homogenisierung hat sich bei geschmiedetem Material bewährt. Im vorliegenden Fall mit sehr homogenem Ausgangszustand hat sie aber keinen Einfluss auf die Korngröße (s. Bild 9) und auf die Vergütungshärte (Bild 10).

Im Vergleich zu den OPTIFER-Varianten entspricht der Verlauf der Anlasskurve von EUROFER '97 dem von OPTIFER-Ia und IVc (Bild 10 B) und im technisch relevanten T-Bereich von 650-750°C auch der Legierung F82H-mod [40].

Durch die Vergütung (Härten und Anlassen) wird ein bestimmtes Härte- bzw. Festigkeitsniveau eingestellt. Der spätere langzeitige Einsatz bei erhöhten Temperaturen übt eine zusätzliche Anlasswirkung auf den Vergütungszustand aus (auch als Alterung bezeichnet), wodurch die ursprünglich eingestellte Vergütungshärte bzw. -festigkeit erniedrigt wird. Deren Einfluss wird durch das Bild 10 nicht abgedeckt und muss durch entsprechende Versuche zur Anlassbeständigkeit (Stabilisierungsglühungen) ergänzt werden. Umfangreiche empirische Untersuchungen haben gezeigt, dass in Bezug auf die Härteänderung Anlass-temperatur 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 [54], der später durch eine Arbeit von Larson und Miller [55] zur Beschreibung des Zeitstandverhaltens bekannter wurde. Dadurch kann in begrenztem Rahmen von Versuchen mit kürzerer Dauer auf experimentell noch nicht abgedeckte längere Zeiten geschlossen werden. Zur Erstellung dieser sogenannten Anlass-Hauptkurve wurden Proben im Anlieferzustand aus dem 14 mm Plattenmaterial bei Temperaturen zwischen 550-750°C und Glühzeiten von 20-3300 h gegläht. Zusätzlich wurden noch 2 Proben bei 1075°C bzw. 950°C gehärtet + 750°C angelassen und bei 600°C 1050 h gegläht. Nach dem Hollomon-Jaffe-Parameter entspricht 600°C - 1050 h einem P-Wert von  $18,35 \pm 550^\circ\text{C} - 20\,000\text{ h}$ . Die an den geglähten Proben gemessenen Härtewerte sind im Bild 11 über dem Hollomon-Jaffe-Parameter aufgetragen. Die Anlass-Hauptkurve bleibt bis zum Parameterwert von 19 auf dem Härteniveau des Ausgangsmaterials und zeigt das gleich günstige Verhalten wie die als Vergleich eingezeichneten Kurven für F82H-mod und OPTIFER.

Daher ist verständlich, dass auch die an den geglähten Proben durchgeführten metallografischen Untersuchungen keine gravierenden Änderungen in der martensitischen Struktur des Vergütungsgefüges zeigen. Als Beispiel sind in den Bildern 12 und 13 die Ausgangsgefüge von drei Vergütungsbehandlungen den Befunden mit der Stabilisierungsglühung 600°C - 1050 gegenübergestellt. Metallografische Untersuchungen an den bisher untersuchten Legierungen ergaben, dass bei Cr-Gehalten <10% und Glüh-temperaturen im T-Bereich der  $\alpha$ - $\gamma$ -Umwandlung der Werkstoff zweiphasig wird und  $\alpha$ -Ferrit auftritt, wie in [56] beschrieben und in Abhängigkeit vom Cr- und C-Gehalt dargestellt wurde. Auch EUROFER mit rd. 9% Cr zeigt im Mikroschliffbild nach Austenitisierung bei 980° bzw. 1040°C und Glühung 850°C deutlich mehrere % Ferritanteile (Bild 14 a-c). Die Probe mit der Glühung bei 875°C zeigt nur noch vereinzelte Ferritkörner (Bild 14 d). Da Wärmebehandlungen im  $\alpha$ - $\gamma$ -Umwandlungsbereich praktisch nicht relevant sind, ist das Auftreten der Zweiphasigkeit mehr von metallkundlichem Interesse.

### 4.3 Kerbschlagzähigkeitseigenschaften

Mit ISO-V-Proben aus dem 14 mm-Plattenmaterial wurden  $A_v$ -T-Kurven in verschiedenen Vergütungszuständen aufgenommen (Bild 15, Tabelle 4). Der Anlieferzustand mit 980°C Härtetemperatur (●) und der Zustand mit 1050°C HT (▲) zeigen im Rahmen der allgemeinen Streuung ein übereinstimmendes Verhalten und ähnliche Werte für die Zähigkeitskriterien DBTT-FATT-68 J [57 c], obwohl wegen des gröberen Korns eine Verschiebung der  $A_v$ -T-

Kurve noch rechts und demzufolge höhere Werte für die Zähigkeitskriterien zu erwarten gewesen wäre. Diese Verschiebung tritt erst bei 1075°C HT und einer Korngröße von 45 µm auf (■□). Ein Einfluss der Probenlage (längs-quer) ist, ausser in der Hochlage, nicht erkennbar. Das ist auch insofern verständlich, weil das Plattenmaterial nach jedem Walzstich um 90°C gedreht wird und demzufolge keine ausgeprägte Walzrichtung vorliegt. Stärker sind die Streuungen innerhalb der Versuchsreihen von Proben und aus verschiedenen Platten Nummern. So liegen die von CIEMAT - Madrid mitgeteilten Werte [45] für den Anlieferzustand der Platte 3 deutlich ungünstiger als die Werte der Platte 4-6.

Uneinheitlich ist auch der Verlauf der  $A_v$ -T-Kurve von der Hochlage über den Steilabfall in die Tiefelage. Während im Anlieferzustand und bei 1050°C HT (●▲) ein sanfter Übergang vorliegt, zeigen die übrigen Kurven vor dem Steilabfall nochmals einen mehr oder weniger stark ausgeprägten Absatz, der schon mehrfach bei dieser Stahlgruppe beobachtet wurde [57 c], ohne dass es dafür eine schlüssige Erklärung gibt. Auch die Streuung der Messwerte, die in dieser Stärke auch bei F82H-mod beobachtet wurde [40], erschwert eine klare Aussage bezüglich der Ausprägung des Kurvenverlaufes, zumal in der Regel nur 1 Probe/Temperatur geprüft wurde. Deshalb wurden vom Ø 100 mm Schmiedestab Proben längs und quer zur Stabachse entnommen und im interessanten Bereich der  $A_v$ -T-Kurve (RT bis -60°C) je Prüftemperatur 5 Proben geprüft (Bild 16, Tabelle 5). Im Teilbild A sind die Einzelmesswerte aus der Tabelle 5 eingezeichnet, und man erkennt deutlich den Einfluss der Probenlage beim Schmiedematerial mit ungünstigeren Werten für die Querproben.

Die eingezeichneten Mittelwertkurven bestätigen den Absatz im Kurvenverlauf beim Übergang von der Hochlage zum Steilabfall. Dass die Mittelwertkurve für die Proben aus dem 14mm Blech im Anlieferzustand, obwohl gemäß Plattenkennzeichnung Querproben, praktisch mit der Mittelwertkurve für die Längsproben übereinstimmt, ist nicht nur auf die weniger ausgeprägte Textur zurückzuführen sondern z.T. auch auf die 20°C höhere Anlasstemperatur. In der Darstellung B sind die Messwerte als Toleranzbalken dargestellt und die Duktilitätskriterien FATT-DBTT-68 J<sup>1)</sup> sind mit Minima- und Maximawerten angegeben.

Es wurde schon erwähnt, dass mit steigender Austenitisierungstemperatur ( $T_{Au}$ ) das Korn größer wird und bei der schlagartigen Beanspruchung im Kerbschlagversuch ungünstigere Werte erzielt werden. Andererseits hat das gröbere Korn und höhere  $T_{Au}$  in der Regel günstigere Zeitstandfestigkeits- und Kriechwerte zur Folge. D.h., diese Gruppe der martensitischen Stähle kann prioritäre Forderungen durch Wahl der Austenitisierungstemperatur erfüllen.

Einen weiteren ganz wesentlichen Einfluss auf das Kerbschlagzähigkeitsverhalten hat der vielfach nicht beachtete Sauerstoffanteil  $O_2$ , der in den Legierungen in unterschiedlicher Höhe vorliegt (Tabelle 1). Die umfangreichen Ergebnisse von Kerbschlagversuchen, auch an den konventionellen martensitischen 12% Cr-Stählen, haben die deutliche Verschlechterung des Kerbschlagzähigkeitsverhaltens mit steigendem  $O_2$ -Gehalt gezeigt (Bild 17 [57 b]). Deshalb wurde der  $O_2$ -Anteil mit  $\leq 100$  ppm spezifiziert.

Die folgende Aufstellung zeigt die Veränderung der beiden Duktilitätskriterien FATT und DBTT von EUROFER in Abhängigkeit vom Vergütungszustand und daraus resultierender Korngröße, und als Vergleich F82H-mod und OPTIFER mit dem zusätzlichen Einfluss unterschiedlicher  $O_2$ -Gehalte.

|                  |                      | FATT              | DBTT              | Kgr.   | O <sub>2</sub>  |
|------------------|----------------------|-------------------|-------------------|--------|-----------------|
| EUROFER<br>14 mm | Anl.-Zustand         |                   |                   |        |                 |
|                  | = 980°+760° (quer)   | -78°              | -70               | 16 µm  | 10 ppm          |
|                  | = 1050°+750° (quer)  | -72°              | -73               | 26 µm  |                 |
|                  | = 1075°+750° (quer)  | -56°              | -56               |        |                 |
|                  | = 1075°+750° (längs) | -54°              | -57               | 45 µm  |                 |
| Ø 100 mm         | Anl.-Zustand         |                   |                   | 11-16  | 13 ppm          |
|                  | = 980°+740° (längs)  | -67 <sup>1)</sup> | -70 <sup>1)</sup> |        |                 |
|                  | = 980°+740° (quer)   | -49 <sup>1)</sup> | -53 <sup>1)</sup> |        |                 |
| F82H-mod         | Anl.-Zustand         | -35/-10           | -42/-20           | 55 µm  | 103-<br>125 ppm |
| [40]             | = 1040°+750°         |                   |                   |        |                 |
|                  | = 960°+750°          | -                 | -35               | 35 µm  |                 |
| OPTIFER-IVc      | = 1075°+750          | -46               | -60               | 103 µm | 190             |
|                  | = 950°+750           | -57               | -72               | 14 µm  |                 |
| OPTIFER-V        | = 1075°+750          | -                 | -55               | 50 µm  | 60              |
|                  | = 950+750            | -81               | -88               | 12 µm  |                 |

<sup>1)</sup> Mittelwerte

- 1) FATT: Fracture Appearence Transition Temperature (50% kristalliner Bruchanteil)  
 DBTT: Ductile Brittle Transition Temperature (Wert der halben Hochlage)  
 68 J: T bei 68 J in der A<sub>v</sub>-T-Kurve

#### 4.4 Zugfestigkeitseigenschaften

Im Anlieferungszustand mit 980°C Härtetemperatur wurden Proben sowohl aus dem Ø 100 mm-Material als auch aus dem 14 mm Plattenmaterial im T-Bereich RT-700°C geprüft (Tabelle 6). Des weiteren wurden Proben aus beiden Abmessungen im Vergütungszustand mit 1075° HT+750° AT, sowie Proben aus dem 14 mm Blech im Vergütungszustand mit der erniedrigten HT von 950°C geprüft, um einen direkten Vergleich zu Vergütungsbehandlungen von OPTIFER zu haben (Tabelle 7).

Die Darstellung der Zugversuchskennwerte im Bild 18 zeigt, dass lediglich bei RT Zugfestigkeit und Streckgrenze der beiden Anlieferungszustände (●▲) differieren und die etwas höheren Werte des Ø 100-Materials auf die 20°C niedrigere AT zurückzuführen sind. Im Prüftemperaturbereich 300-600°C ergeben sich praktisch dehnungsgleiche Werte. Auch die 3 Vergütungszustände mit erhöhter HT (1075°C) und erniedrigter HT (950°C) ergeben deckungsgleiche Zugfestigkeitswerte, und auch gleiche Streckgrenzenwerte für die 1075°C-Zustände, die tendenziell geringfügig unter den Werten des Anlieferungszustandes liegen. Dagegen liegen die Streckgrenzenwerte für den bei 950°C gehärteten Zustand (▽) über dem untersuchten T-Bereich 5-10% niedriger. Auch bei den Duktilitätskennwerten A, Ag und Z (Teilbilder c-e), ist der Einfluss der erhöhten bzw. erniedrigten HT nur schwach und nicht eindeutig ausgeprägt. Das im Teilbild f dargestellte Streckgrenzenverhältnis R<sub>p0,2</sub>/R<sub>m</sub> gibt praktisch den technisch nutzbaren Anteil im Bereich der elastischen Verformung (< 0,2 %) an und resultiert aus Teilbild a und b. Demzufolge ist auch bei diesem Kennwert keine eindeutige oder starke Abhängigkeit von der Härtetemperatur erkennbar. Dass der Wert von RT bis 600°C ansteigt und bei ≥ 650°C abnimmt, wird bei allen Stählen dieser Gruppe beobachtet.



Ein Vergleich dieser Zugversuchsergebnisse mit den Werten von OPTIFER (W) und F82H-mod, wie er auch schon z.T. in [45, 46, 48] angestellt wurde, erfolgt in Bild 19. Das schraffierte Band umfasst die Kennwerte der OPTIFER-Varianten Ia, IVc, V für Vergütungszustände 950° und 1075°C Härtetemperatur +750° AT, wie sie in [41, 57b] im Detail beschrieben sind. Mit (⊗) sind die Werte für F82H-mod eingezeichnet. Dabei handelt es sich jeweils um den Mittelwert von verschiedenen Vergütungszuständen mit Härtetemperaturen von 950-1000-1040°C (+750° AT), die sich allerdings auf Zugfestigkeit und Streckgrenze praktisch nicht auswirken [57b] und wie im Bild 20 noch gezeigt wird. Die EUROFER-Werte liegen mit den F82H-mod Werten jeweils im unteren Teil des schraffierten Bandes, das von den bei 950°C gehärteten Proben der OPTIFER-Varianten gebildet wird. Der obere Teil mit den höheren Werten ergibt sich aus den Vergütungszuständen mit 1075° HT. Zugfestigkeit und Streckgrenze von EUROFER-Ø100 mm im Anlieferzustand mit 980° HT entsprechen exakt den OPTIFER-V-Werten mit 950° HT und EUROFER-14 mm mit 950° HT (V) entspricht OPTIFER-IVc mit 950° HT.

Auch die Duktilitätskennwerte und das Streckgrenzenverhältnis der OPTIFER-Varianten liegen innerhalb der geringen Streubreite, wie sie sich in den Teilbildern c-f für EUROFER und F82H-mod ergibt.

Es wurde gezeigt, dass die Änderung der Härtetemperatur im Bereich 950°-1075°C auf die Zugfestigkeitseigenschaften keinen oder nur moderaten Einfluss hat. Dies soll nochmals anhand des Bildes 20 für F82H-mod veranschaulicht werden. Vom Anlieferzustand mit 1040° HT (links) über den Vergütungszustand mit 1000° HT bis zum Zustand mit 950° HT ergeben sich für die Prüftemperaturen 700° bis RT praktisch gleiche Werte für  $R_{p0,2}$  und  $R_m$ . Erst der Zustand mit der Härtetemperatur 875°C, bei dem nur eine Teilaustenitisierung erfolgt, weil  $A_{c1e}$  bei 915°C liegt, weist wegen der Mehrphasigkeit des Gefüges deutlich niedrigere  $R_{p0,2}$ - und  $R_m$ -Werte auf.

Für den Anlieferzustand a) liegen auch erstmals Werte für den Tieftemperaturbereich bis -150°C für einen LA-Stahl vor. Obwohl Zugfestigkeit und Streckgrenze stark ansteigen, nehmen auch Bruchdehnung und Gleichmaßdehnung zu, lediglich die Brucheinschnürung nimmt von 78,5% bei RT auf 60,2% bei -150°C ab [58, Tab. 11).

#### 4.5 Alterungsverhalten

Durch Härten + Anlassen (Vergütung) wird bei martensitischen Stählen ein dem vorgesehener Verwendungszweck entsprechendes Härte- bzw. Festigkeitsniveau eingestellt. Beim langzeitigen Einsatz bei höheren Temperaturen ist dieser Gefügestand einer weiteren Anlasswirkung ausgesetzt, die allgemein als Alterung bezeichnet wird. Wenn eine Wärmebehandlung mit dem Ziel, im Laufe der Zeit zu erwartende Form-, Maß- und/oder Gefügeänderungen in einem Werkstück vorwegzunehmen, angewendet wird, spricht man von künstlichem Altern oder Stabilisieren (DIN 17014).

Als max. Auslegungsdaten für ein Blanketmodul sind z.Zt. 550°C 20 000 h vorgegeben [59]. Wie schon im Kapitel 4.2 anhand der Anlass-Hauptkurve gezeigt wurde, ist es mit dem Hollomon-Jaffe Parameter [54] möglich, lange Beanspruchungszeiten bei tieferer Temperatur mit kürzeren Zeiten bei höherer Temperatur gleichzusetzen. D.h., nach  $P = T_K(18+\log t)$  ent-

sprechen  $550^{\circ}\text{C} - 20\,000\text{ h}$  einem P-Wert von  $18,36 \cdot 10^{-3}$  und dieser Wert entspricht  $580^{\circ}\text{C} - 3300\text{ h}$  bzw.  $600^{\circ}\text{C} - 1050\text{ h}$ . Dies wird durch die schematische Darstellung im Bild 21 veranschaulicht. Bei den bisherigen Untersuchungen zum Alterungsverhalten wurden in der Regel Glühungen als Alterungsbehandlung bei  $550^{\circ}$  und  $600^{\circ}\text{C}$  über  $5000\text{ h}$  durchgeführt und somit ein breiteres Parameterfeld um den Wert für  $550^{\circ}\text{C} - 20\,000\text{ h}$  abgedeckt.

Im Rahmen der breit angelegten Untersuchungen an OPTIFER-IVc [56, 57b] wurden zahlreiche T/t-Kombinationen gewählt, um auszuloten, inwieweit die Glühtemperatur zugunsten kürzerer Glühzeit erhöht werden kann. Die Ergebnisse von Zug- und Kerbschlagversuchen ergaben bei den angegebenen T/t-Kombinationen von  $550^{\circ}\text{C} - 5000\text{ h}$  bis  $625^{\circ}\text{C} - 5000\text{ h}$  keinen stark ausgeprägten Einfluss der Alterungsbehandlung über diesen Parameterbereich und bei den T/t-Kombinationen mit gleichem P-Wert ( $P = 18,36$  bzw.  $18,94$ ) wurden z.T. deckungsgleiche Ergebnisse ermittelt. Daher war es naheliegend, und auch weil der Alterungseffekt bei den niedrigaktivierenden Legierungen allgemein nicht sehr ausgeprägt war, für die im IMF vorgesehenen Zug- und Zeitstandversuche nur 2 T/t-Kombinationen zu wählen ( $580^{\circ}\text{C} - 3300\text{ h}$  und  $600^{\circ}\text{C} - 1050\text{ h}$ ). Deren P-Wert ist, wie gesagt, deckungsgleich mit den max. Auslegungsdaten, und zudem sollte das bei OPTIFER-IVc gefundene Ergebnis verifiziert werden. Das von spanischer Seite (CIEMAT) breit angelegte Versuchsprogramm umfasst T/t-Kombinationen von  $400-600^{\circ}\text{C}$  und  $1000-5000\text{ h}$ , wobei ein Schwerpunkt auf den mikrostrukturellen Nachuntersuchungen der im Zug- und Kerbschlagversuch geprüften Proben liegt.

Zu den Zeitstandversuchen mit gealterten Proben ist allerdings nach neueren Erkenntnissen und Überlegungen eine Einschränkung zu machen, die evtl. die Notwendigkeit solcher Versuche in Frage stellen: Während Zug- und Kerbschlagversuche mit gealterten Proben eine evtl. Schädigung des ursprünglichen Vergütungszustandes nach langfristigem Einsatz aufzeigen, z.B. durch Verlust an Festigkeit bzw. Zähigkeit, beinhalten ja Langzeit-Zeitstandversuche ( $\geq 10^4\text{ h}$ ) exakt die T/t-Belastung eines Bauteils. Wenn also im Kapitel 4.6 über den Stand der lfd. Zeitstandversuche im T-Bereich  $450-650^{\circ}\text{C}$  bis  $\geq 10^4\text{ h}$  berichtet wird, so ist die Abnahme der Zeitstandfestigkeit mit zunehmender Standzeit und die Änderung des Kriechverhaltens eine genaue Abbildung der T/t-Belastung der Komponente und der Gefügeänderungen. Eine vorlaufende Stabilisierungsglühung ist also eine Verdoppelung bzw. Verstärkung des Alterungseffektes.

### 4.5.1 Ergebnisse von Zugversuchen

Vom  $\varnothing 100\text{ mm}$  Material wurden Proben des Anlieferzustandes (mit  $980^{\circ}\text{ HT}$ ) den zwei punktgenauen Stabilisierungsglühungen  $600^{\circ}\text{C} - 1050\text{ h}$  und  $580^{\circ}\text{C} - 3300\text{ h}$  unterworfen und zusätzlich ein Vergütungszustand mit  $1075^{\circ}\text{ HT}$  mit einer Glühung  $600^{\circ}\text{C} - 1050\text{ h}$ , im Prüftemperaturbereich  $\text{RT} - 600^{\circ}\text{C}$  im Zugversuch geprüft (Tabelle 8). Der Vergleich im Bild 22 mit den Werten ohne Stabilisierungsglühung aus Bild 18 zeigt, dass im Anlieferzustand lediglich die Streckgrenzenwerte bei  $\text{RT}$  ( $\odot \Delta$ ) durch die Glühung geringfügig (3-5%) erniedrigt werden. Alle übrigen Kennwerte der geglühten Proben sind praktisch deckungsgleich mit den nur vergüteten Zuständen (Anl. bzw.  $1075^{\circ}\text{ HT}$ ).

Diese Ergebnisse stimmen gut überein mit Resultaten von CIEMAT - Madrid an EUROFER-Proben mit Stabilisierungsglühungen von  $400^{\circ}$  und  $500^{\circ}\text{C}$  über  $1000\text{ h}$  bzw.  $5000\text{ h}$  [60].

Ebenso ergibt sich eine gute Übereinstimmung bei einem Vergleich der Zugversuchsergebnisse mit gealterten Proben von F82H-mod und OPTIFER-IVc (Bild 23). Aus dem linken Teilbild a ist ersichtlich, dass die geglühten Zustände des 2% W-Stahles praktisch deckungsgleiche Werte wie der Anlieferungszustand aufweisen. Bei OPTIFER-IVc-1W (Bild 23b) werden durch die verschiedenen T/t-Glühungen zwar die Zugfestigkeits- und Streckgrenzenwerte um ca. 10% erniedrigt, aber absolut entsprechen die Werte noch denen von F82H-mod und EUROFER. Demzufolge stimmen auch die Werte für das Streckgrenzenverhältnis  $R_{p0,2}/R_m$  gut überein [57a, 57b].

#### 4.5.2 Ergebnisse von Kerbschlagversuchen

Ergebnisse von Kerbschlagversuchen an gealterten Proben wurden bisher nur von CIEMAT mitgeteilt für den Zustand Anlieferung +500°C 5000 h [60]. Wie schon im Kapitel 4.3 beschrieben, ergeben sich in der  $A_v/T$ -Abhängigkeit z.T. erhebliche Streuungen innerhalb einer Versuchsreihe, so dass die abgeleiteten Werte für die Duktilitätskriterien DBTT-FATT-68 J nur Mittelwerte darstellen, die durchaus  $\pm 10^\circ\text{C}$  streuen können, wie sich insbesondere schon früher bei F82H-mod gezeigt hat [57d].

Für eine erste Abschätzung wurden aus den CIEMAT-Werten eines gealterten Zustandes die Duktilitätskriterien ermittelt und in der nachfolgenden Aufstellung mit denen des Anlieferungszustandes verglichen; sowie anhand der Werte von F82H-mod und OPTIFER-IVc soll eine Tendenz dargestellt werden, wie sich verschiedene Alterungsglühungen auswirken.

| EUROFER                                     | DBTT    | FATT    | 68 J     |
|---|---------|---------|----------|
| Platte, Anlieferungszust.<br>CIEMAT         | -62     | -65     | -70 [°C] |
| FZK   | -70     | -78     | -82      |
| Anl.+500°-5000 h,<br>CIEMAT [60]            | -58     | -56     | -70      |
| <u>F82H-mod</u> [57d]<br>Anl.-Zust.         | -42/-20 | -35/-10 | -52/-20  |
| Anl.+550°-5000 h                            | -34/-10 | -31/0   | -40/-10  |
| Anl.+600°-5000 h                            | -10/+8  | -16/+5  | -24/+4   |
| <u>OPTIFER-IVc</u> [57d]<br>Ref.=1075°+750° | -60     | -46     | -66      |
| Ref.+550°-5000 h                            | -43     | -37     | -45      |
| Ref.+580°-3300 h<br>bzw. 600°-1050 h        | -50     | -35     | -52      |
| Ref.+600°-5000 h                            | -43     | -41     | -45      |

Bei EUROFER hat die Glühung 500° - 5000 h nur einen geringen Einfluss, allerdings ist diese T/t-Kombination mit  $P = 16,77$  noch deutlich vom Zielwert  $P = 18,36$  (s. Bild 21) entfernt. Aussagekräftiger sind die Werte für F82H-mod und OPTIFER, die einen deutlichen Trend aufzeigen. Unabhängig von den starken Streuungen bei F82H-mod ist klar erkennbar, dass

Glühungen in den Parameter-Bereich P = 18-19 die Temperaturen für die Duktilitätskriterien um 10-15°C erhöhen können.

#### 4.6 Zeitstandverhalten

Für die Auslegung von langfristig bei höheren Temperaturen beanspruchter Bauteile ist die Kenntnis des Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhaltens von entscheidender Bedeutung. Die entsprechenden mechanischen Primärdaten werden im Zeitstandversuch (DIN 50118) gewonnen und weitere physikalische Kenngrößen zum Kriechverhalten daraus abgeleitet. Von EUROFER '97 werden Zeitstandversuche im Anlieferzustand mit Proben aus dem Ø 100 mm- und 14 mm-Plattenmaterial, sowie weiteren Vergütungs- bzw. Wärmebehandlungszuständen durchgeführt, wie aus der folgenden Aufstellung ersichtlich ist.

|    |         |                          |            |          |
|----|---------|--------------------------|------------|----------|
| 1) | Ø 100mm | Anl.-Zustand (980°+740°) | Prüftemp.: | 450-650° |
| 2) | 14 mm   | Anl.-Zustand (980°+760°) |            | 450-650° |
| 3) | Ø 100mm | 1075°30'/L+750°2h/L      |            | 450-650° |
| 4) | 14 mm   | 1075°30'/L+750°2h/L      |            | 450-650° |
| 5) | 14 mm   | 950°30'/L+750°2h/L       |            | 450-650° |
| 6) | Ø 100mm | Anl.+580° 3300h          |            | 450-650° |
| 7) | Ø 100mm | Anl.+600° 1050h          |            | 450-650° |
| 8) | Ø 100mm | 1075°+750°+600° 1050h    |            | 550-650° |

Die Versuche der Zustände 1-5 decken mittlerweile den Versuchszeitraum bis 10<sup>4</sup>h experimentell ab. Bei jeder Prüftemperatur sind noch Langzeitversuche im Gange, deren erwartete Bruchzeiten den Bereich 20-40 000 h abdecken werden (s. Wertetabellen 9-12). Die Versuche der Zustände 6-8 mit einer zusätzlichen Stabilisierungsglühung sind bis auf 3 Versuche praktisch abgeschlossen (Wertetabelle 13).

In einem zweiten Programmteil werden im Anlieferzustand bei 500° und 550°C im auslegungsrelevanten niedrigen Spannungsbereich (180-60 MPa) reine Kriechversuche durchgeführt, d.h., im vorgesehenen Versuchszeitraum 20-40 000 h ergeben sich wegen der niedrigen Versuchsspannungen nur Daten zur Kriechgeschwindigkeit und für den Ausleger wichtige technische Zeit-Dehngrenzwerte.

##### 4.6.1 Stand der Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche im T-Bereich 450-650°C

Die an den verschiedenen Vergütungszuständen ermittelten Zeiten für die 1%-Dehngrenze und Standzeit sind in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung in den Diagrammen 24 a+b aufgetragen. Die Streuung der Messwerte ist bei EUROFER nicht groß, wie die Parallelversuche bei 500°C - 250 MPa und 550°C - 190 MPa zeigen, jedenfalls deutlich kleiner als bei F82H-mod beobachtet [58]. Die Werte für den Anlieferzustand mit 980° HT der beiden Halbzeugabmessungen Ø 100 mm und 14 mm Platte ordnen sich gut auf einer Mittelwertkurve an (●▲). Ebenso die Werte für die Vergütungszustände mit 1075° HT (⊙△) bis zu Prüftemperaturen 550°C. Erst bei den höheren Prüftemperaturen 600 und 650°C werden wegen des gröberen Kornes deutlich längere Standzeiten gemessen, was sich bei den 1% Zeit-Dehngrenzen schon bei 550°C Prüftemperatur zu längeren Standzeiten hin andeutet.

Die Einzelversuche mit der erniedrigten HT von 950°C (x) weisen tendenziell etwas kürzere Zeiten auf. Als Vergleich eingezeichnet sind die jeweiligen Mittelwertkurven für F82H-mod [58]. In Anbetracht der relativ starken Streuung der Messwerte bei F82H-mod sind beide Stähle bis 550°C als gleichwertig zu betrachten. Die noch lfd. Versuche (→) werden den Zeitbereich bis  $\geq 2 \cdot 10^4$  experimentell absichern.

Im Bild 25 a+b sind alle bisher (1-2002) erzielten Ergebnisse über dem Larson-Miller-Parameter [55] als Zeitstand-Hauptkurven dargestellt und werden verglichen mit den Zeitstand-Hauptkurven von F82H-mod und OPTIFER-W.

Der c-Wert im Parameter  $P = T_K (c + \log t)$  wurde zu  $c = 30$  gewählt. Für EUROFER ergab eine Optimierung von c anhand der experimentellen Daten, wie in [56] näher ausgeführt, c-Werte von 27-33,8 für 1% Kriechdehnung und 27,6-32,6 für die Standzeit. Für die OPTIFER-W Varianten [56] ergab die Optimierung einen mittleren c-Wert von 28 und für F82H-mod mit 2% W einen c-Wert von 33 [58]. Für den direkten Vergleich im Bild 25 ist also  $c = 30$  ein guter Kompromiss.

Die EUROFER-Werte für den Anlieferzustand mit 980° HT (⊙) entsprechen bis  $P = 26$  den Werten von F82H-mod mit 1040° HT bzw. dessen Mittelwertkurve. Bis  $P = 30$  liegen die Werte bei niedrigeren Spannungen, um sich im Bereich  $P = 30-32$  wieder anzugleichen. Diese relativ geringen Unterschiede zwischen den beiden Stählen führen in dieser Darstellung zu einer gewissen Unschärfe bei F82H-mod durch die Umrechnung der Werte mit  $c = 33$  auf  $c = 30$ . Dies ist in der 1% ZDG-Kurve bei  $P = 28-29,05$  und 30 durch kleine Toleranzbalken angedeutet. Deswegen ist ein genauer Vergleich im experimentell abgedeckten Bereich anhand der Bilder 24 a+b aussagekräftiger.

Die Ergebnisse der verschiedenen OPTIFER-W Varianten [56] mit 1075° HT bilden naturgemäß ein breiteres Werteband, wie es für jeweils  $T - 10^4$ h durch Toleranzbalken angedeutet ist, die wiederum mit einer Minimum-Kurve versehen sind. Die EUROFER-Werte mit 1075° HT erreichen ab  $P = 27$  diese OPTIFER-Minimalwerte. Die allgemein höheren Werte für OPTIFER sind in erster Linie auf das höhere Cr-Niveau (9,5%) zurückzuführen, wie in [56] ausführlich dargelegt wird.

Legt man die im Bild 24 dargestellten Werte bei dem bisherigen Versuchsstand einer Extrapolation auf 20 000 h zugrunde, wozu ja insbesondere die Darstellung im Bild 25 als Larson-Miller-Hauptkurve gedacht ist, so lassen sich für den Ausleger Mindestwerte für die 1% Zeit-Dehngrenze und die Zeitstandfestigkeit angeben. Die noch laufenden Versuche werden die Kurvenverläufe im Bild 25 nicht mehr verändern sondern lediglich dichter belegen.

In der Tabelle 15 sind die extrapolierten Werte für die maximale Beanspruchungszeit von 20 000 h bei 400-600°C für die 1%-Zeit-Dehngrenze  $R_{p1\%}$  und die Zeitstandfestigkeit  $R_m$  zusammengestellt. Damit ist die Tabelle aus [56] mit dem Vergleich OPTIFER-F82H-mod nun komplettiert. Sowohl bei EUROFER als auch, wie schon in [58] beschrieben, bei F82H-mod ist der Einfluss der Härtetemperatur nicht sehr ausgeprägt. Dagegen ist der Unterschied bei den OPTIFER-Legierungen mit W und ohne W (=Ge) deutlich größer, d.h., bei Anwendung der erniedrigten HT von 950°C zugunsten besserer Kerbschlagzähigkeitswerte, werden die Zeitstandkennwerte erniedrigt.

Der Vergleich der Referenzzustände, bei OPTIFER-W mit 1075° HT und bei F82H-mod und EUROFER jeweils der Anlieferzustand, ergibt nur geringe Unterschiede in den Mindestwerten. Allerdings hat, wie aus Bild 25 hervorging, OPTIFER-W ein erhebliches Potential zu höheren Zeitstandfestigkeitswerten hin. Im Gegensatz zu F82H-mod und EUROFER, von denen jeweils nur 1 Charge bzw. 2 Chargen gleicher Spezifikation untersucht wurden, liegen von OPTIFER-W Datensätze von mehreren Varianten mit Unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen vor, wie aus Tabelle 1 und [56] hervorgeht.

Die Unterschiede in den Mindestwerten zugunsten der OPTIFER-W-Varianten, insbesondere bei den 1%-Zeit-Dehngrenzen, resultieren aus dem deutlich verzögerten Kriechverlauf bis 1% Kriechdehnung. Dies ist klar aus Bild 26 ersichtlich, in dem für gleiche Versuchsspannungen bei 450-550°C Prüftemperatur der Kriechverlauf bis max. 2% für die 3 Legierungstypen dargestellt ist. Während EUROFER und F82H-mod in diesen Beispielen annähernd gleiche Kriechkurven bis 1% aufweisen, verlaufen die OPTIFER-(W)-Kurven deutlich flacher. Noch deutlicher als in Tabelle 15 sind die Unterschiede in der folgenden Aufstellung, in der die 1% Zeit-Dehngrenzen für den experimentell sicher abgedeckten Zeitraum bis 5000 h gegenübergestellt sind.

| $R_{p1\%/5000h}$ | EUROFER | F82H-mod | OPTIFER-W   |
|------------------|---------|----------|-------------|
| 450°C            | 280     | 280/290  | 370 MPa     |
| 500°C            | 205     | 210/230  | 245/305 MPa |
| 550°C            | 155     | 150/185  | 210/225 MPa |
| 600°C            | 93      | 108/125  | 125/130 MPa |

Einen wesentlichen Anteil an diesem verzögerten Kriechen im Primärbereich von OPTIFER hat das mit 9,5% höhere Cr-Niveau gegenüber 7,8-8,8% bei F82H-mod und EUROFER, was in [56] anhand der OPTIFER-Varianten mit verschiedenen Cr-Gehalten schon herausgestellt wurde.

Das aus der Tabelle 15 resultierende Auslegungsdiagramm für EUROFER mit den Zugversuchskennwerten aus Tabelle 6 ist im Bild 27 dargestellt.

Zur Beschreibung des Kriechverhaltens werden neben den Werten für die Zeit-Dehngrenzen von 0,1-5% (s. Wertetabellen 9-13), insbesondere die Werte für die minimale Kriechgeschwindigkeit und deren Abhängigkeit von der Versuchsspannung, herangezogen. Die Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_{pmin}$  in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung  $\sigma$  ergibt im doppellogarithmischen Maßstab eine Gerade für jede Prüftemperatur, solange keine wesentlichen strukturellen Änderungen im Werkstoff ablaufen. Aus der Neigung dieser Geraden ergibt sich nach dem Norton'schen Kriechansatz  $\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^n$  [61] der Spannungsexponent  $n$  ( $n = \frac{\Delta \log \dot{\epsilon}}{\Delta \log \sigma}$ ). Im Bild 28 sind die bisher sicher bestimmten Werte aufgetragen, so dass sich die in der Tabelle 16 aufgeführten n-Werte und damit errechneten k-Werte ergeben. Diese gelten allerdings vorläufig nur für den angegebenen experimentell

abgedeckten  $\sigma$ -Bereich. Eine endgültige Aussage kann erst nach Vorliegen der Werte von den noch lfd. Versuchen (Klammerwerte in den Tabellen 1-13) gemacht werden, insbesondere für die bei 500° und 550°C angesetzten Versuche im niedrigen Spannungsbereich, über die noch im Kapitel 4.6.2 berichtet wird. Dies gilt auch für den Zustand mit 1075° HT. Für den Zustand mit der erniedrigten HT von 950°C ist wegen der geringen Anzahl von Versuchen keine quantitative Aussage möglich. In der Darstellung sind als Vergleich jeweils die Geraden für F82H-mod und OPTIFER eingezeichnet. Bei 650°C liegt im  $\sigma$ -Bereich > 80 MPa eine stärkere Spannungsabhängigkeit vor als im  $\sigma$ -Bereich < 80 MPa. Daraus folgen, wie aus der Tabelle 16 ersichtlich ist, auch zwei verschiedene n-Werte. Diese Abknickung ist eine Folge von stärkeren strukturellen Änderungen und ist auch ansatzweise bei EUROFER (⊙●) erkennbar. Ob sich bei 600°C und evtl. auch bei 550°C zu niedrigeren Kriechraten hin auch bei tieferen Spannungen ebenfalls eine Änderung in der Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit ergibt, müssen die noch laufenden Langzeitversuche zeigen.

Die vorliegenden Daten zum Kriechverhalten erlauben auch die Bestimmung der effektiven Aktivierungsenergie des Kriechens. Wenn man in den Darstellungen  $\dot{\epsilon}_{p\min} \rightarrow \sigma$  bei einer oder mehreren Spannungen einen Schnitt legt, erhält man Kriechgeschwindigkeitswerte mehrerer Prüftemperaturen. Durch die Auftragung  $\dot{\epsilon}_{p\min}$  gegen  $1/T$  ergibt sich aus der Neigung der jeweiligen Geraden die effektive Aktivierungsenergie des Kriechens über

$$Q_K = 4,56 \Delta \log \dot{\epsilon} / \Delta 1/T \text{ [62].}$$

Als Mittelwert aus mehreren Spannungsschnitten ergaben sich die in der folgenden Tabelle zusammengestellten Werte im Vergleich zu F82H-mod. und OPTIFER-W [56].

**Effektive Aktivierungsenergie  $Q_K$  des Kriechens**

|                       |   |               |
|-----------------------|---|---------------|
| <u>EUROFER '97</u>    |   |               |
| Anl.= 980°+740-760°C  | $Q_K = 144 \text{ kcal/mol (604 kJ/mol)}$ | T= 450°-650°C |
| 1075°+750°C           | 133 kcal/mol (557 kJ/mol)                 | T= 450°-650°C |
|                       |   |               |
| <u>OPTIFER-W [56]</u> | 160 kcal/mol (671 J/mol)                  | T= 450°-650°C |
|                       |   |               |
| <u>F82H-mod [56]</u>  | 149 kcal/mol (625 J/mol)                  | T= 450°-700°C |

Eine Zusammenstellung von Werten zur Aktivierungsenergie des Kriechens an weiteren martensitischen und austenitischen Stählen und Ni-, V-, Zr-Basislegierungen findet sich in der HS-Notiz 170 v. 28.6.2001 (Bestimmung der effektiven Aktivierungsenergie  $Q_K$  aus Kriechversuchen).

In Kapitel 4.5 Alterungsverhalten wurde beschrieben, wie sich Stabilisierungsglühungen, die den langzeitigen Einsatz bei höheren Temperaturen simulieren, auf die Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften auswirken. Bisher wurden auch bei den martensitischen Stählen ver-

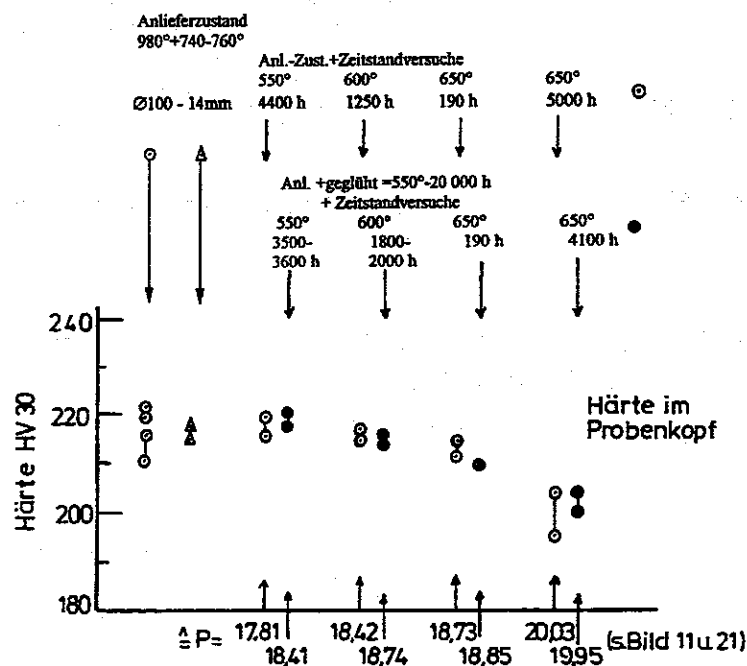
## Versuchsergebnisse

gütete Proben zusätzlich einer Stabilisierungsglühung, die die max. Einsatzbedingungen abdeckt, im Zeitstandversuch geprüft.

Dies ist m.E. eine zusätzliche Verschärfung der Prüfbedingungen, denn der Zeitstandversuch an sich bildet mit seiner T/t-Kombination die Betriebsbedingungen ab. Wenn also eine Zeitstandprobe im vergüteten Zustand z.B. einer Glüfung 580°C-3000 h ( $\triangle$  550°C-20 000 h, s. Bild 21) unterzogen wird und anschließend im Zeitstandversuch bei 550°C über  $>10^4$  h geprüft wird, hat das Gefüge praktisch die doppelte T/t-Belastung erlebt. Dies ist bei der Betrachtung der folgenden Versuchsergebnisse zu beachten.

Auch von EUROFER wurden Proben des Anlieferzustandes zwei T/t-Kombinationen von Stabilisierungsglühungen (600°C-1050 h und 580°C-3300 h) und der Zustand mit 1075° HT einer T/t-Kombination (600°C-1050 h) unterzogen und anschließend im Zeitstandversuch geprüft (Tabelle 13). In den Schaubildern 29 a-c sind die Werte für 1%-Dehnung, Standzeit und minimale Kriechgeschwindigkeit im Vergleich zu den Vergütungszuständen ohne Glüfung dargestellt. Bei den 3 Kenngrößen liegen die Werte der geglühten Proben ( $\odot$ ,  $\triangle$  und  $\square$ ) im Rahmen einer vertretbaren Streubreite im Bereich der Mittelwertkurve des jeweiligen Vergütungszustandes ( $\bullet$ ,  $\blacksquare$ ). D.h., trotz der "Doppelbelastung" Glüfung + Zeitstandbedingung ist praktisch kein Alterungseffekt erkennbar, so dass die Versuchsergebnisse in Tabelle 13 ohne weiteres dem Datensatz in den Tabellen 9, 11 und 14 zugeschlagen werden können. Metallografische Untersuchungen mit Härtmessungen am Probenkopf von Zeitstandproben mit und ohne Stabilisierungsglüfung mit Prüftemperaturen von 550-650°C ergaben lichtmikroskopisch keine Unterschiede in der Struktur des Vergütungsgefüges. Auch die gemessenen Härtewerte liegen bis 650°C Prüftemperatur im Bereich der Ausgangshärte des Anlieferzustandes, wie die folgende Darstellung zeigt. Dabei besteht bis 600°C Prüftemperatur kein Unterschied in den Härtewerten zwischen geprüften Proben des Anlieferzustandes und zusätzlich geglühten Proben.

EUROFER - Einfluss der Zeitstandsbeanspruchung auf die Härtewerte





Erst bei 650°C (Standzeit 190 h, P = 18,85) beginnt sich die zusätzliche Glühung geringfügig auszuwirken. Zu längeren Standzeiten hin (P > 18,85) ist in beiden Proben eine deutlichere Härteabnahme erkennbar. Diese Abnahme und die übrigen Härtewerte stimmen exakt mit der Anlass-Hauptkurve im Bild 11 überein. Diese Befunde bestätigen die gute Alterungsbeständigkeit von EUROFER.

Die Duktilitätskennwerte Bruchdehnung und Brucheinschnürung im Zeitstandversuch sind nicht nur T/t-abhängig, sondern auch von der angelegten Spannung, also der Deformation. In Bild 30 sind die Bruchdehnungswerte, für jede Prüftemperatur separat, in Abhängigkeit von der Standzeit aufgetragen. Tendenziell besteht bei EUROFER die Neigung, dass die Bruchdehnungswerte abnehmen und zwar bei allen Vergütungszuständen. Für eine qualifizierte Aussage sollten jedoch noch die Ergebnisse der lfd. Langzeitversuche abgewartet werden, zumal die Brucheinschnürungswerte beim derzeitigen Versuchsstand bei allen Prüftemperaturen standzeitunabhängig sind. Denn gerade die Brucheinschnürungswerte reagieren wesentlich stärker, wenn durch Gefügeänderungen die Duktilität beeinflusst wird. So wurde z.B. bei F82H-mod mit 2% W wg. Laves-Phase-Bildung und auch bei OPTIFER-W bei 600° und 650°C Prüftemperatur, z.T. schon ab 10<sup>3</sup>h eine deutliche Änderung in der Zeitabhängigkeit der Duktilitätskennwerte beobachtet [56].

In den Teilbildern sind auch die Werte der Proben mit den Stabilisierungsglühungen eingezeichnet (□□□). Auch diese Werte liegen im Rahmen der Vergütungszustände ohne Glühung. Dies ist ein weiteres wichtiges Indiz für die gute Alterungsbeständigkeit von EUROFER.

