



KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH GmbH

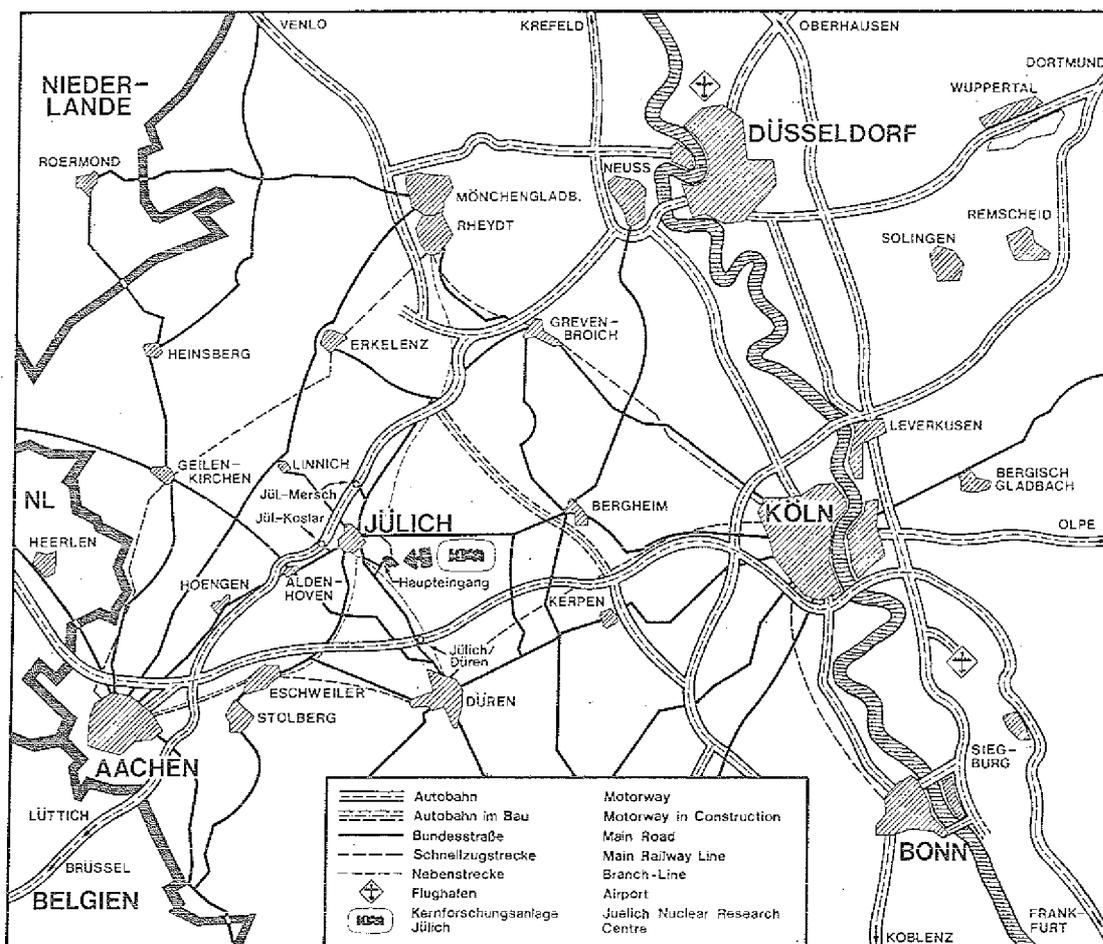
Institut für Reaktorwerkstoffe

**Beitrag zum
Hochtemperaturverformungsverhalten
des austenitischen Stahls 1.4981
nach Neutronenbestrahlung**

von

B. A. Thiele, F. Schubert, H. Nickel

Jül - 1904
März 1984
ISSN 0366-0885



Als Manuskript gedruckt

Berichte der Kernforschungsanlage Jülich – Nr. 1904

Institut für Reaktorwerkstoffe Jül – 1904

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH

Postfach 1913 · D-5170 Jülich (Bundesrepublik Deutschland)

Telefon: 024 61/610 · Telex: 833 556-0 kf d

**Beitrag zum
Hochtemperaturverformungsverhalten
des austenitischen Stahls 1.4981
nach Neutronenbestrahlung**

von

B. A. Thiele*, F. Schubert, H. Nickel

* D 82 (Diss. T. H. Aachen)

Rep 169 471

CONTRIBUTION TO THE HIGH TEMPERATURE DEFORMATION BEHAVIOUR OF THE AUSTENITIC STAHL 1.4981 AFTER NEUTRON IRRADIATION

BY

B.A. Thiele

F. Schubert

H. Nickel

ABSTRACT:

The austenitic steel 1.4981 thermomechanically treated to provide a range of microstructures has been irradiated at temperatures of 400-500 °C with neutron fluxes of $1,55 \times 10^{23}$ to $3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$. The degree of high temperature helium embrittlement caused by (n, α) nuclear reactions was determined in post-irradiation tensile and stress rupture tests at temperatures in the range 400-850 °C.

Under the irradiation conditions used, the production of helium within the grains was so great that the helium concentration at grain boundaries which leads to ductility loss was controlled by the diffusion of helium. At test temperatures below 700 °C, the difference in the duration of tensile and of stress rupture tests has a significant effect. The test results show that the microstructural variations of the steel 1.4981 tested under the same conditions exhibited similar relative ductility loss. However, the absolute value of the rupture elongation after irradiation was proportional to the ductility of the material in the unirradiated condition, which was in turn dependent on the thermomechanical treatment.