#### 4.6.2 Stand der Kriechversuche im niedrigen Spannungsbereich bei 500° und 550°C

Aus den vorangegangenen Ausführungen war ersichtlich, dass für die maximalen Einsatzbedingungen von Komponenten (550°-20 000 h) in bezug auf die 1% Zeit-Dehngrenze, Zeitstandfestigkeit und Kriechgeschwindigkeit die Mindestspannungen experimentell bzw. durch eine nahe Extrapolation erfasst werden können. Wenn aber von der Auslegerseite max. 100 MPa zugrundegelegt werden, ist festzuhalten, dass bis 550°C keinerlei Werte zum Kriechverhalten bei den martensitischen Stählen für den Spannungsbereich  $\leq 100$  MPa vorliegen. Auch die in dieser Arbeit betrachteten Legierungen EUROFER-OPTIFER und F82H-mod decken bei 550°C den Spannungsbereich nur bis 140-160 MPa herab ab. Eine Extrapolation auf Zeit-Dehngrenzen oder die minimale Kriechgeschwindigkeit auf Spannungen < 100 MPa ist mit erheblichen Unsicherheiten behaftet. Insbesondere bei der Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit. So ist aus Bild 28 ersichtlich, dass bei 650 sowohl bei F82H-mod als auch EUROFER im unteren Spannungsbereich eine geänderte Spannungsabhängigkeit vorliegt. D. h., die gemessenen Kriechraten sind höher als vom höheren Spannungsniveau aus extrapoliert worden wäre. Bei dem konventionellen Stahl MANET-II aus dem Fusionsprogramm wurde diese Abknickung schon bei 600°C beobachtet [24] und bei dem martensitischen 12%-Cr-Stahl X 18 CrMoVNb 12 1 ergaben sich bei 600°C 3 verschiedene Spannungskomponenten für die Spannungsbereiche > 160 MPa, 100-160 MPa und 40-100 MPa [14]. Ob also bei EUROFER evtl. schon bei der vorgesehenen maximalen Einsatztemperatur von 550°C eine Abknickung zur ungünstigeren Seite auftritt oder man vom Kenntnisstand der bisher durchgeführten bzw. lfd. Versuche einfach in den Spannungsbe-

reich  $< 100$  MPa extrapolieren kann, wie im Bild 32c angedeutet, kann nur experimentell geklärt werden.

Zeitstandversuche in diesem niedrigen Spannungsbereich bis max.  $550^{\circ}\text{C}$  können nur als reine Kriechversuche angelegt werden, denn entsprechend Bild 24b liegen die Bruchzeiten jenseits von  $10^5$  std ( $> 12$  Jahre), allenfalls wird max. 1% Kriechdehnung erreicht. Aber auch Kriechversuche mit den zu erwartenden extrem niedrigen Kriechraten von  $10^{-8}$  bis  $10^{-10}/\text{h}$  (abs.) liegen schon messtechnisch außerhalb der Möglichkeiten des normalen Zeitstandversuches. So bedeutet eine Kriechrate von  $10^{-8}/\text{h}$  bei Verwendung einer Probe mit 25 mm Messlänge einen Dehnbetrag von 0,00219 mm/Jahr (!) bzw. 0,00438 mm/Jahr bei  $l_0=50$  mm. Verwendet man stattdessen eine superlange Probe mit 200 mm Messlänge, erhöht sich der Dehnbetrag auf 0,01752 mm. Diese Versuchstechnik ist erfolgreich in einem Kriechprogramm am austenitischen Stahl 316L (N) mit Versuchen über eine Dauer von 10 Jahren durchgeführt und beschrieben worden [63, 64]. Die Anordnung der Teststrecke geht aus Bild 31 hervor.

An EUROFER wurde ein Versuchsprogramm zur Klärung des Kriechverhaltens und Erlangung von technisch wichtigen Dehngrenzen bei  $500^{\circ}$  und  $550^{\circ}\text{C}$  begonnen, das überlappend an die bisher durchgeführten Versuche anschließt, wie aus dem folgenden Schema hervorgeht.

|  |   |               |   |     |   |
|--|---|---------------|---|-----|---|
| MPa: 300   | ← | $500^{\circ}$ | → | 220 |   |
|  |   |               |   | 230 | -180-160-140-120-100                    |
| MPa: 260   | ← | $550^{\circ}$ | → | 160 |   |
|  |   |               |   | 170 | -120-100-80-70-60                       |
| Phase I  |   |               |   |     | Phase II                                |
| (Versuche bis zum Bruch)   |   |               |   |     | (Versuche ohne Bruch)                   |
| Probe: $\varnothing 5 \times 25$ bzw. $\varnothing 8 \times 50$ mm |   |               |   |     | $\varnothing 8 \times 200$ mm (do x lo) |

Die Versuche der Phase II sind im 2. Halbjahr 2001 angefangen worden, und aus den kontinuierlich registrierten Kriechkurven sind bisher erst einige Dehngrenzwerte angefallen (Tabelle 14).

Bei den üblichen Zeitstandversuchen werden aus den Kriechkurven normalerweise Dehngrenzen von 0,1-5% entnommen, wobei messtechnisch und auch werkstoffbedingt bei 0,1% und 0,2% z.T. Streuungen auftreten, d.h. die Werte sind nicht spannungskonform. Durch die Verwendung der überlangen Probe und stärkerer elektrischer Auflösung der Kriechkurve sind bei diesen speziellen Kriechversuchen der Phase II schon Dehngrenzen ab 0,01% erfassbar. Dadurch verschieben sich die Streuungen durch das nicht spannungskonforme Kriechen in den Bereich 0,01-0,05%, so dass sich ab 0,1% Dehnung ein spannungskonformer Verlauf der Kriechkurven einstellt, wie in [63] gezeigt wird.

Im Bild 32 sind die bisher erreichten Dehngrenzen für  $500^{\circ}\text{C}$  im Teilbild a und für  $550^{\circ}\text{C}$  Prüftemperatur im Teilbild b dargestellt. Im jeweils oberen Spannungsbereich sind die Dehngrenzen

zen von 0,1-5% der Versuche aus Phase I und anschließend zu niedrigeren Spannungen hin die Dehngrenzen der Phase II ab 0,01% aufgetragen. Deutlich erkennbar ist die gute Anbindung und Überlappung mit den Versuchen 500°C-230 MPa und 550°C-170 MPa bei 0,1% Dehnung ( $x$ ). Ein Teilaspekt dieses Programmteils in bezug auf die technisch wichtigen Dehngrenzen ist die Frage, wie sich die Dehngrenzen-Kurven zu niedrigen Versuchsspannungen hin ausbilden. Ob wie bisher im jeweils oberen Spannungsbereich weitgehend als Geraden oder zu niedrigeren Spannungen hin als stärker gekrümmte Kurven. Diese Frage ist nur experimentell zu beantworten und nicht extrapoliert.

Zur Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit kann verständlicherweise nach der kurzen Laufzeit der Versuche in Phase II noch keine Aussage gemacht werden. Aus den kontinuierlich registrierten Kriechkurven wird in regelmäßigen Zeitabschnitten (250 h bzw. 1000 h) die jeweils mittlere lineare Kriechgeschwindigkeit ( $\dot{\epsilon} = \frac{\Delta \epsilon}{t - t_0}$ ) bestimmt und über der Versuchszeit aufgetragen, wie es in der schematischen Darstellung im Bild 33 gezeigt wird (s.a. Bilder 9-11 in [63]). Die als Überlappungsversuche durchgeführten Versuche mit 230 bzw. 170 MPa bei 500 bzw. 550°C haben im Kriechverlauf den Bereich II durchlaufen (a). Dadurch ist die minimale Kriechgeschwindigkeit sicher bestimmbar gewesen, und die Versuche werden ohne Bruch beendet. Die Versuche mit den jeweils niedrigeren Spannungen ( $\sigma_2 \dots$ ) werden bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit weitergeführt (c+d). Sollte bis zu einem noch festzulegenden maximalen Versuchszeitraum (20-40 000 h) die minimale Kriechgeschwindigkeit nicht sicher erreicht sein (e), liegt also nur primäres Kriechen vor (1a), so ergibt sich auch kein Wert für die Darstellung der Spannungsabhängigkeit von  $\dot{\epsilon}_{p \min}$  im Bild 32 c. Diese nicht ausreichende Versuchszeit zur sicheren Erfassung von  $\dot{\epsilon}_{p \min}$  täuscht wegen eines noch zu hohen Wertes eine Abknickung bzw. Änderung in der Spannungsabhängigkeit vor, wie in [64] und in einer Literaturzusammenstellung [65] über 316-l(N) gezeigt wird.

Die Darstellung im Bild 32c gibt den bisher experimentell abgedeckten Kenntnisstand zur Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit für EUROFER und F82H-mod wieder. Dieses Bild veranschaulicht gut, welcher bisher noch offene Spannungs- und Kriechgeschwindigkeitsbereich durch die laufenden Versuche abgedeckt wird und die Unsicherheit einer einfachen Extrapolation vom hohen Spannungsbereich aus, wie sie für 550°C mit (?) versehen ist. In der doppellogarithmischen Darstellung in den Bildern 34 a+b ist der Stand 2-2002 der Kriechkurven dargestellt. Deutlich ist im Bild 34b der schon angesprochene nicht-spannungskonforme Verlauf der Proben mit 60 und 70 MPa erkennbar, was sich aber zu längeren Versuchszeiten hin wieder ordnen wird.

## 5 Diskussion der Versuchsergebnisse

Die Ergebnisse der Härteversuche im Rahmen der Basischarakterisierungsarbeiten bestätigen zunächst, dass es sich bei EUROFER'97 um einen vollmartensitischen Stahl handelt.

An dieser Stelle ist es angebracht, auf einige Unterscheidungsmerkmale und Begriffsdefinitionen aus metallkundlicher Sicht hinzuweisen: Die einfachen sogenannten 12%-

Cr-Stähle ohne weitere Legierungselemente sind je nach C-Gehalt nicht umwandlungsfähig (ferritisch) oder teilweise umwandlungsfähig (teillferritisch bzw. ferritisch/martensitisch). Bei den legierten 12% Cr-Stählen macht man in verschiedenen Ländern eine Einteilung in 3 Gruppen:

I bis 12% Cr+Mo,Ni,Al (ohne Karbidbildner)

II bis 12% Cr+mo;V,Nb (u.a.) (mit Karbidbildner) (ohne Co)

III bis 12% Cr+Mo+Co und (mit Karbidbildner)

Die Stähle dieser 3 Gruppen haben martensitisches Grundgefüge und gegebenenfalls gewisse Anteile an Ferrit. Nach deutscher Begriffsdefinition handelt es sich um martensithärtbare bzw. vergütbare 12%Cr-Stähle, was nicht zu verwechseln ist mit martensitaushärtbaren Stählen (18-8-6-NiCoMo-Maraging-Stähle). Auch wird vielfach der angelsächsische Begriff Super-12% Cr-Steel [5] mit Superferrit übersetzt, jedoch handelt es sich bei den Superferriten um Stähle mit Cr-Gehalten >12% und ferritischem Grundgefüge und lediglich Spuren von Kohlenstoff und Stickstoff.

In bezug auf Härteannahme und  $\delta$ -Ferrit freies Gefüge entspricht EUROFER'97 dem japanischen Stahl F82H-mod und den deutschen OPTIFER-Versionen. Die  $\delta$ -F-Freiheit gewährleistet der Cr-Gehalt  $\leq 9\%$ , allerdings ist hier noch ein nicht ausgeschöpftes Potential vorhanden. Nach dem modifizierten Schaeffler-Diagramm (s. Anhang A) und aufgrund unserer Erfahrungen durch die Entwicklungsarbeiten an diesen martensitischen Stählen konnte gezeigt werden, dass auch bei Cr-Gehalten bis 10,5%  $\delta$ -F-freies martensitisches Gefüge vorliegt und das Festigkeitsniveau angehoben wird. Desweiteren konnte gezeigt werden, dass bei Cr-Gehalten < 9,5% die Struktur instabiler wird und bei Glühungen im  $\alpha$ - $\gamma$ -Bereich sich  $\alpha$ -Ferrit bildet [56]. Dass sich mit abnehmenden Cr-Gehalten das Korrosionsverhalten drastisch verschlechtert ist allgemein bekannt und wird durch eine neuere Arbeit von Knödler/Ennis an Stählen mit 2,2-11% Cr (incl. P92 mit 9% Cr) eindrucksvoll bestätigt [66, Fig. 4].

Die vergleichende Bewertung von Festigkeits- und Duktilitätskennwerten, wie sie teilweise schon in vorangegangenen Arbeiten vorgenommen wurde [45,46,48,67], zeigt, dass EUROFER mit 1% W dem japanischen Stahl F82H-mod mit 2% W ebenbürtig ist, aber beide Stähle etwas ungünstiger sind als OPTIFER-1W. Der höhere W-Gehalt bei F82H-mod begünstigt die Laves-Phasenbildung, bei deren Auftreten die Duktilitätskennwerte merklich erniedrigt werden. Eine endgültige Bewertung kann allerdings erst nach Vorliegen von Bestrahlungsergebnissen erfolgen.

Ein wesentlicher Gesichtspunkt ist die Alterungsbeständigkeit, d.h., inwieweit sich langzeitige Beanspruchungen bei höheren Temperaturen auf die Vergütungsstruktur und somit insbesondere auf die mechanischen Eigenschaften auswirken. Umfangreiche Glühungen mit verschiedenen T/t-Kombinationen, die die vorgesehenen maximalen Einsatzbedingungen (550°C-20 000 h) abdecken, ergaben für alle drei RAFM-Varianten (OPTIFER-F82H-mod-EUROFER) keinen Einfluss auf die Vergütungshärte, nur einen geringen Einfluss auf die Zugfestigkeits- und Kerbschlagzähigkeitseigenschaften. Insbesondere gegenüber den konventionellen 12% Cr-Stählen [8] ist z.B. der Verlust an Kerbschlagzähigkeit nur schwach ausgeprägt, wie der Vergleich im Bild 35 für die bei RT gemessenen Werte an F82H-mod und OPTIFER-IV [57d] zeigt. Auch die bisher durchgeführten Zeitstandversuche zeigen kei-

nen Einfluss der Alterungsbehandlung, so dass die Härtewerte und Zeitstandkennwerte ohne weiteres den Datensätzen des Anlieferzustandes zugeschlagen werden können.

- Für das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten sind vorlaufende Stabilisierungsglühungen nicht relevant, weil die Versuchsbedingungen im Langzeitversuch per se die T/t-Einsatzbedingungen der Komponente abbilden. Versuche mit zuvor geglühten Proben sind also eine deutliche Verschärfung der späteren Gegebenheiten. Unabdingbar ist allerdings eine experimentelle Abdeckung der maximalen Einsatzbedingungen, da einer Extrapolation von Versuchen kürzerer Dauer bzw. mit höheren Temperaturen enge Grenzen gesetzt sind. Dies gilt insbesondere für den auslegungsrelevanten niedrigen Spannungsbereich ( $< 100$  MPa), in dem spezielle Kriechversuche bei 500 und 550°C angesetzt wurden, um belastbare Daten zum Kriechverhalten und zu technisch wichtigen Dehngrenzwerten zu erhalten.

### Danksagung

Die Autoren danken Frau Dr. Adelhelm (Chemische Analytik, IMF I für die bisher vorliegenden Werte der Legierungsgehalte und unerwünschten Begleitelemente, H. Walter, IMF II für die Zugversuchswerte bei tiefen Temperaturen an F82H-mod, Frau Röser und Frau Schröder für die fremdsprachlichen Kurzfassungen und Frau Thun für die Herstellung des Manuskriptes als FZKA-Bericht.

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.

## 6 Literatur

- [1] I. Milch, E. Bogusch, W. Bahm, A. Möslang  
Kernfusion - Stand und Perspektiven  
atw 46, Jhg. 2001, Heft 11, Nov., S. 691; Heft 12, Dez., S. 794  
atw 47, Jhg. 2002, Heft 2, Febr., S. 96, Heft 3, März, S. 167
- [2] Kernfusion im Forschungsverbund  
Herrmann von Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Forschungseinrichtungen (HGF),  
1996

- [3] U. Colombo, A. Jaumotte, E. Kennedy, C. Lopez-Martinez, M. Popp, C. Reece, H. Schopper, E. Spitz, F. Troyon  
"Report of the Fusion Programme Evaluation Board prepared for the Commission of the European Communities", July 1990
- [4] Proceeding 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
- [5] J.Z. Briggs, T.D. Parker  
"The Super 12% Cr Steels", Climax Molybdenum Company, New York, 1965  
"Eigenschaften und Anwendung der modifizierten 12% Cr-Stähle, Schweizer Archiv, Juni 1967, S. 167-181
- [6] H. Wisniowski  
"Hochwarmfeste 12%-Chromstähle"  
DEW-Technische Berichte, Heft 2, 1969, S. 117-133
- [7] K. David  
"Herstellung, Eigenschaften und Anwendung der hochwarmfesten 12% Cr-Stähle",  
Vortrag KfK/IMF, Juli 1980
- [8] G. Kalwa  
"Stand der Entwicklung und Anwendungstechnik des Werkstoffes X20CrMoV121",  
9. MPA Seminar, Stuttgart, 13./14. Oktober 1983
- [9] W. Schoch  
100 Jahre Kraftwerkstechnik  
VGB-Kraftwerkstechnik 63, Heft 7, Juli 1983, S. 614-637
- [10] D. Christianus, H. Fabritius, K. Forsch, B. Huchtemann, K.H. Keienburg, K.H. Meyer, H. Weber  
Entwicklung warmfester Stähle im Dienste des Fortschrittes der Energietechnik.  
Stahl und Eisen 107 (1987) Nr. 14, 15, S. 697-705
- [11] Röchling HO-Katalog Hochwarmfeste Stähle und Legierungen 702.519/9.1969  
VDEh-Werkstoffblatt 1.4914, Nov. 1973
- [12] K. Anderko  
"Zur Eignung warmfester Vergütungsstähle mit 9-12% Cr für Komponenten im Kern Schneller Reaktoren - ein Überblick", Journal of Nuclear Materials, 95 (1980), S. 31-43
- [13] K. Anderko, K. David, W. Ohly, M. Schirra, C. Wassilew  
"Optimization work on Niobium stabilized 12% Cr martensitic steels for breeder and fusion applications".

Topical Conf. on Ferritic Alloys for use in Nuclear Energy Technologies, Snowbird, Utah, Program and Summaries, Juni 1983

- [14] M. Schirra  
"Charakterisierende thermische und mechanische Untersuchungen an einem Nb-legierten martensitischen 12% Cr-Stahl (W.-Nr. 1.4914) mit abgesenktem Stickstoffgehalt".  
KfK-Bericht 3640, August 1984
- [15] M. Schirra, S. Heger, H. Meinzer, B. Ritter, W. Schweiger  
"Untersuchungen zum Vergütungsverhalten, Umwandlungsverhalten und der mechanischen Eigenschaften am martensitischen Stahl 1.4914 (NET-Charge MANET-I)".  
KfK 4561, Juni 1989
- [16] R.L. Klueh, K. Ehrlich, F. Abe  
"Ferritic/martensitic steels: promises and problems".  
Journal of Nuclear Materials 191-194 (1992), S. 116-124
- [17] 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
- [18] K. Ehrlich, D.R. Harries, A. Möslang (Editors)  
"Characterisation and Assessment of Ferritic/Martensitic Steels",  
FZKA 5626, Februar 1997
- [19] M. Schirra, K. Ehrlich  
"Development of a High-Strength Martensitic CrNiMoVNb steel with 10,5% Cr und 0,11% C (OPTIMAR-Type)".  
Advanced Heat Resistant Steels for Power Generation, San Sebastian, España, April 27-29, 1998, Conf. Proceedings
- [20] K. Ehrlich, K. Anderko  
"Metallische Werkstoffe als Erste-Wand-Werkstoffe für zukünftige Fusionsreaktoren",  
Journal of Nuclear Materials 171 (1990), S. 139-149
- [21] R.L. Klueh, D.R. Harries  
High-Chromium Ferritic and Martensitic Steels for Nuclear Applications.  
"ASTM stock-number: MONO3", ISBN 0-8031-2090-7, 2001
- [22] M. Schirra, K. Anderko  
"Anomalies in creep-curves of martensitic 9-14% chromium steels under long term loading".  
steel research 6/90, p. 242/250

- [23] E. Materna-Morris, M. Schirra  
"Mikrostrukturelle Untersuchungen zur Klärung von beobachteten Kriechanomalien in martensitischen 9-14% Chromstählen".  
14. Vortragsveranstaltung der Arbeitsgemeinschaft Warmfeste Stähle und der Arbeitsgemeinschaft Hochtemperaturwerkstoffe, Düsseldorf, 19.11.91
- [24] M. Schirra, S. Heger, A. Falkenstein  
"Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des martensitischen Stahles MANET II".  
FZKA 5722, Okt. 1996
- [25] M. Schirra, S. Heger  
"Der Einfluss des Delta-Ferrit-Gehaltes auf die Vergütungseigenschaften und das Zugfestigkeits- und Zeitstandverhalten eines Cr-Ni-MoV-Nb-Stahles mit 9-14% Chrom".  
KfK 5080, Febr. 1994
- [26] K. Anderko, K. Ehrlich, L. Schäfer, M. Schirra  
"Ceta, ein Entwicklungsschritt zu einem schwach aktivierbaren martensitischen Stahl".  
KfK 5060, Juni 1993
- [27] G.J. Butterworth, K.W. Tupholme, J. Orr, D. Dulieu  
A study of the prospects for development of low activation martensitic stainless steels for first wall and blanket structures in fusion reactors.  
Culham Laboratory Report CLM-R264, 1986
- [28] K.W. Tupholme, D. Dulieu and G.J. Butterworth  
Investigations on low activation 9 and 12% Cr, V, W steels for nuclear fusion reactor components.  
Culham Laboratory Report CLM-R271 (1986) and Proceedings of ICFRM-3, Karlsruhe, October
- [29] S. Cierjacks  
Interner Bericht 1988
- [30] 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
- [31] S. Cierjacks  
"Nuclear data needs for "Low-activation" fusion materials development".  
Fusion Engineering and Design 13 (1990) S. 229-239
- [32] S. Cierjacks, P. Oblozinsky, B. Rzehorz  
Nuclear Data Libraries for the Treatment of Sequential (x,n) Reactions in Fusion Materials Activation Calculations.  
KfK 4867, Juli 1991



- [33] S. Kelzenberg  
"Berechnung und experimentelle Verifizierung von Materialaktivierungen in D-T-Fusionsreaktoren".  
FZKA 5836, Nov. 1996
- [34] E. Daum  
"Katalogisierung des Aktivierungsverhaltens aller stabilen Elemente mittels Fispack 97-Rechnungen für DEMO 1. Wand".  
Aktivierungsverhalten aller stabilen Elemente in verschiedenen Bereichen des HCPB-Blankets".  
Vergleich von Aktivierungsberechnungen von FISPACT '97".  
Interne Berichte 1998 (PKF 107, 110, 108)
- [35] 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, I, 27.9.-1.10.93. Journal of Nuclear Materials 212-215 (1994), S. 678-683
- [36] K. Ehrlich, S. Cierjacks, S. Kelzenberg, A. Möslang  
"The development of structural materials for reduced long-term activation".  
17<sup>th</sup> Intern. Symposium, Sun Valley, Idaho, USA, June 20-23, 1994, to be published in ASTM-STP 1270
- [37] M. Schirra, K. Ehrlich, S. Heger, M.T. Hernández, J. Lapeña  
"OPTIFER, ein weiterer Schritt zur Entwicklung niedrigaktivierender martensitischer Stähle".  
FZKA 5624, Nov. 1995
- [38] M. Schirra, K. Ehrlich, L. Schäfer  
"Germanium enthaltender Stahl und seine Verwendung".  
Patent 4432516 v. 18.7.95
- [39] E. Daum, K. Ehrlich, M. Schirra (Editors)  
"Proceedings of the Second Milestone Meeting of European Laboratories on the Development of Ferritic/Martensitic Steels for Fusion Technology",  
Karlsruhe 1996, FZKA 5848, Mai 1997
- [40] M. Schirra, Ch. Adelhelm, P. Graf, S. Heger, H. Kempe, H. Zimmermann, M.P. Fernández, J. Lapeña  
"Arbeiten zur Grundcharakterisierung am niedrigaktivierenden Stahl F82H-mod im Vergleich zu OPTIFER".  
FZKA 6008, Dez. 1997
- [41] M. Schirra, S. Heger, H. Kempe, M. Klotz, H. Zimmermann, J. Lapeña  
"Untersuchungen zu physikalischen und mechanischen Eigenschaften der OPTIFER-Legierungen".  
FZKA 6167, April 1999

- [42] K. Ehrlich  
The development of structural materials for fusion reactors.  
Phil. Trans. Royal Society, London A (1999) 357, 595-623
- [43] K. Ehrlich, E.E. Bloom, T. Kondo  
International strategy for fusion materials development.  
Journal of Nuclear Materials 283-287 (2000) 79-88
- [44] K. Ehrlich  
Status and Prospects of European RAFM-Steel Development.  
Materials Assessment Meeting Karlsruhe, June 5-8, 2001-12-12
- [45] 10<sup>th</sup> International Conference on Fusion Reactor Materials  
ICFRM-10, 10-19 Oct. 2001, Baden-Baden, Germany
- [46] R. Lindau, M. Schirra  
"Erste Ergebnisse zur Charakterisierung einer Großcharge des niedrigaktivierenden ferritisch-martensitischen Stahls EUROFER-92".  
Jahrestagung Kerntechnik, Mai 2000, Bonn, Tagungsband ISSN 0720-9207, S. 613-616
- [47] K. Ehrlich, R. Lindau, A. Möslang, M. Schirra  
IEA-Workshop on RAFM-Steel, Tokyo, 2. + 3. Nov. 2000.  
EUROFER 97 and Development Strategy for RAFM Steels in Europe.
- [48] R. Lindau, M. Schirra  
Status of investigations on the thermal and mechanical behaviour of EUROFER 97.  
Workshop on Data Base Evaluation of RAFM Steels, Brasimone, I, Nov. 27-28, 2000
- [49] M. Schirra, R. Lindau  
"Untersuchungen zu physikalischen und mechanischen Eigenschaften des niedrigaktivierenden martensitischen 9% Cr-Stahles EUROFER-97".  
23. VDEh-Vortragsveranstaltung, 1.12.2000, Düsseldorf, Tagungsband S. 36-49
- [50] R. Schneider, P. Würzinger, G. Lichtenegger, H. Schweiger  
"Metallurgie an den Grenzen höchster Reinheitsgrade und niedrigster Spurenelementgehalten".  
BHM 145 (Jg. 2000) Heft 5, S. 199-203
- [51] CEA/EURATOM, Annual Report 2000
- [52] E.W. Schuring, H.E. Hofmans  
"Metallographic characterisation of EUROFER 97 plate and bar materials".  
ECN-C-00-108, October 2000
- [53] H. Finkler, M. Schirra  
"Transformation behaviour of the high temperature martensitic steels with 8-14%

- chromium".  
steel research 67 (1996) Nr. 8, S. 328-342 (englisch). FZKA 5607, Sept. 1995;  
FZKA 6730, 2002 (im Druck) (deutsch)
- [54] J.H. Hollomon, L.D. Jaffe  
"Time-temperature Relations in Tempering Steel".  
Transaction of the Am. Inst. of Mining and Met. Eng. 162/1945, pp. 233-249
- [55] F.R. Larson, J. Miller  
"A time-temperature relationship for rupture and creep stresses".  
Trans. ASME 72 (1952, 765/75)
- [56] M. Schirra, A. Falkenstein, S. Heger, J. Lapeña  
"Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten der niedrigaktivierenden OPTIFER-  
Legierungen".  
FZKA 6464, Juli 2001
- [57] Interne Berichte  
a) PKF 118, Juli 1998 (F82H-mod)  
b) PKF 152, Juni 2000 (IVc)  
c) PKF 154, März 2000 (HT - mech. Eigenschaften)  
d) PKF 159, Sept. 2000 (WB-Kerbschl.)
- [58] M. Schirra, S. Heger, A. Falkenstein  
"Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des niedrigaktivierenden martensiti-  
schen Stahles F82H-mod" (Abschlussbericht).  
FZKA 6265, Mai 1999
- [59] Schleisiek  
"Nuclear Fusion Project".  
Annual Report, Seite 68-69, FZKA 6050, Dez. 1997
- [60] P. Fernández, A.M. Lancha, J. Lapeña, M. Serrano, M. Hernández-Mayoral  
"Metallurgical properties of the reduced activation martensitic steel EUROFER '97 on  
as-received condition and after thermal aging".  
Beitrag 04PO12 in [45]
- [61] F.H. Norton  
"The creep of steel at high temperatures".  
Mc Graw Hill Publishing Co. Ltd. 1929
- [62] F. Garofalo  
"Fundamentals of creep and creep-rupture in metals".  
Macmillan Series in Materials Science, New York, 1965
- [63] M. Schirra, A. Falkenstein, S. Heger  
Experimentelle Ergebnisse zum Kriechverhalten des Strukturwerkstoffes 316-L (N)-DIN

1.4909 im niedrigen Spannungsbereich bei 550° und 600°C (Abschlussbericht).  
FZKA 6699, Februar 2002

- [64] M. Schirra  
"Long-term studies on the creep behaviour of the structural material 316-L (N) in the low-stress range at 550° and 600°C.  
9<sup>th</sup> Intern. Conf. on Creep and Fracture Engineering Materials and Structures, Swansea 1-6 April, 2001, Proceedings, p. 669-678
- [65] D. Lehmann  
Evaluation of stress to rupture and creep properties of type 316L (N) steel for design use.  
Final report EUR 16168, 1995
- [66] R. Knödler, P.J. Ennis  
"Oxidation of high-strength ferritic steels in steam at 650°C, preliminary results of COST 522 projects".  
BALTICA-V-Condition and life management for power plants, Espoo, Finland, 2001, VTT-Symposium, p. 355-364
- [67] M. Schirra  
"Das Kriech- und Zeitstandfestigkeitsverhalten von EUROFER-97 im Vergleich zu F82H-mod und OPTIFER".  
Beitrag Jahrestagung Kerntechnik, Mai 2001, Dresden

**Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung der OPTIFER-Schmelzen (ohne radiologisch unerwünschte Begleitelemente)**

| Variante         | Charge Nr. | Cr Gew. %   | C →   | Mn    | V     | Ta    | W            | Ge   | P ppm            | S → | B                | N <sub>2</sub> | O <sub>2</sub> | Ce   | Erschmelzung Bem.   |
|------------------|------------|-------------|-------|-------|-------|-------|--------------|------|------------------|-----|------------------|----------------|----------------|------|---|
| Ia               | 664        | 9,3         | 0,10  | 0,50  | 0,26  | 0,066 | <u>0,96</u>  | -    | 46               | 50  | 61               | 155            | 47             | <10  | SV4= Vakuum-Induktionsofen<br>+ Vakuum-Lichtbogenofen   |
| Ib <sup>1)</sup> | 667        | 9,5         | 0,12  | 0,49  | 0,234 | 0,163 | <u>0,98</u>  | -    | 40               | 10  | 63               | 62             | 87             | 410  | 25 kg-Chargen<br>1. Serie mit Bor   |
| II               | 668        | 9,5         | 0,125 | 0,49  | 0,28  | 0,018 | <u>0,006</u> | 1,2  | 43               | 20  | 59               | 159            | 90             | <10  | Desoxidation über Cer<br>'Desoxidation über Yttrium   |
| III              | 666        | 9,32        | 0,12  | 0,49  | 0,248 | 1,60  | 0,024        | -    | 40               | 20  | 64               | 173            |                |      |   |
| IVa              | 986489     | <u>8,5</u>  | 0,11  | 0,57  | 0,23  | 0,15  | 1,16         | -    | 40               | 40  | 40               | 600            | 35             | <20  | SV1= offen erschmolzen<br>+ Vakuum-Lichtbogenofen<br>(6-stellige Chg. Nr.)<br>150 kg-Chargen B-frei |
| IVb              | 986635     | <u>8,1</u>  | 0,12  | 0,29  | 0,21  | 0,08  | 1,57         | -    |                  | 60  | 30               | 200            |                | <20  |   |
| IVc<br>(=Ia)     | 986778     | 9,05        | 0,13  | 0,52  | 0,25  | 0,09  | 1,00         | -    | 40               | 30  | -                | 540            | 190            |      |   |
|                  | 986779     | 9,35        | 0,12  | 0,54  | 0,26  | 0,07  | 1,03         | -    | 40               | 30  | -                |                |                |      |   |
|                  | 986780     | 9,15        | 0,12  | 0,55  | 0,24  | 0,12  | 1,05         | -    | 40               | 40  | -                |                |                |      |   |
|                  | 986781     | 9,35        | 0,12  | 0,57  | 0,26  | 0,08  | 1,00         | -    | 30               | 50  | -                |                |                |      |   |
| V<br>(=Ia)       | 735        | 9,48        | 0,115 | 0,39  | 0,245 | 0,061 | <u>0,985</u> | -    | 35               | 25  | 2                | 225            | 60             |      | SV4 2. Serie B-frei   |
| VI<br>(=II)      | 734        | 9,35        | 0,125 | 0,61  | 0,275 | 0,083 | <u>0,005</u> | 0,38 | 43               | 30  | 2                | 250            | 160            | <100 | 25 kg Chargen   |
| VII<br>(=IVa+b)  | 736        | <u>8,38</u> | 0,09  | 0,37  | 0,205 | 0,069 | <u>1,03</u>  | -    | 36               | 25  | 2                | 263            | 170            |      |   |
| VIII             | 806        | 9,31        | 0,109 | 0,602 | 0,190 | 0,047 | 1,27         | -    | 35 <sup>*)</sup> | 17  | 82 <sup>*)</sup> | 210            | 130            | -    | SV4 3. Serie *SAARSTAHL   |
| IX               | 803        | 9,27        | 0,12  | 0,374 | 0,209 | 0,040 | 1,40         | -    | 30 <sup>*)</sup> | 18  | 2 <sup>*)</sup>  | 280            | 60             | -    | 25 kg Chargen Analyse   |
| Xa               | 804        | 9,41        | 0,086 | 0,684 | 0,198 | 0,032 | 1,25         | -    | 35 <sup>*)</sup> | 21  | 2 <sup>*)</sup>  | 480            | 320            | -    | SAARSTAHL ↑   |
| Xb               | 824        | 9,15        | 0,09  | 0,42  | 0,195 | 0,088 | 1,06         | -    | 15               | 30  | 5                | 235            | 99             | -    |   |
| EUROFER          | E83699     | 8,87        | 0,12  | 0,42  | 0,19  | 0,14  | 1,10         | -    | 40               | 30  | <5               | 180            | 13             | -    | Böhler-Kapfenberg   |
| EUROFER          | E83698     | 8,82        | 0,11  | 0,47  | 0,20  | 0,13  | 1,09         | -    | 50               | 40  | <10              | 200            | 10             | -    | Abnahmeprüfzeugnis  |

Specification of the chemical composition of EUROFER 97

| Element        | Minimum Value (wt%) | Maximum Value (wt%) | Remarks Target |
|----------------|---------------------|---------------------|----------------|
| A) Cr          | 8.50                | 9.50                | 9.0            |
| C              | 0.090               | 0.120               | 0.11           |
| Mn             | 0.20                | 0.60                | 0.4            |
| P              |                     | 0.005               |                |
| S              |                     | 0.005               |                |
| V              | 0.15                | 0.25                |                |
| B              |                     | 0.001               | ALAP           |
| N <sub>2</sub> | 0.015               | 0.045               | 0.03           |
| O <sub>2</sub> |                     | 0.01                |                |
| B) W           | 1.0                 | 1.2                 |                |
| Ta             | 0.05                | 0.09                |                |
| Ti             |                     | 0.01                |                |
| C) Nb          |                     | 0.001               | ALAP           |
| Mo             |                     | 0.005               | ALAP           |
| Ni             |                     | 0.005               | ALAP           |
| Cu             |                     | 0.005               | ALAP           |
| Al             |                     | 0.01                | ALAP           |
| Si             |                     | 0.050               |                |
| Co             |                     | 0.005               | ALAP           |
| As+Sn+Sb+Zr    |                     | 0.05                |                |

A) = basic composition  
B) = varied substitution elements  
C) = radiological undesired tramp-elements according FZKA 5624

|                              | OPTIFER-(W) | F82H-mod. (EU) |
|------------------------------|-------------|----------------|
| Fe                           | Basis       | →              |
| Cr <sup>1)</sup>             | 9,3 %       | 8,0 %          |
| C                            | 0,10 %      | 0,096 %        |
| Mn                           | 0,50 %      | 0,185 %        |
| V                            | 0,26 %      | 0,155 %        |
| W <sup>1)</sup>              | 0,97 %      | 2,00%          |
| Ta <sup>1)</sup>             | 0,066 %     | ≤ 0,02         |
| B <sup>1)</sup>              | 2-82 ppm    | 2 ppm          |
| N <sub>2</sub>               | 62-600 ppm  | 70 ppm         |
| O <sub>2</sub> <sup>1)</sup> | 35-320 ppm  | 118 ppm        |
| P                            | 15-46 ppm   | 20 ppm         |
| S                            | 10-50 ppm   | 20 ppm         |

b

Tabelle 2

a

**Tabelle 3: Chemische Zusammensetzung**

|   | Spezifikation            | A<br>Herstellereanalyse<br>Chg. 83699/83698<br>(Ø100 mm/14 mm Blech) | B<br>IMF-Analyse<br>83698<br>1,5 mm Blech | C<br>CEA<br>3 Chg.<br>5 Abm. |
|---|--------------------------|--|---|------------------------------|
| a) Cr                                   | 8,50-9,50 %              | 8,87/8,82 %  | 9,21 %                                    | 8,68-9,04 %                  |
| C                                       | 0,09-0,12                | 0,12/0,11  | 0,104                                     | 0,092-0,117                  |
| Mn                                      | 0,20-0,60                | 0,42/0,47  | 0,502                                     | 0,41-0,50                    |
| V                                       | 0,15-0,25                | 0,19/0,20  | 0,204                                     | 0,17-0,19                    |
| W                                       | 1,0-1,2                  | 1,10/1,09  | 1,148                                     | 1,03-1,26                    |
| Ta                                      | 0,05-0,09                | 0,14/0,13  | 0,14                                      | 0,10-0,15                    |
| N <sub>2</sub>                          | 0,015-0,045              | 0,018/0,020  | 0,0234                                    | 0,018-0,0226                 |
| b) O <sub>2</sub>                       | max. 0,01                | 0,0013/0,0010  | < 0,001                                   | 0,0005-0,0011                |
| P                                       | max. 0,005               | 0,004/0,005  | < 0,04                                    | 0,011-0,013                  |
| S                                       | max. 0,005               | 0,003/0,004  | 0,004                                     | ≤ 0,003                      |
| B                                       | max. 0,001 <sup>1)</sup> | < 0,0005/0,001   | < 0,01                                    | < 0,001                      |
| c) Ti                                   | max. 0,01                | 0,008/0,005  | 0,004                                     | 0,001-0,005                  |
| Nb                                      | max. 0,001 <sup>1)</sup> | < 0,0010/0,0016  | 12 ppm                                    | < 20 ppm                     |
| Mo                                      | max. 0,005 <sup>1)</sup> | < 0,0010/0,0010  | < 8                                       | < 20 - < 100                 |
| Ni                                      | max. 0,005 <sup>1)</sup> | < 0,0070/0,0200  | 214                                       | 400 - 600                    |
| Cu                                      | max. 0,005 <sup>1)</sup> | 0,022/0,0016   | 35  | 30 - 400                     |
| Al                                      | max. 0,01 <sup>1)</sup>  | 0,008/0,009  | 51  | 30 - 40                      |
| Si                                      | max. 0,05 <sup>1)</sup>  | 0,07/0,04  | 430                                       | 300 - 600                    |
| Co                                      | max. 0,005 <sup>1)</sup> | 0,004/0,006  | 67  | 80 - 200                     |
| As+Sn+Sb+Zr                             | max. 0,05                | < 0,015/0,015  |   | < 65 - < 145                 |
| <sup>1)</sup> ALAP (as low as possible) |                          |  |   | [51]                         |

**Tabelle 4a: Kerbschlagversuche**

Legierung: EUROFER (14mm) Zustand: a) Anlieferung=  
 Charge-Nr.: E83698 980°27'/L+760°90'/L (quer)  
 Probe:ISO-V b) 1050°30'/L + 750°3hL (quer)

| Prüftemp.<br>°C | Av          |    | Krist.<br>Fleck % | FATT/<br>DBTT °C | Prüftemp.<br>°C | Av  |    | Krist.<br>Fleck % | FATT/<br>DBTT °C |
|-----------------|-------------|----|-------------------|------------------|-----------------|-----|----|-------------------|------------------|
|                 | J           |    |                   |                  |                 | J   |    |                   |                  |
| a) -100         | 12          |    |                   | -78 / -70        | b) -40          | 213 | 24 | -72 / -73         |                  |
| -80             | 75          | 51 |                   |                  | -20             | 261 |    |                   |                  |
| -60             | 156         | 42 |                   |                  | -20             | 243 |    |                   |                  |
| -40             | 189         | 31 |                   |                  | +0              | 248 |    |                   |                  |
| -30             | 207         | 23 |                   |                  | +0              | 240 |    |                   |                  |
| -20             | 246         |    |                   |                  | RT              | 270 |    |                   |                  |
| -20             | 192         |    |                   |                  | 60              | 252 |    |                   |                  |
| -10             | 243         |    |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |
| +0              | 240         |    |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |
| RT              | 240         |    |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |
| 40              | 255         |    |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |
| 60              | 246         |    |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |
| Werk RT         | 215-220-221 |    |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |
| +0              | 198-209-214 |    |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |
| -20             | 180-204-216 |    |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |
| b) -90          | 33          |    |                   | -72 / -73        |                 |     |    |                   |                  |
| -80             | 105         | 68 |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |
| -60             | 180         | 33 |                   |                  |                 |     |    |                   |                  |

**Tabelle 4b: Kerbschlagversuche**

Legierung: EUROFER (14mm) Zustand:  
 Charge-Nr.: E83698 Platte:4/3 a)Anl.+1075°30'+750°2h (längs)  
 Probe:ISO-V b)----- (quer)

IMF.Vers.

| Prüftemp.<br>°C | Av  |     | Krist.<br>Fleck % | FATT/<br>DBTT °C | Prüftemp.<br>°C | Av  |     | Krist.<br>Fleck % | FATT/<br>DBTT °C |
|-----------------|-----|-----|-------------------|------------------|-----------------|-----|-----|-------------------|------------------|
|                 | J   |     |                   |                  |                 | J   |     |                   |                  |
| a) -80          | 15  | 100 |                   | -54 / -57        | b) -60          | 15  | 100 | -56 / -56         |                  |
| -70             | 15  |     |                   |                  | -55             | 171 | 38  |                   |                  |
| -60             | 21  | 95  |                   |                  | -50             | 185 | 35  |                   |                  |
| -55             | 168 | 38  |                   |                  | -45             | 156 | 35  |                   |                  |
| -50             | 171 | 48  |                   |                  | -40             | 195 | 24  |                   |                  |
| -40             | 183 | 0   |                   |                  | -30             | 198 | 22  |                   |                  |
| -20             | 204 |     |                   |                  | -30             | 180 | 25  |                   |                  |
| +0              | 234 |     |                   |                  | -20             | 267 | 0   |                   |                  |
| RT              | 255 |     |                   |                  | +0              | 267 | 0   |                   |                  |
| 40              | 264 |     |                   |                  | RT              | 270 |     |                   |                  |
| 60              | 273 |     |                   |                  | 40              | 276 |     |                   |                  |
|                 |     |     |                   |                  | 60              | 300 |     |                   |                  |





**Tabelle 6 :****Legierung: EUROFER (Ø100bzw.14mm) Zustand: a) Anl.=980°+740° (Ø100mm)****Charge-Nr.: E83699 bzw.E83698****b) Anl.=980°+760° (14mm Blech)****Probe: Ø5x25mm ( doxLo)**

| Zustand | Prüftemp.<br>°C | R <sub>m</sub><br>N/mm <sup>2</sup> | R <sub>p0,2</sub><br>N/mm <sup>2</sup> | A<br>% | Ag<br>% | Z<br>% | R <sub>p0,2</sub> /R <sub>m</sub> | Bem. |
|---------|-----------------|-------------------------------------|--|--------|---------|--------|-----------------------------------|------|
| a)      | RT              | 671                                 | 568                                    | 21,4   | 4,59    | 76,3   | 0,85                              |      |
|         | 300             | 544                                 | 479                                    | 17,5   | 2,70    | 78,8   | 0,88                              |      |
|         | 400             | 503                                 | 453                                    | 18,0   | 2,36    | 78,0   | 0,90                              |      |
|         | 500             | 424                                 | 404                                    | 22,4   | 1,20    | 87,3   | 0,95                              |      |
|         | 600             | 291                                 | 284                                    | 32,4   | 0,84    | 94,3   | 0,98                              |      |
|         | 700             | 163                                 | 133                                    | 36,0   | 2,50    | 96,6   | 0,82                              |      |
| b)      | RT              | 652                                 | 537                                    | 20,8   | 4,97    | 79,9   | 0,82                              |      |
|         | 300             | 536                                 | 469                                    | 16,8   | 2,70    | 80,1   | 0,88                              |      |
|         | 400             | 497                                 | 442                                    | 16,8   | 2,32    | 78,8   | 0,89                              |      |
|         | 500             | 419                                 | 392                                    | 23,5   | 1,19    | 88,8   | 0,94                              |      |
|         | 600             | 292                                 | 277                                    | 29,3   | 0,91    | 94,1   | 0,95                              |      |

EU-Anl.doc

3-2000

**Tabelle 7:****Legierung:** EUROFER ( $\varnothing$ 100 bzw. 14mm) **Zustand:** a) 1075°30'VV+750°2hVV**Charge-Nr.:** E83699 bzw. E83698

b)---“--- +---“---

**Probe:**  $\varnothing$ 5x25mm (doxLo)

c) 950°30'VV+750°2hVV

| Zustand | Prüftemp.<br>°C | R <sub>m</sub><br>N/mm <sup>2</sup> | R <sub>p0,2</sub><br>N/mm <sup>2</sup> | A<br>% | Ag<br>% | Z<br>% | R <sub>p0,2</sub> /R <sub>m</sub> | Bem.              |
|---------|-----------------|-------------------------------------|--|--------|---------|--------|-----------------------------------|-------------------|
| a)      | RT              | 627                                 | 513                                    | 23,2   | 5,16    | 79,7   | 0,82                              | $\varnothing$ 100 |
|         | 300             | 519                                 | 456                                    | 16,4   | 2,78    | 77,9   | 0,88                              |                   |
|         | 400             | 487                                 | 447                                    | 16,7   | 2,03    | 76,5   | 0,92                              |                   |
|         | 500             | 404                                 | 384                                    | 25,0   | 1,26    | 86,6   | 0,95                              |                   |
|         | 600             | 284                                 | 278                                    | 28,4   | 0,79    | 94,7   | 0,98                              |                   |
| b)      | RT              | 630                                 | 519                                    | 23,0   | 5,00    | 79,8   | 0,82                              | 14mm              |
|         | 300             | 521                                 | 460                                    | 20,5   | 2,51    | 79,8   | 0,88                              |                   |
|         | 400             | 481                                 | 434                                    | 20,5   | 2,23    | 77,6   | 0,90                              |                   |
|         | 500             | 409                                 | 391                                    | 23,2   | 0,91    | 87,1   | 0,96                              |                   |
|         | 600             | 290                                 | 284                                    | 29,4   | 0,61    | 93,9   | 0,98                              |                   |
| c)      | RT              | 624                                 | 495                                    | 24,0   | 6,08    | 81,7   | 0,79                              | 14mm              |
|         | 300             | 511                                 | 432                                    | 21,1   | 3,60    | 78,8   | 0,85                              |                   |
|         | 400             | 474                                 | 417                                    | 20,9   | 2,88    | 77,3   | 0,88                              |                   |
|         | 500             | 399                                 | 374                                    | 25,0   | 1,39    | 88,5   | 0,94                              |                   |
|         | 600             | 280                                 | 265                                    | 30,2   | 0,90    | 95,4   | 0,95                              |                   |