Specimens which had been embrittled by helium were found to contain numerous intercrystalline microcracks, which were orientated normal to the stress direction and eventually caused rupture. The elongation of the specimens resulted mainly from the widening of the microcracks; the grains themselves were not elongated to the same extent as found in unirradiated specimens. This explains why for the irradiated specimens little or no secondary creep was observed.

BEITRAG ZUM HOCHTEMPERATURVERFORMUNGSVERHALTEN DES
AUSTENITISCHEN STAHL 1.4981 NACH NEUTRONEN-
BESTRAHLUNG

von

B.A. Thiele*

F. Schubert

H. Nickel

KURZFASSUNG:

Verschiedene Gefügevarianten des austenitischen Stahls 1.4981 wurden bei 400 bis 500 °C im Fluenzbereich thermischer Neutronen von $1,55 \times 10^{23}$ bis $3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ bestrahlt. Das Ausmaß der durch (n, α) -Kernreaktionen verursachten Helium-Hochtemperaturversprödung konnte in den anschließenden Zug- und Zeitstandversuchen bei Prüftemperaturen von 400 bis 850 °C bestimmt werden.

In dem hier vorgegebenen Neutronen-Fluenzbereich ist die Heliumproduktion im Korn schon so groß, daß die Heliumkonzentration an den Korngrenzen und damit das Ausmaß des Duktilitätsverlustes des Werkstoffs durch das Diffusionsvermögen des Heliums zur Korngrenze bestimmt wird. Unterhalb einer Prüftemperatur von 700 °C wirkt sich die unterschiedliche Versuchsdauer der Zug- und Zeitstandversuche aus. Die Versuchsergebnisse zeigen, daß die verschiedenen Gefügevarianten des Stahls 1.4981 unter gleichen Prüfbedingungen zwar relativ gleich stark verspröden, die absolute Höhe der Bruchdehnung nach Neutronenbestrahlung aber von der Höhe der Ausgangsbruchdehnung abhängt, die wiederum durch die thermomechanische Vorbehandlung bestimmt werden kann.

Durch Helium-Hochtemperaturversprödung geschädigte Proben weisen zahlreiche interkristalline Mikrorisse auf, die normal zur Hauptspannungsrichtung verlaufen. Sie versagen durch interkristallinen Bruch. Die Verformung der Proben erfolgt hauptsächlich durch Aufweitung der Mikrorisse; die Körner werden nicht in dem Maß gestreckt, wie das bei den unbestrahlten Proben der Fall ist. Damit wird auch verständlich, warum diese geschädigten Proben nur wenig oder gar nicht stationär kriechen.

1. The first part of the document is a letter from the author to the editor of the journal. The letter discusses the author's interest in the topic and the reasons for writing the paper.

2. The second part of the document is the abstract of the paper. It provides a brief summary of the main findings and conclusions of the study.

3. The third part of the document is the introduction. It sets the context for the study and outlines the research objectives and hypotheses.

4. The fourth part of the document is the literature review. It discusses the existing research on the topic and identifies the gaps that the current study aims to address.

5. The fifth part of the document is the methodology. It describes the research design, data collection methods, and statistical analyses used in the study.

6. The sixth part of the document is the results and discussion. It presents the findings of the study and discusses their implications for the field.

INHALTSVERZEICHNIS

| | <u>Seite</u> |
|--|--------------|
| 1. EINLEITUNG | 1 |
| 1.1 Problemstellung und Ziele der Untersuchung | 2 |
| 1.2 Kenntnisstand und Literaturübersicht | 4 |
| 1.2.1 Schwellverhalten des Stahls 1.4981 | 5 |
| 1.2.2 In-pile Kriechverhalten des Stahls 1.4981 | 6 |
| 1.2.3 Einfluß der Neutronenbestrahlung auf die mechanischen Kennwerte des Stahls 1.4981 | 7 |
| 2. GRUNDLAGEN ZUM BESTRAHLUNGSVERHALTEN VON METALLEN | 10 |
| 2.1 Strahlenschäden durch bestrahlungsinduzierte Atomverlagerungen | 10 |
| 2.1.1 Schwellen | 10 |
| 2.1.2 In-pile Kriechen | 12 |
| 2.1.3 Tieftemperaturversprödung | 12 |
| 2.2 Transmutationsbedingter Strahlenschaden; Helium-Hochtemperaturversprödung | 13 |
| 3. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG | 19 |
| 3.1 Charakterisierung des Probenmaterials | 19 |
| 3.1.1 Chemische Analyse | 19 |
| 3.1.2 Wärmebehandlung und allgemeine Festigkeits- angaben | 19 |
| 3.1.3 Gefügeuntersuchungen | 22 |
| 3.2 Bestrahlungsexperimente | 27 |
| 3.2.1 Bestrahlungen im FRJ 2-Jülich | 27 |
| 3.2.1.1 Bestrahlungstests HTR-K1; HTR-K2; HTR-1 | 27 |
| 3.2.1.2 Bestrahlungstest HTLE-1 | 30 |
| 3.2.2 Bestrahlung im Siloé-Reaktor der CEA-Grenoble (HTR-2B) | 30 |

Fortsetzung Inhaltsverzeichnis

| | <u>Seite</u> |
|---|--------------|
| 3.3 Durchführung von Heliumimplantationen | 32 |
| 3.4 Nachuntersuchungen | 34 |
| 3.4.1 Warmzugversuche | 34 |
| 3.4.2 Zeitstandversuche | 36 |
| 3.4.3 Heliuminventarbestimmungen | 38 |
| | |
| 4. ERGEBNISSE | 39 |
| 4.1 Warmzugversuche | 39 |
| 4.1.1 Einfluß der Neutronenbestrahlung auf die Festigkeitskennwerte | 40 |
| 4.1.2 Einfluß der Neutronenbestrahlung auf die Duktilitätskennwerte | 40 |
| 4.2 Zeitstandversuche | 56 |
| 4.3 Metallkundliche Untersuchungen | 91 |
| 4.3.1 Metallografie | 91 |
| 4.3.2 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung | 100 |
| 4.3.3 Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchung | 103 |
| 4.4 Heliuminventarbestimmungen | 105 |
| 4.5 Heliumimplantationsversuche | 105 |
| | |
| 5. DISKUSSION DER ERGEBNISSE | 109 |
| | |
| 6. ZUSAMMENFASSUNG | 116 |
| | |
| 7. ANLAGEN | 118 |
| | |
| 8. LITERATURVERZEICHNIS | 127 |

1. EINLEITUNG

Der mit Niob stabilisierte, hochwarmfeste austenitische Stahl X8CrNiMoNb 16 16 (Werkstoff-Nr. 1.4981) mit nominell 16% Cr, 16% Ni und 1,7% Mo wurde in Deutschland für den Einsatz im Dampfkesselbau und in der Hochdruckchemie entwickelt. Er hat im Vergleich zu unstabilisierten austenitischen Stählen höhere Zeitstandfestigkeit und ist unempfindlicher gegen interkristalline Korrosion.

Im Kernreaktorbau wird der Stahl 1.4981 als Absorberhüllwerkstoff für die Kernstäbe des 300 MW_{e1} Thorium-Hochtemperatur-Reaktors (THTR 300) eingesetzt, die zusammen mit den Reflektorstäben zum Regeln und Abschalten des Reaktors dienen. Auch für zukünftige HTR-Anlagen wird an die Verwendung dieses Werkstoffs für die Absorberstäbe gedacht. In der deutschen SNR-Entwicklung (Schneller Natriumgekühlter Reaktor) ist er als Material für Brennelementkästen und Abstandhalter im KNK II (Kompakte Natriumgekühlte Kernenergieanlage) bekannt und wird in gleicher Funktion im Erstcore des SNR 300 eingesetzt.

Die für den Einsatz in schnellen Brutreaktoren vorrangigen Fragen nach der Formstabilität des Stahls unter Neutronenbestrahlung sind durch intensive Bestrahlungserprobung geklärt worden, so daß heute das Schwellverhalten und das Ausmaß des strahleninduzierten Kriechens weitgehend bekannt sind (siehe Pkt. 2). Diese Fragestellung ist für den Einsatz in HTR-Anlagen nicht von maßgeblicher Bedeutung. Hier sind die Einsatzgrenzen der sicherheitstechnisch hochbedeutenden Absorberstäbe durch bestrahlungsbedingte Einbußen in der Verformungsfähigkeit der metallischen Hüllwerkstoffe bestimmt. Quantitative Aussagen zum Hochtemperatur-Verformungsverhalten des 1.4981 im thermischen Neutronenfluß sind eine Voraussetzung für den sicheren Betrieb und wirtschaftlichen Einsatz der Absorberstäbe. Die vorliegende Arbeit soll dazu einen Beitrag leisten.

1.1 Problemstellung und Ziele der Untersuchung

Die Regelstäbe eines HTR lassen sich entsprechend ihrer Anordnung im Reaktor in Reflektor- und Kernstäbe einteilen. Nur die Kernstäbe, die sich im Normalbetrieb überwiegend oberhalb des Kugelhaufencores befinden, werden nennenswerten mechanischen und thermischen Belastungen unter hohem Neutronenfluß ausgesetzt. Im Normalbetrieb sind die heliumgekühlten Kernstäbe je nach Auslegung und Wahl des Brennstoffzyklus des Cores Temperaturen zwischen 400 und 600 °C beansprucht. Bei Verwendung niedrig angereicherter Brennstoffs (LEU-Zyklus, low enriched uranium) liegt der thermische und schnelle Neutronenfluß an der höchstbelasteten Stabspitze bei $1,2 \times 10^{18}$ bzw. $6 \times 10^{17} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$, so daß hier mit maximalen betrieblichen Neutronenfluenzen oberhalb $1 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$, zu rechnen ist /1/.

Beim Einfahren der Kernstäbe in das Kugelhaufencore während der Regel- und Abschaltvorgänge entstehen in ihnen Druck- und Biegespannungen. Die entscheidenden mechanischen Belastungen ergeben sich für die äußeren Hüllrohre jedoch durch kurzzeitige, wiederholt auftretende Wärmespannungen infolge von Temperaturtransienten, die zu örtlich begrenzten plastischen Verformungen führen können. Deshalb wird eine ausreichende Verformungsfähigkeit des metallischen Hüllrohrwerkstoffes gefordert.