EU-Verg.doc

4-2000

**Tabelle 8**Legierung: **EUROFER (Ø100)**

Zustand: a) Anl(=980°+740°) +600°1050h

Charge-Nr.: **E83699**

b) ----- +580°3300h

Probe: 5x25mm (doxLo)

c) 1075°+750° +600°1050h

(P=18,36)

| Zustand | Prüftemp.<br>°C | R <sub>m</sub><br>N/mm <sup>2</sup> | R <sub>p0,2</sub><br>N/mm <sup>2</sup> | A<br>% | Ag<br>% | Z<br>% | R <sub>p0,2</sub> /R <sub>m</sub> | Bem. |
|---------|-----------------|-------------------------------------|--|--------|---------|--------|-----------------------------------|------|
| a)      | RT              | 666                                 | 547                                    | 21,4   | 5,14    | 77,5   | 0,82                              |      |
|         | 300             | 537                                 | 472                                    | 17,3   | 3,03    | 78,2   | 0,88                              |      |
|         | 400             | 503                                 | 454                                    | 17,5   | 2,67    | 76,9   | 0,90                              |      |
|         | 500             | 422                                 | 401                                    | 23,8   | 1,44    | 87,7   | 0,95                              |      |
|         | 600             | 296                                 | 283                                    | 32,7   | 0,92    | 94,6   | 0,96                              |      |
| b)      | RT              | 660                                 | 541                                    | 22,2   | 5,35    | 77,3   | 0,82                              |      |
|         | 400             | 503                                 | 450                                    | 18,0   | 2,44    | 78,8   | 0,89                              |      |
|         | 500             | 425                                 | 399                                    | 23,4   | 1,1     | 87,0   | 0,94                              |      |
| c)      | RT              | 624                                 | 506                                    | 22,0   | 5,68    | 76,9   | 0,81                              |      |
|         | 300             | 503                                 | 436                                    | 16,8   | 2,77    | 77,5   | 0,87                              |      |
|         | 400             | 468                                 | 420                                    | 18,4   | 2,77    | 76,9   | 0,90                              |      |
|         | 500             | 400                                 | 378                                    | 23,2   | 1,46    | 88,4   | 0,95                              |      |
|         | 600             | 284                                 | 274                                    | 26,4   | 0,65    | 93,9   | 0,96                              |      |

**Tabelle 9**

**Zeitstandversuche**

ZSV-NI=Versuche unter Vakuum

EUJ-100-1.doc 1-2002

| Legierung Charge-Nr. Zustand | Vers. Nr. | $\vartheta$ °C | $\sigma_0$ MPa | $t_m$ h | $\epsilon_0$ % | $t_{e0,1\%}$ h | $t_{e0,2\%}$ h | $t_{e0,5\%}$ h | $t_{e1\%}$ h | $t_{e12\%}$ h | $t_{e16\%}$ h | Probe doxLo | $A_u$ % | $Z_u$ % | $\dot{\epsilon}_{pmin(abs)} \times 10^{-9}/h$ |
|------------------------------|-----------|----------------|----------------|---------|----------------|----------------|----------------|----------------|--------------|---------------|---------------|-------------|---------|---------|---|
| EUROFER- $\phi$ 100          | 3968      | 450            | 360            | 265     | 0,26           | 0,5            | 3              | 19             | 60           | 144           | 245           | 5x25        | 24,0    | 84,1    | 113   |
| E83699                       | 3970      |                | 340            | 811     | 0,22           | 2              | 7              | 48             | 168          | 419           | 736           | 5x25        | 26,8    | 78,8    | 38  |
| Anlieferzustand (=980°+740°) | 3986      |                | 300            |         | 0,20           | 6              | 42             | 565            | 2570         |               |               | 8x50        |         |         | (1,2)   |
|                              | 3967      | 500            | 300            | 76      | 0,22           | 0,4            | 1,2            | 5,8            | 16           | 48            | 67            | 5x25        | 26,8    | 89,6    | 442   |
|                              | 3969      |                | 260            | 1587    | 0,20           | 1              | 4              | 37             | 150          | 485           | 1292          | 5x25        | 30,8    | 87,1    | 28  |
|                              | 4021      |                | 250            | 3419    | 0,16           | 1              | 6              | 55             | 233          | 861           | 2765          | 8x50        | 21,4    | 88,7    | 13  |
|                              | 4025      |                | 250            | 3730    | 0,18           | 1              | 6              | 53             | 235          | 868           | 3034          | 8x50        | 24,4    | 90,3    | 12  |
|                              | 4039      |                | 250            | 3153    | 0,17           | 2              | 7,5            | 52             | 216          | 803           | 2537          | 8x50        | 22,2    | 88,7    | 14  |
|                              | 4040      |                | 250            | 2539    | 0,16           | 2              | 5              | 46             | 173          | 610           | 1973          | 8x50        | 22,6    | 90,5    | 19  |
|                              | 3974      |                | 240            | 10222   | 0,16           | 2              | 12             | 111            | 480          | 2190          | 8955          | 8x50        | 20,0    | 95,0    | 3,4   |
|                              | 3989      |                | 220            |         | 0,28           | 3              | 25             | 285            | 1830         |               |               | 8x50        |         |         | (0,3)   |
|                              | 3965      | 550            | 260            | 15      | 0,16           | /              | 0,2            | 1              | 2,6          | 7             | 13            | 5x25        | 34,4    | 91,0    | 2400  |
|                              | 3966      |                | 240            | 50      | 0,16           | 0,2            | 0,4            | 1,8            | 6            | 18            | 42            | 5x25        | 28,8    | 91,0    | 850   |
|                              | ZSV2745   |                | 200            | 895     | 0,16           | 0,25           | 1              | 7              | 36           | 184           | 856           | 5x25        | 31,6    | 91,1    | 46  |
|                              | 4013      |                | 190            | 2760    | 0,14           | 0,75           | 3,5            | 26             | 130          | 656           | 2294          | 8x50        | 22,0    | 91,0    | 15  |
|                              | 4022      |                | 190            | 2641    | 0,14           | 0,75           | 3              | 27             | 129          | 660           | 2255          | 8x50        | 21,8    | 90,3    | 15  |
|                              | 4036      |                | 190            | 2650    | 0,14           | 1              | 4              | 31             | 143          | 713           | 2362          | 8x50        | 19,8    | 92,5    | 14  |
|                              | 4037      |                | 190            | 2691    | 0,14           | 0,5            | 3              | 27             | 129          | 669           | 2282          | 8x50        | 21,6    | 90,3    | 15  |
|                              | 4041      |                | 190            | 2523    | 0,14           | 0,5            | 3              | 27             | 131          | 663           | 2218          | 8x50        | 20,4    | 88,7    | 13  |
|                              | ZSV2735   |                | 180            | 4372    | 0,12           | 1,5            | 7              | 70             | 306          | 1393          | 3685          | 8x50        | 23,8    | 90,3    | 9   |
|                              | 3988      |                | 160            |         | 0,12           | 3              | 25             | 360            | 3720         |               |               | 8x50        |         |         | (0,5)   |
|                              | 3997      | 600            | 160            | 172     | 0,14           | 0,3            | 1              | 6,5            | 22           | 64            | 139           | 5x25        | 32,8    | 92,2    | 230   |
|                              | ZSV2742   |                | 140            | 512     | 0,12           | 0,5            | 1              | 5              | 34           | 170           | 400           | 5x25        | 33,6    | 92,2    | 69  |
|                              | ZSV2746   |                | 120            | 1251    | 0,12           | 0,25           | 1              | 17             | 166          | 548           | 1050          | 5x25        | 30,4    | 93,3    | 24  |
|                              | ZSV2737   |                | 100            | 8920    | 0,06           | 2,5            | 17             | 560            | 2530         | 5615          |               | 8x50        | 24,4    | 91,8    | 2,2   |
|                              | 3972      | 650            | 100            | 197     | 0,12           | 0,25           | 1              | 9              | 36           | 88            | 157           | 5x25        | 50,4    | 96,0    | 175   |
|                              | ZSV2736   |                | 80             | 926     | 0,12           | 0,5            | 2,5            | 55             | 208          | 469           | 785           | 5x25        | 37,6    | 95,2    | 25  |
|                              | ZSV2780   |                | 70             | 1963    | 0,16           | 1              | 17             | 185            | 552          | 1104          | 1699          | 8x50        | 42,8    | 96,0    | 14  |
|                              | ZSV2775   |                | 60             | 4971    | 0,04           | 10             | 72             | 500            | 1440         | 2918          | 4447          | 8x50        | 32,6    | 95,6    | 5,1   |
|                              | ZSV2763   |                | 50             |         | 0,06           | 33             | 350            | 2845           | 6505         | 12312         |               | 8x50        |         |         | 1,2   |





Tabelle 12

Zeitstandversuche

ZSV-Nr=Versuche unter Vakuum

EU-14-2.doc

3-2002

| Legierung<br>Charge-Nr.<br>Zustand | Vers.<br>Nr. | $\beta$<br>°C | $\sigma_0$<br>MPa | $t_m$<br>h | $\varepsilon_0$<br>% | $t_{\varepsilon 0,1\%}$<br>h | $t_{\varepsilon 0,2\%}$<br>h | $t_{\varepsilon 0,5\%}$<br>h | $t_{\varepsilon 1\%}$<br>h | $t_{\varepsilon 2\%}$<br>h | $t_{\varepsilon 5\%}$<br>h | Probe<br>doxLo | $A_{u_i}$<br>% | $Z_{-u}$<br>% | $\varepsilon_{ppm(abs)}$<br>$\times 10^{-6}/h$ |
|------------------------------------|--------------|---------------|-------------------|------------|----------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------|----------------|---------------|--|
| EUROFER-14mm                       | 4007         | 450           | 330               | 1258       | 0,36                 | 2                            | 11                           | 78                           | 288                        | 701                        | 1165                       | 5x25           | 24,0           | 82,4          | 23   |
| E83698                             | 4019         | 500           | 270               | 492        | 0,20                 | 1                            | 5,5                          | 34                           | 106                        | 255                        | 450                        |                | 30,0           | 89,8          | 63   |
| 1075°30'VN                         | 4009         | 550           | 220               | 243        | 0,12                 | 0,5                          | 1                            | 9                            | 30                         | 94                         | 213                        |                | 29,2           | 87,1          | 152  |
| +750°2hVN                          | 4000         |               | 200               | 1862       | 0,18                 | 1                            | 4                            | 31                           | 133                        | 598                        | 1675                       |                | 24,8           | 88,5          | 18   |
|                                    | 4018         |               | 180               |            | 0,14                 | 4                            | 18                           | 180                          | 1829                       | 10670                      |                            |                |                |               | 1,1  |
|                                    | 3995         |               | 160               |            | 0,06                 | 60                           | 238                          | 3560                         |                            |                            |                            |                |                |               | (0,2)  |
|                                    | 4017         | 600           | 150               | 1047       | 0,14                 | 0,5                          | 3                            | 25                           | 148                        | 515                        | 943                        |                | 27,6           | 92,2          | 26   |
|                                    | ZSV2774      |               | 100               |            | 0,08                 | 3                            | 50                           | 2200                         | 7720                       |                            |                            |                |                |               | (0,7)  |
|                                    | ZSV2769      | 650           | 100               | 462        | 0,12                 | 0,25                         | 1,5                          | 25                           | 114                        | 257                        | 412                        |                | 33,6           | 93,3          | 56   |
|                                    | ZSV2770      |               | 60                |            | 0,08                 | 0,5                          | 50                           | 1040                         | 3300                       | 7110                       | 10697                      |                |                |               | 2,2  |
|                                    |              |               |                   |            |                      |                              |                              |                              |                            |                            |                            |                |                |               |  |
| 950°30'VN                          | 4016         | 450           | 330               | 997        | 0,26                 | 1,5                          | 6                            | 47                           | 177                        | 475                        | 876                        |                | 25,6           | 84,1          | 32   |
| +750°2hVN                          | 4012         | 500           | 270               | 301        | 0,16                 | 0,5                          | 2,5                          | 16                           | 59                         | 148                        | 268                        |                | 27,2           | 85,6          | 107  |
|                                    | 4008         | 550           | 220               | 92         | 0,16                 | 0,25                         | 1                            | 4,5                          | 14                         | 38                         | 80                         |                | 31,2           | 88,5          | 436  |
|                                    | 4014         |               | 180               | 1976       | 0,08                 | 1,25                         | 6                            | 39                           | 166                        | 640                        | 1682                       |                | 28,0           | 88,5          | 20   |
|                                    | 4023         |               | 160               |            | 0,12                 | 3                            | 18                           | 168                          | 1175                       | 7170                       |                            |                |                |               | 1,4  |
|                                    | 4010         | 600           | 150               | 189        | 0,12                 | 0,25                         | 0,75                         | 4,5                          | 18                         | 63                         | 150                        |                | 36,8           | 93,4          | 212  |
|                                    | ZSV2771      |               | 130               | 481        | 0,12                 | 0,25                         | 1                            | 7,5                          | 42                         | 173                        | 384                        |                | 41,6           | 95,2          | 71   |
|                                    | ZSV2767      |               | 100               | 9972       | 0,12                 | 0,5                          | 4                            | 216                          | 2230                       | 6325                       | 9418                       |                | 28,0           | 94,3          | 2,2  |
|                                    | 4011         | 650           | 100               | 138        | 0,08                 | 0,15                         | 0,5                          | 4,5                          | 22                         | 60                         | 111                        |                | 39,6           | 92,2          | 242  |
|                                    | ZSV2781      |               | 80                | 664        | 0,08                 | 0,25                         | 1                            | 18                           | 125                        | 332                        | 558                        |                | 47,2           | 96,1          | 44   |



**Tabelle 13**

**Zeitstandversuche**

ZSV-Nr=Versuche unter Vakuum

EU-Alt-1.doc

1-2002

| Legierung<br>Charge-Nr.<br>Zustand | Vers.<br>Nr. | $\vartheta$<br>°C | $\sigma_0$<br>MPa | $t_m$<br>h | $\epsilon_0$<br>% | $t_{\epsilon 0,1\%}$<br>h | $t_{\epsilon 0,2\%}$<br>h | $t_{\epsilon 0,5\%}$<br>h | $t_{\epsilon 11\%}$<br>h | $t_{\epsilon 2\%}$<br>h | $t_{\epsilon 15\%}$<br>h | Probe<br>doxLo | $A_u$<br>% | $Z_u$<br>% | $\dot{\epsilon}_{pmin(abs)}$<br>$\times 10^{-6}/h$ |
|------------------------------------|--------------|-------------------|-------------------|------------|-------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|--------------------------|-------------------------|--------------------------|----------------|------------|------------|--|
| EUROFER- $\varnothing$ 100         | ZSV2764      | 450               | 310               | 7106       | 0,20              | 1,5                       | 10                        | 138                       | 845                      | 2940                    | 6327                     | 5x25           | 25,2       | 88,5       | 5  |
| E83699                             | 4027         | 500               | 260               | 1988       | 0,16              | 1                         | 4                         | 40                        | 199                      | 690                     | 1723                     |                | 28,0       | 87,1       | 20   |
| Anl.=vergütet                      | 4006         | 550               | 220               | 299        | 0,12              | 0,25                      | 1,5                       | 8                         | 31                       | 106                     | 250                      |                | 34,8       | 89,8       | 128  |
| +580°3300h                         | ZSV2762      |                   | 200               | 1054       | 0,16              | 0,25                      | 0,5                       | 10                        | 69                       | 312                     | 858                      |                | 30,0       | 92,2       | 36   |
|                                    | ZSV2779      |                   | 180               | 3488       | 0,04              | 1,5                       | 13                        | 235                       | 1030                     | 2505                    | 3439                     |                | 29,6       | 87,2       | 5,5  |
|                                    | ZSV2777      | 600               | 120               | 1827       | 0,12              | 0,5                       | 3                         | 53                        | 292                      | 838                     | 1542                     |                | 32,8       | 93,3       | 18   |
|                                    | ZSV2765      | 650               | 80                | 879        | 0,12              | 0,5                       | 2                         | 19                        | 120                      | 380                     | 728                      |                | 40,0       | 94,3       | 36   |
| Anl.=vergütet                      | ZSV2757      | 450               | 350               | 402        | 0,32              | 0,5                       | 2,5                       | 19                        | 70                       | 187                     | 355                      | 5x25           | 31,2       | 87,2       | 83   |
| +600°1050h                         | 4001         |                   | 310               |            | 0,34              | 2                         | 12                        | 195                       | 1340                     | 5680                    |                          |                |            |            | 2,1  |
|                                    | 3985         | 500               | 280               | 370        | 0,20              | 0,5                       | 2                         | 13                        | 49                       | 148                     | 319                      |                | 30,8       | 85,7       | 100  |
|                                    | ZSV2758      |                   | 260               | 1712       | 0,24              | 0,5                       | 2                         | 26                        | 139                      | 553                     | 1449                     |                | 30,4       | 89,7       | 22   |
|                                    | 3998         |                   | 220               |            | 0,14              | 12                        | 76                        | 860                       | 6310                     |                         |                          |                |            |            | (0,3)  |
|                                    | 4004         | 550               | 220               | 273        | 0,16              | 0,5                       | 1                         | 7,5                       | 29                       | 96                      | 227                      |                | 36,4       | 88,5       | 145  |
|                                    | 3984         |                   | 200               | 1092       | 0,20              | 0,75                      | 4                         | 32                        | 129                      | 415                     | 934                      |                | 24,0       | 89,8       | 36   |
|                                    | ZSV2755      |                   | 180               | 3624       | 0,12              | 0,5                       | 2,5                       | 37                        | 230                      | 1088                    | 3035                     |                | 28,8       | 93,3       | 11   |
|                                    | 4026         |                   | 160               |            | 0,12              | 14                        | 65                        | 670                       | 4250                     |                         |                          |                |            |            | (0,9)  |
|                                    | ZSV2754      | 600               | 140               | 358        | 0,16              | 0,5                       | 1                         | 8                         | 44                       | 137                     | 290                      |                | 34,4       | 94,3       | 103  |
|                                    | ZSV2773      |                   | 130               | 826        | 0,12              | 0,5                       | 2                         | 21                        | 108                      | 340                     | 682                      |                | 33,6       | 93,3       | 41   |
|                                    | ZSV2761      |                   | 120               | 1991       | 0,12              | 0,5                       | 2,5                       | 50                        | 307                      | 918                     | 1685                     |                | 33,2       | 92,3       | 15   |
|                                    | 3994         | 650               | 100               | 187        | 0,12              | 0,5                       | 2,3                       | 14                        | 41                       | 87                      | 151                      |                | 49,6       | 94,3       | 190  |
|                                    | ZSV2759      |                   | 80                | 585        | 0,08              | 0,25                      | 2                         | 27                        | 114                      | 282                     | 486                      |                | 40,4       | 94,3       | 52   |
|                                    | ZSV2760      |                   | 60                | 4047       | 0,08              | 1                         | 9                         | 220                       | 1000                     | 2340                    | 3618                     |                | 50,8       | 96,0       | 6,7  |
| EUROFER- $\varnothing$ 100         | 3999         | 550               | 200               | 1357       | 0,12              | 1                         | 4                         | 35                        | 170                      | 625                     | 1260                     | 5x25           | 28,8       | 87,1       | 23   |
| E83699                             | 3993         |                   | 180               | 6798       | 0,12              | 1,5                       | 7                         | 70                        | 500                      | 2565                    | 6546                     |                | 27,6       | 88,5       | 4,3  |
| vergütet(1075°geh)                 |              |                   |                   |            |                   |                           |                           |                           |                          |                         |                          |                |            |            |  |
| +600°1050h                         | ZSV2776      | 600               | 140               | 1840       | 0,16              | 0,5                       | 1,5                       | 35                        | 365                      | 1085                    | 1769                     |                | 24,4       | 92,3       | 12   |
|                                    | ZSV2778      | 650               | 100               | 361        | 0,08              | 1,5                       | 16                        | 100                       | 210                      | 308                     | 357                      |                | 33,6       | 95,1       | 34   |
|                                    | ZSV2768      |                   | 80                | 2148       | 0,12              | 1                         | 22                        | 290                       | 780                      | 1427                    | 1990                     |                | 35,2       | 92,2       | 10   |



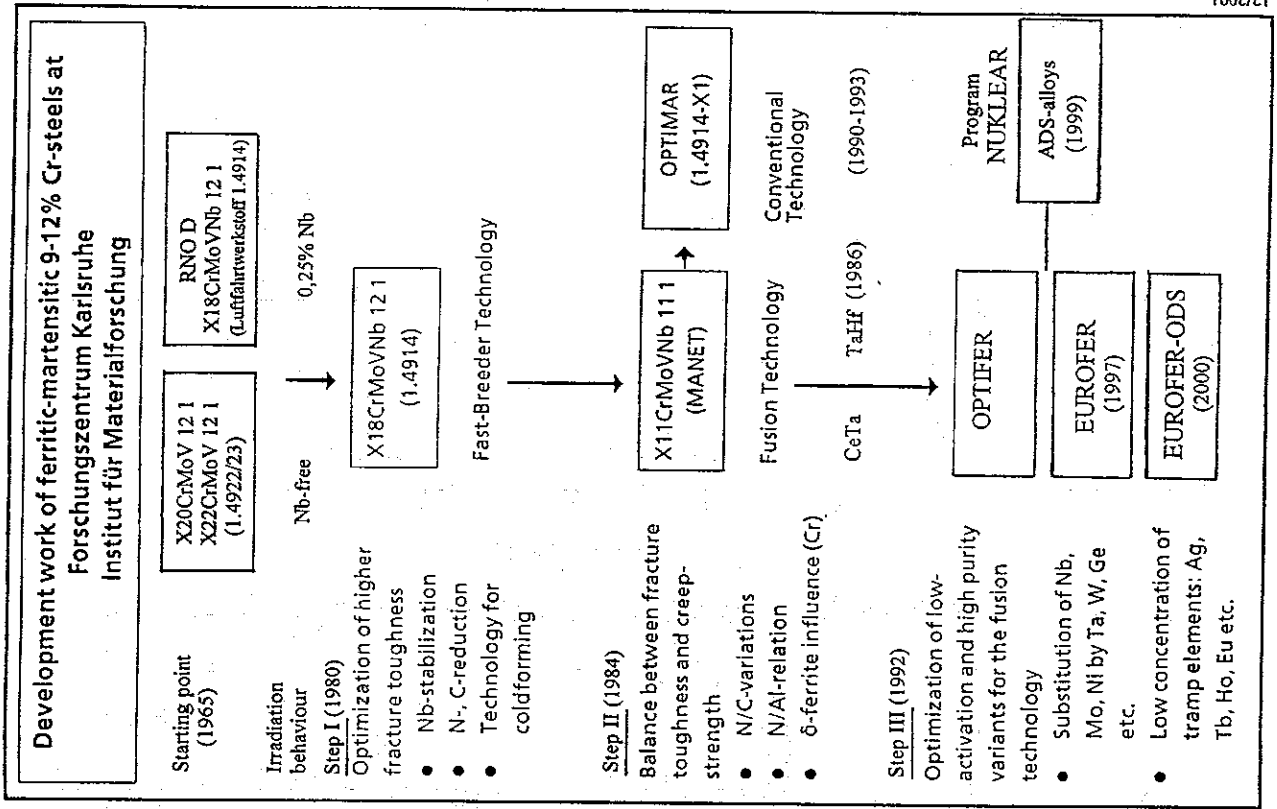
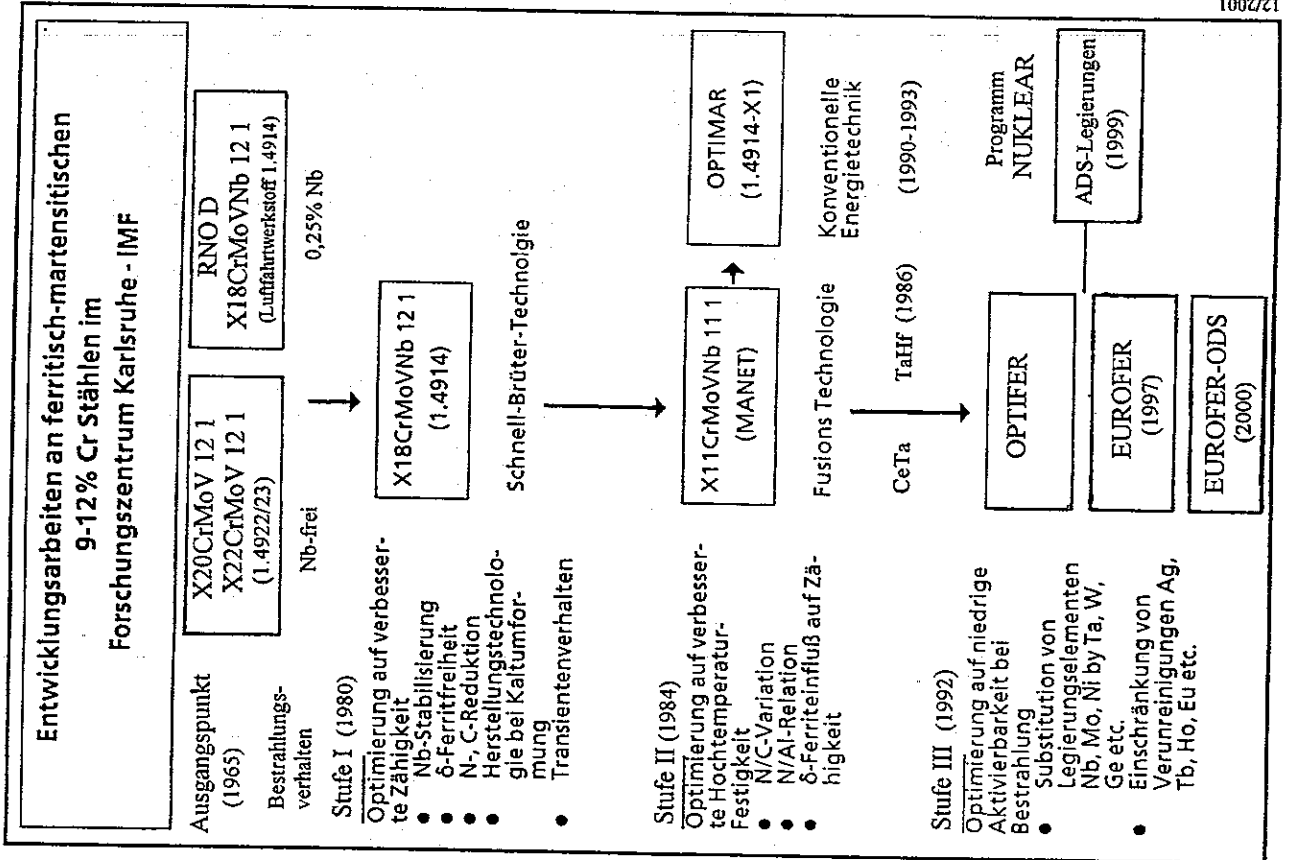
**Tabelle 15: Mindestwerte für 550° - 20 000 h (vergütet + Alterung)**

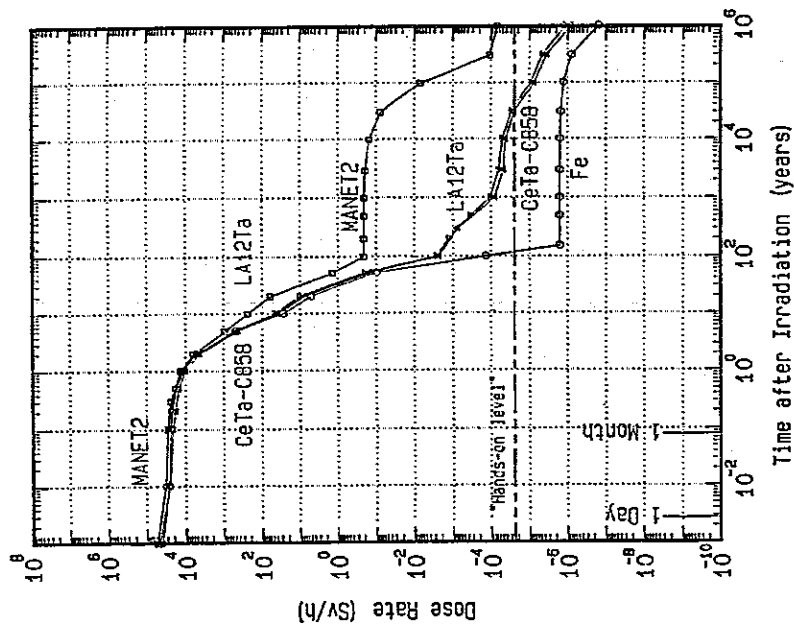
| Legierung<br>Zustand                           | 1% Zeit-Dehngrenze R <sub>p1%</sub> [MPa] |      |      |      |      | Zeitstandfestigkeit R <sub>m</sub> [MPa] |      |      |      |      |
|--|---|------|------|------|------|--|------|------|------|------|
|  | 400°                                      | 450° | 500° | 550° | 600° | 400°                                     | 450° | 500° | 550° | 600° |
| OPTIFER (1% W)<br>1075° geh. + 750° 2h         | 350                                       | 270  | 200  | 142  | 83   | 370                                      | 310  | 235  | 165  | 103  |
| 950° geh. + 750° 2h                            | 330                                       | 245  | 160  | 93   | 53   | 365                                      | 280  | 195  | 120  | 68   |
| OPTIFER (Ge)<br>1075° geh. + 750° 2h           | 270                                       | 210  | 150  | 105  | 63   | 305                                      | 250  | 185  | 130  | 78   |
| 950° geh. + 750° 2h                            | 260                                       | 190  | 108  | 55   | -    | 300                                      | 220  | 140  | 75   | -    |
| F82 H-mod. (2% W)<br>Anl.=1040° geh. + 750° 1h | 340                                       | 260  | 190  | 130  | 80   | 345                                      | 270  | 220  | 160  | 95   |
| EUROFER-97 (1% W)                              |   |      |      |      |      |  |      |      |      |      |
| Anl.=980°+740-760°                             | 340                                       | 255  | 185  | 120  | 75   | 360                                      | 290  | 220  | 150  | 90   |
| 1075°+750°                                     | 340                                       | 250  | 190  | 135  | 85   | 350                                      | 280  | 215  | 165  | 105  |
| 950°-750°                                      | 340                                       | 250  | 180  | 115  | 70   | 350                                      | 280  | 210  | 160  | 83   |

**Tabelle 16: n- und k-Werte (nach Norton) von EUROFER'97**

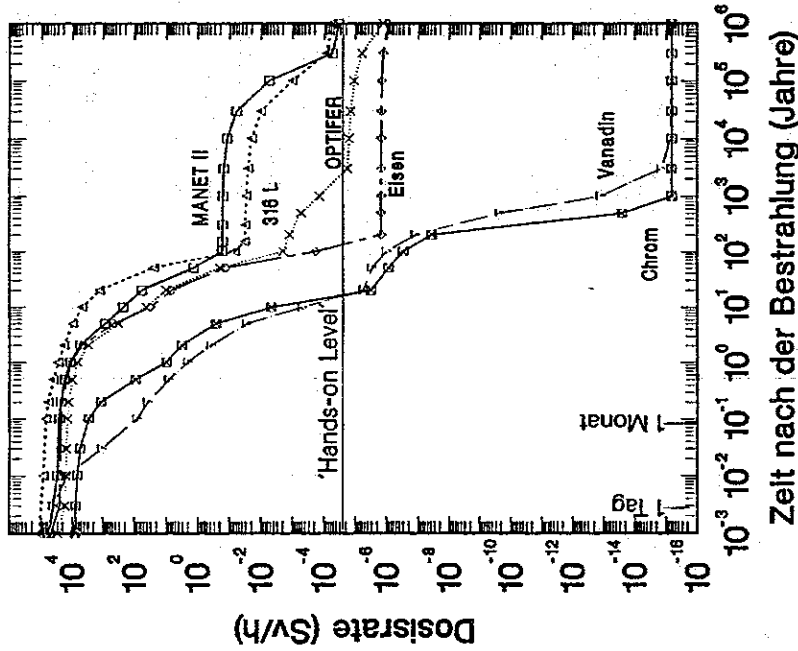
|  | T°C | n   | k                  | $\sigma$ -Bereich |                | n     |               | n   |
|--|-----|-----|--------------------|-------------------|----------------|-------|---------------|-----|
| EUROFER<br>Anl.-Zust.<br>980° geh.<br>+740-760° angel. | 450 | 25  | $2 \cdot 10^{-67}$ | 360-320 MPa       | F82H-mod       | wie   | OPTIFER-W     | 23  |
|  | 500 | 23  | $7 \cdot 10^{-60}$ | 300-230           | 950-1000° geh. | ↓     | 900-950° geh. | 16  |
|  | 550 | 18  | $1 \cdot 10^{-45}$ | 260-170           | +750° angel.   |       | +750° angel.  | 16  |
|  | 600 | 10  | $3 \cdot 10^{-25}$ | 160-100           |                |       |               | 11  |
|  | 650 | 6,2 | $5 \cdot 10^{-16}$ | 90-50             |                |       |               | 6   |
| 1075° geh.<br>+750° angel.                             | 450 | 25  | $2 \cdot 10^{-67}$ | 350-310           | 1040° geh.     | 29    | 1075° geh.    | 24  |
|  | 500 |     |                    |                   | +750° angel.   | 23    | +750° angel.  | 21  |
|  | 550 | 21  | $1 \cdot 10^{-52}$ | 220-180           |                | 18    |               | 20  |
|  | 600 |     |                    |                   |                | 12,5  |               | 15  |
|  | 650 | 6,5 | $6 \cdot 10^{-17}$ | 120-60            | [58]           | 8,4/5 | [56]          | 5,5 |

Bild 1



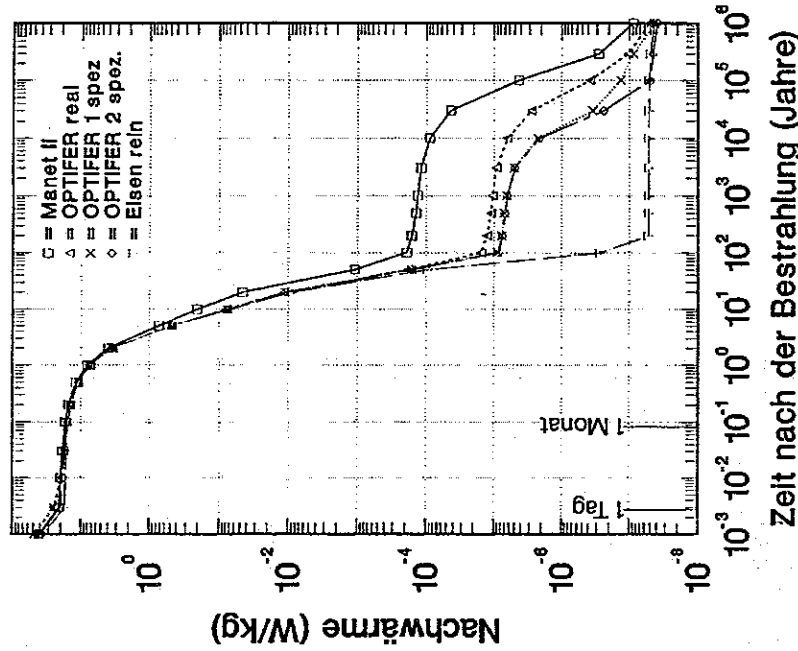


Culham DEMO Spectrum, 1st Wall,  $5 \text{ MW m}^{-2}$  and 2.5 Years Irradiation Time



Zeit nach der Bestrahlung (Jahre)

Berechnetes Abklingverhalten einer Ersten Wand nach Bestrahlung in einem Fusionsleistungsreaktor. OPTIFER ist ein auf niedrige Aktivierung ausgelegter ferritisch/martensitischer Stahl. Ab dem "hands-on-level" ist sind Werkstoffe ohne jegliche Abschirmung handhabbar.



Zeit nach der Bestrahlung (Jahre)

## Bild 2: Abklingkurven

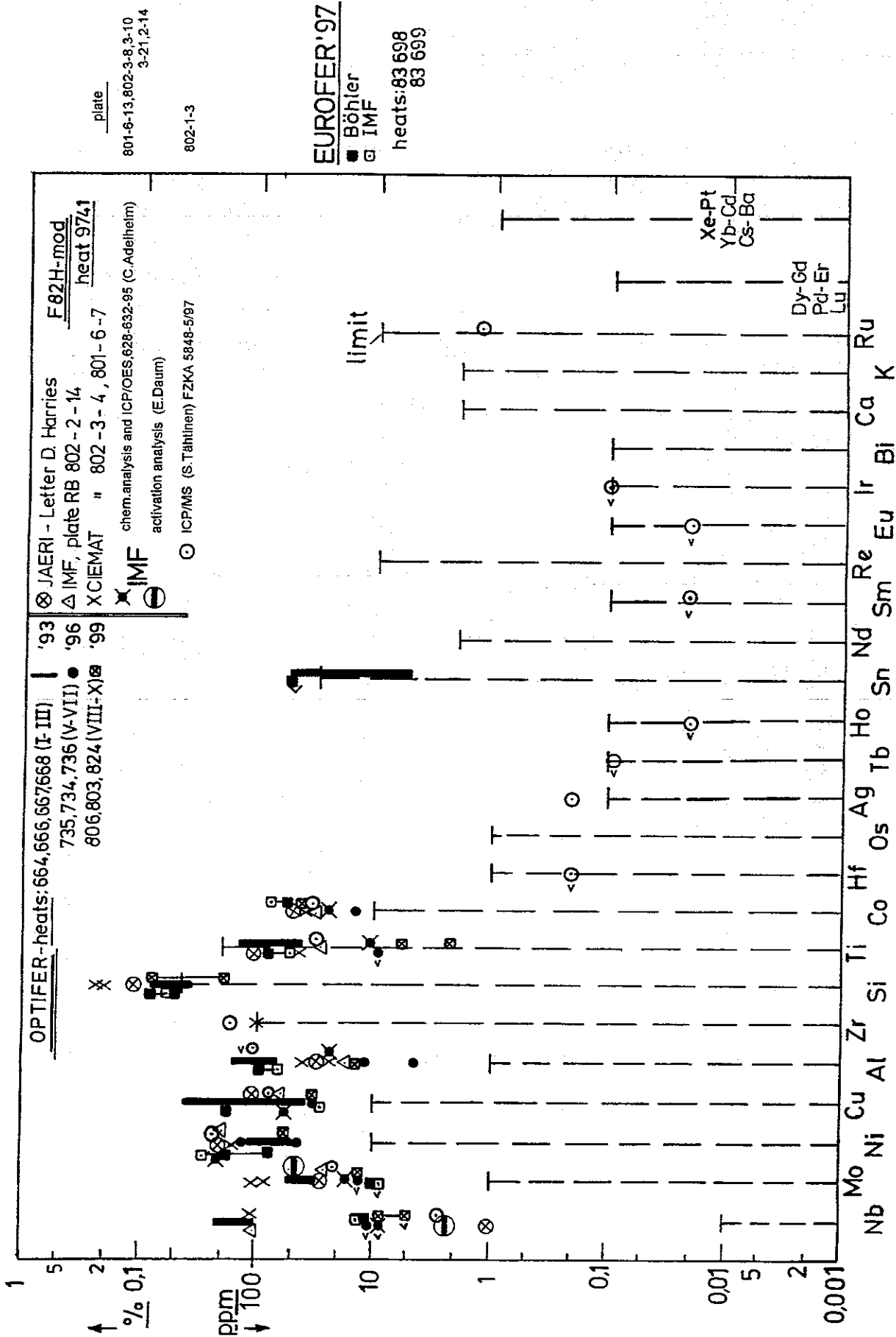


Fig. 3: Undesirable tramp elements in LA-steels

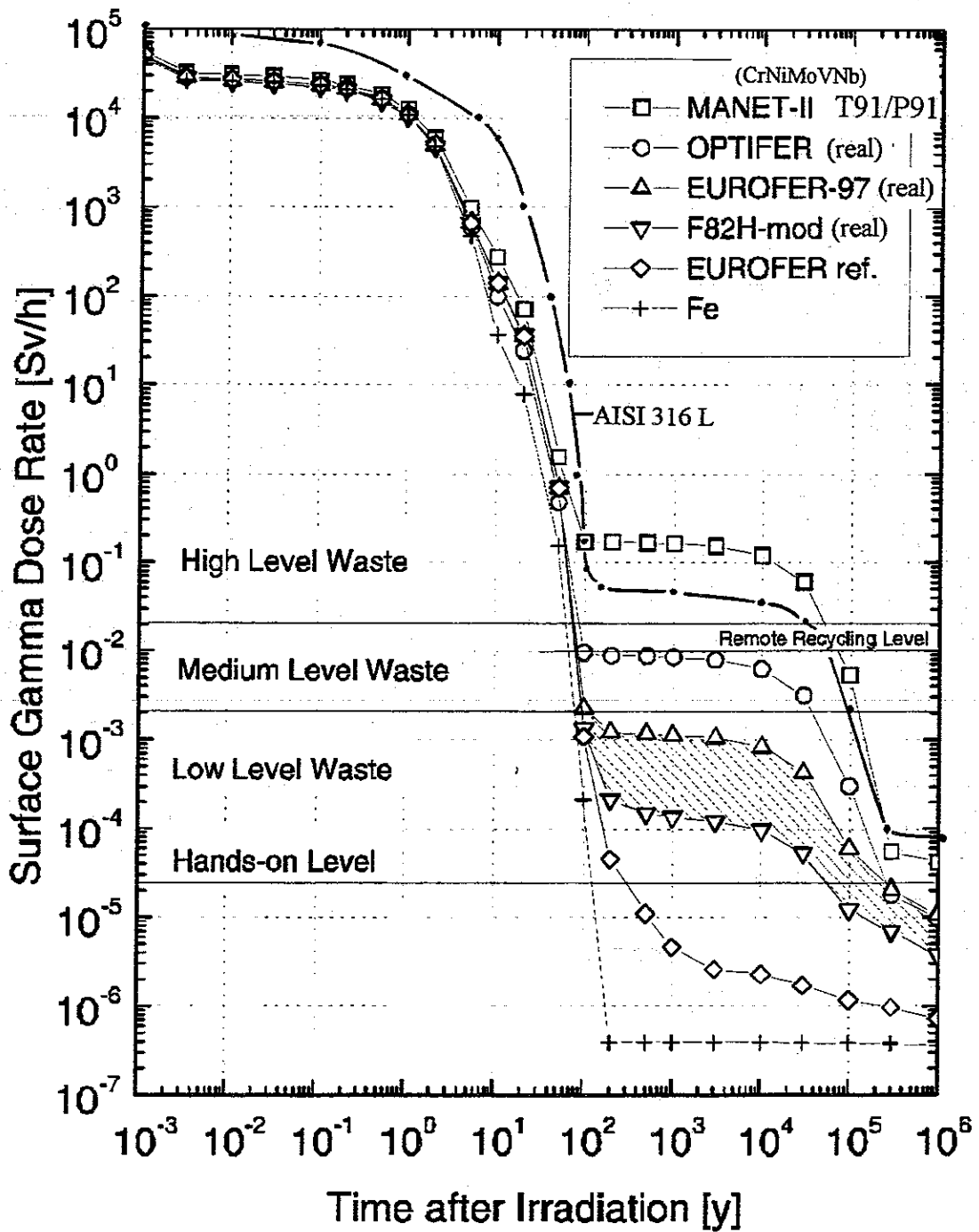


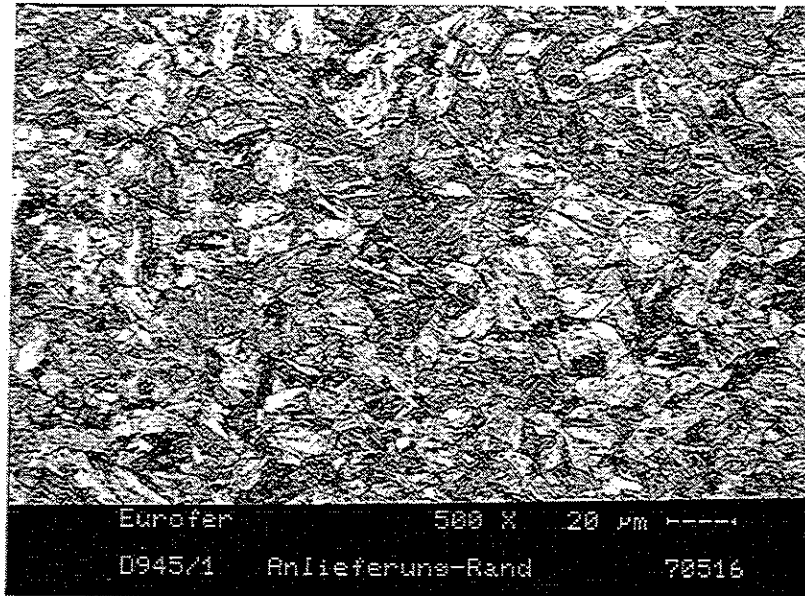
Fig.4



EUROFER - $\phi$ 100mm

Anlieferzustand

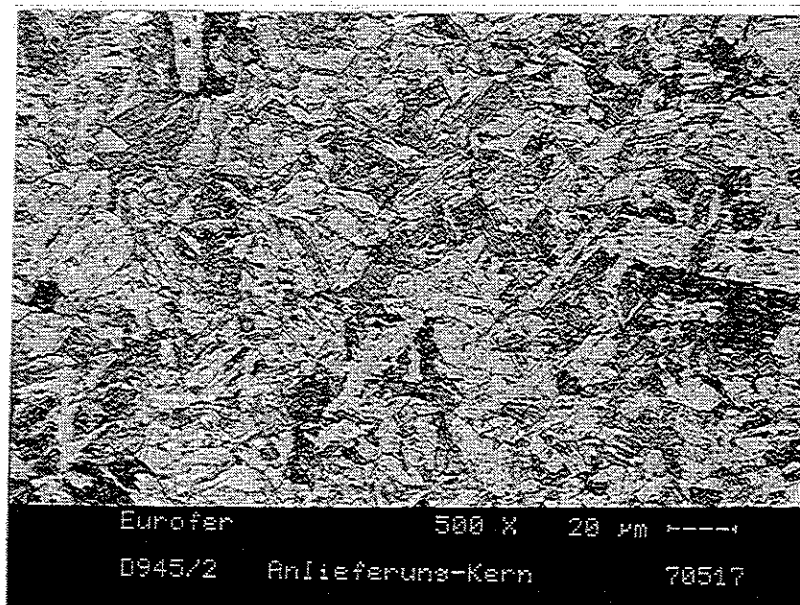
Probe A=Randzone



HV<sub>30</sub>=210-216

Korngrösse: 16,5 µm

Probe B=Kernzone



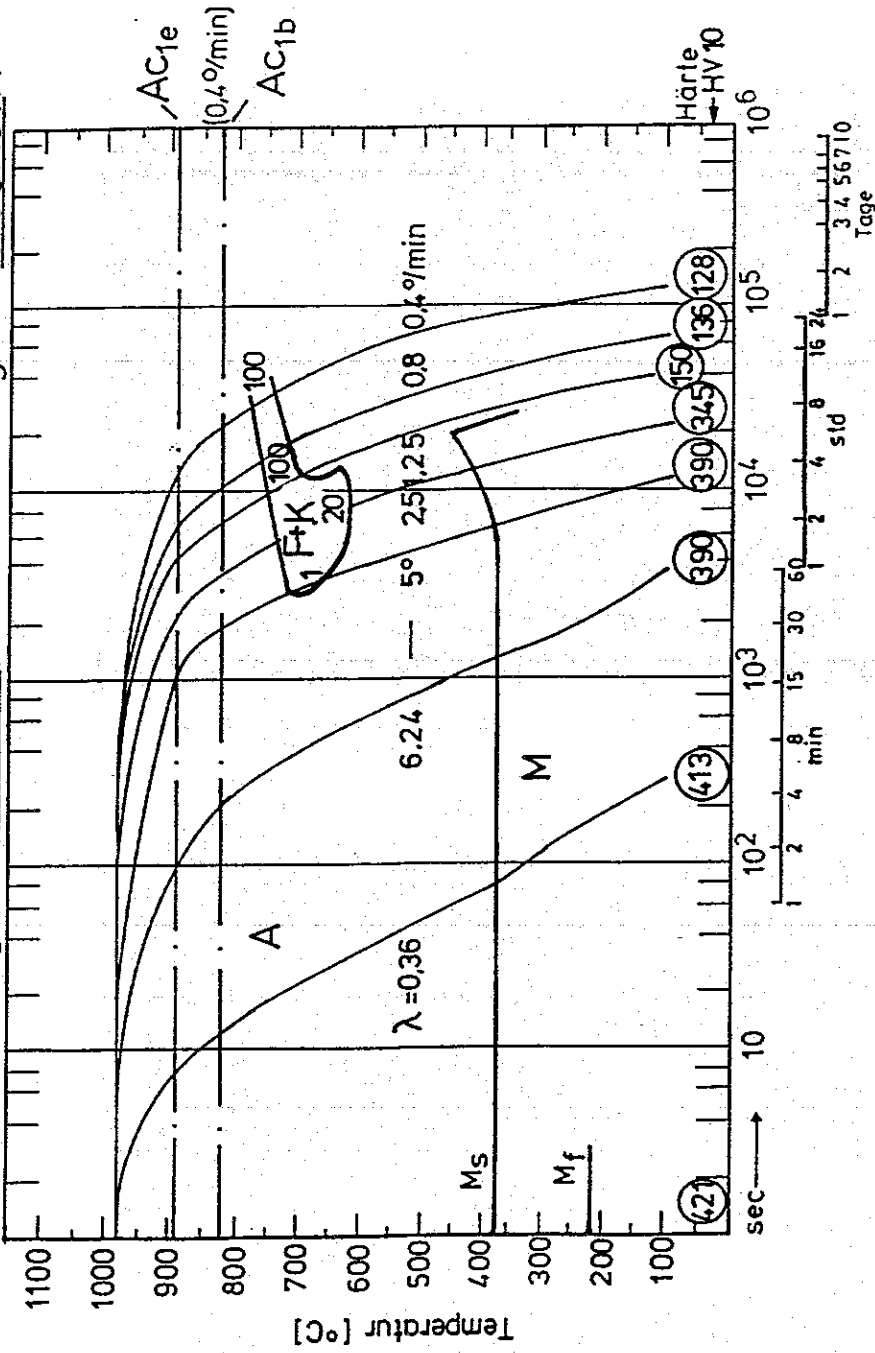
HV<sub>30</sub>=219-221

Korngrösse: 16,5 µm (ASTM 9)

# Werkstoff: EUROFER-97

Chg: E 83 699

Austenitisierung: 980° 20 min, Abschreckkorngroße: 8-8,5 ASTM



A+K = Bereich des Austenits u. Karbids  
 F+K = " der Ferrit- u. Karbidbildung  
 P = " " Perlitbildung  
 M = " " Martensitbildung

1 - 100 = Gefügeanteile in %  
 0,36 - 6,24 = Abkühlungsparameter λ  
 ø 10mm in Wasser λ = 0,01  
 Öl 0,06  
 Luft 1,0

Bild 6 : Kontinuierliches ZTU-Schaubild

Einfluss der Austenitisierungstemperatur auf das  
Umwandlungsverhalten niedrigaktivierender 8-10% Cr-Stähle.