Im Strahlenfeld des Cores wird die Duktilität metallischer Komponenten unter HTR-spezifischen Betriebs- und Störfalltemperaturen durch die "Hochtemperaturversprödung" beeinträchtigt. Obwohl die Hochtemperaturversprödung technischer Reaktorwerkstoffe unter Bestrahlung durch ein sehr komplexes Zusammenspiel verschiedener Effekte (Sekundärausscheidungen, Leerstellenbildung, durch Transmutationen erzeugte Gase) verursacht wird (siehe Pkt. 2.4), ist es jetzt allgemein anerkannt, daß Helium, welches über (n, α)-Kernreaktionen entsteht, die Hauptursache ist.

Die vorliegende Arbeit hat drei Hauptziele:

1. Den Einfluß der Neutronenbestrahlung auf die mechanischen Kurzeigenschaften im Bereich der HTR-Arbeitstemperaturen zu erfassen.

2. Die Wirkung gefügeoptimierender Maßnahmen auf die Ausbildung der Hochtemperaturversprödung nachzuweisen.
3. Die Möglichkeit der Simulation der Hochtemperaturversprödung durch direkte Heliumimplantation festzustellen.

Zu 1.: Das Parameterfeld wird durch die thermische Neutronenfluenz von 1×10^{23} bis $3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ und den Bestrahlungstemperaturen von 400 bis 600 °C gegeben. Das Langzeitverhalten wird durch Reaktorbestrahlungen simuliert, die bei Temperaturen stattfinden, die dem Normalbetrieb entsprechen (400, 500 und 600 °C). Die mechanischen Kennwerte in diesem Temperaturbereich sollten hier durch thermische Neutronen nicht beeinflusst werden. Die im Zug- und Zeitstandversuch ermittelten mechanischen Kennwerte liefern dem Konstrukteur Basiskennwerte für die Auslegung der Stäbe. Der Einfluß von in der Regel kurzzeitigen Temperaturüberschreitungen auf das mechanische Verhalten des Stahls 1.4981 wird bis zu Temperaturen von 850 °C untersucht. Metallkundliche Untersuchungen sollen die Ursachen für Änderungen im Verformungsverhalten des bestrahlten Werkstoffs aufzeigen. Die während des Reaktorbetriebs erwarteten Temperaturtransienten, die zu einer Dehnwechselbeanspruchung des Hüllwerkstoffs führen, sollen in LCF-Versuchen nachgebildet werden, die zu einem späteren Zeitpunkt geplant sind und nicht mehr im Rahmen dieser Arbeit behandelt werden.

Zu 2.: Für diese Studie standen Zug- und Zeitstandproben aus einem Legierungsentwicklungsprogramm des Mannesmann Forschungsinstituts (MFI) /2/ zur Verfügung. Dieses Entwicklungsprogramm hatte eine Verbesserung der Duktilität hochwarmfester Stähle und Legierungen, u.a. des 1.4981, zum Ziel. Durch thermomechanische Behandlungen wurden Gefügestände eingestellt, die neben guten Festigkeitskennwerten auch hohe Zähigkeitskennwerte bei ausreichender thermischer Stabilität im Bereich der erwarteten Betriebstemperaturen aufwiesen. Dieser optimierte Zustand wurde durch eine Steuerung der Carbidausscheidung erreicht. Die Behandlungen führten zu einer verstärkten Vor-ausscheidung der Carbide im Korn mit nahezu ausscheidungsfreien Korngrenzen. Es wird gehofft, daß diese feinverteilten $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen wirkungsvolle Senken für Heliumatome sind. Damit sollte verhindert werden, daß Helium an die Korngrenzen gelangt. An eine teilweise durchgeführte abschließende Kaltverformung war die Hoffnung geknüpft, daß das entstandene

Versetzungsnetzwerk die Heliumwanderung an die Korngrenzen zusätzlich behindert. Durch diese Maßnahmen soll die durch Helium verursachte Hochtemperaturversprödung reduziert werden. Einzelheiten der thermomechanischen Behandlungen sind unter Pkt. 3.1.2 beschrieben. Von diesen Werkstoffen werden die mechanischen Kurzzeiteigenschaften im Warmzug- und Zeitstandversuch bestimmt und deren Beeinflussung durch thermische Neutronenbestrahlungen nachgewiesen. Metallkundliche Untersuchungen sollen klären, welchen Gefügemerkmale den Ablauf der Hochtemperaturversprödung maßgebend beeinflussen.

Zu 3.: Neutronenbestrahlungen sind kostspielig und zeitaufwendig. Außerdem werden wegen der hohen Aktivierung der Proben aufwendige Nachuntersuchungen in Heißen Zellen nötig und elektronenmikroskopische Untersuchungen, die zum Verständnis der Bestrahlungseffekte beitragen können, erst nach langen Abklingzeiten möglich. Es liegt deshalb nahe, die Hochtemperaturversprödung metallischer Werkstoffe durch direkte Implantation des Heliums zu simulieren. Inwieweit die andersartige Einbringung des Heliums bei Beschuß mit α -Strahlen im Vergleich zur direkten Erzeugung im Metall über (n, α) -Kernreaktionen zu möglicherweise anderen Aussagen führt, soll hier durch Warmzug- und Zeitstandversuche ermittelt werden.