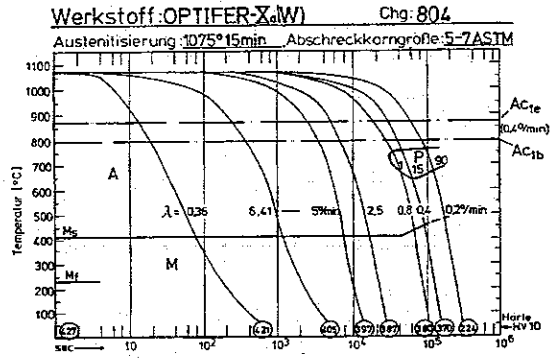
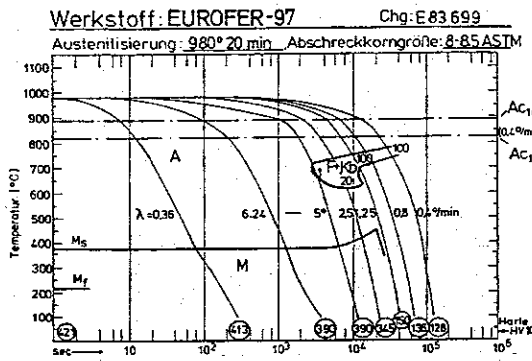
a)  $AT < 1000^{\circ}C$

b)  $AT > 1000^{\circ}C$

a) 1W  
9Cr

**A**

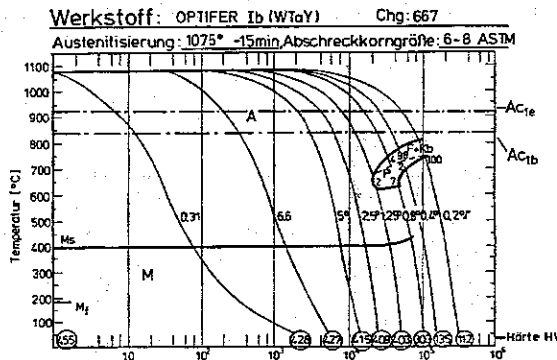
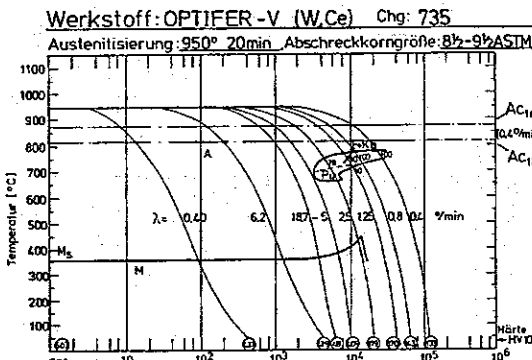
b) 1W  
9,3Cr



a) 1W  
9,5Cr

**B**

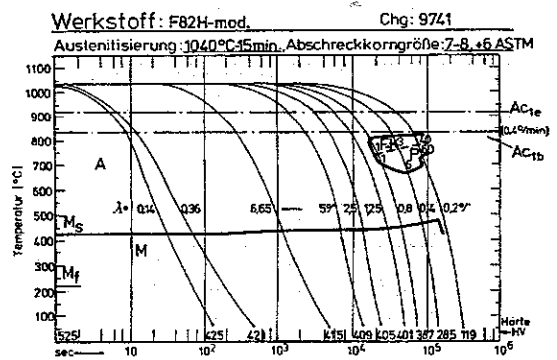
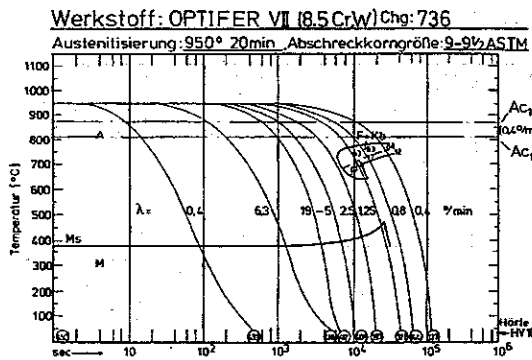
b) 1W  
9,5Cr



a) 1W  
8,4Cr

**C**

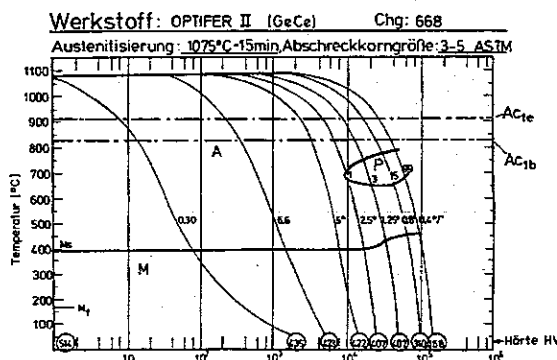
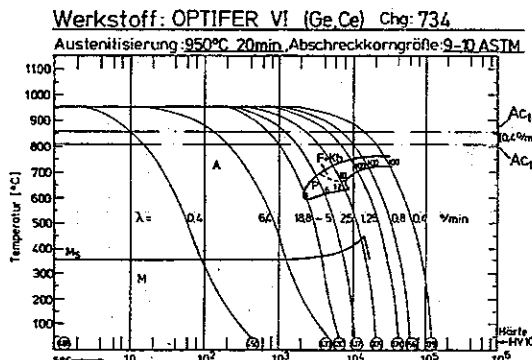
b) 2W  
7,7Cr



W-frei  
a) 9,4Cr

**D**

b) 9,5Cr



A+K-Bereich des Austenits u. Karbide 1-100 = Gefügeanteile in %  
 F+K = " der Ferrit u. Karbidebildung = Abkühlungsparameter  $\lambda$   
 P = " Perlitbildung #10mm in Wasser  $\lambda = 0,01$   
 M = " Martensitbildung Luft 0,06  
 Lull 1,0

A-Bereich des Austenits 1-99 = Gefügeanteile in %  
 P = " Perlitbildung 0,3-6,6 = Abkühlungsparameter  $\lambda$   
 M = " Martensitbildung

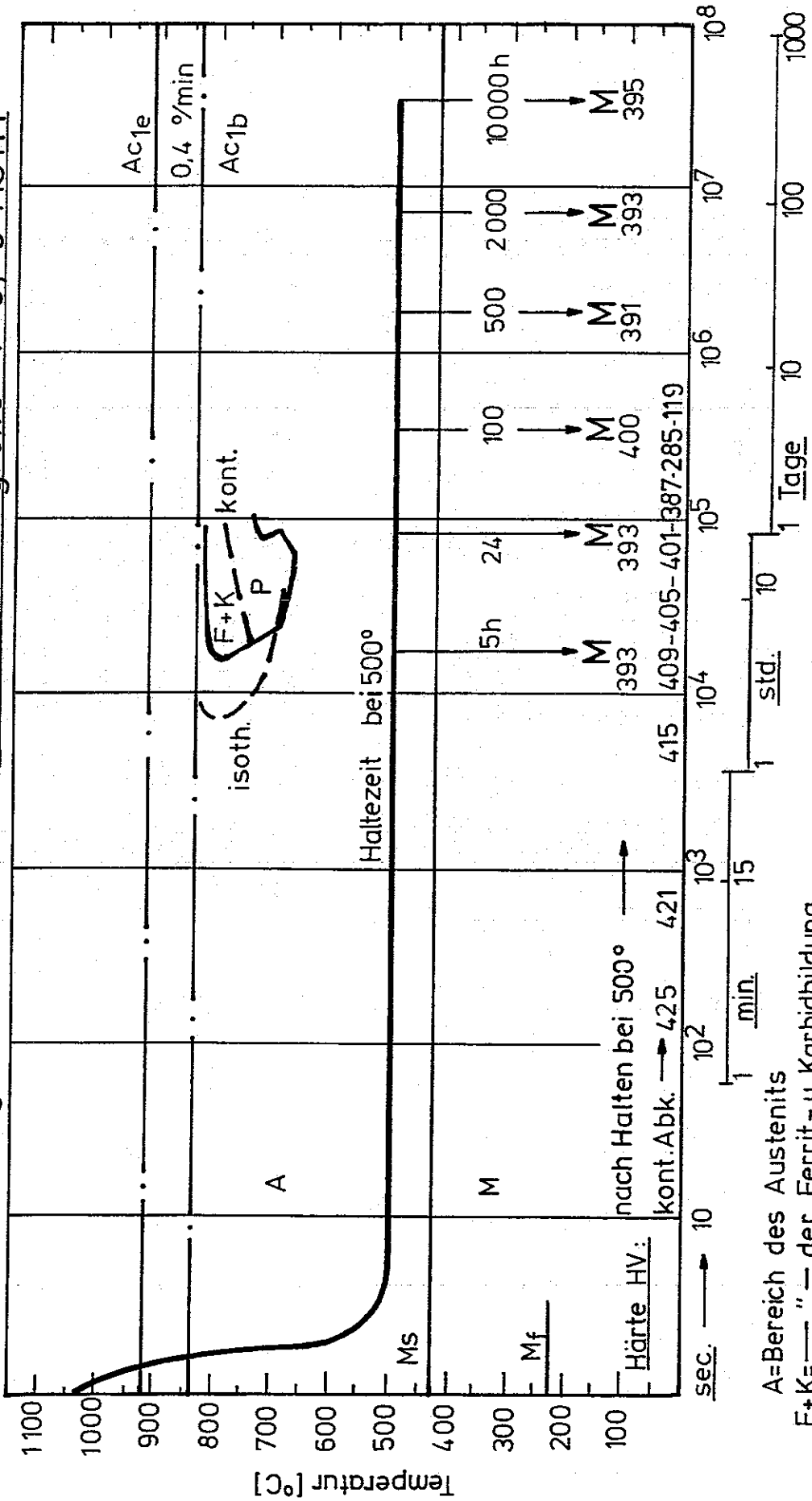
**Bild 7: Kontinuierliche ZTU-Schaubilder**

Werkstoff: F 82 H - mod

Austenitisierung: 1040° 30'

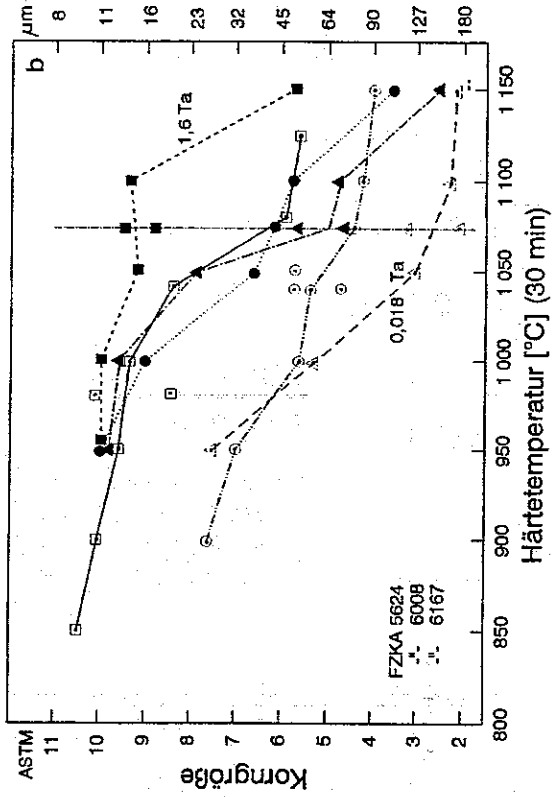
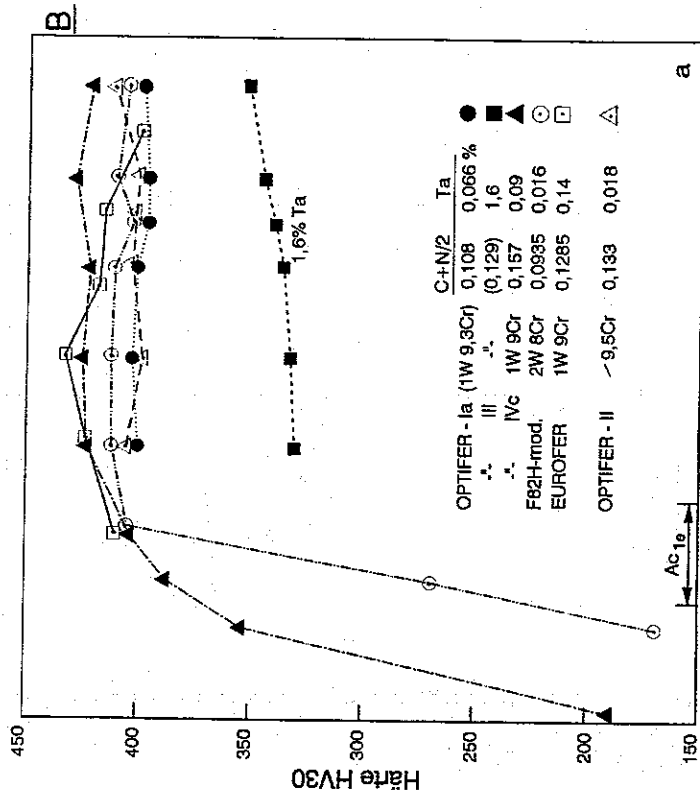
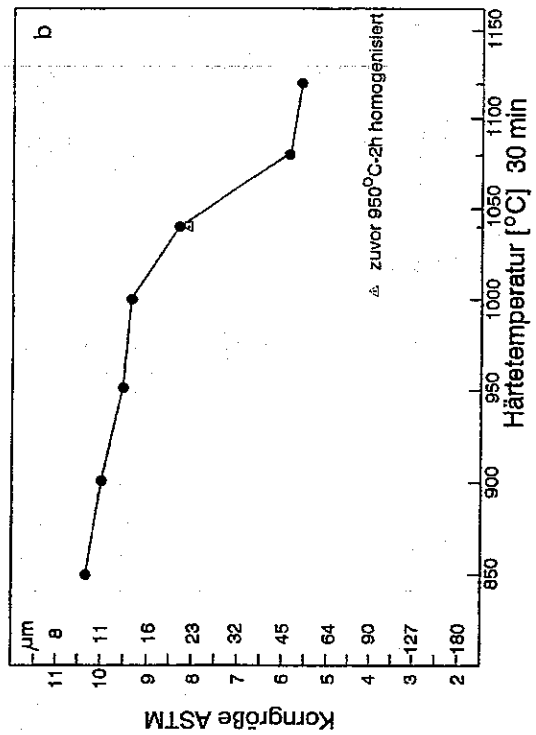
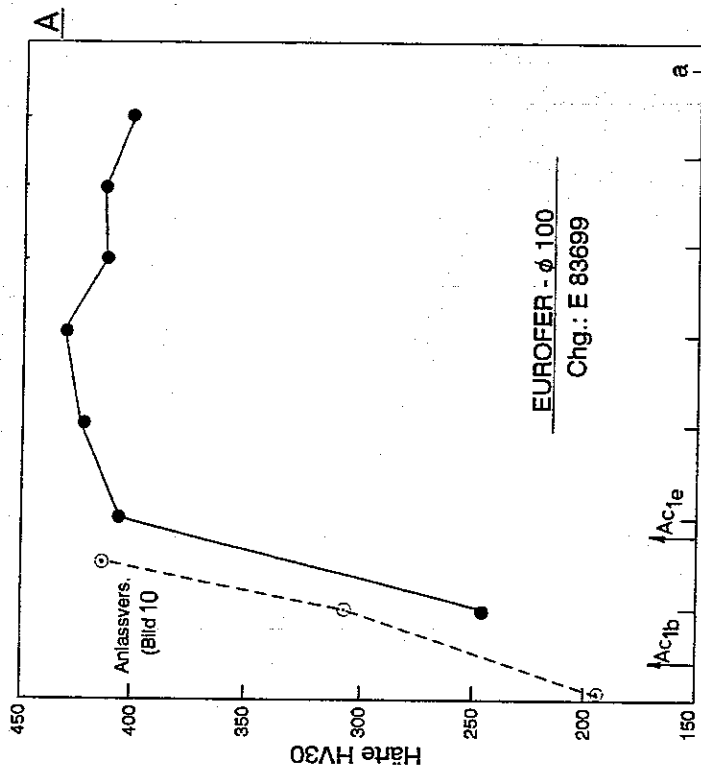
Charge: 9741

Abschreckkorngroße: 7-8, +6 ASTM



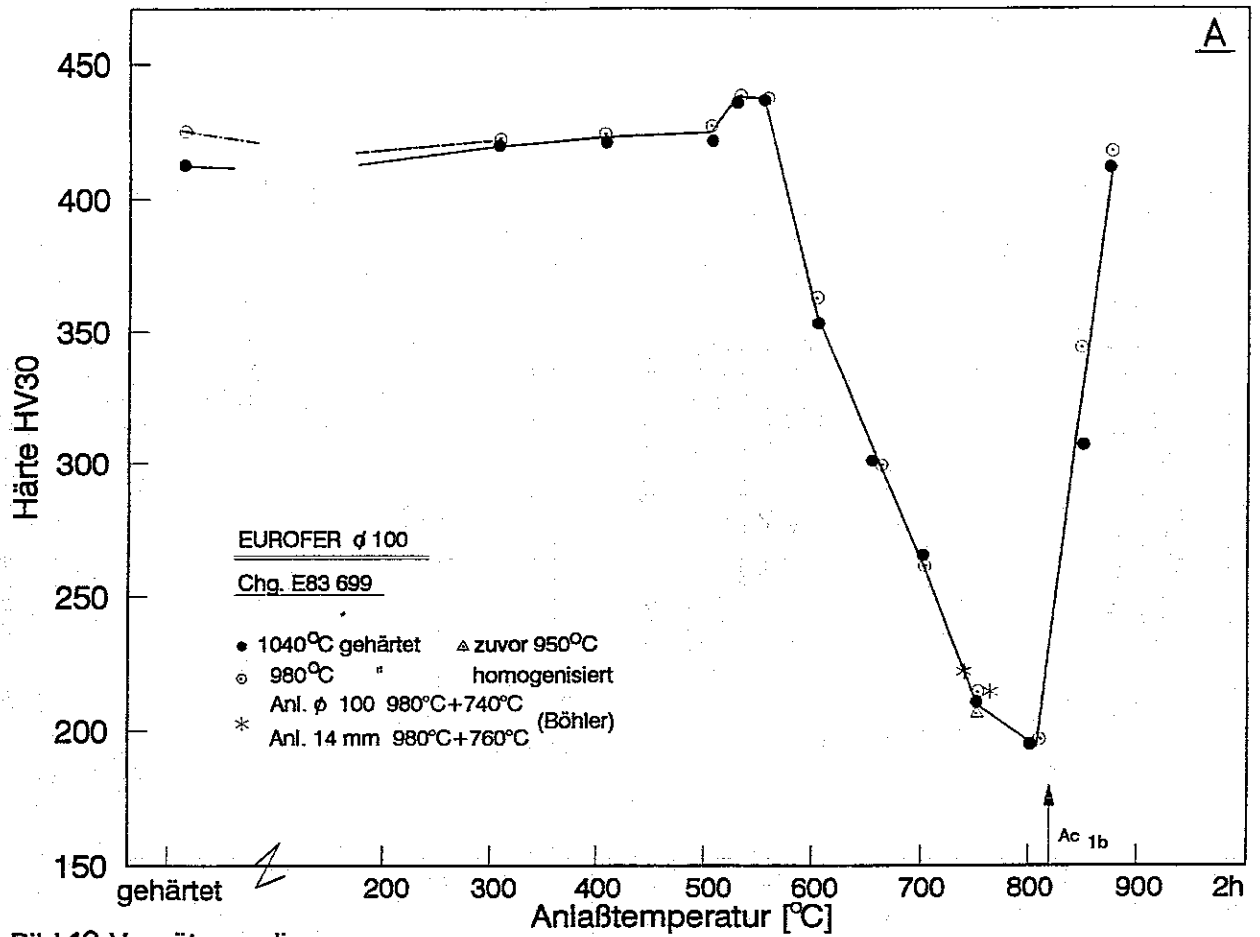
A=Bereich des Austenits  
 F+K= " " — der Ferrit - u. Karbidbildung  
 P= " " — " — Perlitbildung  
 M= " " — " — Martensitbildung  
**M**= metallografischer Befund nach Haltezeiten bei 500 °C

Bild 8 : Einfluß langer isothermer Haltezeiten auf die Gefügeausbildung

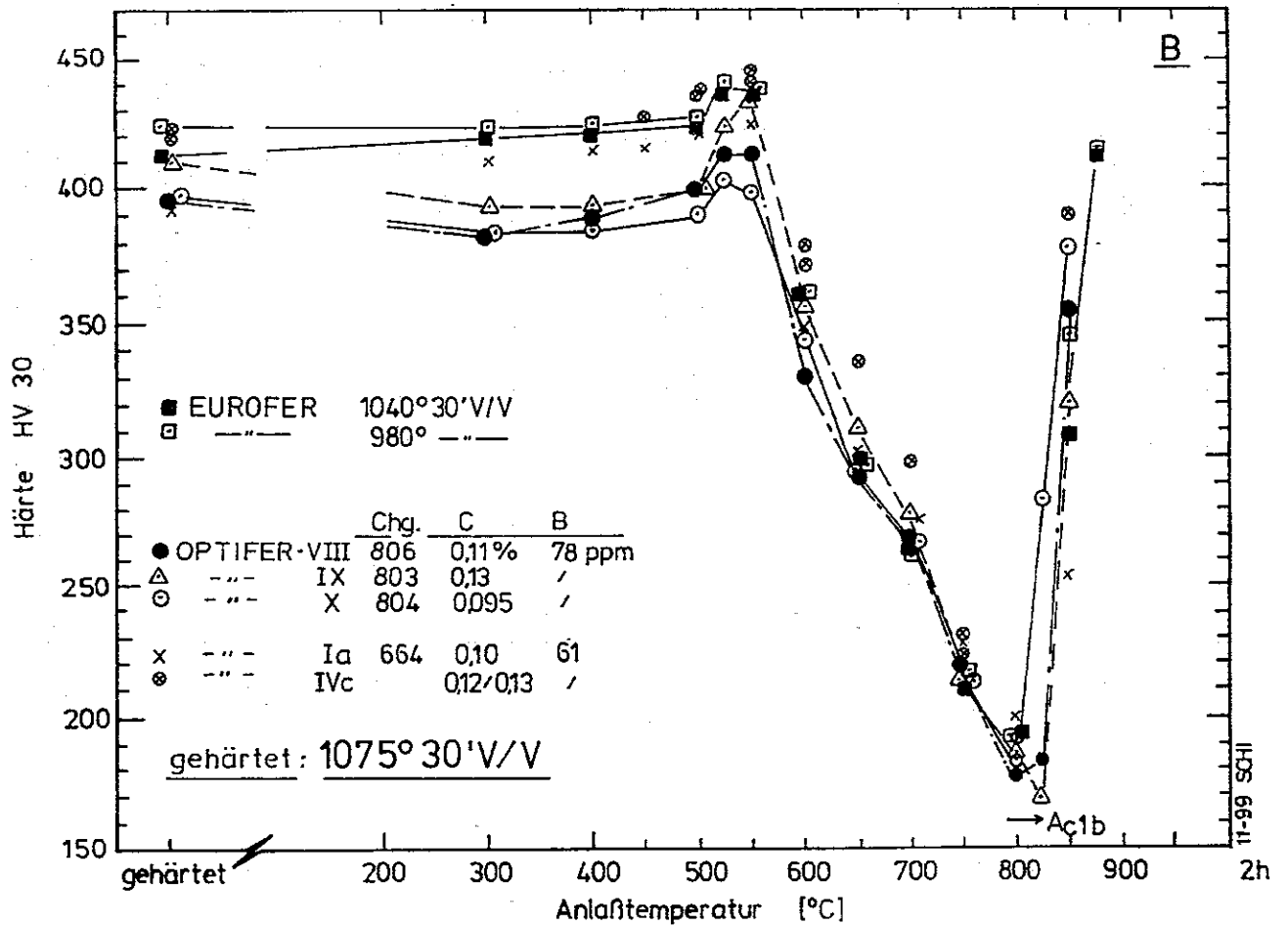


**Bild 9: Härtediagramm**

**Einfluß des C-N- u. Ta - Gehaltes auf die Ansprunghärte a) und die Korngröße b)**



**Bild 10** Vergütungsdiagramm



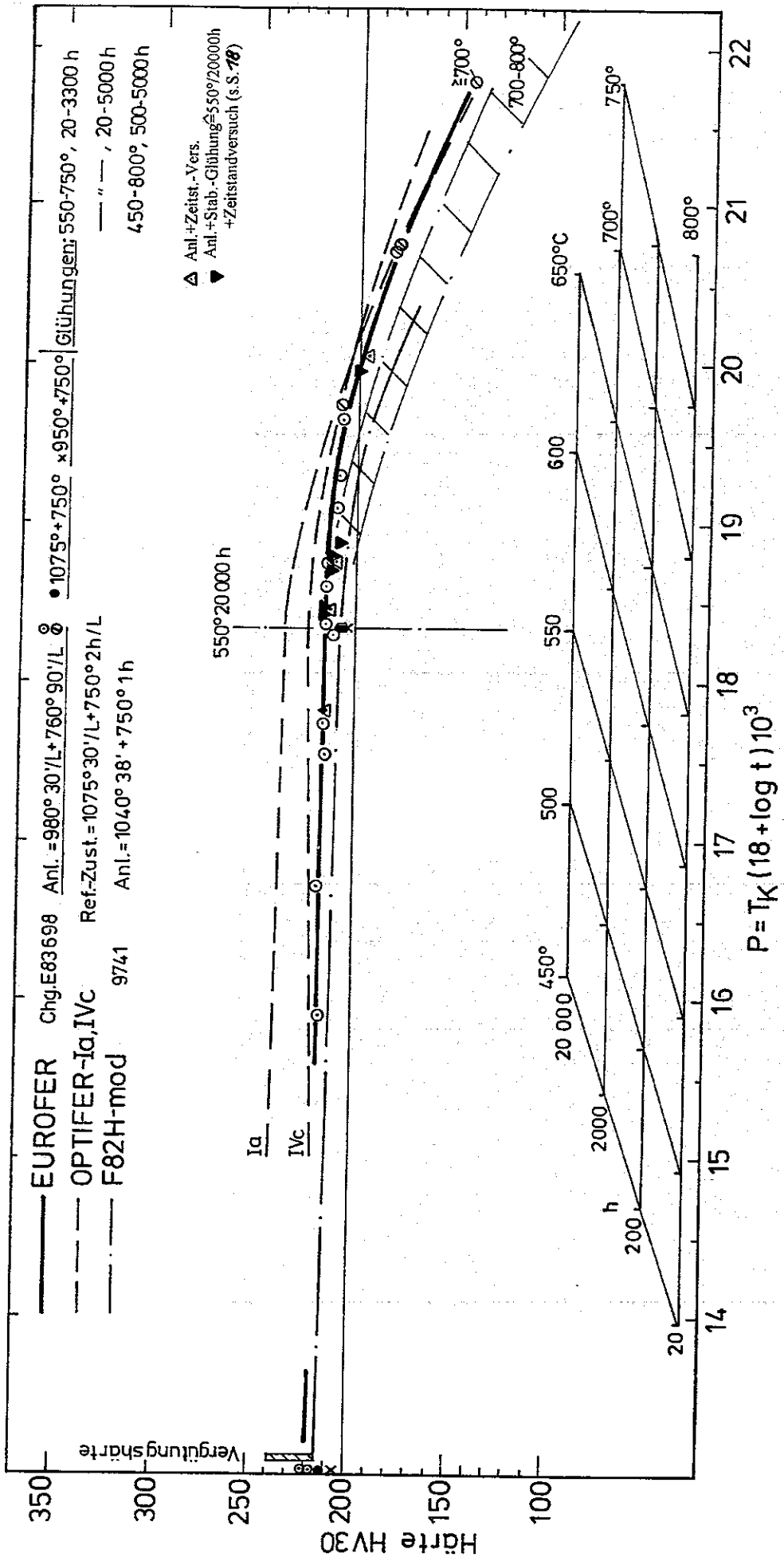


Bild 11: Anlass-Hauptkurve (n.Hollomon-Jaffe)

**EUROFER - Chg. E83698**  
**14 mm Blech**

D968/1  
Anlieferungszustand

HV30=215-218



006U0007 Kgr.: 12 $\mu$ m | 50  $\mu$ m |

D968/14  
Anl. + 600°C 1050h

HV30=214-215



006U0009 | 50  $\mu$ m |



**EUROFER - Chg.: E83698**  
**14mm Blech**

**Bild 13**

D987/1  
1075°C 30min V/V + 750°C 2h V/V  
HV30=210-213



006U0001 Kgr.: 28μm |— 50 μm —|

D987/2  
950°C 30min V/V + 750°C 2h V/V  
HV30=205-207



006U0002 Kgr.: 13μm |— 50 μm —|

D987/3  
1075°C+750°C+600°C 1050h  
HV30=207-209



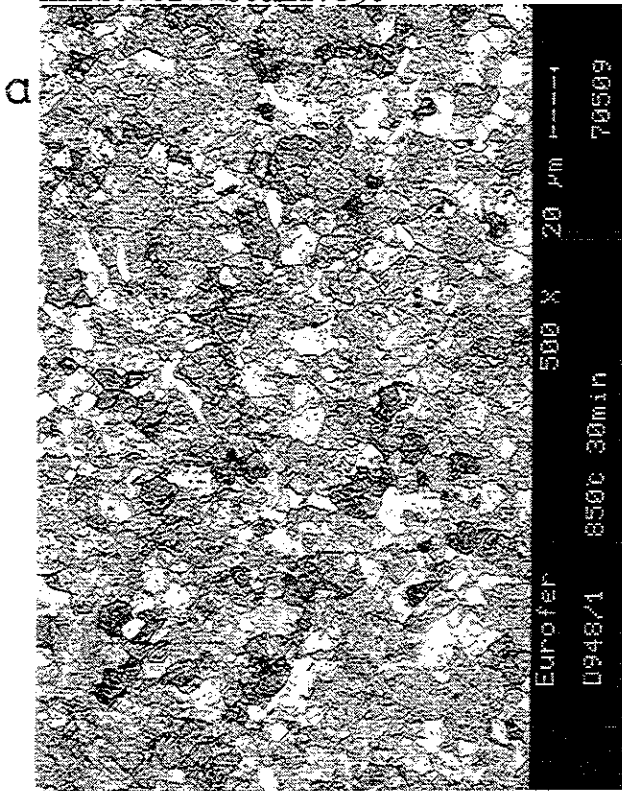
006U0004 |— 50 μm —|

D987/4  
950°C+750°C+600°C 1050h  
HV30=205-207

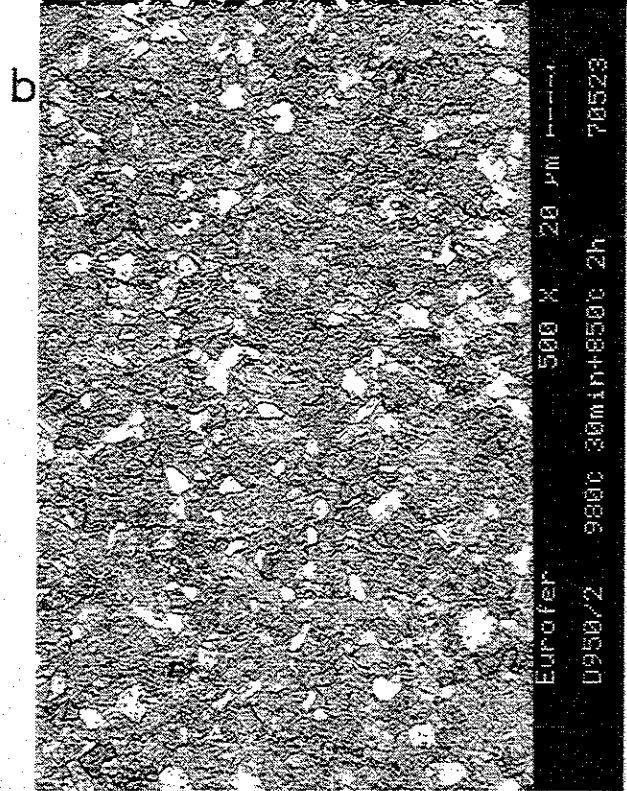


006U0005 |— 50 μm —|

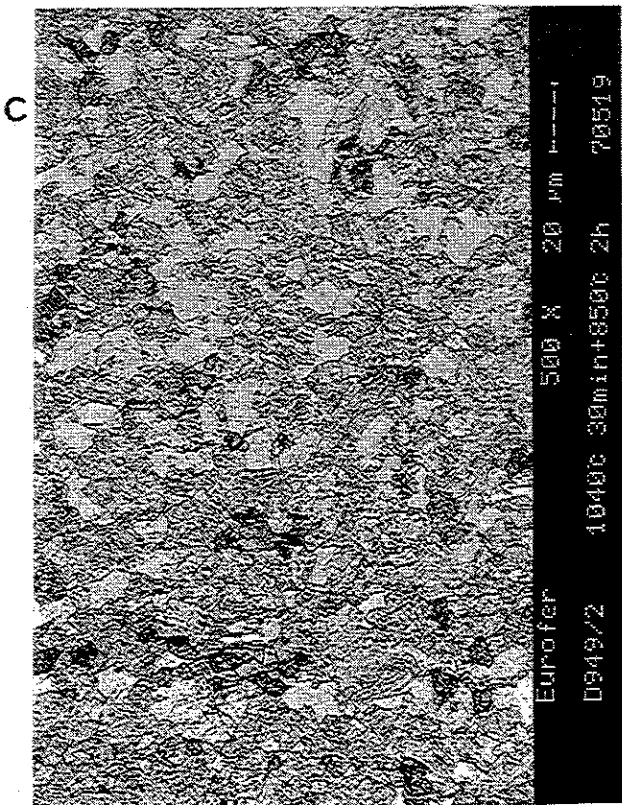
Anlieferungszustand+850°



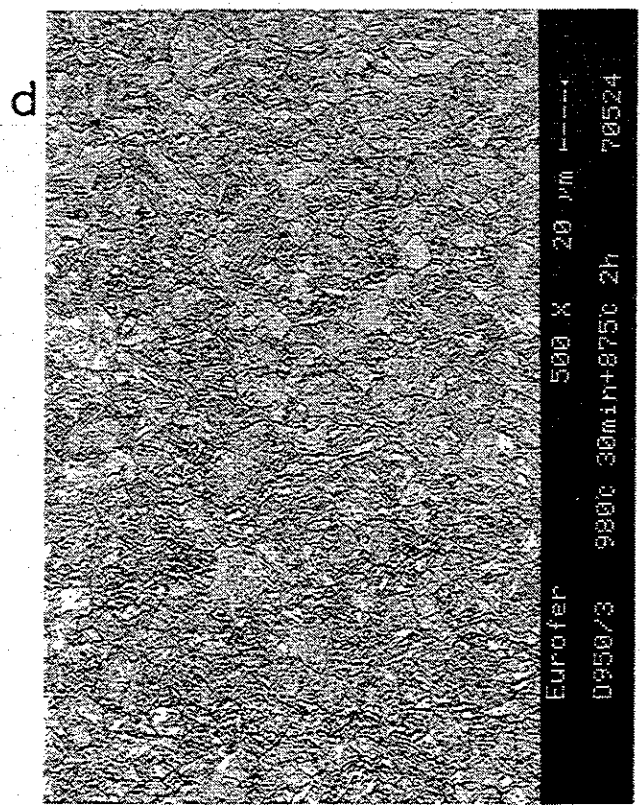
HV30=245



HV30=344



HV30=307



HV30=418

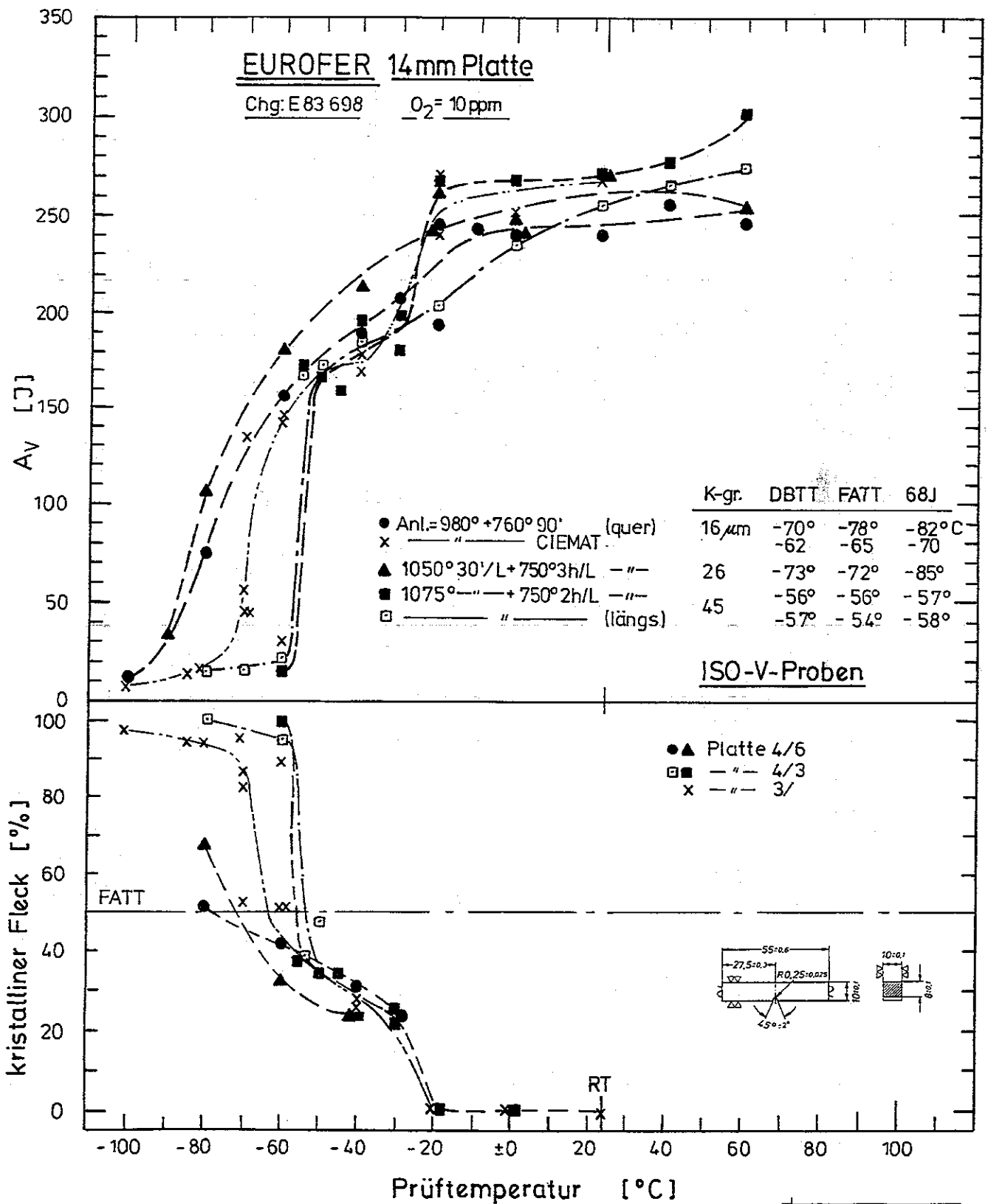


Bild 15 : Kerbschlagzähigkeits - Diagramm

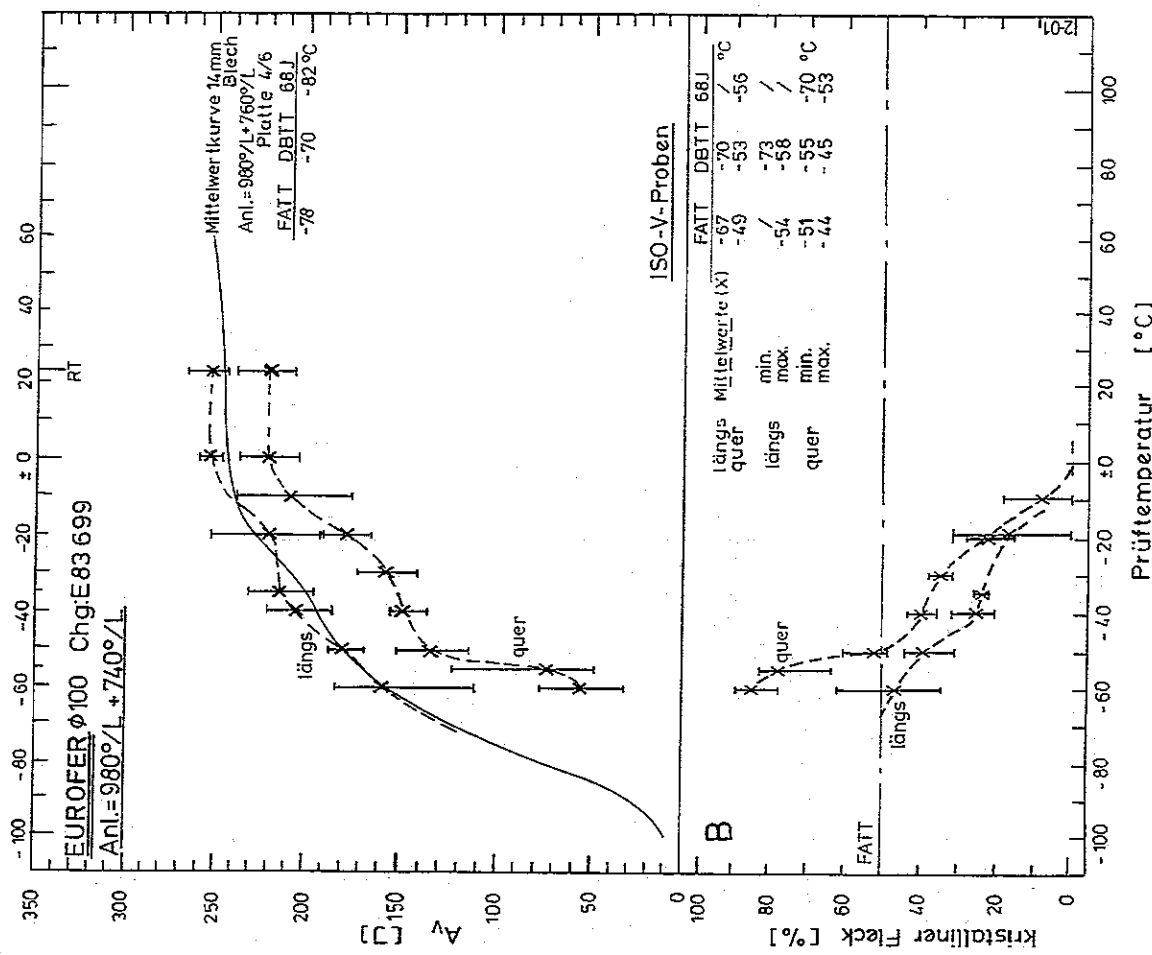
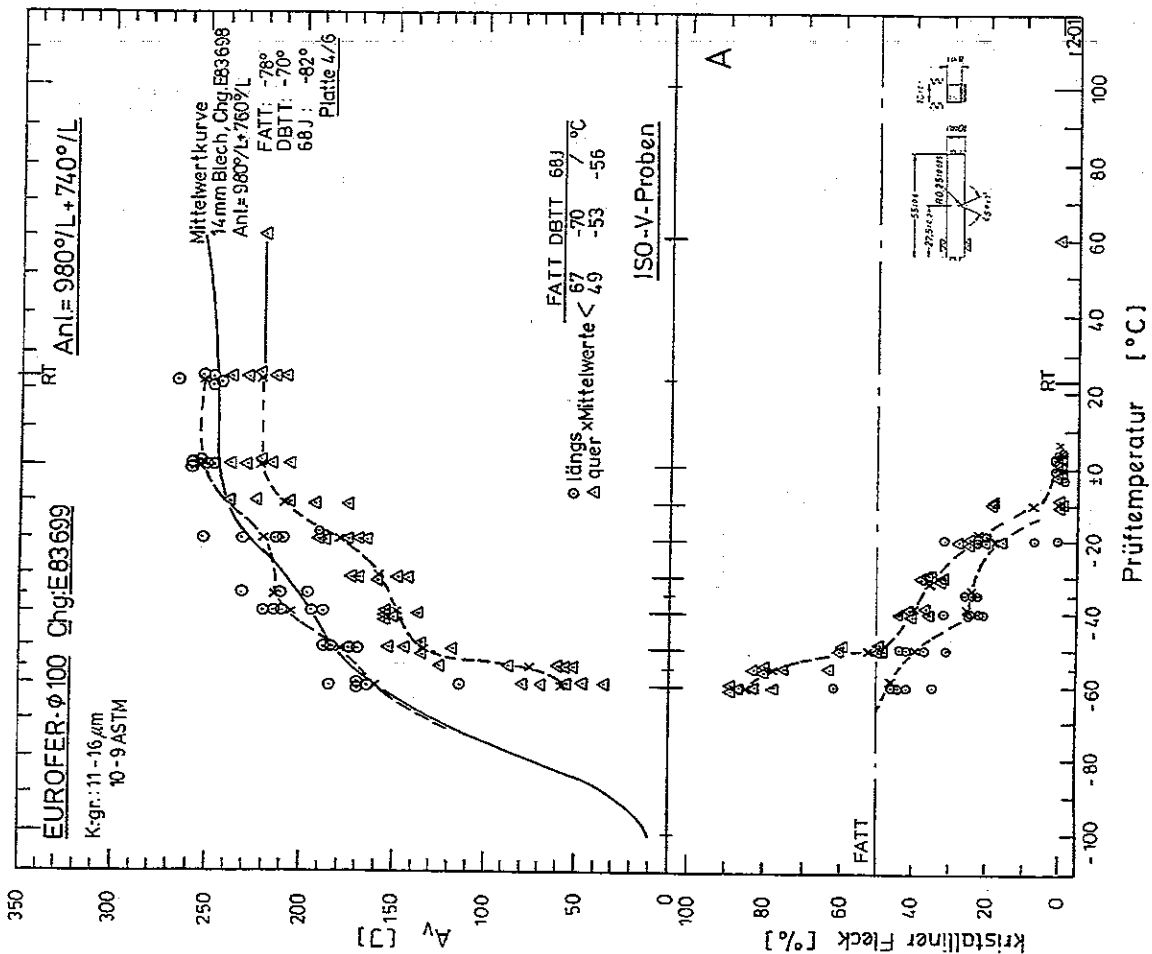


Bild 16 : Kerbschlagzähigkeits - Diagramm

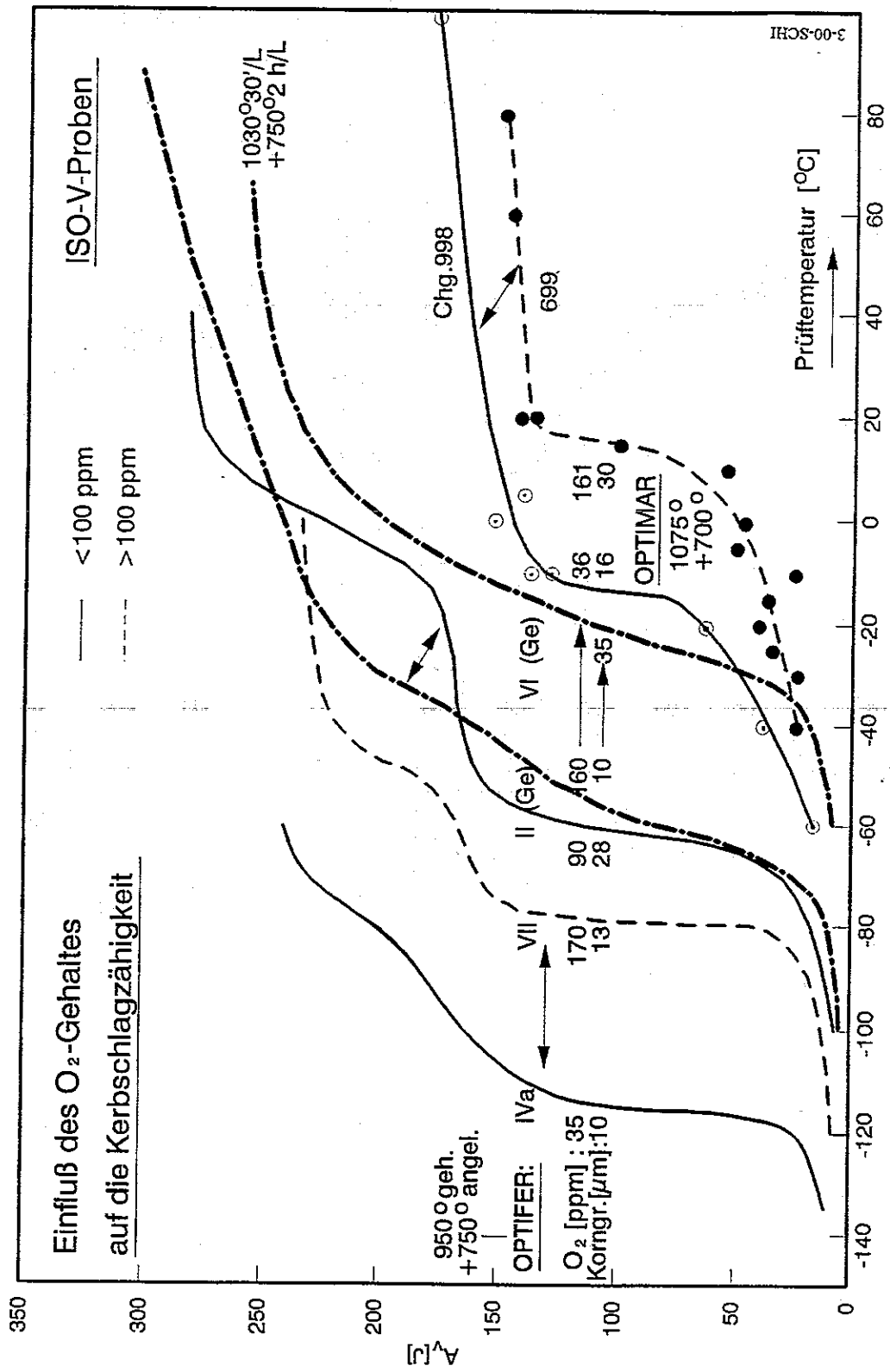


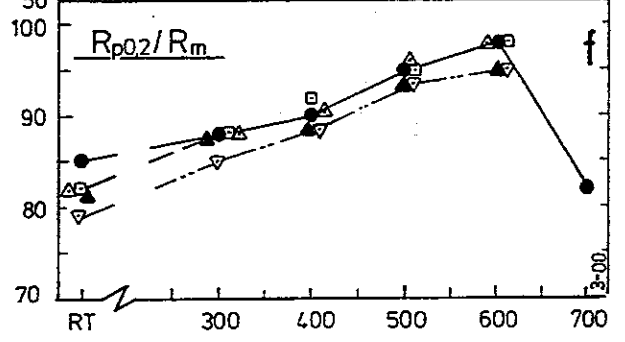
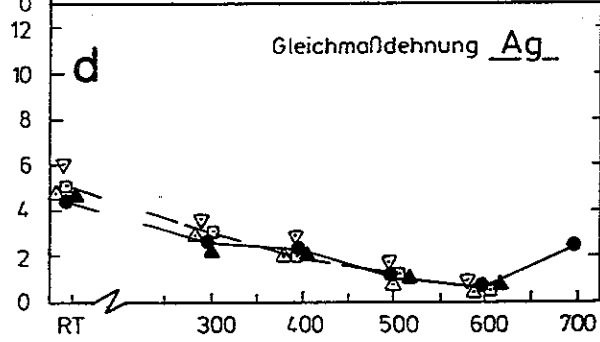
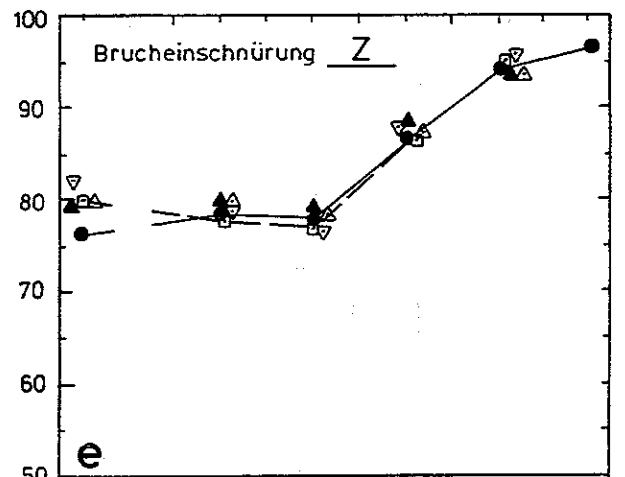
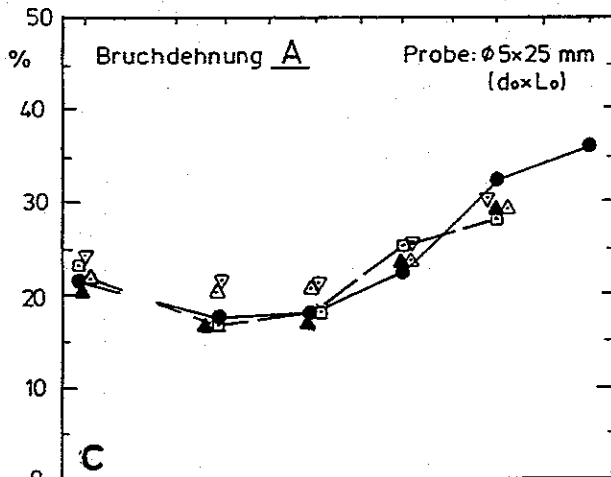
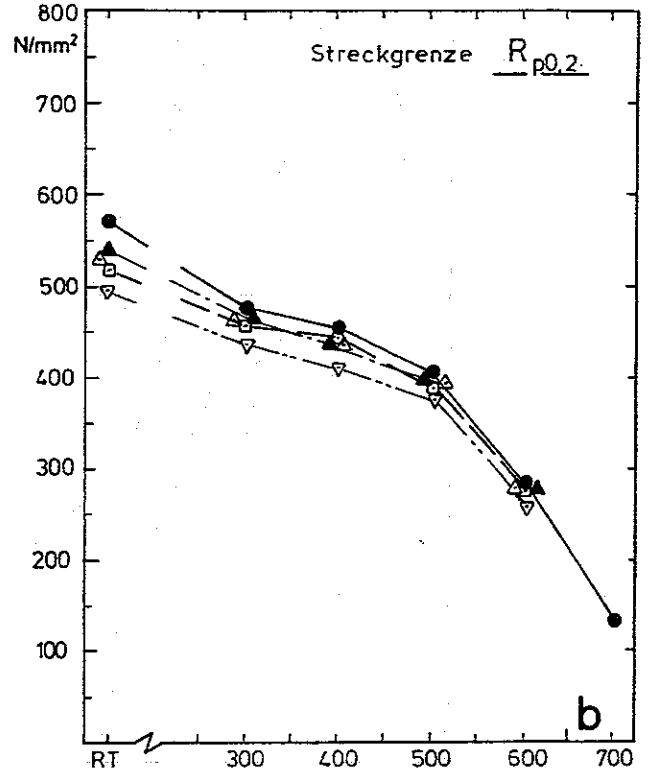
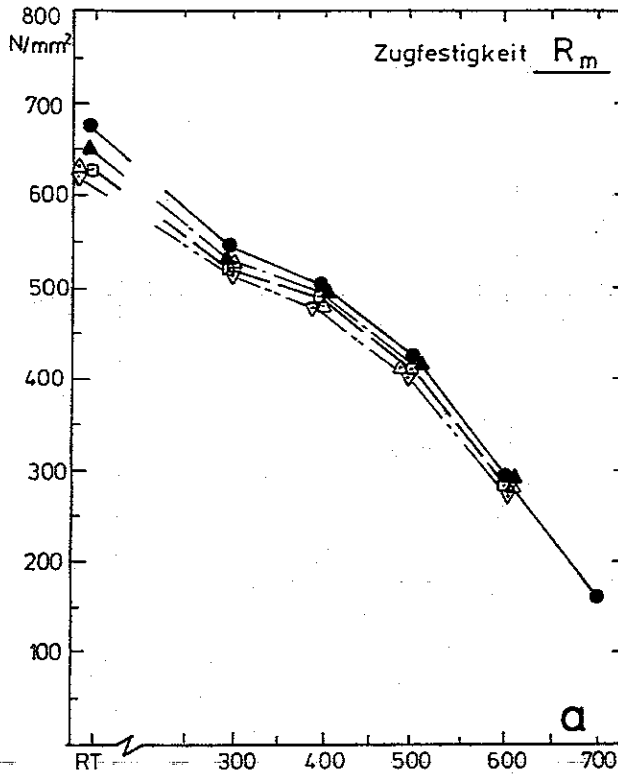
Bild 17: Kerbschlagzähigkeits-Kurven

**EUROFER**

Ø100 Chg. E 83 699

14mm Blech E 83 698

- |  |   |       |                 |
|--|---|-------|-----------------|
| a) Anl-Zust. = 979°1h 51'/L + 739°3h 42'/L | ● | —     | Korngr.: 14,2µm |
| b) 1075°30'w/v + 750°2h w/v                | □ | —     | 45 "            |
| c) Anl-Zust. = 980°27'/L + 760°90'/L       | ▲ | - - - | 16 "            |
| d) 1075°30'w/v + 750°2h w/v                | △ | - - - | 42 "            |
| e) 950° - - - + 750° - - -                 | ▽ | - - - | 13,5 "          |



Prüftemperatur [°C]

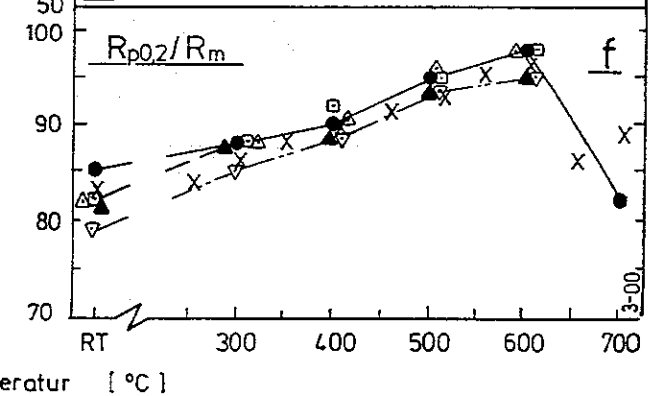
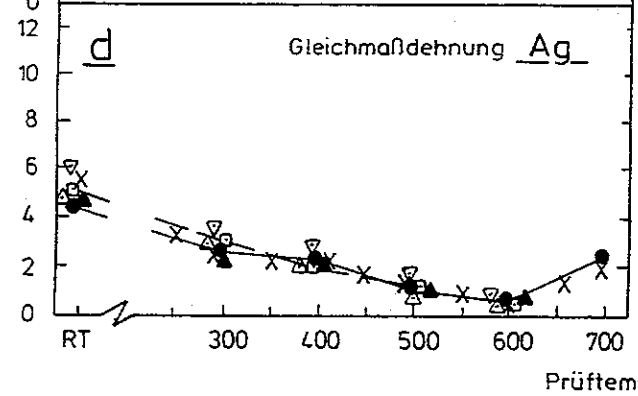
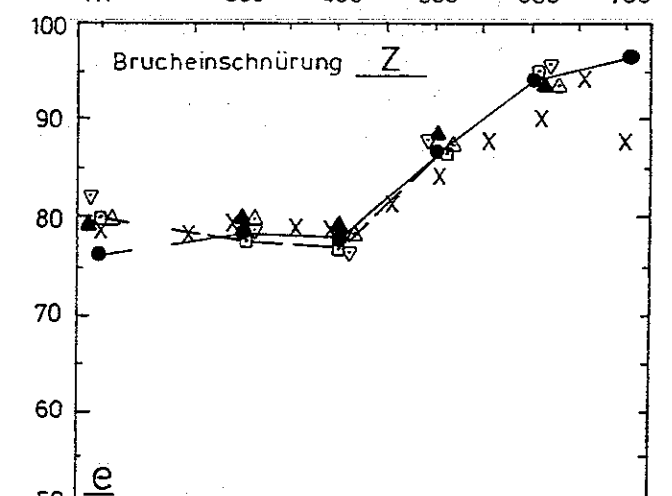
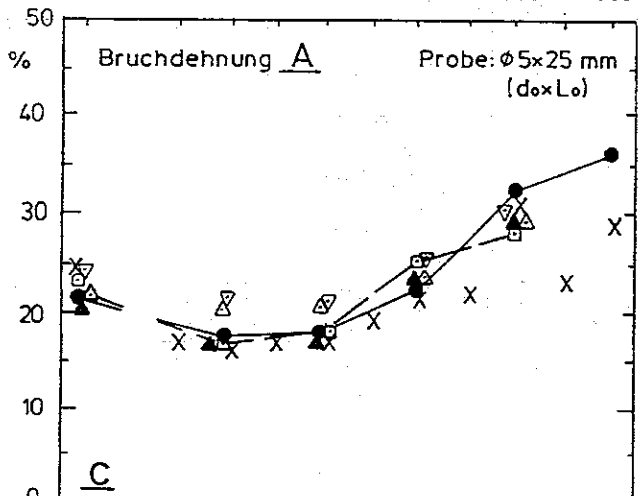
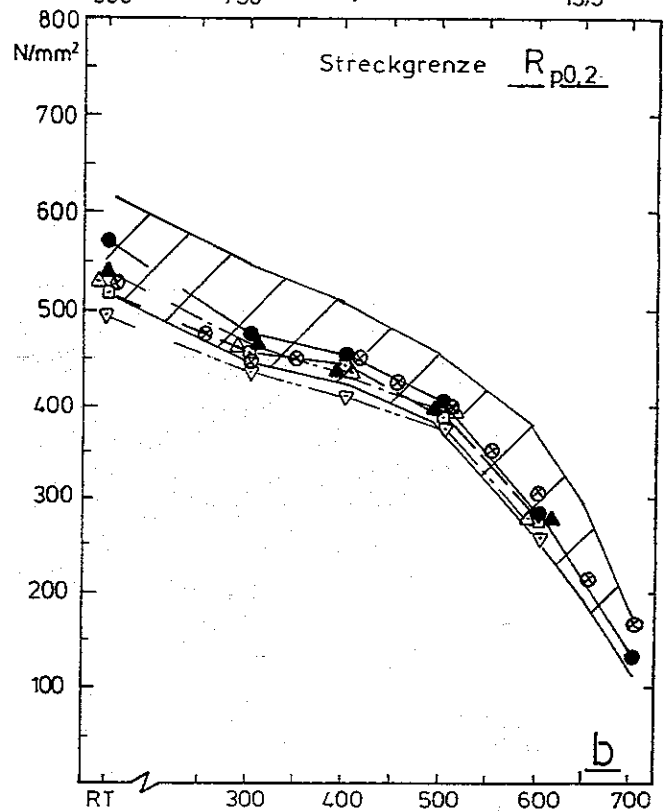
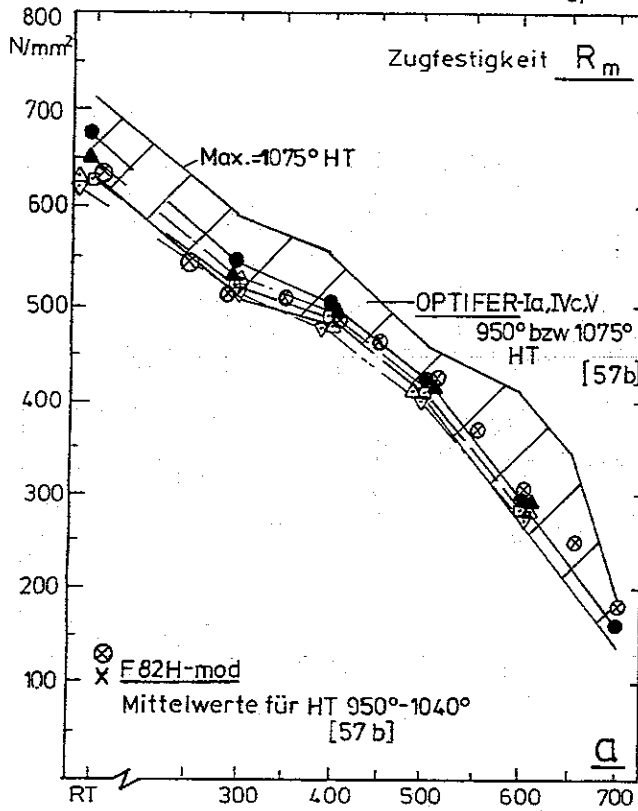
Bild 18: Zugfestigkeitseigenschaften (Einfluss der Vergütungsbehandlung)

**EUROFER**

Ø100 Chg. E 83 699

14mm Blech E83 698

- |  |   |       |                |
|--|---|-------|----------------|
| a) Anl-Zust. = 979°1h 51'/L + 739°3h 42'/L | ● | —     | Korngr.: 14 µm |
| b) 1075°30'V/V + 750°2hV/V                 | ◻ | - - - | 45 "           |
| c) Anl-Zust. = 980°27'/L + 760°90'/L       | ▲ | - - - | 16 "           |
| d) 1075°30'V/V + 750°2hV/V                 | △ | - - - | 42 "           |
| e) 950° - - - + 750° - - -                 | ▽ | - - - | 13,5 "         |

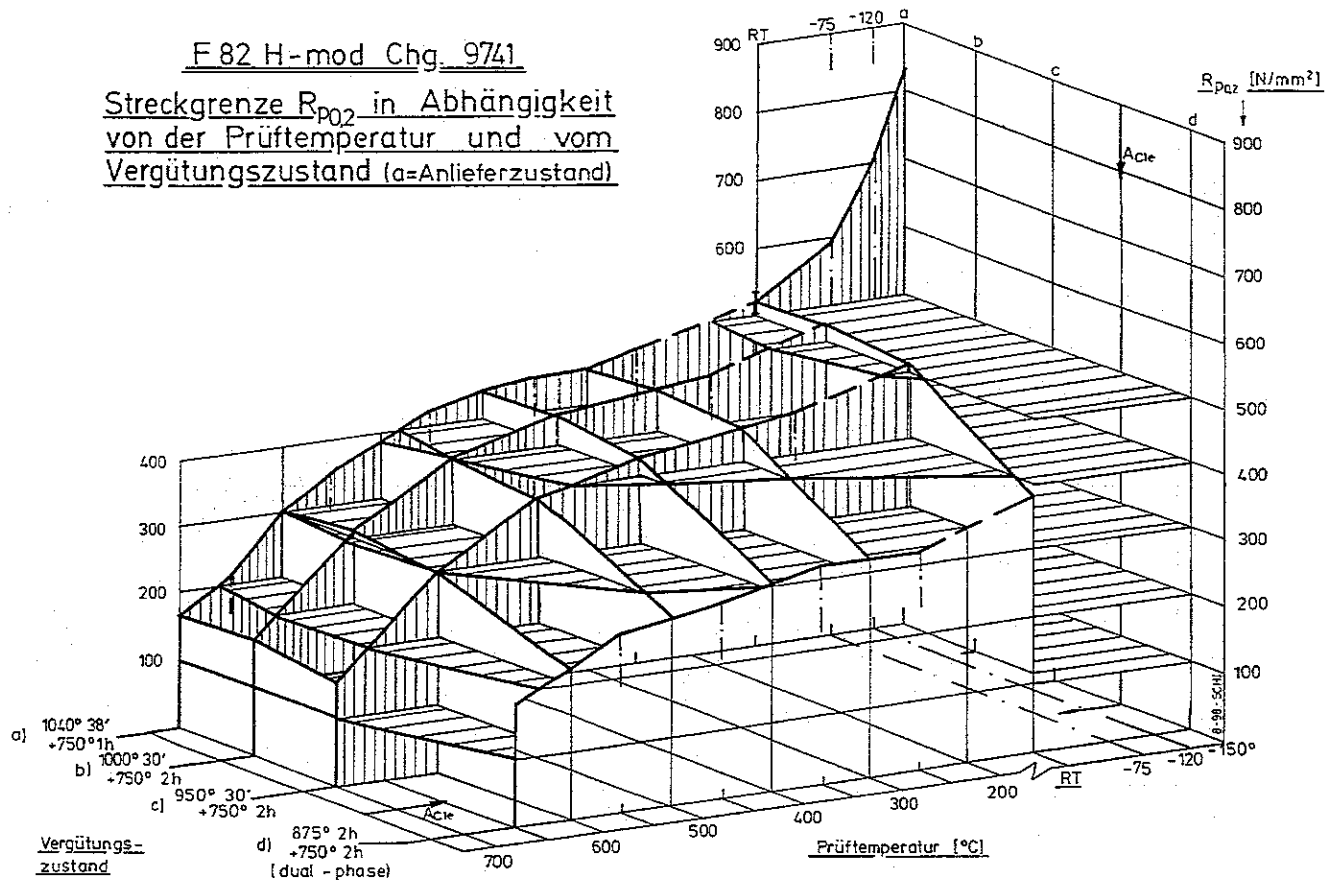


Prüftemperatur [°C]

Bild 19: Zugfestigkeitseigenschaften (Einfluss der Vergütungsbehandlung)

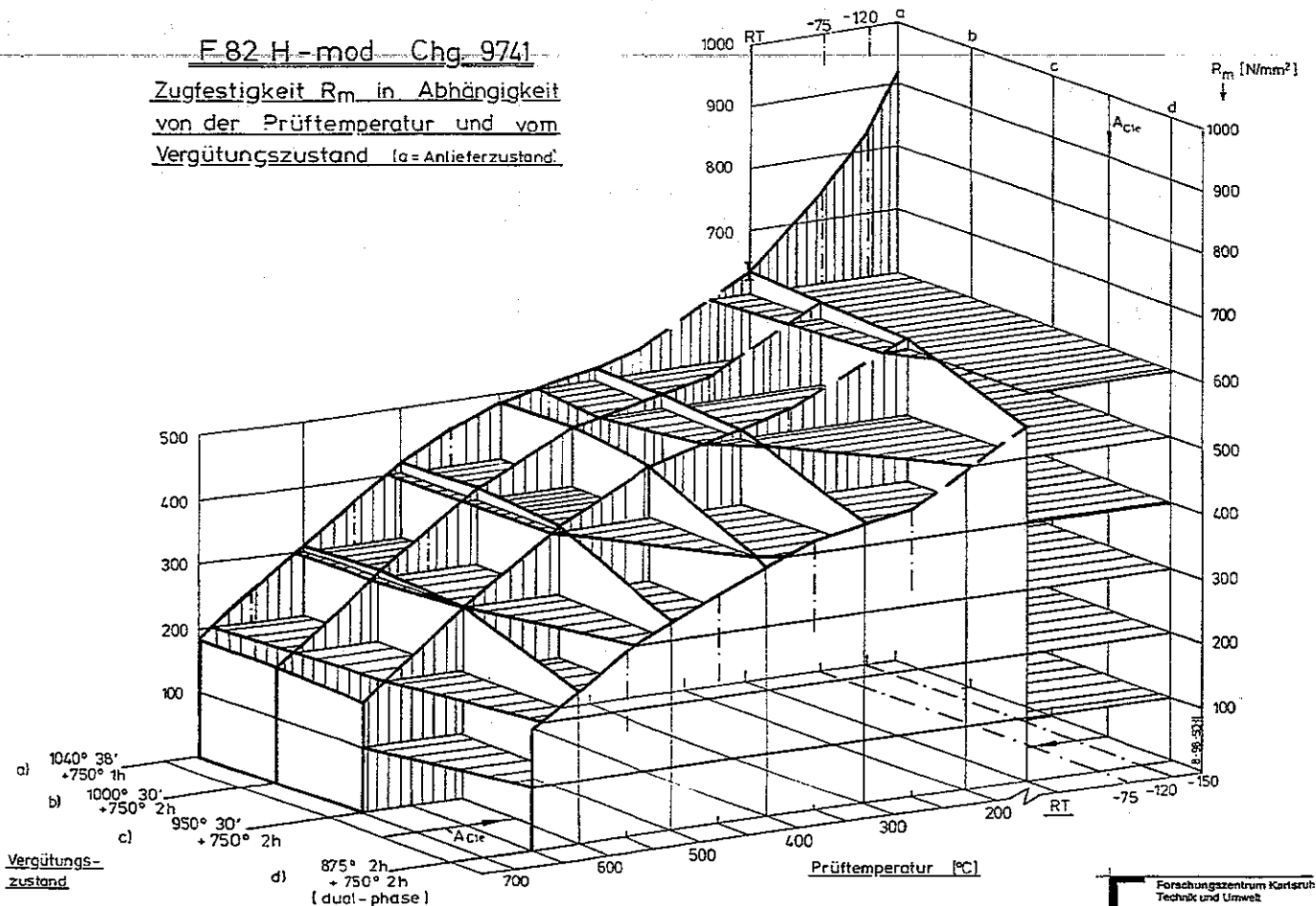
F 82 H-mod Chg. 9741

Streckgrenze  $R_{p0.2}$  in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und vom Vergütungszustand (a=Anlieferzustand)



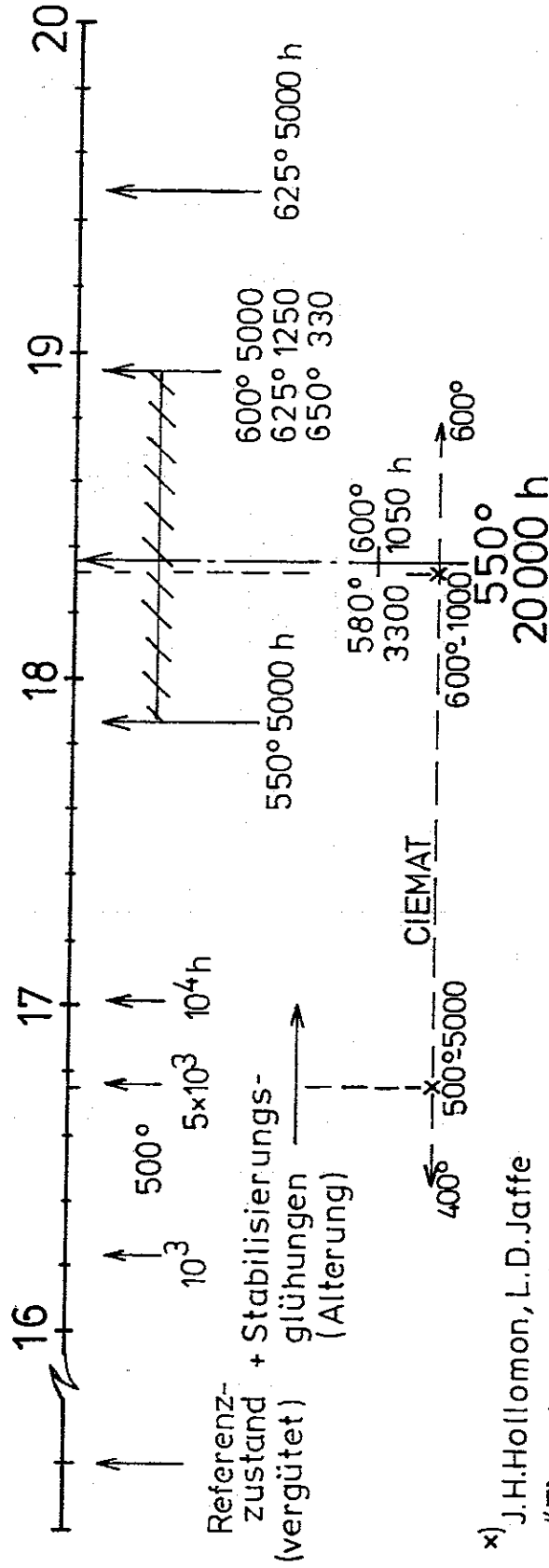
F 82 H-mod Chg. 9741

Zugfestigkeit  $R_m$  in Abhängigkeit von der Prüftemperatur und vom Vergütungszustand (a=Anlieferzustand)





Hollomon-Jaffe-Parameter<sup>x)</sup>  $P = T_K (18 + \log t) 10^3$



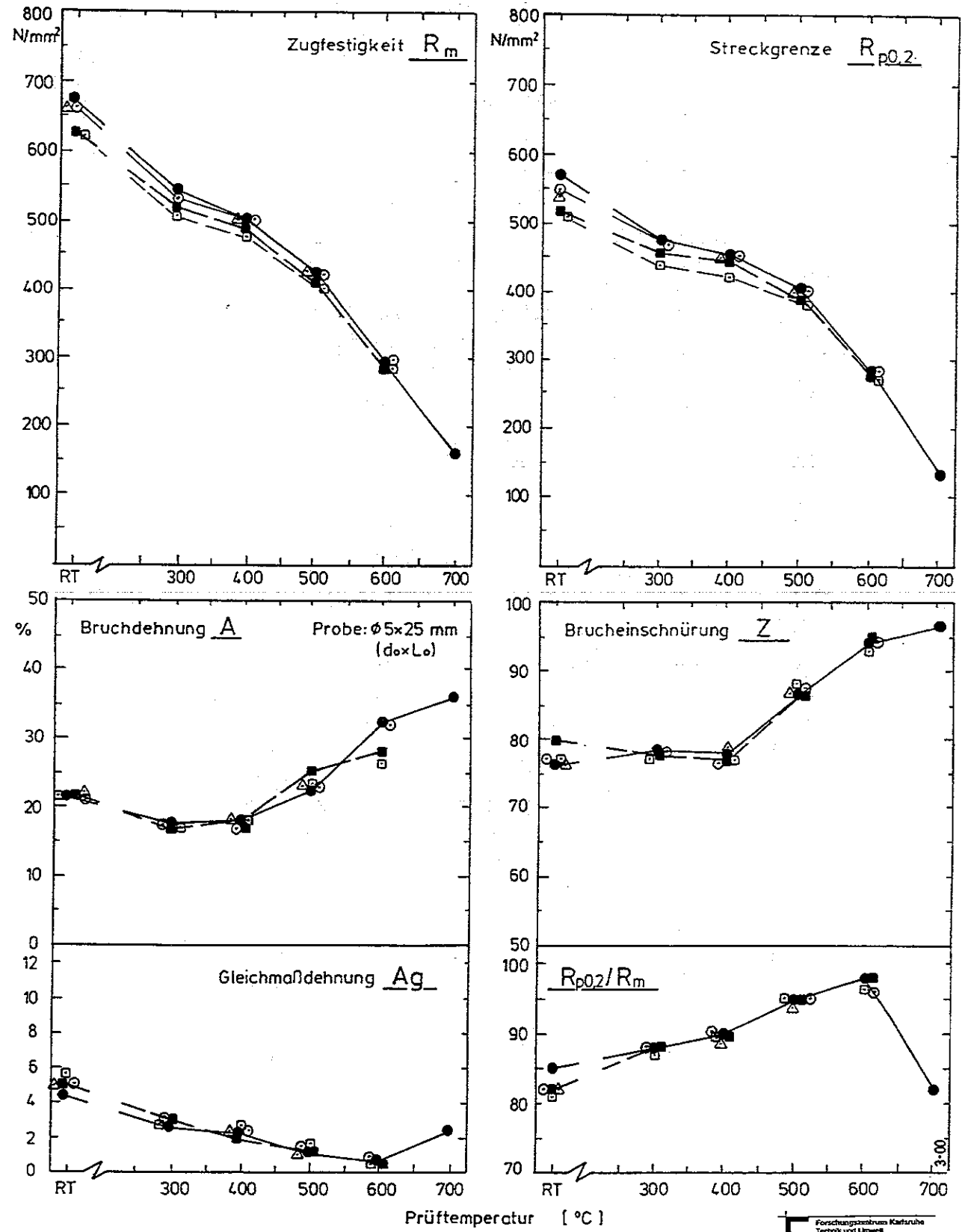
x) J.H.Hollomon, L.D.Jaffe

"Time-temperature relations in tempering steels."

Trans. of the Am.Inst. of Mining and Mat. Eng. 162/1945 pp 223-249

**EUROFER  $\phi$ 100 Chg.E 83 699**  
**Einfluss von Stabilisierungs-**  
**glühungen (Alterung)**

- a) Anl.-Zust. (=980°+740°)
- b) " " + 600° 1050 h
- c) " " + 580° 3300 h
- d) 1075°+750°
- e) " " + 600° 1050 h



**Bild 22: Zugfestigkeitseigenschaften**

F82H - mod Chg 9741  
Einfluß der Alterungsbehandlung

OPTIFER-IVC  
Chg. 986778  
4 kt.65mm  
homogenisiert 950° 2h/L+1075° 30/L+750° 2h/L (Ref.) • b [57b]

a [57a]

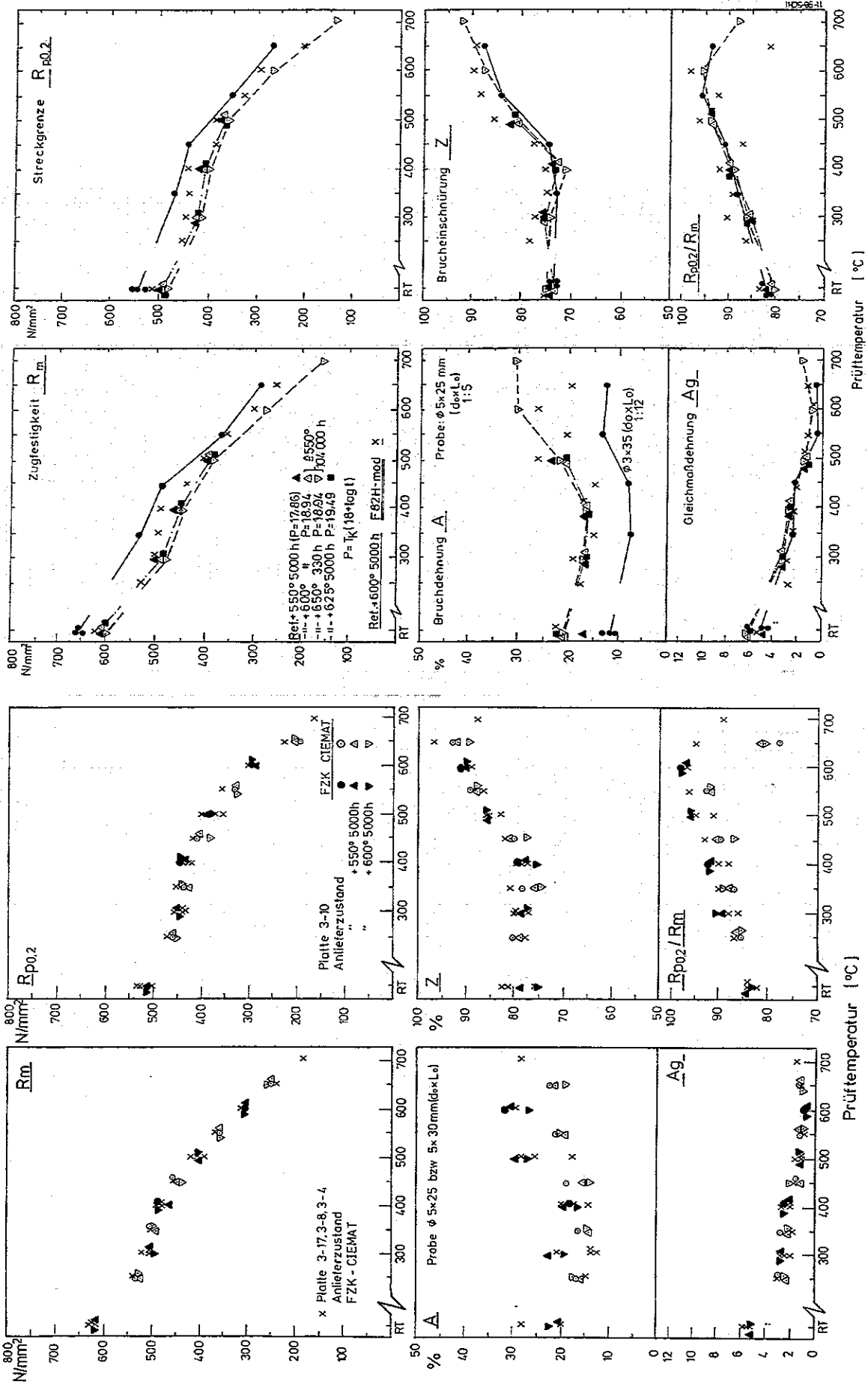


Bild 23: Zugfestigkeitseigenschaften in Abhängigkeit von der Stabilisierungsglühlung [Alterung]

EUROFER Anlieferungszustand (980°+740°) Chg.83699 Ø100mm ●  
 --" (980°+760°) 83698 14mm ▲  
 1075°30'/L+750°2h/L Ø100mm ○  
 --" + --" 14mm △  
 950°30'/L+750°2h/L 14mm X

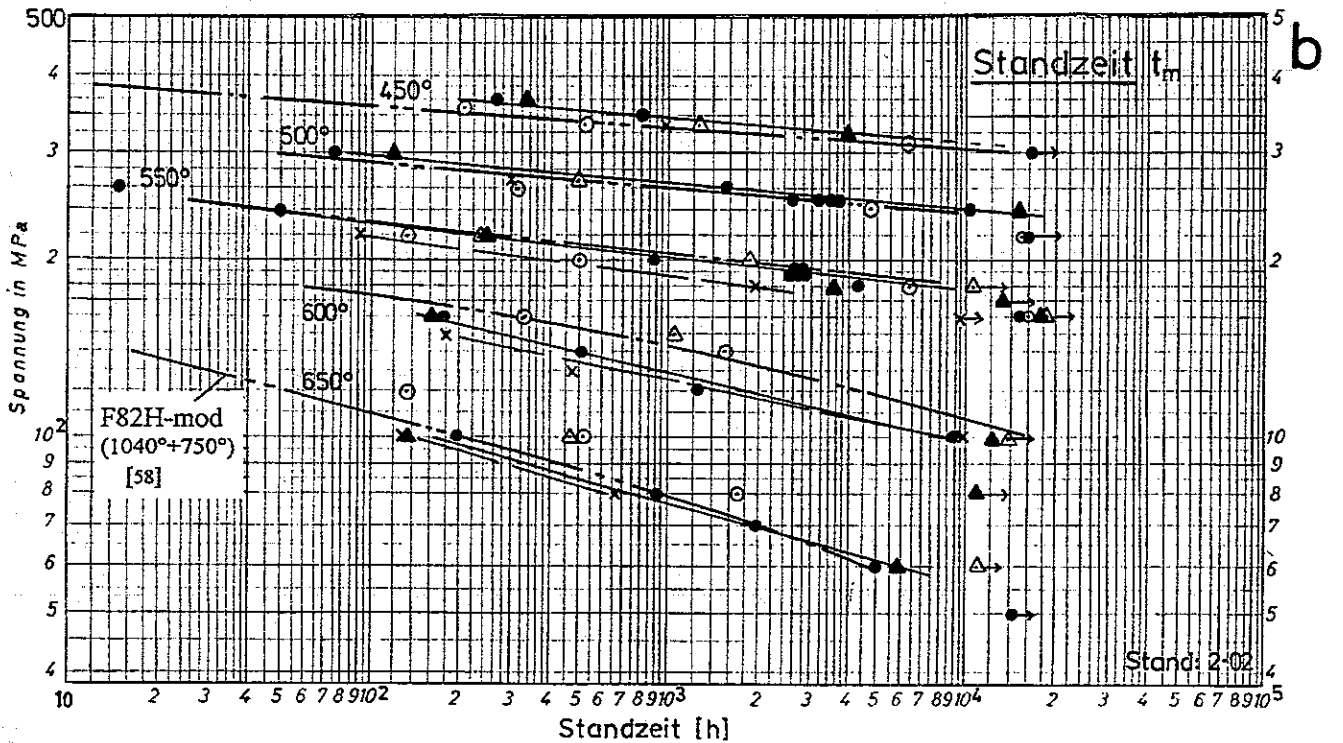
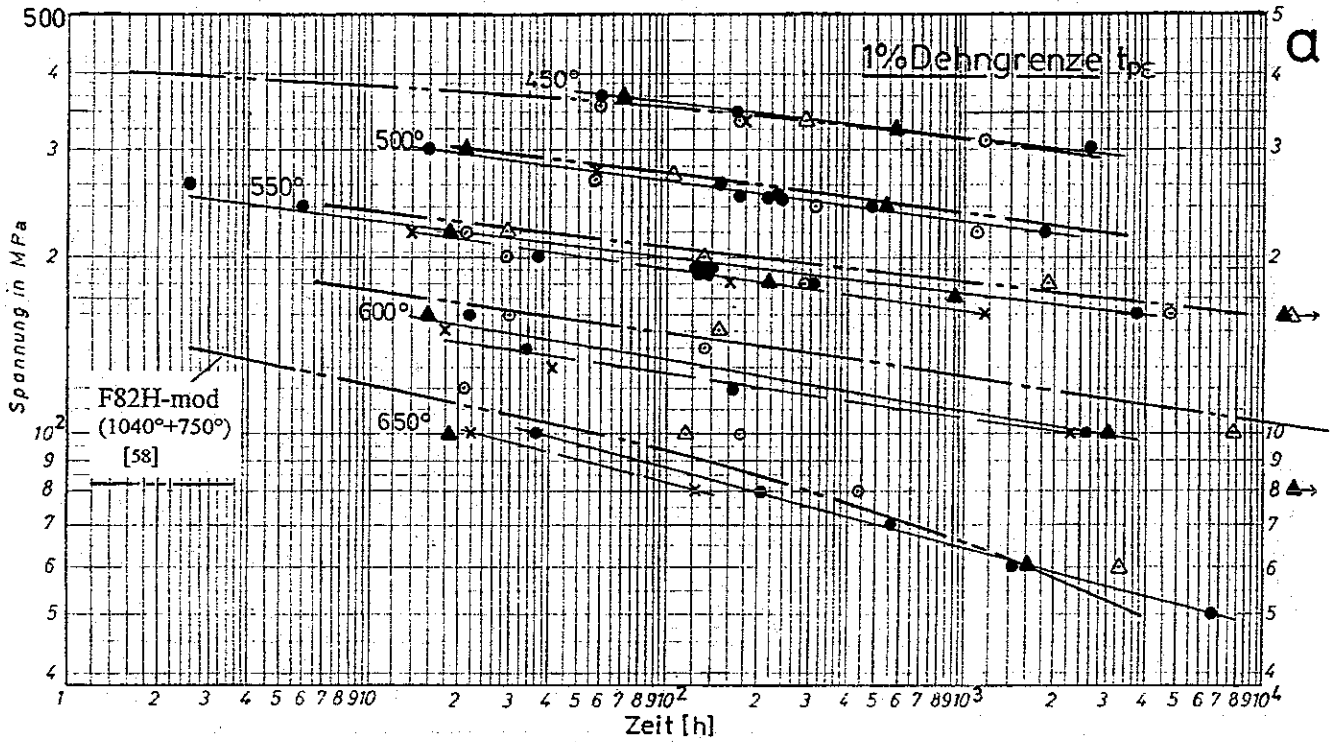


Bild 24 a,b :Einfluss der Vergütungsbehandlung und Halbzeugabmessung  
 auf 1%-Dehngrenze und Standzeit.