1.2 Kenntnisstand und Literaturübersicht

Der austenitische Stahl 1.4981 wird im Kernreaktorbau der USA, GB, Frankreichs und Japans bisher nicht eingesetzt. Hier wird der unstabilisierte Austenit AISI 316 – generell im 20% kaltverformten Gefügezustand – als SNR-Referenzwerkstoff für Brennstoffcladding und Kastenmaterial verwendet /3,4,5/. In dem amerikanischen Hochtemperaturreaktor Fort St. Vrain wird er auch als Hüllwerkstoff für die Absorberstäbe eingesetzt. In der japanischen Hochtemperaturreaktorentwicklung konnte auf diesen Werkstoff nicht zurückgegriffen werden, da die hohen Betriebstemperaturen (800-1000 °C) des Very High Temperatur Reaktor (VHTR) einen Einsatz nicht erlaubten. Der Referenzwerkstoff für die Absorberhüllrohre ist hier die Nickelbasislegierung Hastelloy X. Die wenigen Veröffentlichungen zum Bestrahlungsverhalten des Stahls 1.4981 stammen aus Arbeiten des Kernforschungszentrums Karlsruhe im Rahmen der SNR-Entwicklung. Im Vordergrund stehen somit die Fragen zur Formstabilität des Werkstoffs; sein Schwell- und Kriechverhalten

unter Neutronenbestrahlung. Die Karlsruher Ergebnisse werden hier vorgestellt:

1.2.1 Schwellverhalten des Stahls 1.4981

Die Fluenzabhängigkeit des Schwellens wird bis zu schnellen Fluenzen von $7 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$ im Temperaturbereich um $450 \text{ }^\circ\text{C}$ für den 10 bis 14% kaltverformten Werkstoff belegt /6,7,8,9/. Bis zu einer Fluenz von $5 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$ läßt sich diese Abhängigkeit durch ein Potenzgesetz beschreiben:

$$\frac{\Delta V}{V} = f (E \varnothing t)^{2,2} \quad T = \text{const.}$$

- $\frac{\Delta V}{V}$ = Änderung des Volumens
 E = Materialkonstante
 \varnothing = schneller Neutronenfluß
 t = Bestrahlungszeit

Danach wird näherungsweise eine lineare Abhängigkeit des Volumenschwellens von der Neutronenfluenz erwartet (Abb. 1).

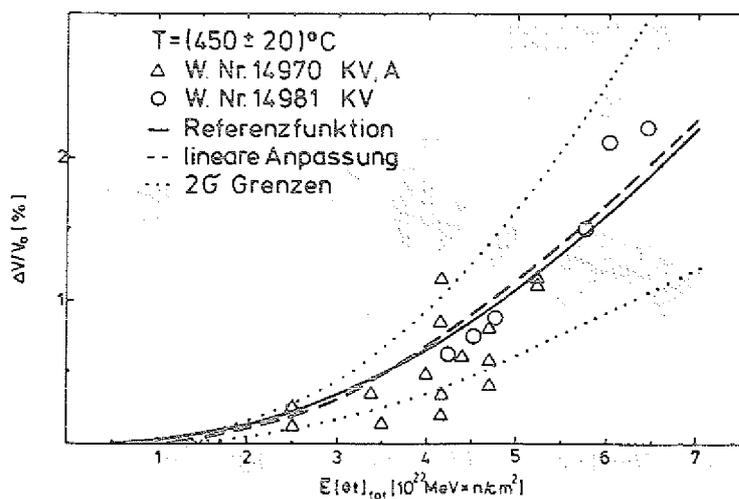


Abb. 1: Abhängigkeit des Volumenschwellens von der Neutronenfluenz für den 10 bis 14% kaltverformten Stahl 1.4981, Ref. 6

Die Temperaturabhängigkeit des Volumenschwellens ist zwischen 400 und 500 °C gering. Bestrahlungsversuche mit C^{2+} -Ionen /6,7/, ergaben ein Schwellmaximum des 5 bis 7% kaltverformten Stahles 1.4981 bei 575 °C. Die Werte erreichten nach einer Fluenz von $3 \times 10^{21} \text{ m}^{-2}$ nahezu 1,5% und waren damit um eine Größenordnung höher als bei 500 °C.

1.2.2 In-pile Kriechverhalten des Stahls 1.4981

Auswertungen des Bestrahlungsexperimentes "RipceX" /10-16/ ergaben für den kaltverformten Werkstoff eine lineare Abhängigkeit der Kriechverformung unter Bestrahlung von der angelegten Spannung. Üblicherweise wird deshalb die Kriechdehnung, ϵ , auf die Spannung, σ , normiert, wenn der Einfluß der Neutronenfluenz auf die Kriechdehnung bestimmt werden soll. In Abb. 2 ist diese Abhängigkeit für den kaltverformten 1.4981 dargestellt. Der merkliche Anstieg der Kriechrate oberhalb einer schnellen Fluenz von $3,5 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$ fällt mit dem Bereich zusammen, in dem das bestrahlungsinduzierte Volumenschwellen meßbar einsetzt.