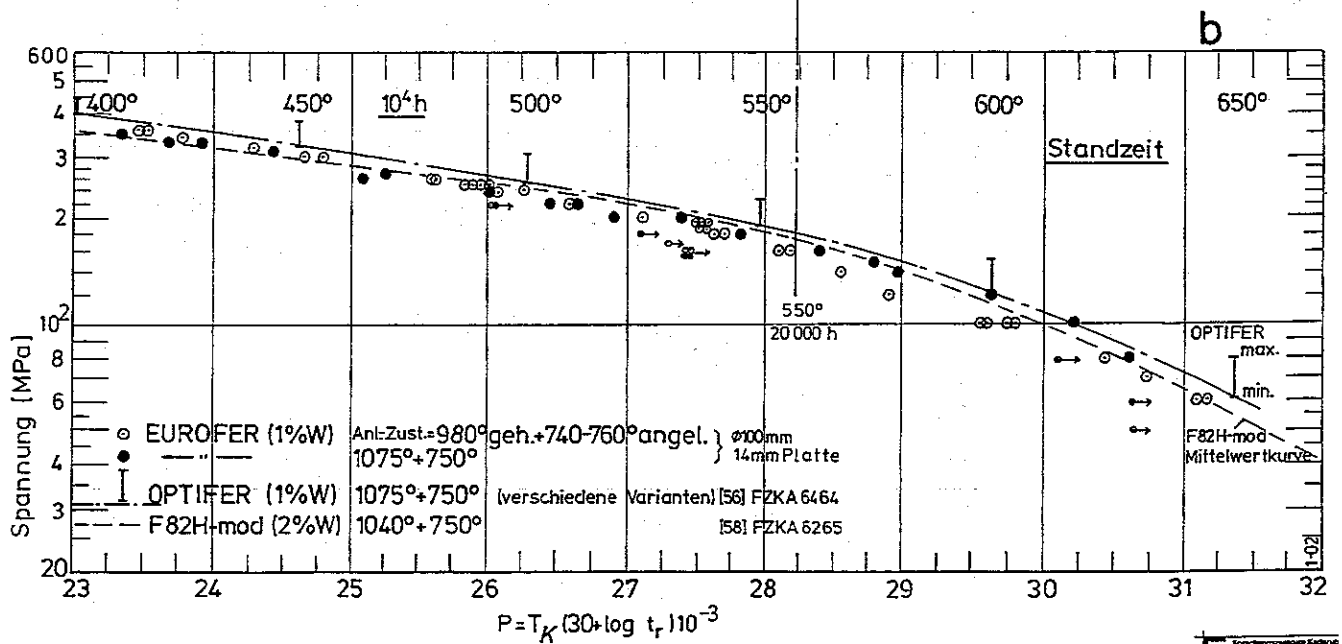
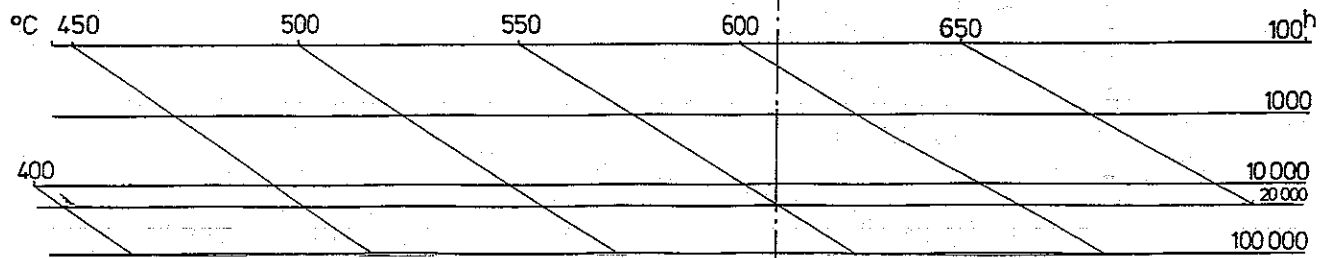
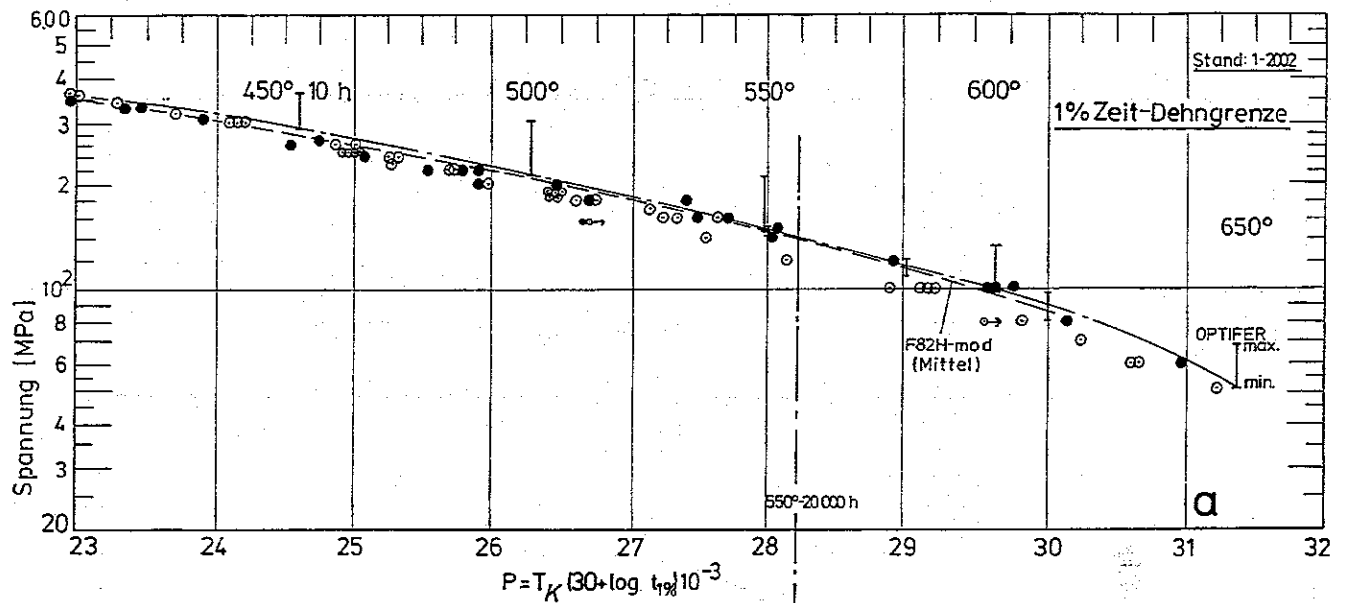


Bild 25: Zeitstand-Hauptkurve (Larson-Miller-Parameter)

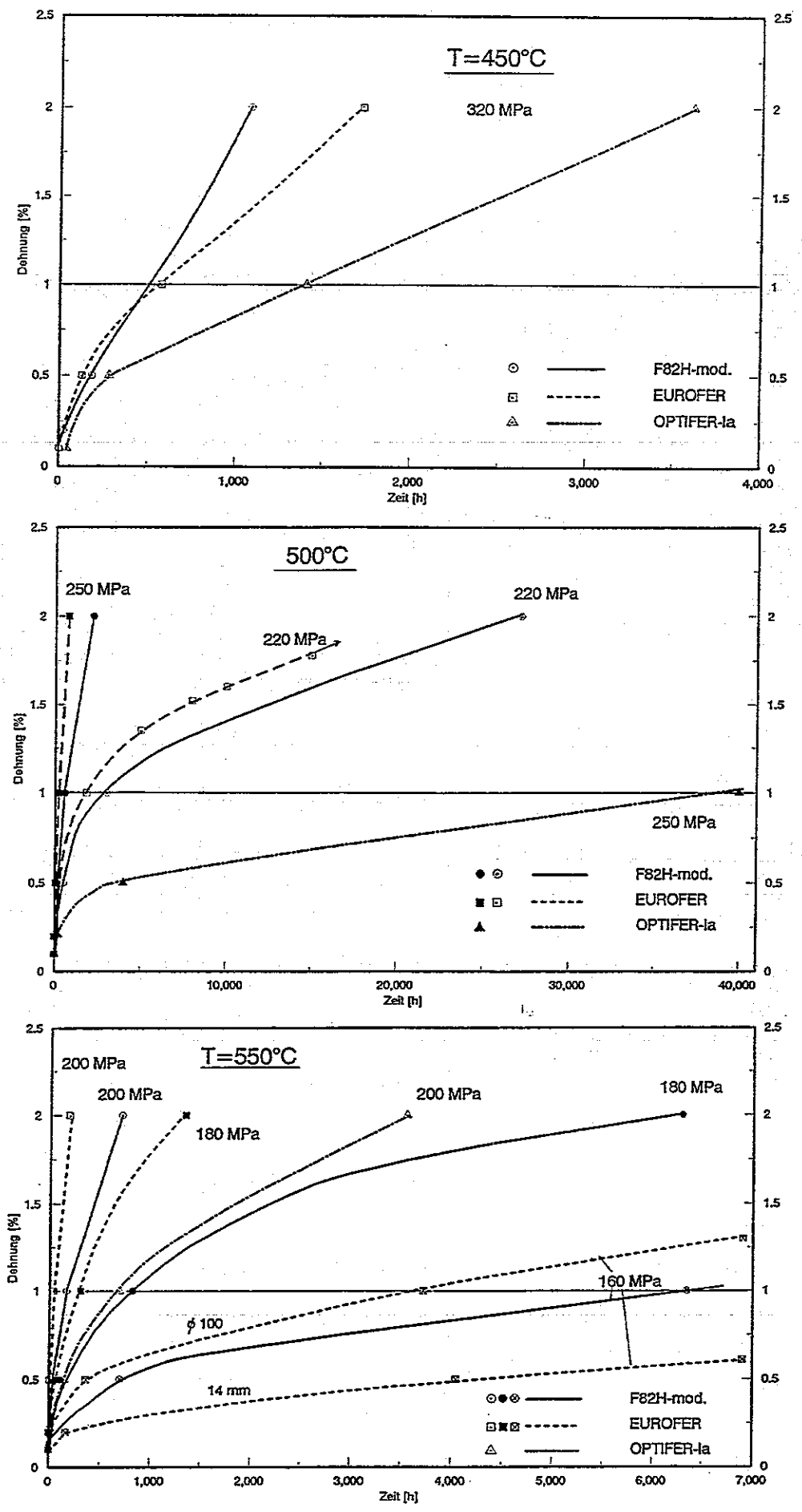


Bild 26: Vergleich des Kriechverlaufes im primären Kriechbereich

Legierung:  
**EUROFER'97**

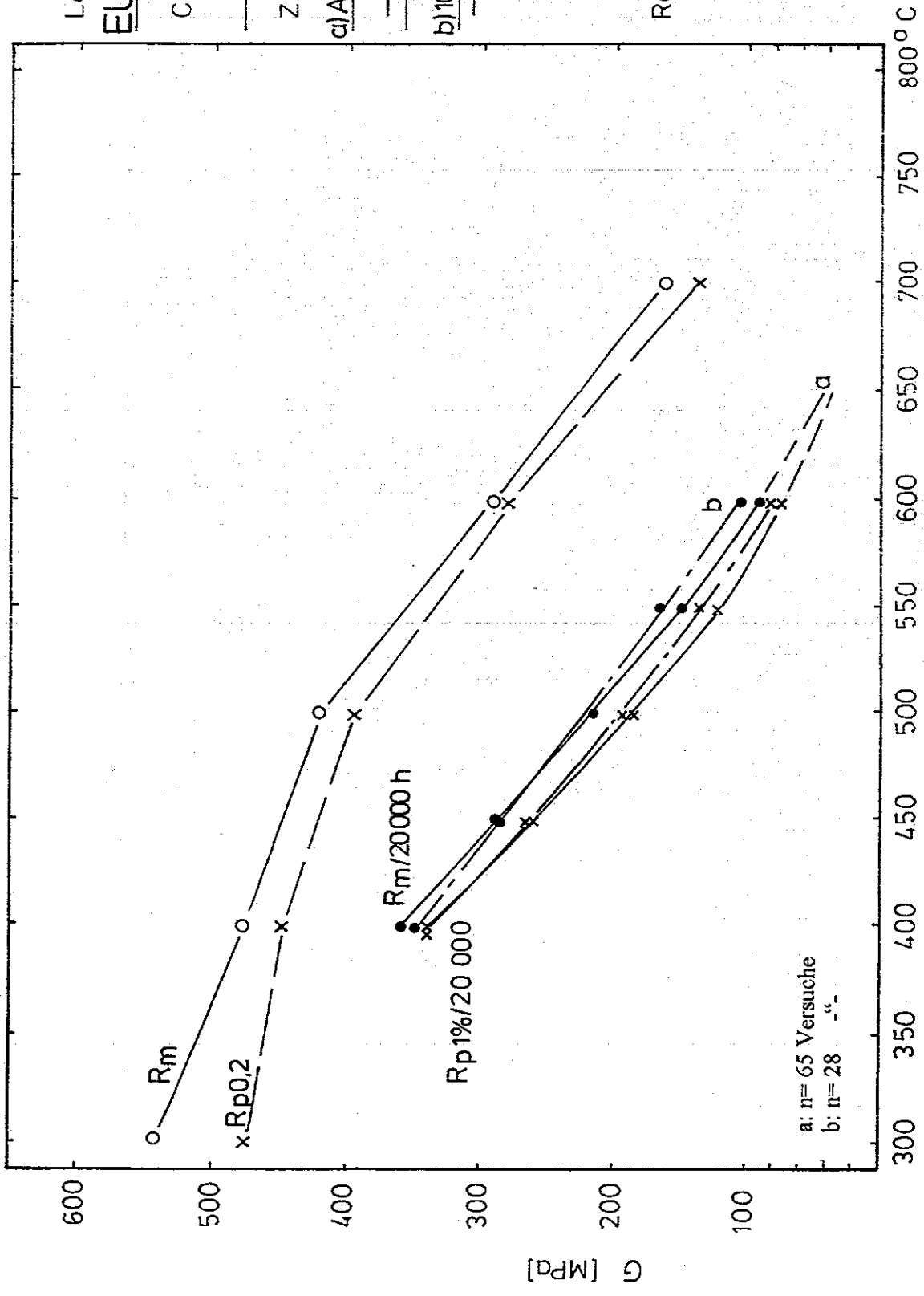
Charge: 83 698  
83 699

Zustand:

a) Anl.: 980°  
+740-760°

b) 1075°+750°

Ref.: FZKA 6707

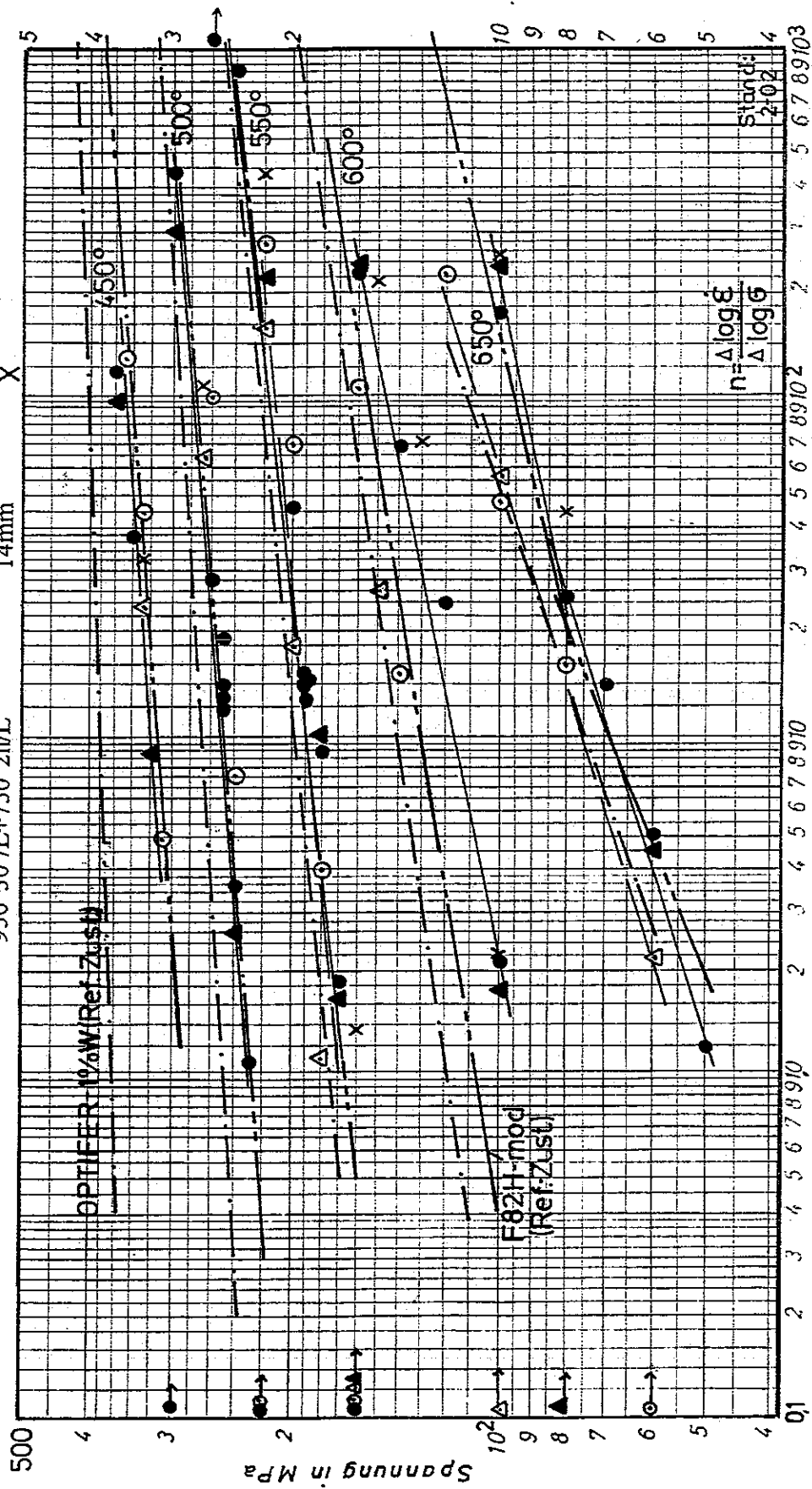


Forschungszentrum Karlsruhe  
Technik und Umwelt  
Institut für Metallforschung I

2-02 -5011

Bild 27: Temperaturabhängigkeit der Zugfestigkeit, 0,2 Grenze und Zeitstandfestigkeit und 1% Zeit-Dehngrenze

EUROFER Anlieferungszustand (980°+740°) Chg.83699 Ø100mm ●  
 " " (980°+760°) 83698 14mm ▲  
 1075°30'/L+750°2h/L Ø100mm ○  
 " " + " " 14mm △  
 950°30'/L+750°2h/L 14mm X



$\dot{\epsilon}_p \text{min} \cdot 10^6 / \text{h (abs)}$

Bild 28: Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung.

Einfluss der Vergütungsbehandlung und Vergleich mit OPTIFER-1W und F82H-mod



EUROFER (Ø100mm) Chg.E83699

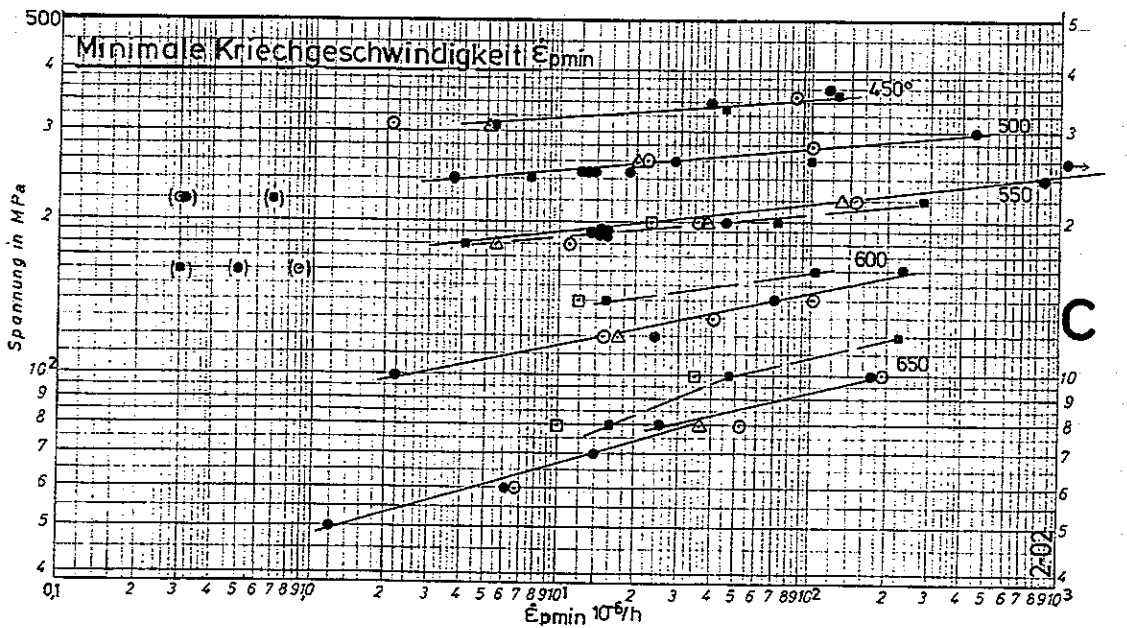
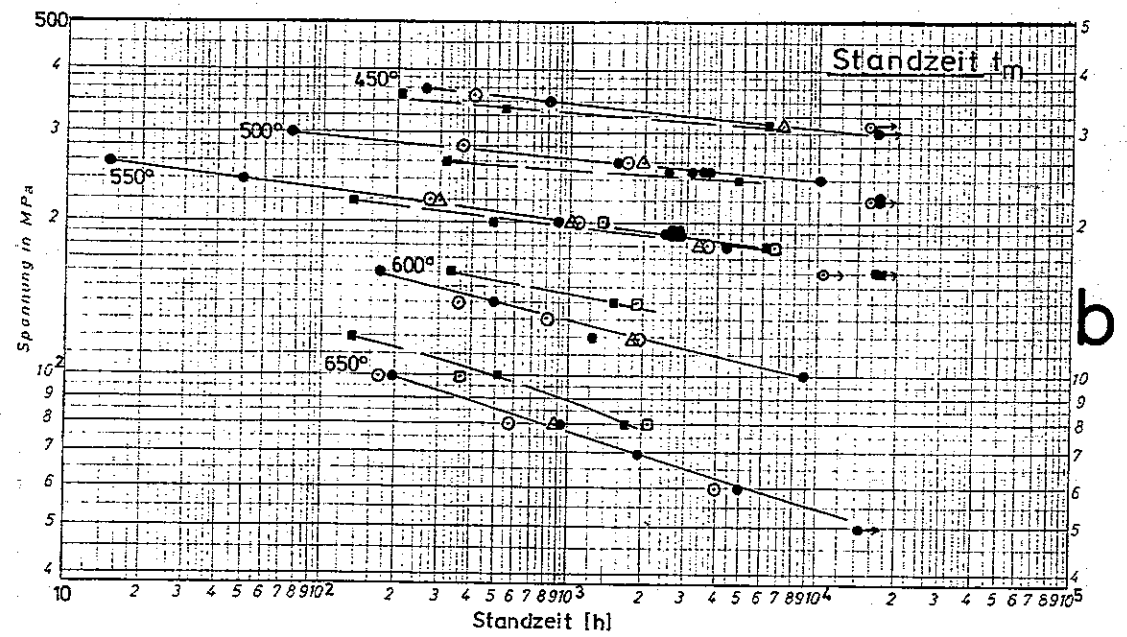
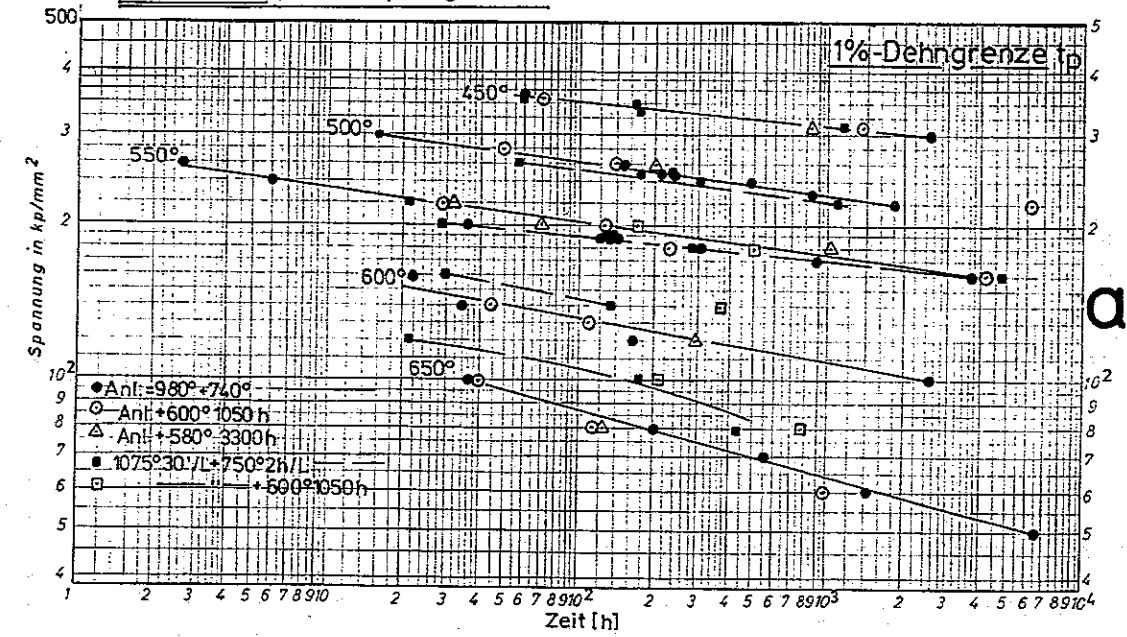
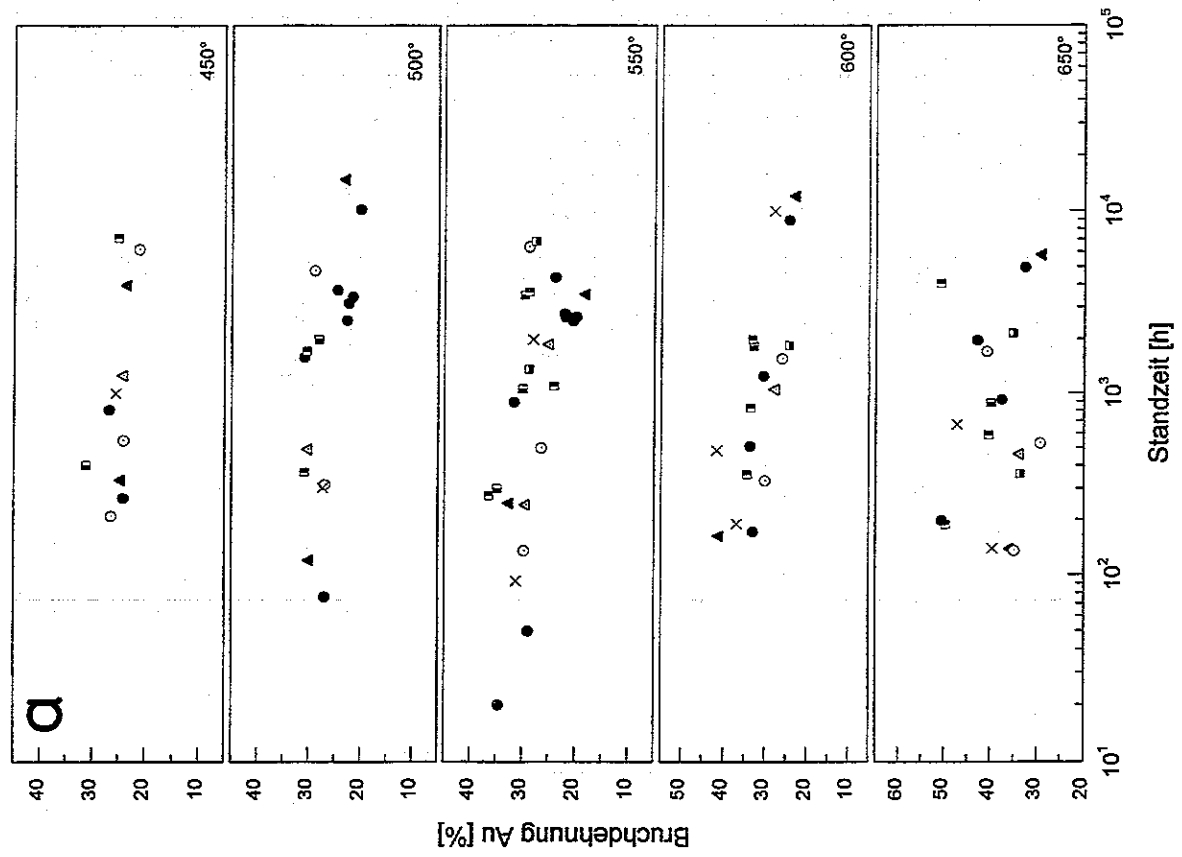


Bild 29 a-c Einfluss der Stabilisierungsglühen

**EUROFER** Einfluss der Stabilisierungsübungen



- 2100-AuI=9807'geh. → 740'uegpl.
- 2100-AuI=9887'geh. → 760'uegpl.
- △ 14mm-1075'geh. → 750'uegpl.
- 14mm-850'geh. → 750'uegpl.
- × 2100-AuI=800'geh. → 600'uegpl.
- 2100-AuI=800'geh. → 600'uegpl.
- 2100-AuI=800'geh. → 600'uegpl.
- × 2100-AuI=800'geh. → 600'uegpl.

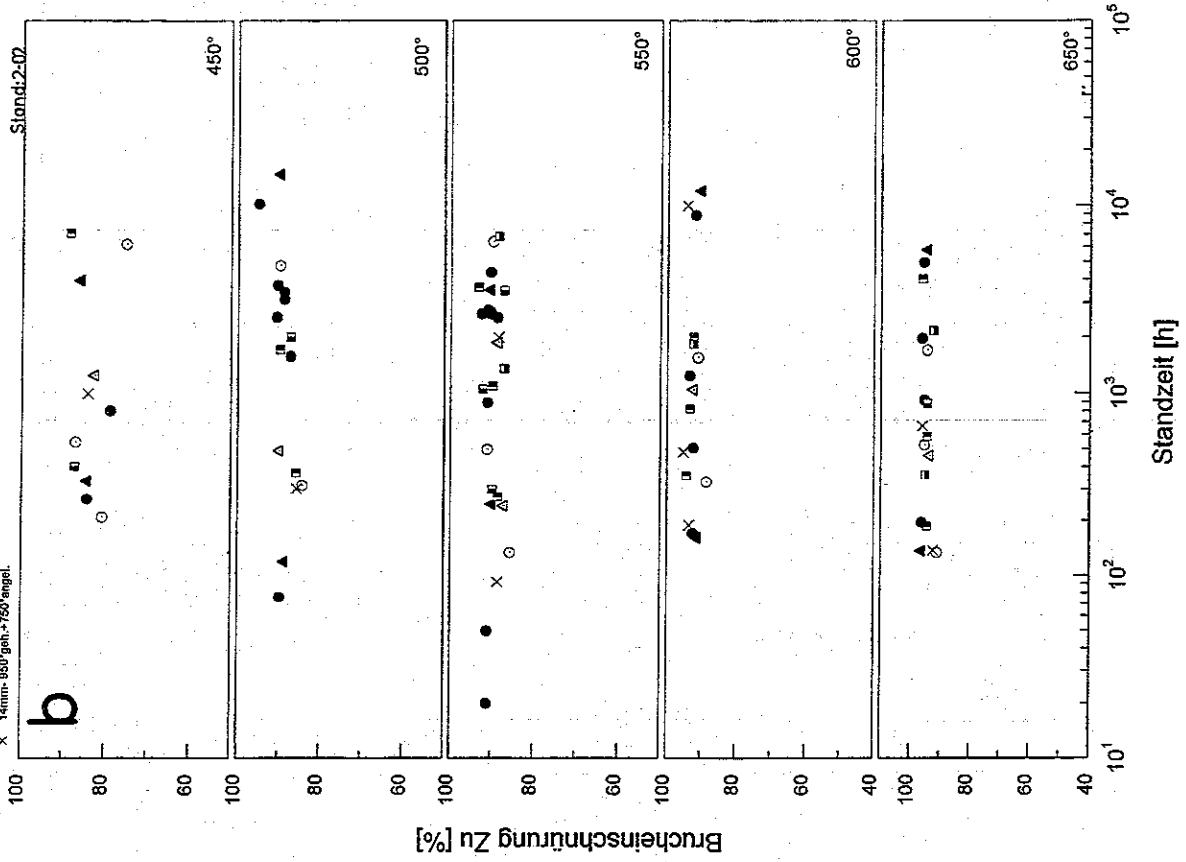
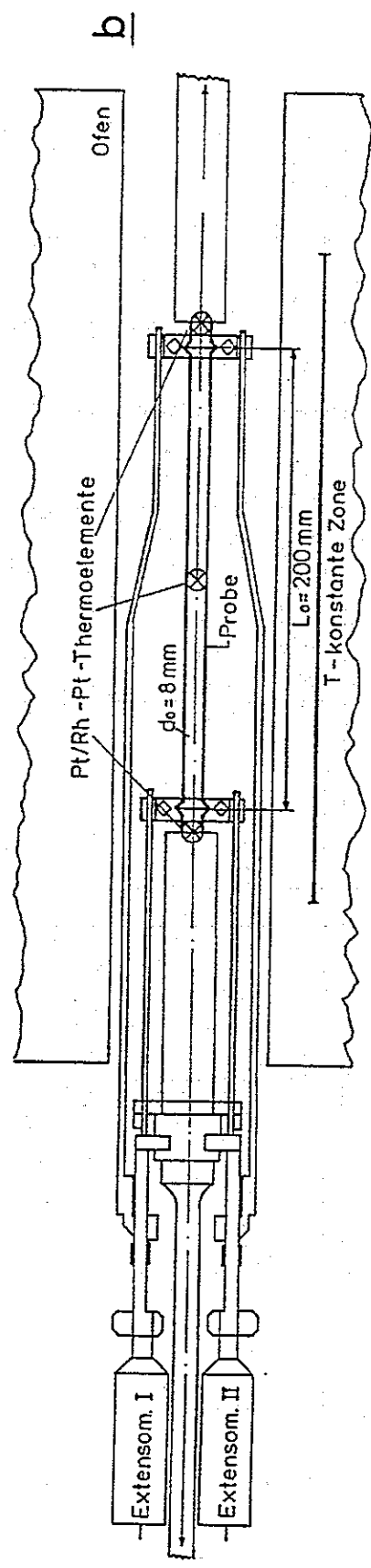
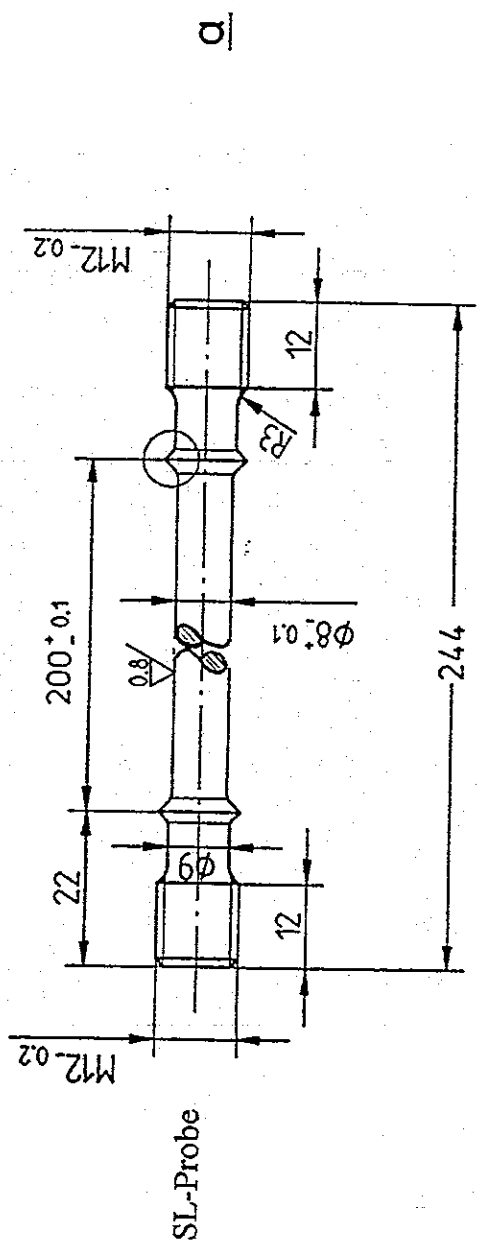
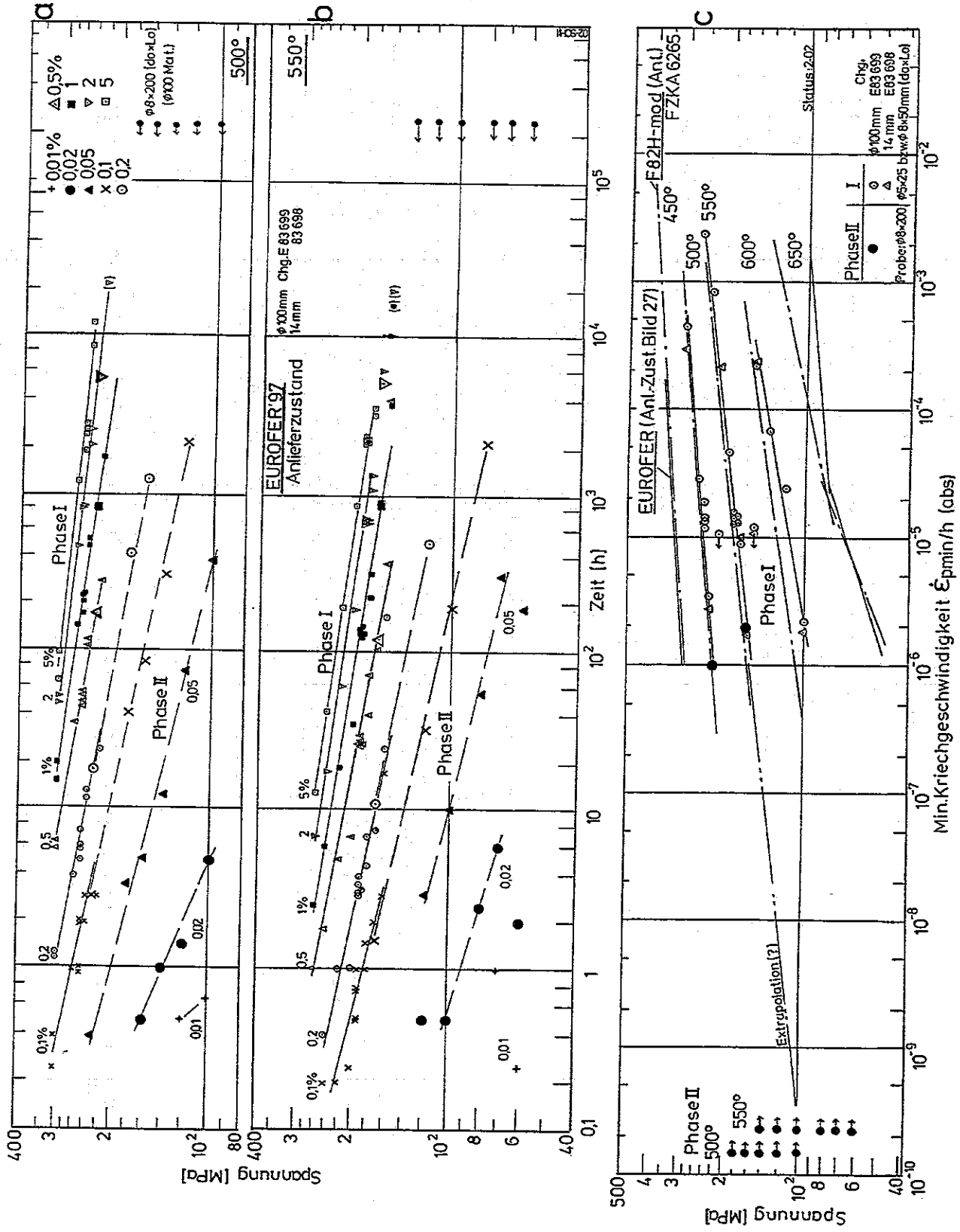


Bild 30 a,b : Bruchdehnung und Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit.



**Bild 31:** Probe und Teststrecke für Langzeitkriechversuche bei niedrigen Spannungen



**Bild 32:** Dehngrenzen und minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchszeit.  
 (Stand der Kriechversuche im niedrigen Spannungsbereich bis 2-2002)

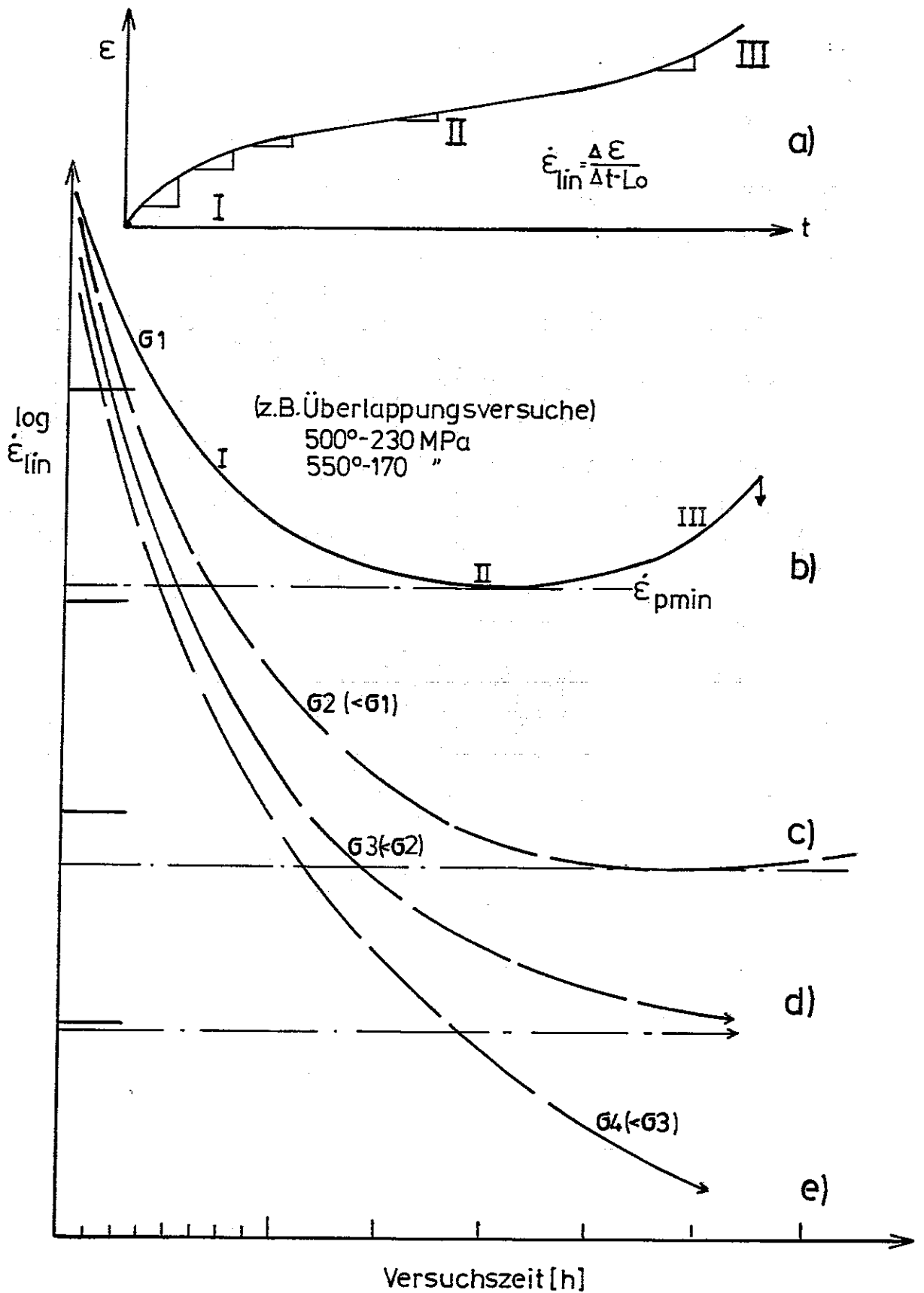


Bild 33: Schematische Darstellung des Kriechverlaufes

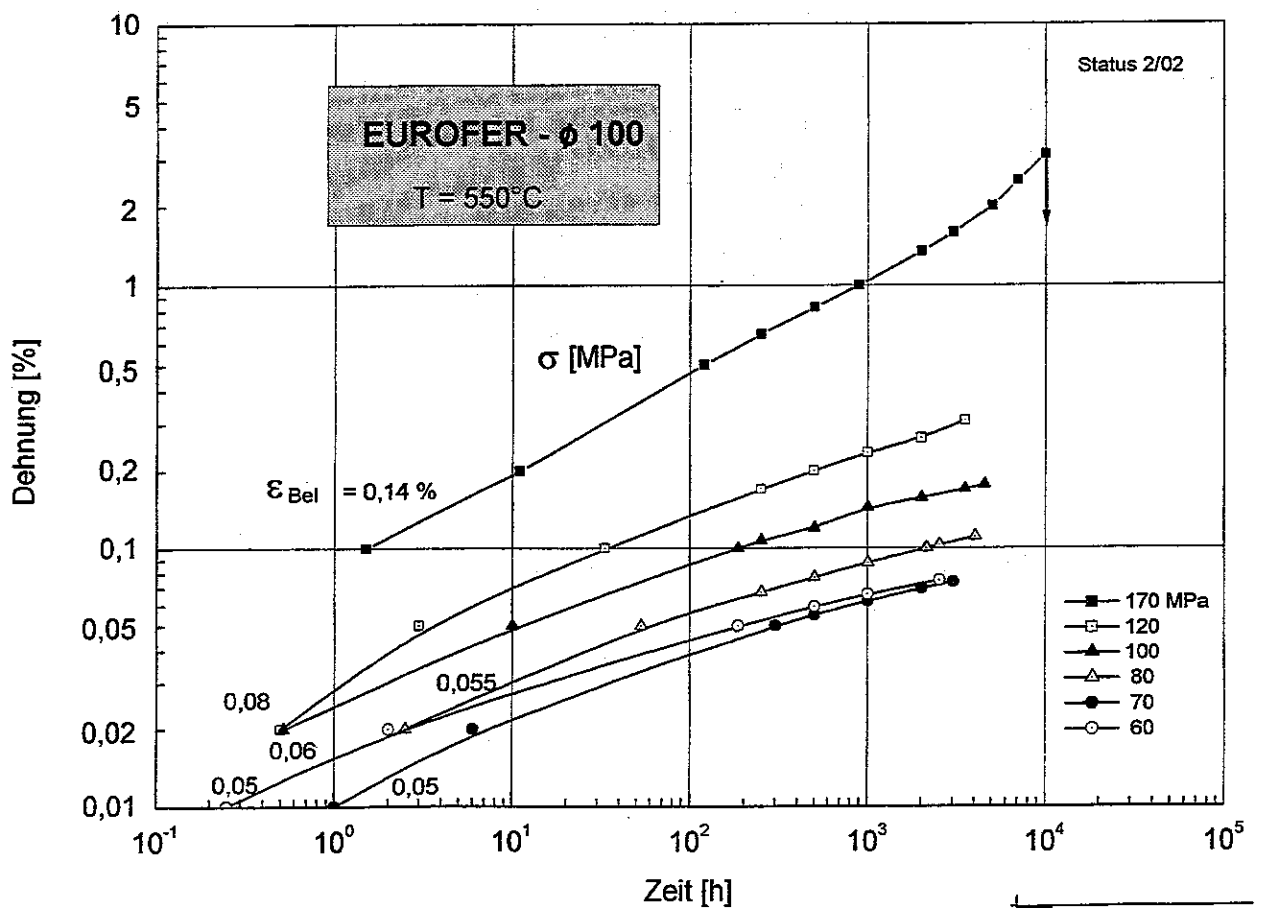
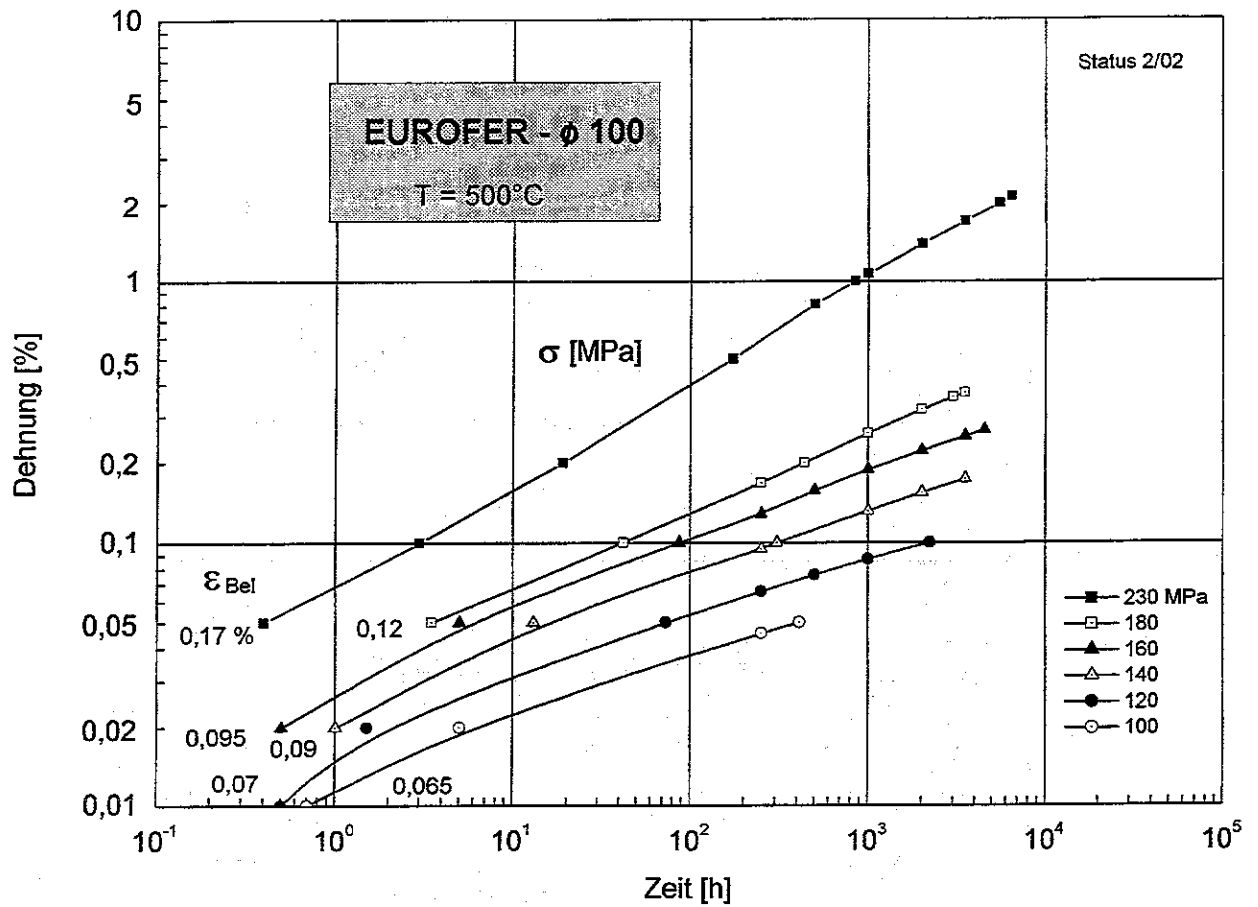