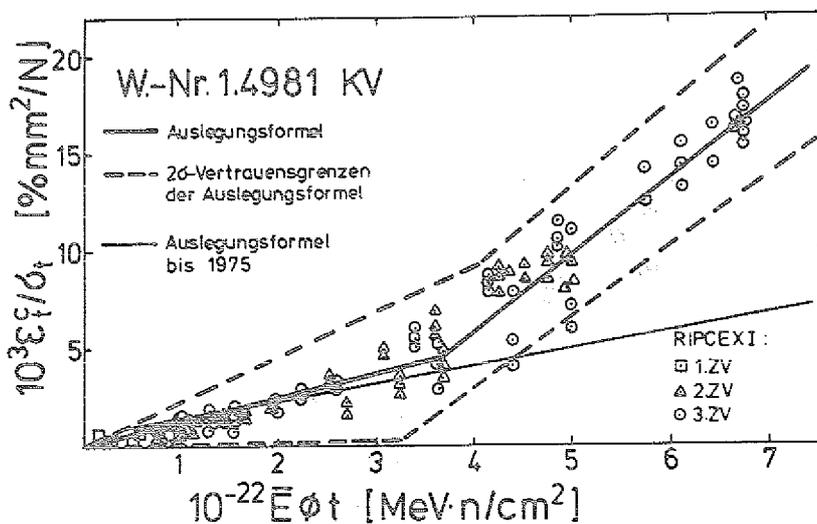


Abb. 2: Einfluß der Neutronenfluenz auf das bestrahlungsinduzierte Kriechen des kaltverformten Stahls 1.4981, Ref. 9

Im Temperaturbereich von 400 bis 500 °C wurde keine Temperaturabhängigkeit gefunden. Bei hohen Temperaturen dominiert das thermisch aktivierte Kriechen, so daß der Beitrag durch die Bestrahlung nicht mehr ermittelt werden kann.

1.2.3 Einfluß der Neutronenbestrahlung auf die mechanischen Kennwerte des Stahls 1.4981

Für den Temperaturbereich oberhalb 550 °C, in dem mit der Hochtemperaturversprödung durch Helium zu rechnen ist, liegen keine Versuchsergebnisse aus Zugversuchen im Schrifttum vor. Das Zeitstand- und Kriechverhalten von fünf Werkstoffzuständen – hauptsächlich die 10 bis 20% kaltverformten SNR-typischen Varianten – ermittelten Wassilew und Closs /17/ im Temperaturbereich von 600 bis 700 °C nach einer Bestrahlung bei 640 °C. Durch die thermische bzw. schnelle Fluenz von $4,7 \times 10^{25}$ bzw. $8,7 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ wurden 47 appm Helium erzeugt. Aus dem Verlauf der Zeitstandkurve, Abb. 3, schlossen die Autoren, daß die durch "Kaltverformung" bzw. "Kaltverformung plus Ausscheidungsglühung" erhaltenen Varianten ihre gegenüber dem lösungsgeglühten Zustand verbesserte Zeitstandfestigkeit verlieren, wenn Stand-

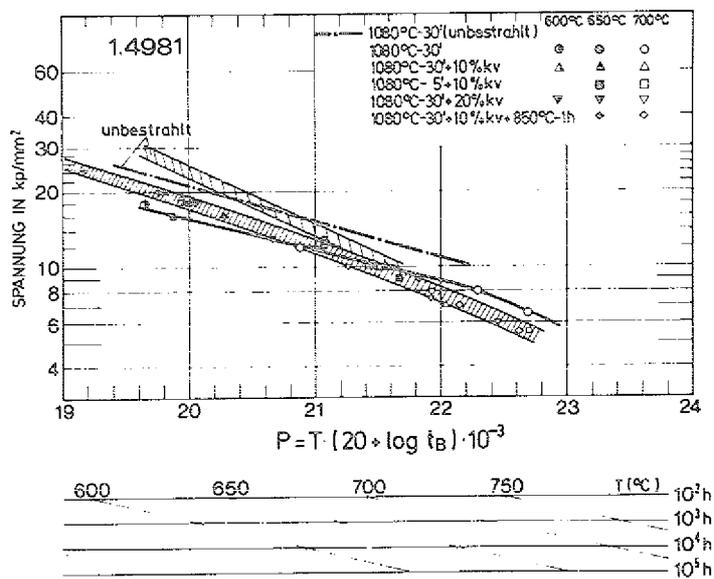


Abb. 3: Larson-Miller-Darstellung der Zeitstandfestigkeit des Stahls 1.4981 mit verschiedenen Gefügeständen. Ref. /17/

zeiten von 1000 h überschritten werden. Bei Prüftemperaturen von 650 bis 700 °C haben alle Varianten nach Bestrahlung Kriechbruchdehnungswerte zwischen 2 und 10%. Ungewöhnlich ist das Hochtemperaturverformungsverhalten, für das die Autoren keine Erklärung haben. Mit steigender Prüftemperatur und abnehmender Verformungsgeschwindigkeit wird ein Anstieg der Bruchdehnung festgestellt (siehe Abb. 4).



400 1000

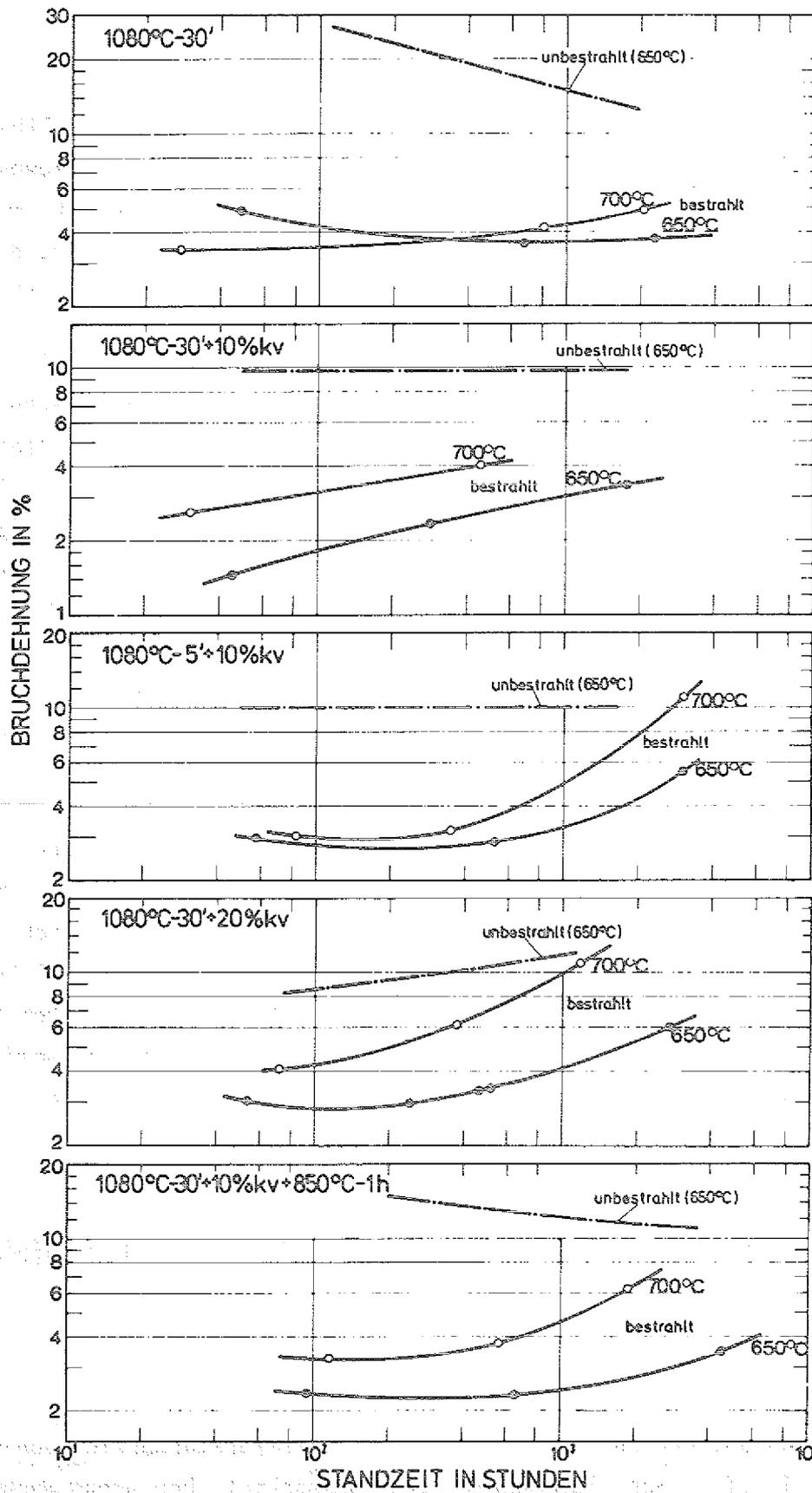


Abb. 4: Bruchdehnung des Stahles 1.4981 vor und nach Bestrahlung bei 650 °C und 700 °C (Ref. 17)

2. GRUNDLAGEN ZUM BESTRAHLUNGSVERHALTEN VON METALLEN

Thermische und schnelle Neutronen bewirken auch in nichtspaltbaren Materialien Änderungen, die zu physikalischen und chemischen Eigenschaftsänderungen führen. Grundsätzlich wird zwischen den beiden Elementarprozessen Atomverlagerungen und Kernumwandlungen unterschieden, die je nach Neutronenspektrum und Werkstoffzusammensetzung gleichzeitig ablaufen können.

Atomverlagerungen werden u.A. durch hochenergetische, schnelle Neutronen verursacht. Durch Stoßprozesse werden Atomverlagerungskaskaden erzeugt, an deren Anfang Leerstellen, und an deren Ende Zwischengitteratome entstehen. Die Wahrscheinlichkeit einer Rekombination von Leerstellen und Zwischengitteratomen steigt mit steigender Temperatur und steigender Konzentration der Defekte. Agglomerationen der Defekte ergeben Poren, Cluster und Versetzungsringe. Die Atomverlagerungen lösen Werkstoffreaktionen aus, die als Strahlenschäden bezeichnet werden. Es wird unterschieden zwischen: Schwellen, in-pile-Kriechen und Tieftemperaturversprödung. Die Entstehung dieser Strahlenschäden wird weiter unten aus physikalischer Sicht beschrieben /18/.

Kernumwandlungen, wie n, γ ; n, p und n, α Reaktionen, erzeugen Fremdatome, Wasserstoffatome und Heliumatome, die ebenfalls die Materialeigenschaften beeinflussen. Technisch besonders bedeutend ist die durch (n, α) -Kernumwandlungen verursachte Helium-Hochtemperaturversprödung, welcher der überwiegende Teil der vorliegenden Arbeit gewidmet ist. Die durch Atomverlagerungen in austenitischen Werkstoffen ausgelösten Strahlenschäden sind im Hochtemperaturbereich nicht mehr wirksam und werden deshalb hier nur kurz beschrieben.