Bild 34 a+b: Stand des Kriechverlaufes der Langzeit-Kriechversuche

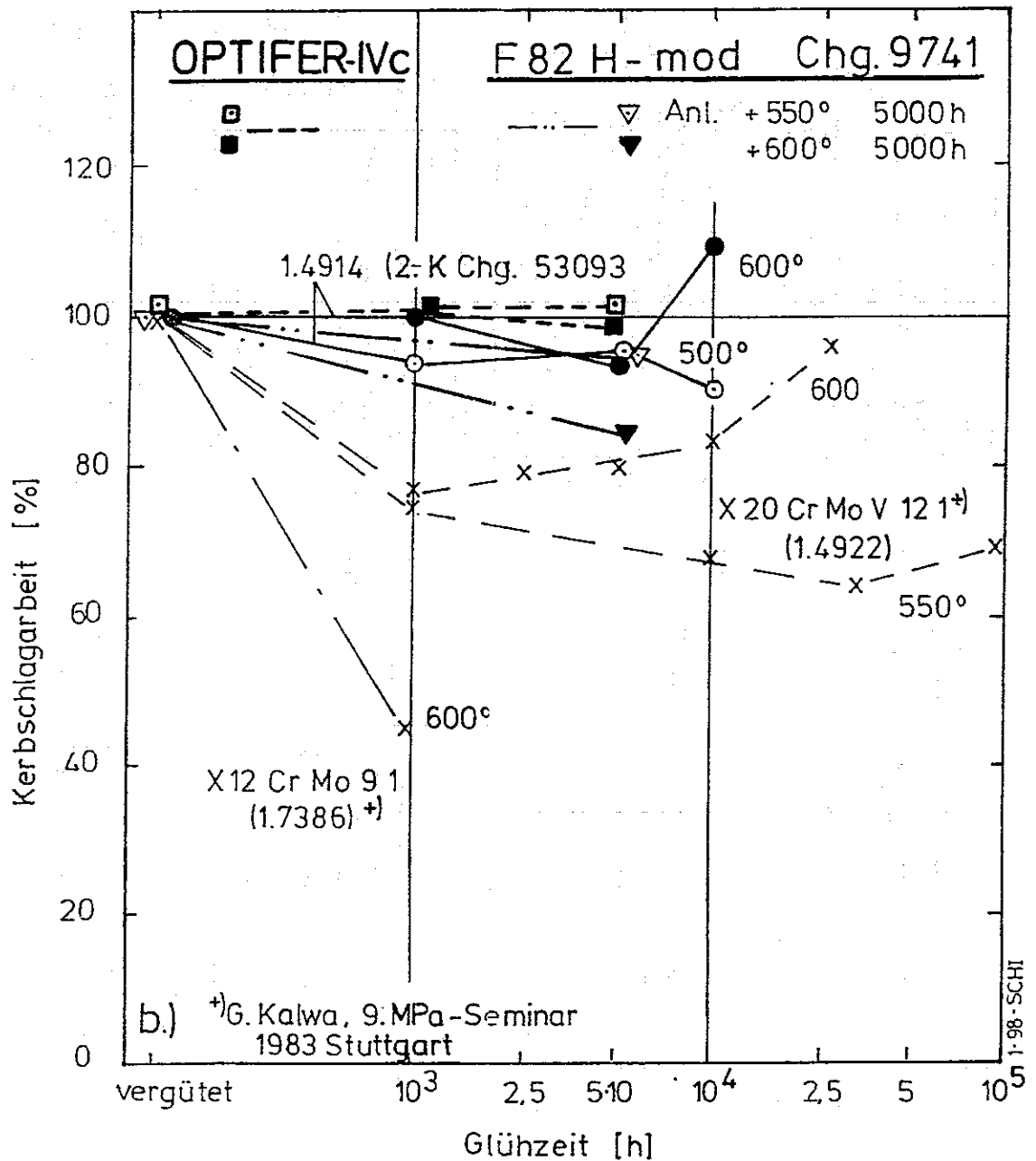


Bild 35: Änderung der Kerbschlagzähigkeit bei RT in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei 500-600°C

|        |     |         |     |         |     |         |      |      |
|--------|-----|---------|-----|---------|-----|---------|------|------|
| CEA-S. | 2/1 | IMF III | 2/4 | IMF III | 2/7 | IMF III | 2/10 |      |
| CEA-S. | 2/2 | IMF III | 2/5 | IMF III | 2/8 | IMF III | 2/11 |      |
| CEA-S. | 2/3 | IMF III | 2/6 | IMF III | 2/9 | IMF III | 2/12 |      |
|        |     |         |     |         |     |         |      | 2390 |
|        |     |         |     |         |     |         |      | 500  |

Plate-No. 2  
Heat-No. E 83 698

|         |      |         |       |        |       |        |       |      |
|---------|------|---------|-------|--------|-------|--------|-------|------|
| CEA-S.  | 66/9 | CEA-S.  | 66/10 | CEA-S. | 66/11 | IMF II | 66/12 |      |
| CEA-S.  | 66/5 | CEA-S.  | 66/6  | CEA-S. | 66/7  | IMF II | 66/8  |      |
| FZK-IRS | 66/1 | FZK-IRS | 66/2  | NRG    | 66/3  | NRG    | 66/4  |      |
|         |      |         |       |        |       |        |       | 2160 |
|         |      |         |       |        |       |        |       | 600  |

Plate-No. 66  
Heat-No. E 83 698

|        |     |         |     |         |     |      |      |      |
|--------|-----|---------|-----|---------|-----|------|------|------|
| CEA-S. | 1/1 | ENE-Br. | 1/4 | ENE-Br. | 1/7 | NRG  | 1/10 |      |
| IRS    | 1/2 | ENE-Br. | 1/5 | ENE-Br. | 1/8 | Res. | 1/11 |      |
| IRS    | 1/3 | ENE-Br. | 1/6 | ENE-Br. | 1/9 | Res. | 1/12 |      |
|        |     |         |     |         |     |      |      | 2400 |
|        |     |         |     |         |     |      |      | 600  |

1,5mm

Plate-No. 1  
Heat-No. E 83 698

|        |      |         |      |         |      |           |       |      |
|--------|------|---------|------|---------|------|-----------|-------|------|
| CEA-G. | 77/1 | ENE-Br. | 77/5 | ENE-Ca. | 77/7 | Res. (FZ) | 77/9  |      |
|        |      | ENE-Br. | 77/6 | ENE-Ca. | 77/8 | Res.      | 77/10 |      |
|        |      | FZK-IRS | 77/2 | FZK-IRS | 77/3 | Res.      | 77/4  |      |
|        |      |         |      |         |      |           |       | 2310 |
|        |      |         |      |         |      |           |       | 600  |

Plate-No. 77  
Heat-No. E 83 698

|         |     |     |     |        |     |        |     |      |
|---------|-----|-----|-----|--------|-----|--------|-----|------|
| ENE-Br. | 3/7 | NRG | 3/2 | CIEMAT | 3/8 | CIEMAT | 3/9 | Res. |
|         |     |     |     |        |     |        |     | 370  |
|         |     |     |     |        |     |        |     | 600  |
|         |     |     |     |        |     |        |     | 600  |
|         |     |     |     |        |     |        |     | 1000 |

Plate-No. 3

|        |     |        |     |        |     |        |     |         |     |         |     |      |      |
|--------|-----|--------|-----|--------|-----|--------|-----|---------|-----|---------|-----|------|------|
| CEA-S. | 1/3 | CEA-S. | 1/4 | CEA-S. | 1/5 | CEA-S. | 1/6 | ENE-Br. | 1/7 | ENE-Br. | 1/8 | CE.  | 1/13 |
|        |     |        |     |        |     |        |     |         |     |         |     | 400  |      |
|        |     |        |     |        |     |        |     |         |     |         |     | 800  |      |
|        |     |        |     |        |     |        |     |         |     |         |     | 1000 |      |
|        |     |        |     |        |     |        |     |         |     |         |     | 500  |      |

Plate-No. 1  
Heat-No. E 83 694

|        |     |       |      |        |      |         |      |         |      |      |
|--------|-----|-------|------|--------|------|---------|------|---------|------|------|
| CEA-S. | 4/9 | IMF I | 4/10 | IMF II | 4/11 | IMF III | 4/12 | ENE-Br. | 4/13 |      |
| CEA-S. | 4/1 | IMF I | 4/3  | IMF II | 4/5  | IMF III | 4/7  | NRG     | 4/14 |      |
| CEA-S. | 4/2 | IMF I | 4/4  | IMF II | 4/6  | IMF III | 4/8  | Res.    | 4/15 |      |
|        |     |       |      |        |      |         |      |         |      | 2570 |
|        |     |       |      |        |      |         |      |         |      | 500  |

Plate-No. 4

|         |     |         |     |         |     |            |     |            |     |            |     |            |     |     |     |       |      |
|---------|-----|---------|-----|---------|-----|------------|-----|------------|-----|------------|-----|------------|-----|-----|-----|-------|------|
| FZK-IRS | 2/1 | FZK-IRS | 2/2 | FZK-IRS | 2/3 | FZK-IMF II | 2/4 | FZK-IMF II | 2/5 | FZK-IMF II | 2/6 | FZK-IMF II | 2/7 | NRG | 2/8 | IMF I | 2/9  |
|         |     |         |     |         |     |            |     |            |     |            |     |            |     |     |     |       | 1200 |
|         |     |         |     |         |     |            |     |            |     |            |     |            |     |     |     |       | 400  |
|         |     |         |     |         |     |            |     |            |     |            |     |            |     |     |     |       | 400  |
|         |     |         |     |         |     |            |     |            |     |            |     |            |     |     |     |       | 400  |
|         |     |         |     |         |     |            |     |            |     |            |     |            |     |     |     |       | 280  |

25mm

Plate-No. 2  
Heat-No. E 83 697

Bild 36: Aufteilung der EUROFER-Platten für die europäischen Labors.

Marking on bottom right corner, direction of last roll indicated ← WR ⇒



# Anhang A

## Die historisch-empirische Entwicklung des Gefügediagrammes der Cr-Ni-Stähle

Manfred Schirra

Die historisch-empirischen Entwicklungsschritte des Cr-Ni-Gefügediagrammes werden anhand von Originalarbeiten dargestellt und einige Literaturhinweise der letzten Jahrzehnte richtiggestellt. Eigene Ergebnisse an zahlreichen Schmelzen eines CrNiMoVNB-Stahles mit 9–14 % Chrom dürften zum Auftreten von  $\delta$ -Ferrit im kritischen Bereich des Cr-Äquivalents von 12–18 und des Ni-Äquivalents von 4–8 wertvolle Hinweise geben. Insbesondere das empirische Zustandekommen sollte zu einer pragmatischen Betrachtungsweise und Handhabung des Schaubildes führen.

**Historischer Ablauf.** Das Gefügediagramm der Cr-Ni-Stähle erlaubt in gewissem Rahmen eine Voraussage, welches Gefüge sich bildet; insbesondere zum Auftreten des  $\delta$ -Ferritgehaltes in Abhängigkeit vom Cr- und Ni-Gehalt und unter Berücksichtigung weiterer Legierungselemente. Es erscheint sinnvoll, an dieser Stelle einmal auf den historischen Ablauf einzugehen, der zum heutigen Stand dieses Diagrammes führte: Die erste Darstellung erfolgte 1920 durch Strauss/Maurer im Zusammenhang mit der Entwicklung des 18/8 Cr-Ni-Stahles V2A durch Krupp<sup>1)</sup>.

Diese, als *Maurer-Diagramm* bekannt gewordene Darstellung, Bild 1, zeigt, mit dem Cr-Gehalt als Abszisse und dem Ni-Gehalt als Ordinate, vier Gefügegruppen und bildet praktisch den linken Teil des heute bekannten Diagramms. Bei der Aufstellung des Bildes haben die Autoren auch metallographische Befunde von Guillet und Giesen<sup>2)</sup> berücksichtigt. Einschränkend wird allerdings damals schon gesagt: „Die Grenzlinien sind natürlich in Wirklichkeit in der angegebenen Schärfe nicht vorhanden. Auch

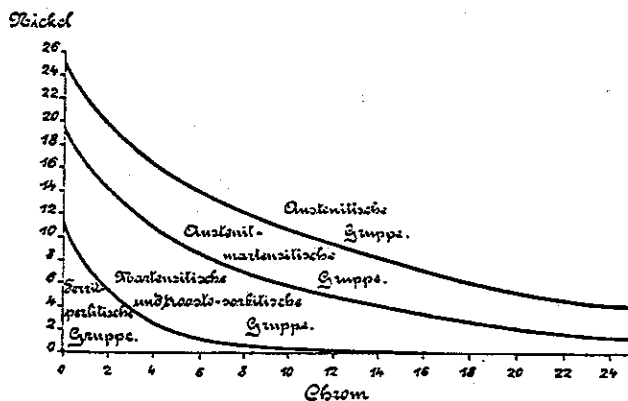


Bild 1. Diagramm der quarternären Cr-Ni-Stähle

variierte der Kohlenstoffgehalt bei unseren Stählen von 0,1–0,5 %.“

Dieses Urdiagramm wurde von Scherer-Riedrich-Hoch 1939 durch Untersuchungen an 22 Versuchslegierungen zum Studium des Kornzerfalls modifiziert<sup>3)</sup>. Das Material der Versuchslegierungen war auf 3 mm gewalzt und von 1050 °C an Luft abgekühlt worden. Die Ergebnisse der Gefügeuntersuchungen erweiterten bzw. ergänzten das Maurer-Diagramm auf der Chromskala auf der rechten Seite zu höheren Chromgehalten hin, Bild 2.

Dieses, oft fälschlicherweise als *Schaeffler-Diagramm* bezeichnete Bild, war der Ausgangspunkt für mehrere Arbeiten von A. L. Schaeffler. Aufbauend auf seiner Dissertation von 1944<sup>4)</sup>, veröffentlichte er 1947 eine später vielfach zitierte Arbeit<sup>5)</sup> über umfangreiche Gefügeuntersu-

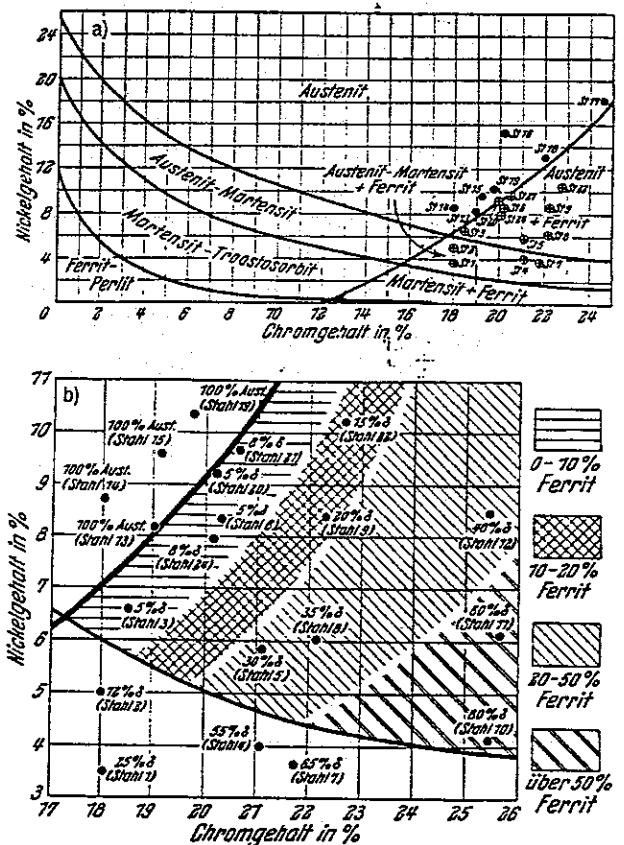
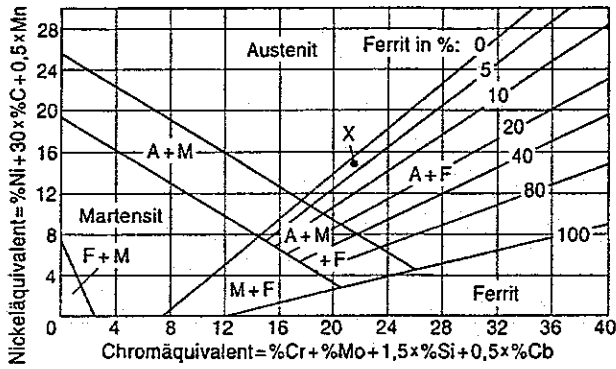


Bild 2. a) Gefügeschaubild der Cr-Ni-Stähle  
b) Gefügezusammensetzung der Cr-Ni-Stähle innerhalb des Austenit-Ferrit-Gebietes (Ausschnittvergrößerung)



**Bild 3.** Zustandsschaubild von Schweißgut aus nichtrostendem Stahl

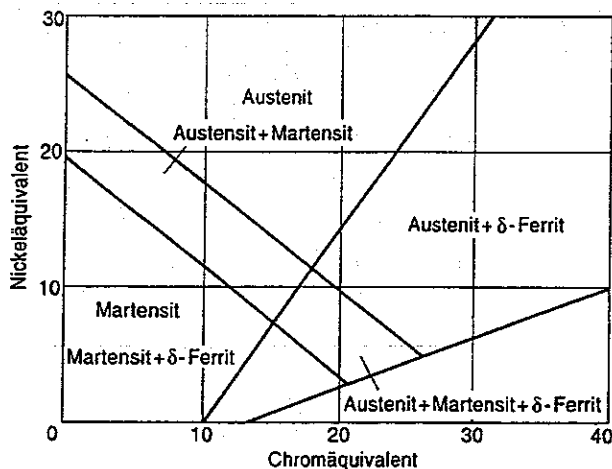
chungen an einer größeren Anzahl von Schweißverbindungen (8 austenitische Elektroden mit 2 Basismaterialien). Ausgehend von Bild 2 (Scherer et al.), das er originalgetreu übernahm, stellte er für die von ihm untersuchten Schweißverbindungen 11 verschiedene Gefügediagramme auf.

Dabei wurden die Gefügebefunde allerdings nicht mehr nur in Abhängigkeit von dem jeweiligen Chrom- und Nickelgehalt aufgetragen, sondern auch die Wirkung weiterer Legierungselemente berücksichtigt. Die verschiedenen Legierungselemente wurden mit entsprechenden Faktoren versehen. Unter Einbeziehung vorangegangener Arbeiten von Newell-Fleischmann, Post-Eberly, Thielemann und Campbell-Thomas schlug Schaeffler folgende Form der Cr- und Ni-Äquivalente vor:

$$\text{Cr-Äquivalent} = \text{Cr} + 2,5 \text{ Si} + 1,8 \text{ Mo} + 2 \text{ Nb} \quad (1)$$

$$\text{Ni-Äquivalent} = \text{Ni} + 0,5 \text{ Mn} + 30 \text{ C} \quad (2)$$

D. h., im neuen Cr-Ni-Gefügediagramm erscheint auf der Abszisse das Cr-Äquivalent (Ferrit-Bildner) und auf der Ordinate das Ni-Äquivalent (Austenit-Bildner). Dieses Diagramm stellte er in einer 1949 veröffentlichten Arbeit vor<sup>6)</sup>. Aufgrund zahlreicher zusätzlicher Untersuchungen modifizierte er in dieser Arbeit sowohl einige Gefügemultiplikatoren als auch die Gefügebereiche gegenüber seiner



**Bild 4.** Abgeändertes Schaeffler-Diagramm nach H. Schneider<sup>7)</sup>

1947 erschienenen Arbeit, so daß nun folgendes Diagramm und folgende Form der Cr-Ni-Äquivalente vorlagen, Bild 3:

$$\text{Cr-Äquivalent} = \text{Cr} + 1,5 \text{ Si} + \text{Mo} + 0,5 \text{ Nb} \quad (3)$$

$$\text{Ni-Äquivalent} = \text{Ni} + 0,5 \text{ Mn} + 30 \text{ C} \quad (4)$$

1960 erschien eine ebenfalls oft zitierte Arbeit von H. Schneider<sup>7)</sup>. Diese Arbeit beschreibt Untersuchungen an einem 12%-Cr-Stahlguß. Ohne weitere Quellenangaben wird darin ein Gefügediagramm gezeigt, Bild 4, das gegenüber Bild 3 von Schaeffler lediglich eine Verschiebung der Linie M/M + δF und A/A + δF zeigt, die auf der Abszisse bei 10 beginnt. Für die Cr-Ni-Äquivalente galt folgende Form:

$$\text{Cr-Äquivalent} = \text{Cr} + 2 \text{ Si} + 1,5 \text{ Mo} + 0,5 \text{ Nb} \quad (5)$$

$$\text{Ni-Äquivalent} = \text{Ni} + \text{Co} + 0,5 \text{ Mn} + 30 \text{ C} + 7,5 \text{ Nb} \quad (6)$$

Bei den Faktoren für die einzelnen Legierungselemente fällt auf, daß Nb mit 0,5 bei Chrom und mit 7,5 bei Nickel steht.

Dagegen wird Schneider in der Arbeit von Briggs-Parker 1965<sup>8)</sup> in bezug auf die Cr-Ni-Äquivalente wie folgt zitiert und ergänzt durch weitere Elemente anderer Autoren:

|  |                                      |
|--|--------------------------------------|
| Schneider  | andere Autoren                       |
| $\text{Cr}_{\text{Äqu.}} = \text{Cr} + 2 \text{ Si}$ | $+ 5,5 \text{ Al} + 1,75 \text{ Nb}$ |
| $+ 1,5 \text{ Mo} + 5 \text{ V}$                     | $+ 1,5 \text{ Ti} + 0,75 \text{ W}$  |

(7)

$$\text{Ni}_{\text{Äqu.}} = \text{Ni} + 0,5 \text{ Mn} + 30 \text{ C} + \text{Co} + 0,3 \text{ Cu} + 25 \text{ N} \quad (8)$$

H. Ornig wiederum behandelt in einer 1968 erschienenen Arbeit Aufbau-Anwendung und Genauigkeit des Schaeffler-Diagrammes anhand einiger Schweißverbindungen<sup>9)</sup>. Er zitiert zwar die Arbeit<sup>5)</sup>, benützt aber das Diagramm aus<sup>6)</sup> mit der Darstellung und den Cr-Ni-Äquivalenten nach den Gl. (3) und (4).

In einer Übersicht über hochwärmfeste 12%-Cr-Stähle<sup>10)</sup> zitiert H. Wisniowski 1969 das Diagramm von H. Schneider, die Cr-Ni-Äquivalente allerdings in der Vollständigkeit, wie sie von Briggs-Parker<sup>8)</sup> aufgeführt wurden (Gl. (7) und (8)).

In gleicher Weise wird dieses Diagramm von Honeycombe<sup>11)</sup> in seinem Buch 1981 dargestellt mit den Cr-Ni-Äquivalenten nach den Gl. (7) und (8)<sup>8)</sup>.

K. Anderko<sup>12)</sup> hat 1986 für die Elemente Ta, Hf, Ce, Zr u. Ge Faktoren für die Äquivalentberechnung abgeschätzt:

„Von verschiedenen Ansätzen, die ‚ferritisierende Kraft‘ der Legierungselemente mit den empirischen Faktoren F in der Formel zur Berechnung des Chromäquivalentes in Beziehung zu setzen, erwies sich die max. Konzentration, bis zu der die γ-Phase im binären Zustandsdiagramm mit Fe existent ist (Scheitelpunkt oder Vertex der γ-Schleife), als am brauchbarsten. In Fällen, bei denen die γ-Schleife nicht voll ausgebildet ist, da sie durch die Gleichgewichte des Fe-Mischkristalls mit einer intermediären Phase abgeschnitten wird, wurde eine ‚virtuelle Schleife‘ aus dem Verlauf der Gleichgewichtslinien bei niedrigen Legierungskonzentrationen extrapoliert (Fe-Nb, Fe-Ta, Fe-Hf).“

Diese chronologische Darstellung zeigt die rein empirische Entwicklung des Cr-Ni-Gefügediagrammes. Für die Anwendung und Genauigkeit gilt auch weiterhin die schon

von Maurer gemachte Einschränkung, die auch z. T. die anderen Autoren machen, daß die Grenzlinien in dieser Schärfe absolut nicht existieren, denn es handelt sich ja nicht um ein Gleichgewichtsdiagramm. Die hauptsächlich metallographisch bestimmten Gefügezusammensetzungen werden unter bestimmten Bedingungen erhalten. Von wesentlicher Bedeutung ist z. B., ob sich das Gefüge im Zusammenhang mit einer Schweißung bildet, oder ob eine Legierung als Block erschmolzen und durch Schmieden bzw. Walzen zu Halbzeugen weiterverarbeitet wird. So kann das Seigerungsverhalten der Elemente bei großen Schmiedeblocken oder Gußstücken zu Ungenauigkeiten in der Vorausberechnung des  $\delta$ -Ferrit-Gehaltes führen. Desweiteren steht der chemisch gebundene Anteil der verbindungs bildenden Elemente (Carbide-Nitride) nicht mehr der Äquivalentberechnung zur Verfügung. Auch ist letztlich die Bestimmung des  $\delta$ -Ferrit-Gehaltes von der Methode abhängig (metallographisch, magnetische Waage). D. h., die vorsätzliche Änderung einzelner Legierungselemente in engen Grenzen bietet keine absolute Gewähr zur Erreichung einer bestimmten Gefügezusammensetzung nach dem Diagramm bzw.  $\delta$ -Ferrit-Freiheit; vielmehr ist in einer Reihe von Versuchslegierungen der Trend vorgegeben. Daher scheint es auch unerheblich, ob bei der Berechnung der Cr-Ni-Äquivalente beispielsweise Si mit dem Faktor 2 oder 1,5 eingesetzt wird.

Die Verschiebung der Linie  $M/M + \delta$ -F bzw.  $A/A + \delta$ -F auf der Abszisse von 7 auf 10 durch Schneider, Bild 4, kann durch eigene Untersuchungen (KfK-IMF) an einer größeren Zahl von Varianten des CrNiMoVNb-Stahles 1.4914 bestätigt werden, Bild 5.

In der Regel handelt es sich um 25-kg-Chargen, die im Vakuum-Induktionsofen erschmolzen und im Vakuum-Lichtbogenofen umgeschmolzen und zu Vierkant-Stäben umgeschmiedet wurden (Firma Saarstahl-Völklingen). In einigen Fällen sind auch Chargen im Tonnen-Bereich hergestellt worden.

Bei einer Chargenreihe wurde bei sonst praktisch gleicher Zusammensetzung der Cr-Gehalt systematisch von 9–14 % abgestuft (o). Die metallographische Untersuchung ergab für die Chargen mit 9 bzw. 10 % Cr ein  $\delta$ -F-freies Gefüge, bei 11 % Cr fanden sich Spuren von  $\delta$ -Ferrit und die Chargen mit 12, 13 und 14 % Cr wiesen  $\delta$ -F-Anteile von 5 %, 20 % und 25 % auf.

16. Oktober 1992

schmiedet) wurden die chemische Zusammensetzung und der  $\delta$ -F-Anteil bestimmt.

Diese Gegenüberstellung zeigt, daß die chemische Zusammensetzung und somit die Lage der Äquivalentwerte im Diagramm sich nur unwesentlich ändert, wohingegen der  $\delta$ -F-Anteil sich deutlich erniedrigt.

Zwei weitere Chargen eines martensitischen 10%-CrMnWV-Stahles, die noch zusätzlich Ce + Ta bzw. Ta + Hf (< 1 %) enthielten, waren  $\delta$ -F-frei.

Tafel 2 gibt eine historische Übersicht der Gefügediagramme von Cr-Ni-Stählen. (U 28591)

#### Schrifttum

<sup>1)</sup> Strauss, B.; Maurer, E.: Kruppsche Monatshefte 1 (1920) August, S. 129/46.

Tafel 1. Auftreten von  $\delta$ -Ferrit in Abhängigkeit von den Schmelz- bzw. Erstarrungsbedingungen

| 1. Erschmelzung<br>(Vakuum-Induktionsofen)   | Umschmelzung<br>(Vakuum-Lichtbogenofen) |
|--|---|
| Charge B 696 $\bar{A}_{Cr}$ = 15,39<br>$\bar{A}_{Ni}$ = 6,23<br>$\delta$ -Ferrit = 3–5 % | 15,10<br>6,27<br>Spuren                 |
| B 694 $\bar{A}_{Cr}$ = 15,0<br>$\bar{A}_{Ni}$ = 5,99<br>$\delta$ -F = 6–8 %              | 15,02<br>5,93<br>1–2 %                  |
| B 695 $\bar{A}_{Cr}$ = 14,61<br>$\bar{A}_{Ni}$ = 4,72<br>$\delta$ -F = 10–12 %           | 14,49<br>4,97<br>3 %                    |

Tafel 2. Historische Übersicht

| Jahr | Autor                 | Literatur     | Bild | Gleichung  |
|------|-----------------------|---------------|------|--|
| 1920 | Strauss-Maurer        | <sup>1)</sup> | 1    | –  |
| 1939 | Scherer-Riedrich-Hoch | <sup>2)</sup> | 2    | –  |
| 1947 | Schaeffler            | <sup>3)</sup> |      | (1) Cr + 2,5 Si + 1,8 Mo + 2 Nb<br>(2) Ni + 0,5 Mn + 30 C  |
| 1949 | Schaeffler            | <sup>4)</sup> | 3    | (3) Cr + 1,5 Si + Mo + 0,5 Nb<br>(4) Ni + 0,5 Mn + 30 C  |
| 1960 | Schneider             | <sup>5)</sup> | 4    | (5) Cr + 2 Si + 1,5 Mo + 0,5 Nb<br>(6) Ni + 0,5 Mn + 30 C + 7,5 Nb + Co  |
| 1965 | Briggs-Parker         | <sup>6)</sup> | 4    | (7) Cr + 2 Si + 1,5 Mo + 5 V + 5,5 Al<br>+ 1,75 Nb + 1,5 Ti + 0,75 W<br>(8) Ni + 0,5 Mn + 30 C + Co + 0,3 Cu<br>+ 25 N |
| 1968 | Ornig                 | <sup>7)</sup> | 3    | (3) (4)  |
| 1969 | Wisniowski            | <sup>8)</sup> | 4    | (7) (8)  |
| 1981 | Honeycombe            | <sup>9)</sup> | 4    | (7) (8)  |
| 1986 | Anderko               | priv. Inf.    | 5    | (7) + 1,2 Ta + 1,2 Hf + 1 Ce + 0,8 Zr<br>+ 1,2 Ge<br>(8)   |

Das Auftreten von  $\delta$ -Ferrit in Abhängigkeit von den Schmelz- bzw. Erstarrungsbedingungen konnte an einer weiteren Chargenreihe (□) gut verfolgt werden, wie aus Tafel 1 hervorgeht. Sowohl nach der ersten Erschmelzung im Vakuum-Induktionsofen ( $\varnothing$  90 × 300 mm Block) als auch nach dem Umschmelzen im Vakuum-Lichtbogenofen ( $\varnothing$  100 mm auf 4 kt. 30 mm bzw. 4 kt. 12,5 mm ge-

Stahl u. Eisen 112 (1992) Nr. 10 119

<sup>1)</sup> Guillet, R.: Rev. de Met. (1906), S. 462 und Giesen, P.: Carnegie Scholarship Memoirs (1909), S. 15.

<sup>2)</sup> Scherer, R.; Riedrich, G.; Hoch, G.: Archiv für das Eisenhüttenwesen 13 (1939) Nr. 1, S. 53/7.

<sup>3)</sup> Schaeffler, A. L.: „The Investigation of Microstructures of Single Bead Cr-Ni-Austenitic Weld Deposits on SAE 4340 + V-Stock“; M. S. Thesis, Univ. of Wisconsin, June 1944.

<sup>4)</sup> Schaeffler, A. L.: The Welding Journal 26 (1947) Nr. 10, S. 601s/20s.

<sup>5)</sup> Schaeffler, A. L.: Metal Progress (1949) Vol. 56, S. 680 A, B.

<sup>6)</sup> Schneider, H.: Foundry Trade Journal 5 (1960) May, S. 562/66.

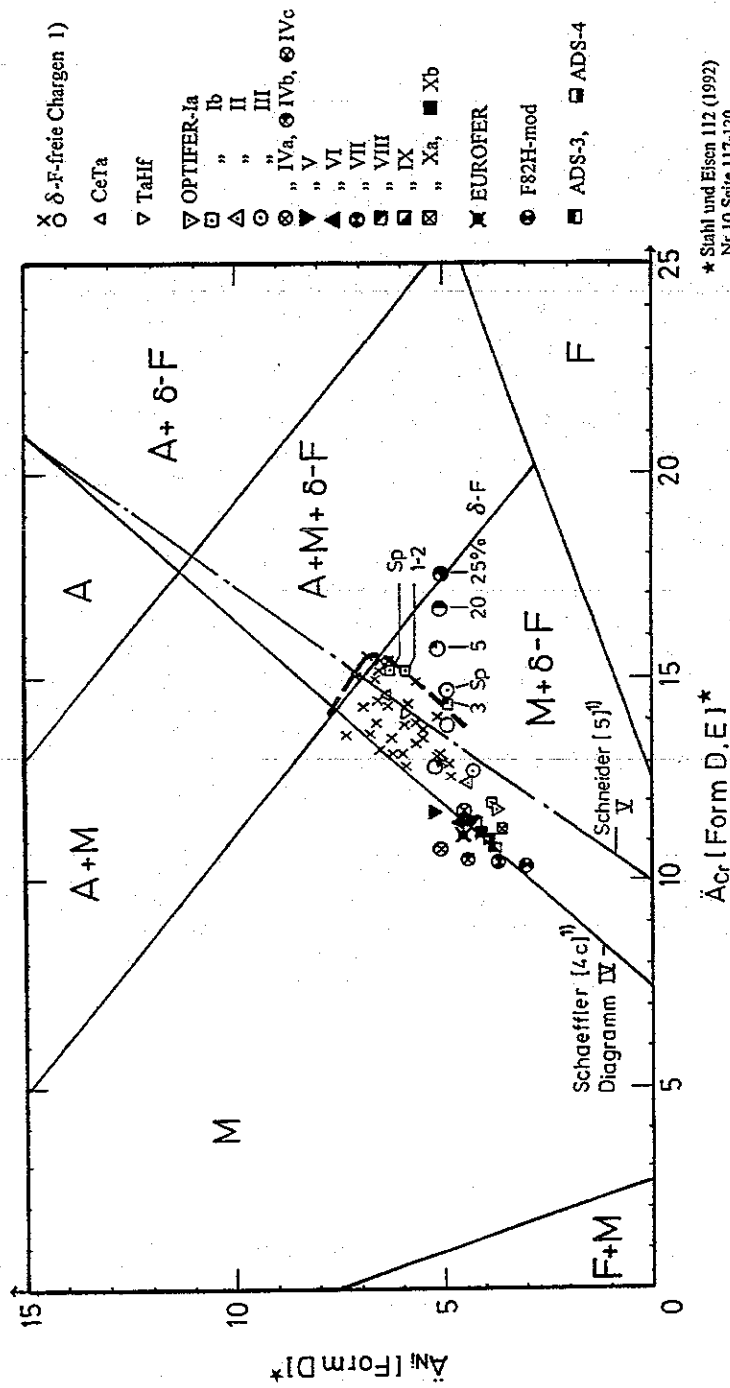
<sup>7)</sup> Briggs, J. Z.; Parker, D.: Climax Molybdenum Company (1965), S. 6/7.

<sup>8)</sup> Ornig, H.: Zeitschrift für Schweißtechnik (1968) Nr. 10, S. 307/17.

<sup>9)</sup> Wisniowski, H.: DEW-Technische Berichte, 9 (1969) Nr. 2, S. 117/33.

<sup>10)</sup> Honeycombe, R. W. K.: „Steels-Microstructure and Properties“, Edward Arnold 1981.

<sup>11)</sup> Anderko, K.: Private Information.



\* Stahl und Eisen 112 (1992)  
Nr. 10, Seite 117-120

1) KJK-Bericht 5080  
Febr. 1994, Annex

Bild 5 : Lage der verschiedenen Chargen eines CrNiMoVNB-Stahles mit 9.14% Cr 1) und der niedrigaktivierenden Stähle (OPTIFER, EUROFER, F82H-mod, ADS) mit 7,6-9,5% Cr im Schaeffler-Schneider Diagramm.

## Anhang B

### Bemerkungen zu experimentellen Details

Die verschiedenen Wärmebehandlungsschritte wie Austenitisieren, Anlasse, Glühen werden normalerweise mit Probenrohlingen in Muffelöfen mit anschließender Abkühlung an Luft, Öl oder Wasser (Kennzeichnung T-t/L, T-t/Öl, T-t/W) durchgeführt (Bild B1a). Soll bei Härteversuchsproben oder fertig bearbeiteten Proben für mechanische Versuche eine Oxidation vermieden werden, erfolgt die Wärmebehandlung unter Vakuum in einem Quarzrezipienten (Bild B1b). Die Abkühlung erfolgt durch Abziehen des Ofens und entspricht bei kleineren Abmessungen in etwa der Luftabkühlung und wird mit T-t-V/V bezeichnet. Die Randentkohlung bei Austenitisierung an Luft in Muffelöfen geht aus Bild B1c am Beispiel des Werkstoffes 1.4914 hervor.

Die Kerbschlagversuche werden in der Regel mit ISO-V-Proben (n. DIN 50115) auf einem 450-J Pendelschlagwerk (Fa. Instron-Wolpert) durchgeführt; mit zugehöriger Temperierkammer für Prüftemperaturen von  $-150^{\circ}$  bis  $+100^{\circ}\text{C}$ .

Die Zug- und Zeitstandversuche werden mit Gewindekopfproben durchgeführt (Bild B2), wobei die Form b überwiegend bei Zug- und die Formen a+b bei Zug- und Zeitstandversuchen zum Einsatz kommen. Bei Zugversuchen (n. DIN-EN 10002) auf einer Instron 4505 wird das Kraft-Weg-Diagramm über die Querhauptbewegung aufgezeichnet.

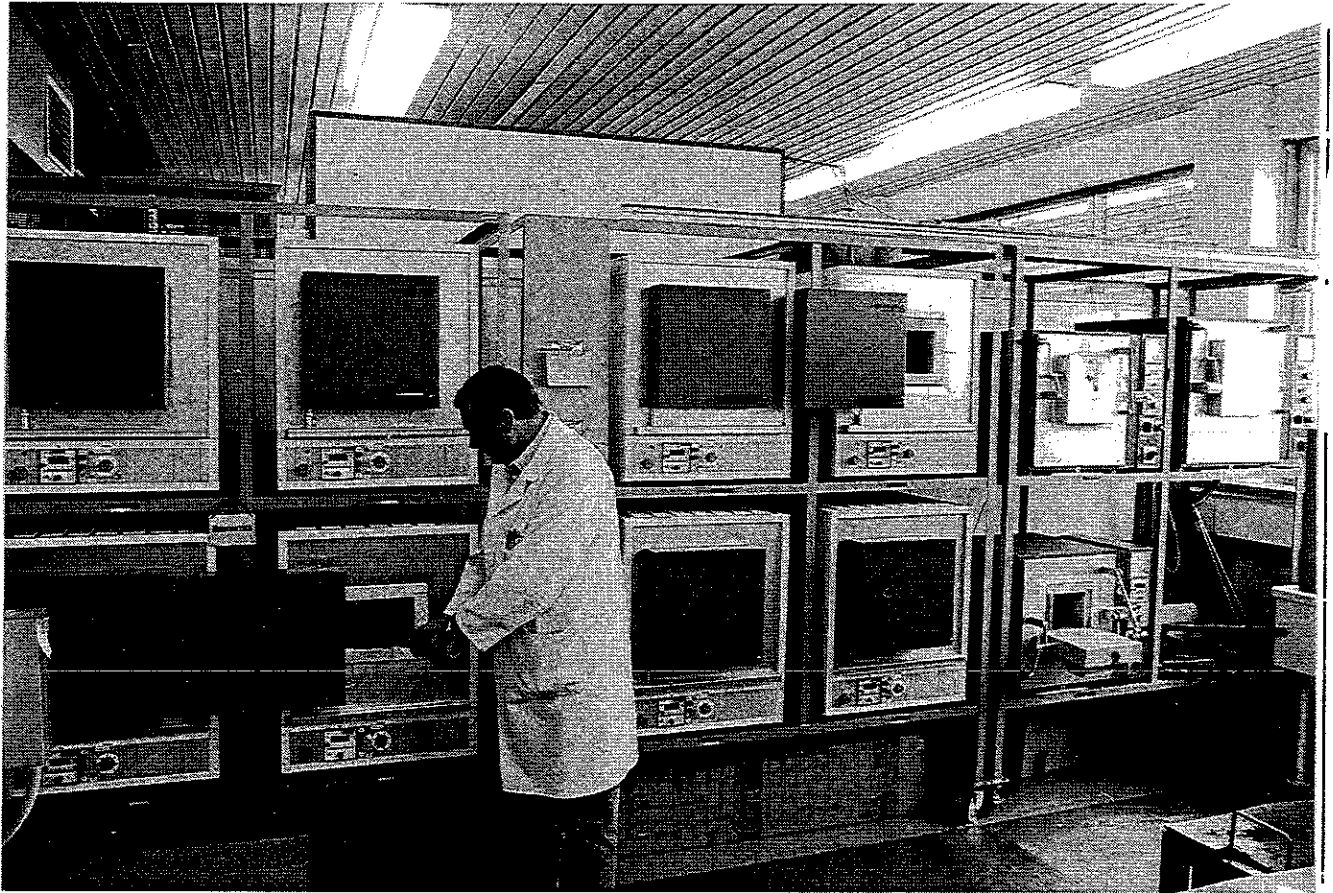
Die Zeitstandversuche werden n. DIN 50118 in Einproben-Prüfständen (Bauart Mohr + Federhaff) durchgeführt (Bild B3-a). Soweit Versuche unter Vakuum durchgeführt wurden (Bild B3-b), ist der Versuchsnummer in Spalte 2 in den Wertetabellen die Bezeichnung zsv vorangestellt.

Die Belastung erfolgt über einen Hebelarm (1:15) durch Gewichte. Die Prüftemperatur wird durch einen 3-Zonen-Heizofen mit 3 PID-Reglern (JUMO) eingestellt. Die Temperaturkontrolle erfolgt über 3 PtRh-Pt-Thermoelemente, die über die Probenlänge verteilt sind. Diese Anordnung gewährleistet ein homogenes Temperaturfeld über die Probenlänge und eine Temperaturkonstanz von  $\pm 2^{\circ}\text{C}$  über die Versuchszeit (Bild B4).

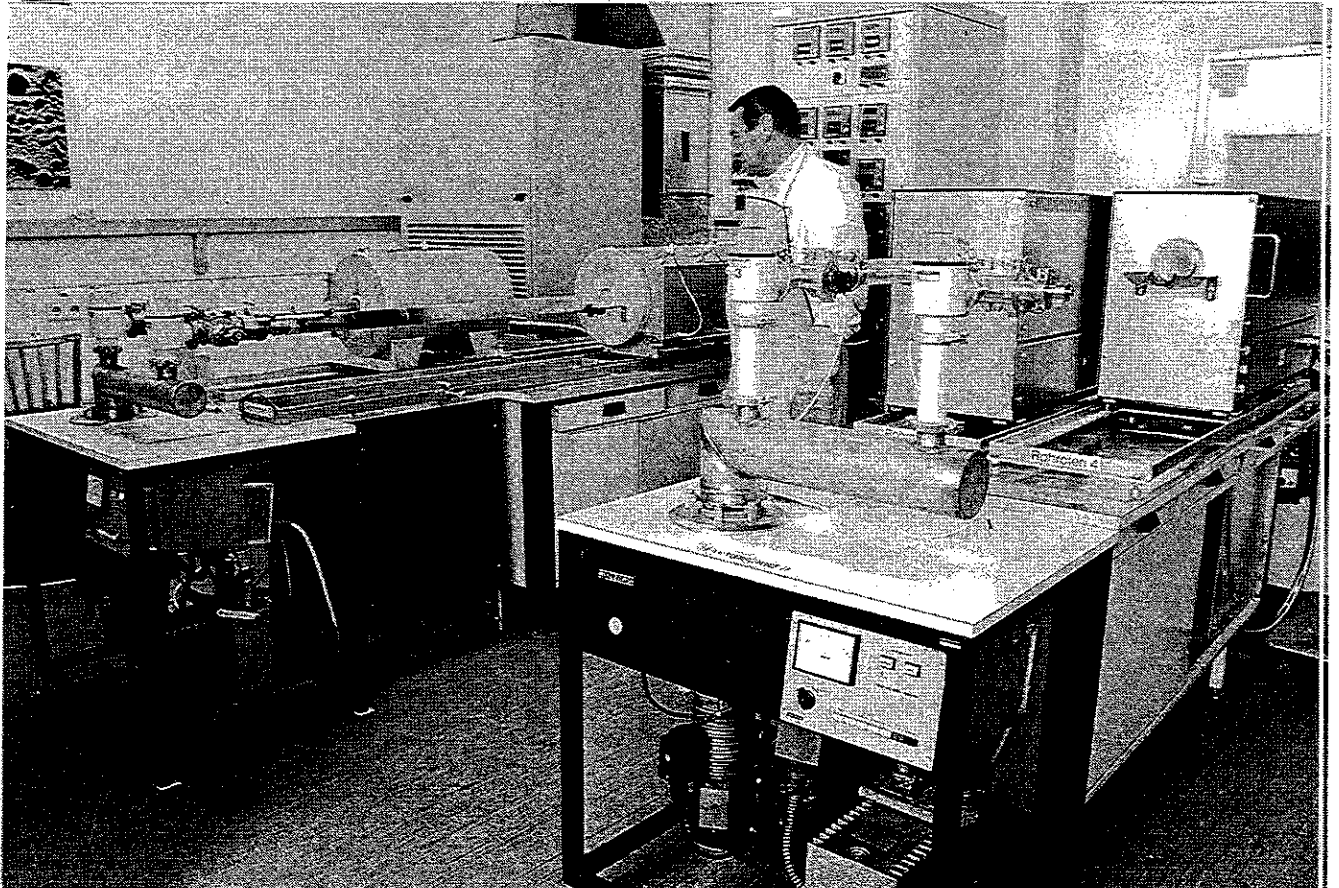
Die Probendehnung (Kriechverlauf) wird über zwei induktive Wegaufnehmer erfasst, die über ein Gestänge diametral an den Probenkragen befestigt sind. Zu jeder Probe bzw. jedem Extensometerpaar gehört ein x-t-Schreiber, der den Kriechverlauf kontinuierlich registriert. Der x-t-Schreiber kann in weiten Bereichen eingestellt werden, so dass für die unterschiedlichen Versuchszeiten bzw. jeden Kriechverlauf eine optimale Aufzeichnung erfolgt (Bild B3c). Bei Langzeitversuchen sind kleine Kriechgeschwindigkeiten im Bereich bis  $1 \times 10^{-7}$  (abs) noch sicher erfassbar. Über eine Digitalisierungseinrichtung wird der so erhaltene Kriechverlauf für die weitere Datenverarbeitung gespeichert. Alle Kriechkurven werden in der Darstellung log-log t in internen Berichten zusammengestellt.

Bild B1: Öfen für Wärmebehandlungen a) Muffelöfen  
b) Rohröfen mit Quarzrezipienten

a



b



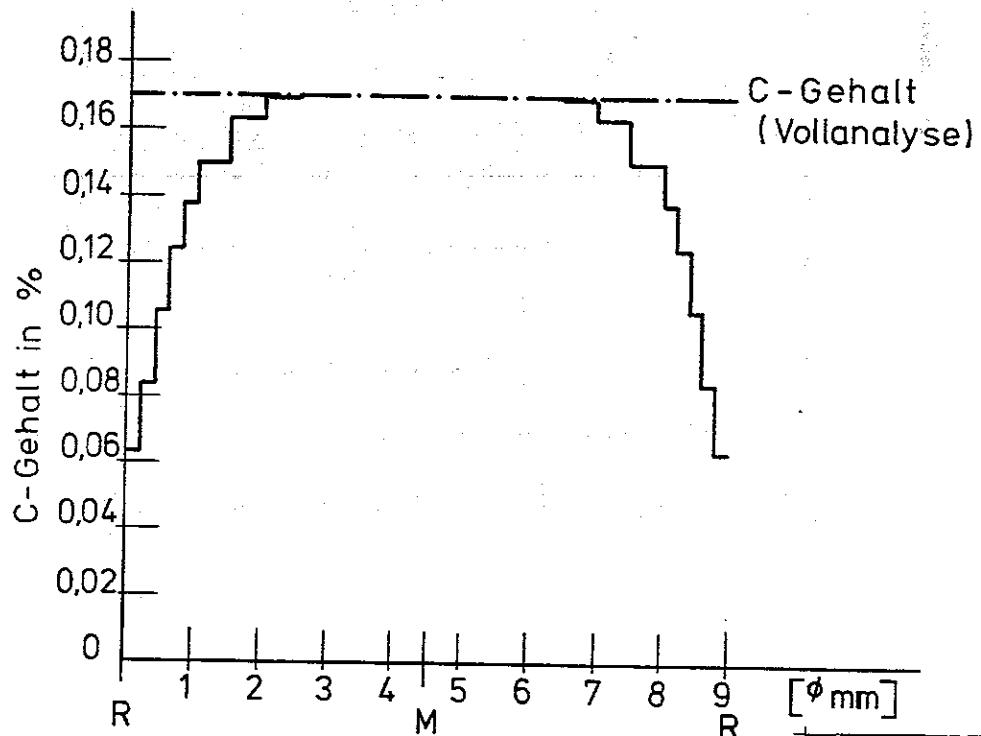
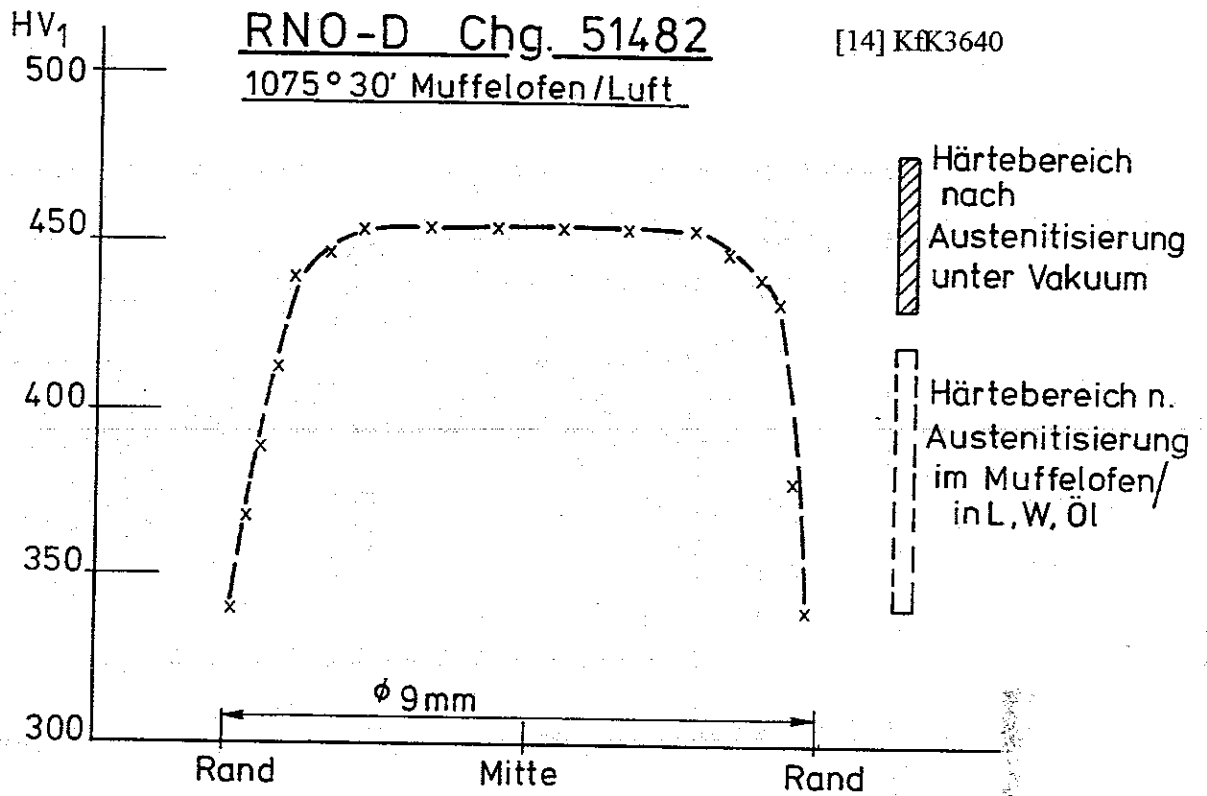


Bild B1c: Entkohlung u. Härteabfall nach Austenitisierung in Luft

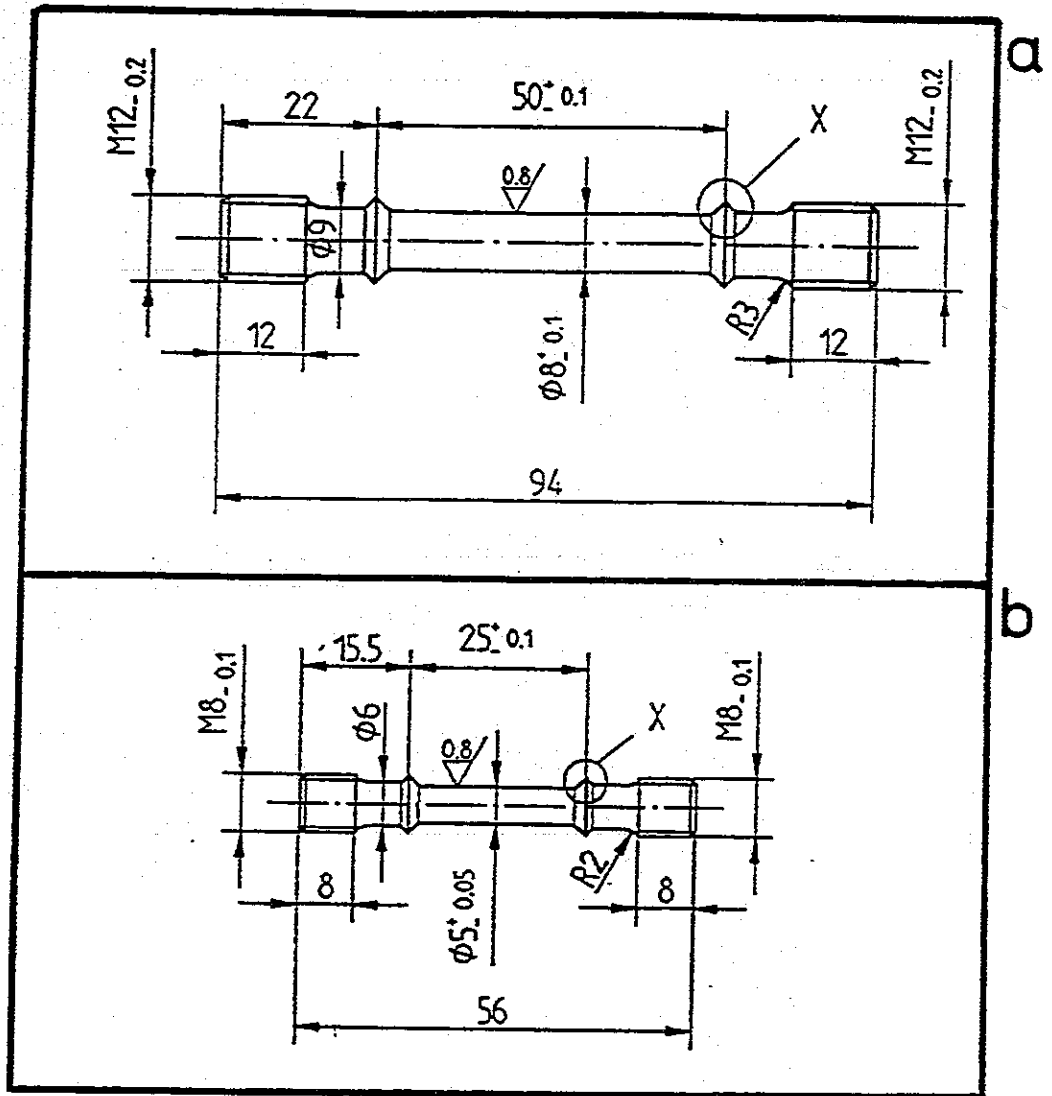
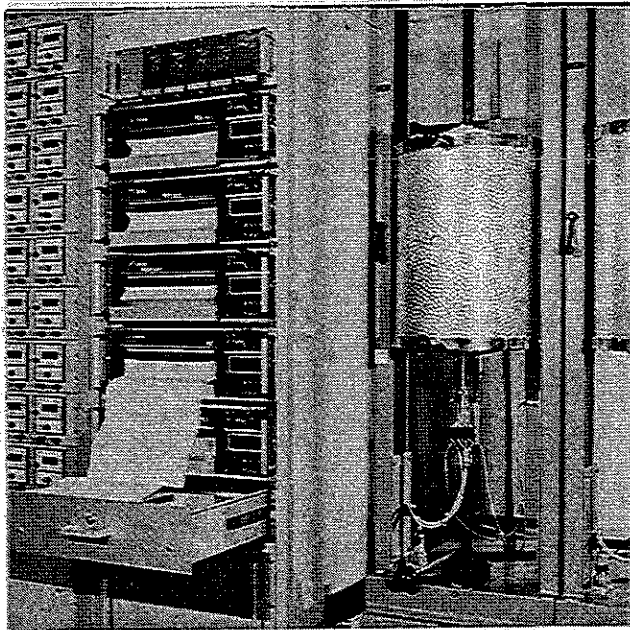
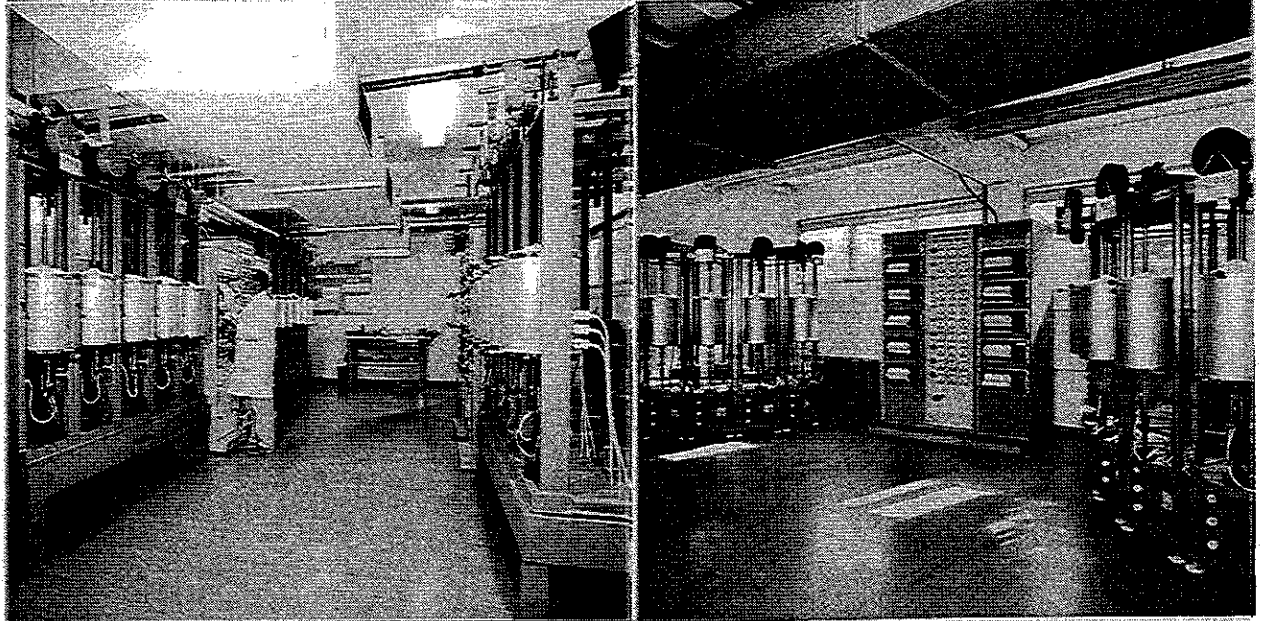


Bild B2: Probenformen für Zug- und Zeitstandversuche.

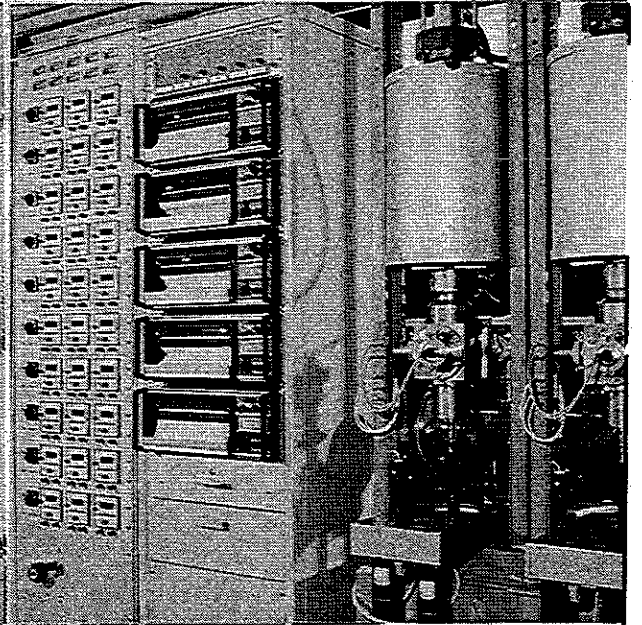


Zeitstandprüflabor (ZS) mit 30 Teststrecken (Vers. in Normalatmosphäre)

a



a



b

Temperaturregelung  
Dehnungsregistrierung  
Ofen mit 1-Proben-Teststrecke  
(a=ZS , b=ZSV)

b

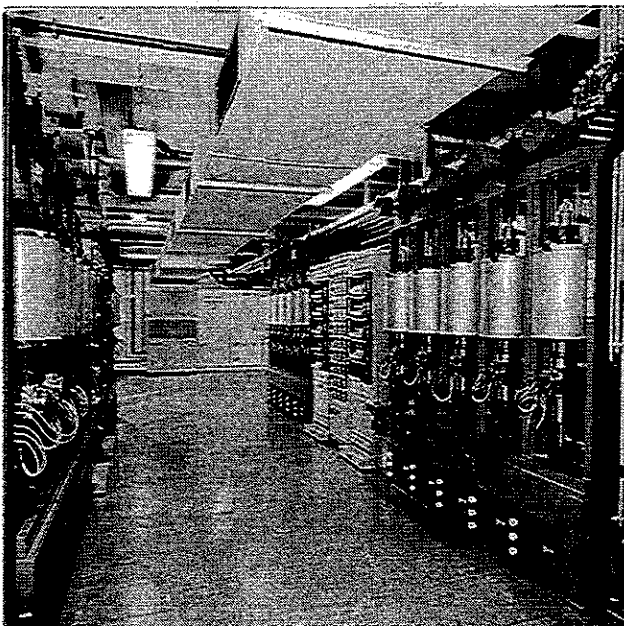
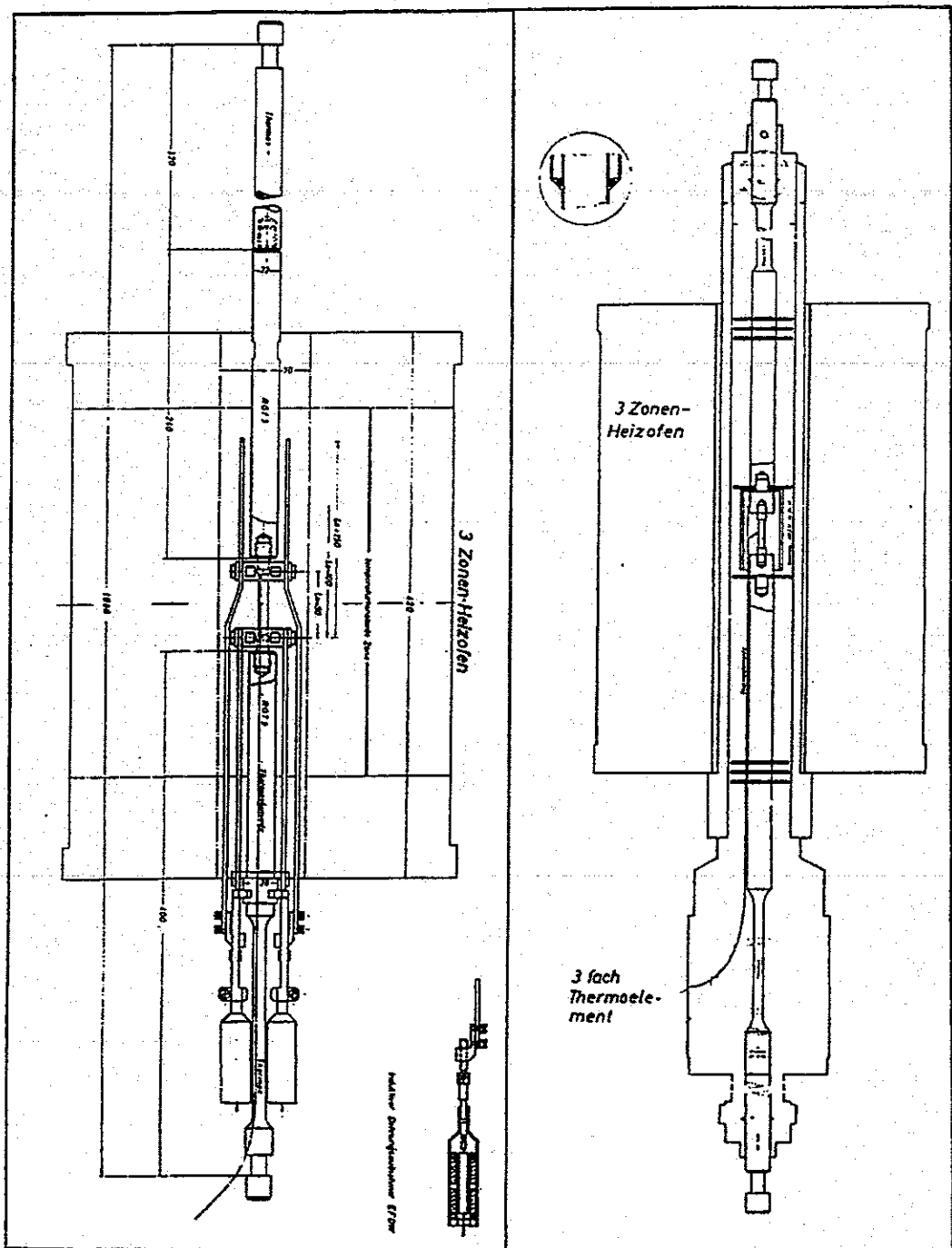


Bild B3

Zeitstandprüflabor (ZSV) mit  
20 Teststrecken für Versuche  
unter Vakuum

Forschungszentrum Karlsruhe  
Technik und Umwelt

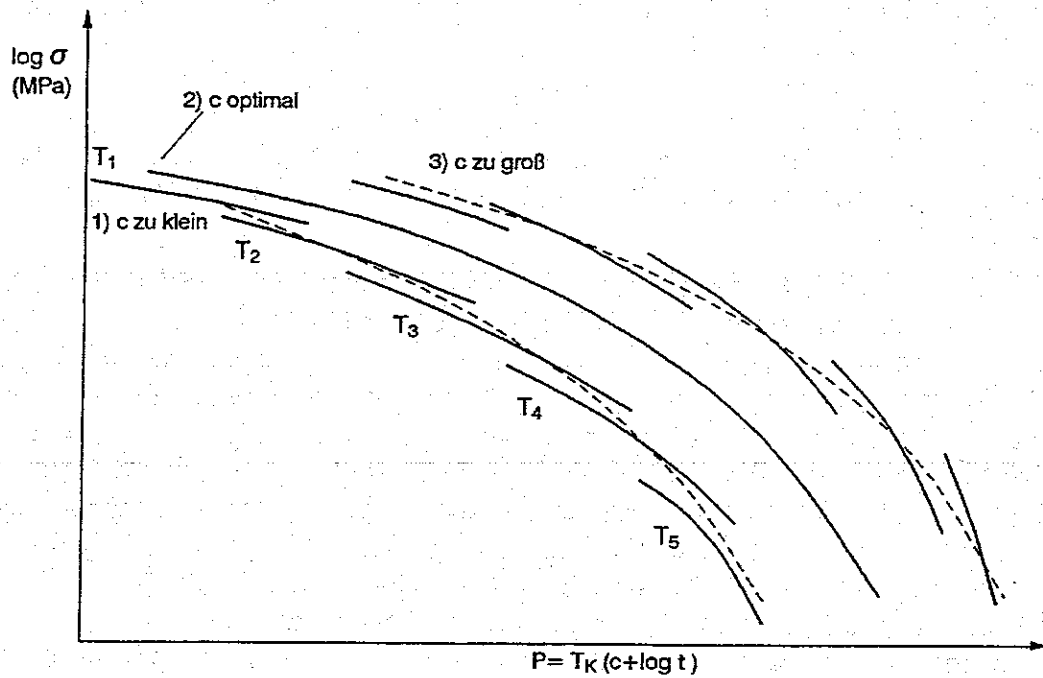
Institut für Materialforschung I  
Postfach 3640, D-76021 Karlsruhe



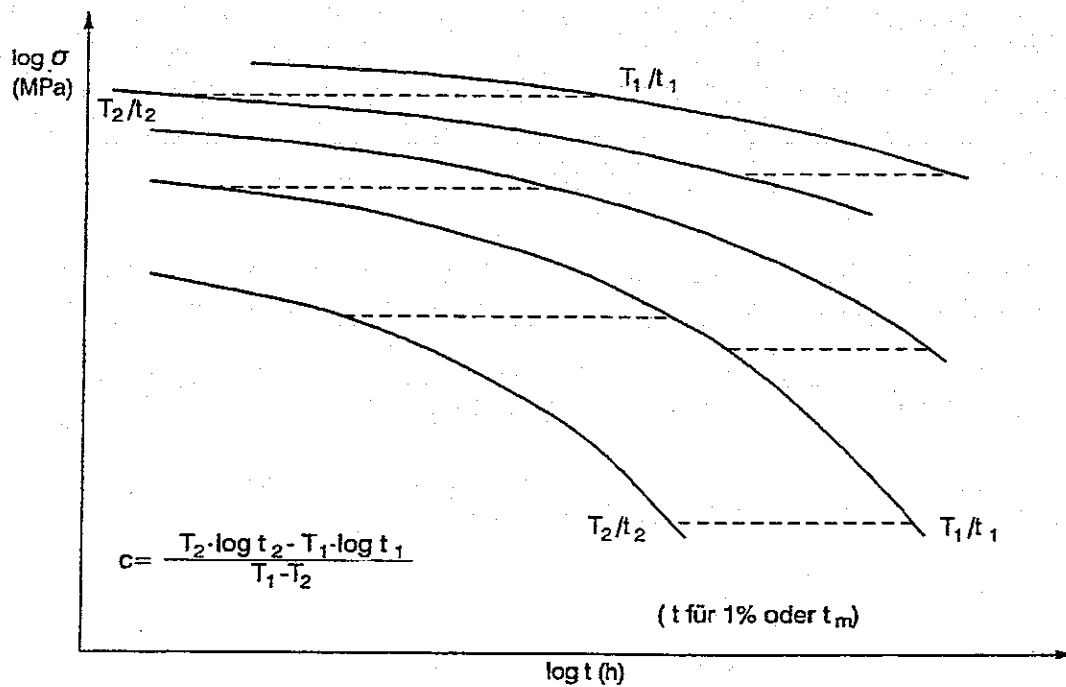
**Bild B4: Teststrecke für Zeitstandversuche**

in Normalatmosphäre

unter Vakuum



**Bild C1:** Einfluss des c-Wertes auf die Ausbildung der Zeitstand-Hauptkurve nach dem Larson-Miller-Parameter (schematisch)



**Bild C2:** c-Bestimmung (Optimierung des Larson-Miller-Parameters in verschiedenen Zeit- und Prüftemperaturbereichen ( $P = T_K(c + \log t)$ ))

So ergab sich für die 1%W-Variante von OPTIFER ein c-Wert von  $c=28$  als Mittelwert aus je 5 Wertepaaren im T-Bereich von 450-700°C (min. 18, max. 34). Die mit 28 gerechneten Hauptkurven für 1% Kriechdehnung und Standzeit sind im Bild C3 dargestellt und zeigen für 3 Varianten bis 600°C Prüftemperatur eine gute Anpassung und Überlappung. Lediglich die bei 650°C ermittelten Werte, bei denen auch schon deutliche strukturelle Änderungen auftreten, zeigen in der Standzeitkurve keine gute Anpassung.

Dass auch ein optimierter c-Wert immer nur ein Kompromiss ist, ergibt sich aus Bild C4. Hier sind die an den 4 OPTIFER-IVc-Chargen ermittelten Werte für jede Prüftemperatur mit ihren Streubereichen dargestellt. Mit  $c=28$  ergibt sich für T=500-600°C eine gute Passung, ist aber für die 450°C-Versuche zu niedrig. Eine Erhöhung auf  $c \geq 30$  würde die 450°/500°C Passung verbessern aber zu höheren Temperaturen hin verschlechtern. Für den 2% W-Stahl F82H-mod. ergab sich als Mittelwert  $c=33$  (min. 25,4, max. 41,4) [5] und für den konventionellen martensitischen Stahl MANET-II [6] ergab eine nachträgliche Optimierung, unter Berücksichtigung von Langzeitwerten bis zu 40 000 h, für die 1%-Kriechdaten  $c=32$  (27-34,9) und für die Standzeitwerte  $c=28$  (22-30,4). D.h., wenn man die Hauptkurven verschiedener Stähle direkt miteinander vergleichen will, muss wiederum als Kompromiss ein c-Wert (z.B. 30) verwendet werden.

Die Zeit- und Temperaturabhängigkeit von c wird im Bild C5 an 2 Chargen des austenitischen Strukturwerkstoffes 1.4948 aufgezeigt [2]. Von den experimentellen Zeitstandfestigkeitskurven wurde mit jeweils 3 verschiedenen c-Werten auf die nächst niedrigere Kurve gerechnet. Der Vergleich der 3 gerechneten Kurvenstücke mit der experimentellen Kurve zeigt bei der Charge 206 (a) deutlich, wie bei 600-650 und 700°C die experimentelle Kurve die gerechneten Kurven in Abhängigkeit von der Standzeit durchläuft. Die Temperaturabhängigkeit wird dadurch demonstriert, dass bei der Charge 206 (a) die 550°C Kurve und bei der Charge 326 (b) die 600°C Kurve deutlich über den errechneten Kurven liegt.

[1] J.Granacher,H.Wiegand „Überprüfung von Verfahren zur Extrapolation der Zeitstandfestigkeit warmfester Stähle.“ Archiv für das Eisenhüttenwesen 43,Heft 9(1972)699-704

[2] M.Schirra „Das Zeitstandfestigkeits-und Kriechverhalten des SNR-300 Strukturwerkstoffes X6CrNi 1811 (W.Nr.1.4948)“. KfK4273,Febr.1988

[3]K.Bungard,W.Schmidt „Vergleich verschiedener Verfahren zur Extrapolation von Zeitstandwerten“. DEW-Techn.Berichte,1.Band,1961,Heft 3,S.84-95

[4]in diesem FZKA 6707=[55]

[5] ---“--- =[40]

[6] ---“--- =[24]

## Anhang C

### Extrapolationsverfahren und Optimierung des c-Wertes im Larson-Miller-Parameter

Aus technischen und wirtschaftlichen Gründen sind schon sehr früh Anstrengungen unternommen worden, durch experimentelle Abkürzungsverfahren oder rechnerisch/grafische Extrapolationsverfahren den Versuchsaufwand zeitlich stark zu begrenzen und auf das Verhalten bei langen Zeiten zu extrapolieren. Technische Rückschlüsse, sowie kritische Überprüfung von vorgeschlagenen Extrapolationsverfahren (mehr als 130 im Laufe der Jahrzehnte) anhand experimenteller Datensätze [1] führten zu der Erkenntnis, dass keines der vorgeschlagenen Verfahren sich als allgemein anwendbar erwies und die experimentelle Absicherung durch Langzeitversuche unverzichtbar ist, wie in [2] ausführlich dargelegt ist. Die Ursache liegt bei den komplex aufgebauten hochwärmfesten Legierungen in temperatur- und zeitabhängigen strukturellen Änderungen, die nicht vorhersagbar sind und z.T. zu abrupten Änderungen in der T,t-Abhängigkeit der verschiedenen Kennwerte führen. Bungardt-Schmid haben in einer Arbeit [3] verschiedene Extrapolationsverfahren anhand von Datensätzen von 27 Stählen und Ni-Basis-Legierungen überprüft. Dabei wurden nur die Standzeiten < 5000 std für eine Extrapolation auf  $10^4$  und  $10^5$  std benützt und die Abweichung zu den experimentell ermittelten Standzeiten von > 5000 std bestimmt. Dabei zeigte sich, dass die Verfahren von Larson-Miller [4] und Sherby-Dorn noch die kleinsten Abweichungen zu den experimentellen Daten zeigten. Technisch akzeptable Abweichungen lagen aber nur dann vor, wenn die Festwerte in den Parametern anhand aller vorliegenden Daten für jede Legierung optimiert wurden ( $\pm 15\%$ ), wohingegen die Abweichungen wesentlich größer wurden, wenn mit einem vorgegebenen Festwert oder mit Festwerten, die nur aus den Versuchen bis 5000 std Standzeit vorlagen, gerechnet wurde. Das bedeutet, dass eine allgemeine Anwendbarkeit nicht gegeben ist und eine Anpassung an die jeweilige Legierung vorgenommen werden muss, was einen entsprechenden experimentellen Aufwand erfordert. Bei Verwendung einer neuen, oder modifizierten Legierung ist lediglich eine Abschätzung des Langzeitverhaltens möglich.

Für eine vergleichende Betrachtung von Zeitstandfestigkeitswerten und Zeit-Dehngrenzwerten, sowie für eine Abschätzung auf experimentell noch nicht abgedeckte Zeiträume, wurde in diesem Bericht das einfach aufgebaute Verfahren nach Larson-Miller benutzt:

$$P = T_K(c + \log t).$$

Dabei sind Prüftemperatur T und Versuchszeit t mit einer werkstoffabhängigen Größe c als Parameter zusammengefasst. P in Abhängigkeit von  $\log \sigma$  aufgetragen, führt zu einer sog. Zeitstand-Hauptkurve (master-curve) (Bild C1), die aus sich überlappenden Kurvenstücken der verschiedenen Prüftemperaturen besteht (a, c). Eine gute Überlappung bzw. guter Anschluss ergibt sich, wenn c anhand der ermittelten experimentellen Daten optimiert wird (b). Dabei genügt aber nicht eine Bestimmung mit 2 Wertepaaren, sondern mehrere über den experimentell abgedeckten T/t-Bereich (Bild C2), denn c ist auch temperatur- und zeitabhängig, was vielfach vergessen wird.

**Location:** FZK, Karlsruhe

**Status:** Operational

**Capacity:**

- a) 30 units for tests in normal atmosphere
- b) 19 units for tests in vacuum
- c) 1 unit for test in vacuum with direct loading (max. 80 N)

**Technical description:**

Single specimen furnaces with 3 heating zones.  $T = 300 - 900^{\circ}\text{C}$ . Each furnace with 3 PID-temperature controllers. Temperature measuring with 3 Pt/Rh-Pt-thermo-couples. Loading system: Lever arm with plates (1:15). Max. 5 tons.

Continuous creep registration for each specimen with 2 extensometers and separate  $\epsilon$ -t-recorder. Digitalizing of creep curve after test.

**Speciality:** Long term tests ( $> 10^4$  hours) in low-stress and low-creep-range.

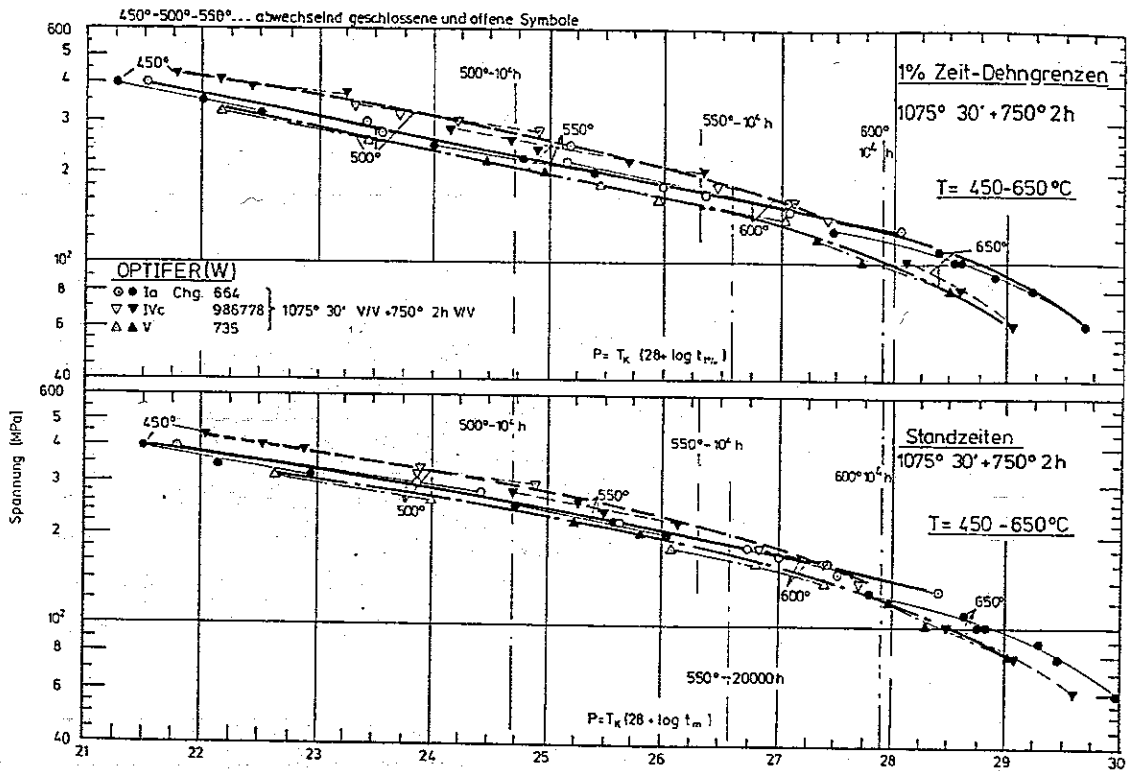
Realized long-term-tests: max. 144 444 hours = 16,5 years (Ref. 1).

**Ref.:** [1] KfK 4273 - Feb. 1988 (Report) (ss 1.4948)

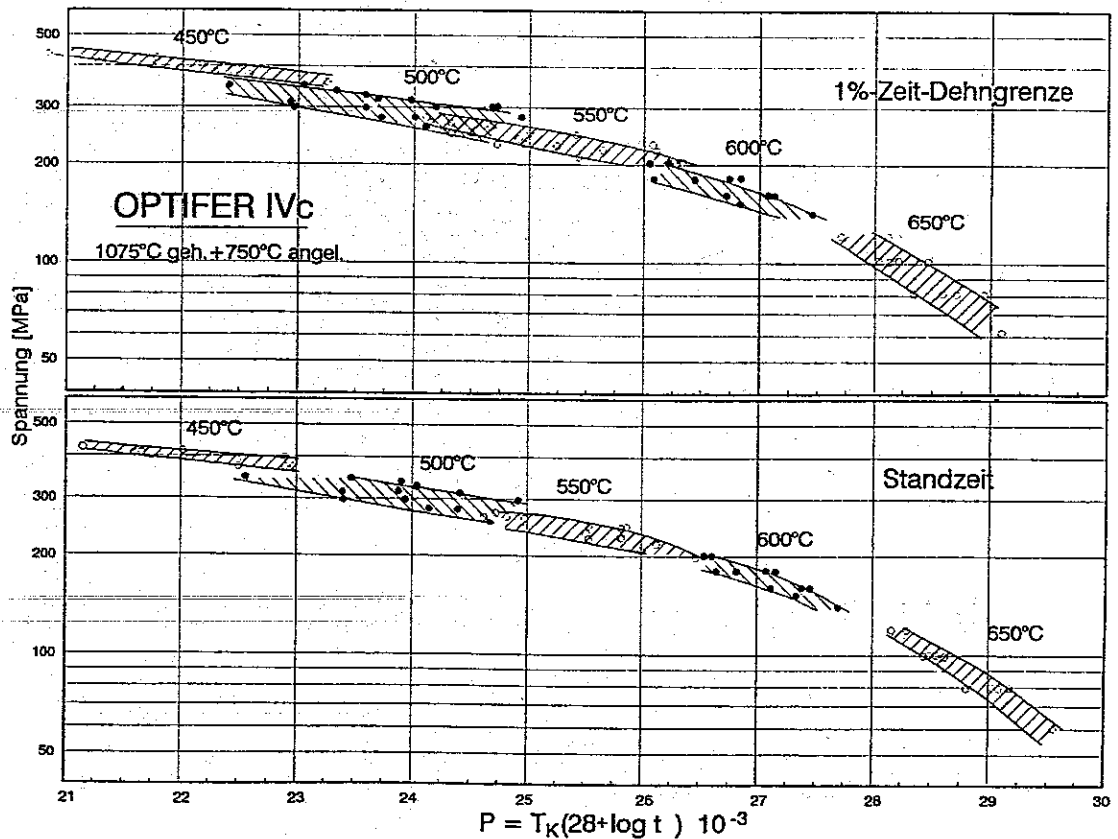
[2] KfK 4861 - Aug. 1991 and FZKA 6699-Febr.2002 (Reports ss316L(N))

[3] KfK 2440 - Jan. 1989 (Report) (Vanadium-alloys)

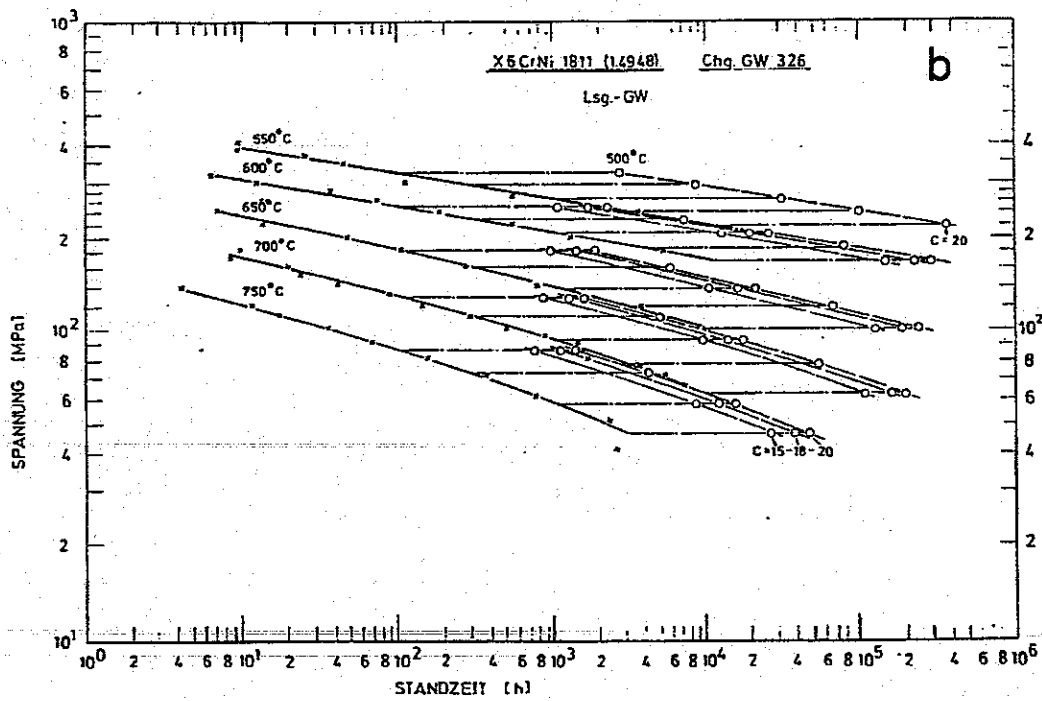
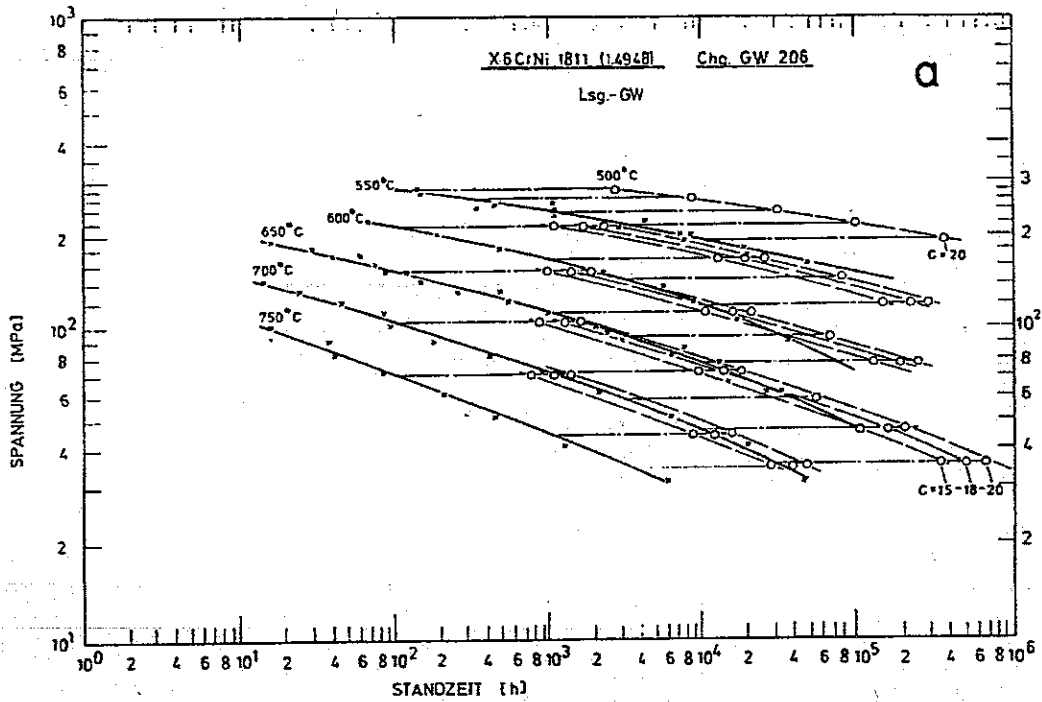
Bild B5: Creep- and rupture test installation



**Bild C3:** Zeitstand - Hauptkurve (Larson - Miller - Parameter) mit optimiertem c-Wert (für Ia, IVc, V)



**Bild C4:** Zeitstand-Hauptkurven (Larson-Miller-Parameter)



**Bild C5:** Vergleich experimentelle Daten zu extrapolierten Daten  
(nach Larson-Miller)