2.1 Strahlenschäden durch bestrahlungsinduzierte Atomverlagerungen

2.1.1 Schwellen

Bestrahlungsbedingtes Schwellen wird im Temperaturbereich von 0,35 bis 0,55 T_s (T_s = Schmelztemperatur, K) beobachtet. Der erste Nachweis gelang 1967 Cawthorne und Fulton /19/. Schwellen wird verursacht durch dreidimensionale Agglomeration von Leerstellen zu Poren. Ermöglicht wird die

Agglomeration der Leerstellen, weil die bei den Atomverlagerungen gleichzeitig erzeugten Zwischengitteratome vom Dilatationsfeld einer Versetzung angezogen und dort durch Einlagerung abgebaut werden. Die beiden Haupteinflußgrößen für die Ausbildung von Poren sind die Neutronenfluenz und die Temperatur. Für den austenitischen Stahl 1.4981 wird die Abhängigkeit des Volumenschwellens von der Neutronenfluenz in Abb. 1 gezeigt. Diese Abhängigkeit ist charakteristisch für alle metallischen Werkstoffe. Die Fluenzabhängigkeit des Schwellens sollte modellmäßig folgende allgemeine Form haben:

$$S = A (D - D_0)$$

Nach einer meist kurzen Inkubationszeit, D_0 , in der es zu einer Übersättigung an Leerstellen kommt, steigt das Schwellen linear mit der Neutronenfluenz, D , an. Die Schwellrate, A , ist materialspezifisch und wird u.A. durch den Gefügezustand beeinflusst. Garner *et al* /20/ zeigten, daß durch eine Kaltverformung das Schwellen austenitischer Stähle verringert werden kann. Levy *et al* /21/ wiesen den Einfluß der Legierungselemente auf das Schwellverhalten von Cr-Ni-Stählen nach. Interstitiell gelöste Elemente wie Kohlenstoff und Stickstoff in Konzentrationen von 100 bis 1000 ppm unterdrücken das Schwellen des austenitischen Stahls AISI 316 gegenüber der hochreinen Variante um mehr als eine Größenordnung /22/.

Zwischen 0,35 und 0,55 T_s (T_s = Schmelztemperatur, K) wird für alle Werkstoffe die Ausbildung eines Schwellmaximums beobachtet. Zuerst steigt die Schwellrate mit zunehmender Temperatur, weil die Beweglichkeit der Leerstellen erhöht wird, wodurch es zu einer verstärkten Cluster- und Porenbildung kommt. Oberhalb einer gewissen Temperatur ($T > 0,45 T_s$) fällt die Schwellrate wieder ab. Das ist darauf zurückzuführen, daß die aus den vorhandenen Poren und Versetzungen thermisch erzeugten Leerstellen das Volumenschwellen kontrollieren, und die durch Stoßprozesse erzeugten Leerstellen nur einen geringen Beitrag leisten. Durch höhere Neutronenflüsse – Erhöhung der durch Stoßprozesse erzeugten Leerstellenrate – wird das Schwellmaximum zu höheren Temperaturen verschoben.

Technologisch bedeutend wird das Volumenschwellen ($> 0,1\%$) erst nach schnellen Fluenzen, die mehreren dpa entsprechen (dpa = displacement per atom; $1 \times 10^{26} \text{ n m}^{-2} E > 1 \text{ MeV} \hat{=} 5 \text{ dpa}$).

2.1.2 In-pile Kriechen

Das strahleninduzierte Kriechen – in-pile-creep – kann im Gegensatz zum thermischen Kriechen auch bei $T \leq 0,5 T_S$ deutlich ausgeprägt sein und bei Belastungen unterhalb der 0,2% Dehngrenze bei austenitischen Stählen beobachtet werden. Die physikalische Ursache ist die bevorzugte Anlagerung von Defekten an Versetzungen. Dieser Mechanismus heißt in der Literatur SIPA; stress induced preferential absorption /23/. Versetzungen mit Burgersvektoren parallel zur angelegten Spannung fangen im Vergleich zu anders orientierten Versetzungen bevorzugt Zwischengitteratome in der Dilatationszone ein. Dadurch werden zusätzliche Netzebenen erzeugt. Umgekehrt bevorzugen Leerstellen solche Versetzungen, deren Burgersvektoren senkrecht zur angelegten Spannung liegen. Sie werden in den Kompressionszonen der Versetzung absorbiert. Das führt zum Abbau zusätzlich eingeschobener Gitterebenen. Das Ergebnis ist eine plastische Verformung in Richtung der angelegten Spannung.

Üblicherweise wird ein proportionaler Anstieg der Kriechgeschwindigkeit mit steigendem Neutronenfluß und steigender Spannung beobachtet /24, 10-16/. Der Einfluß der Temperatur auf das in-pile-Kriechen sollte von Modellvorstellungen her gering sein. Häufig wird bei technischen Stählen und Legierungen aber auch ein Anstieg der in-pile Kriechgeschwindigkeit mit der Temperatur festgestellt /24, 25, 26/.

2.1.3 Tiefemperaturversprödung

Die Tiefemperaturversprödung wird bei Temperaturen $T \leq 0,5 T_S$ beobachtet. Austenitische Stähle weisen verformungsarme, transgranulare Brüche auf. Im Zugversuch wird eine deutliche Erhöhung der 0,2%-Dehngrenze festgestellt, während die Zugfestigkeit vergleichsweise wenig angehoben wird. Das führt zu einer Abnahme der Gleichmaßdehnung und somit auch zu verminderter Bruchdehnung.

Die Erhöhung der Streckgrenze wird durch Punktdefekte verursacht ~ Leerstellen- und Zwischengittercluster -, die durch schnelle Neutronenbestrahlungen verursacht werden. Die Cluster behindern die Versetzungsbewegung und verursachen die beschriebenen Eigenschaftsänderungen. Bei geringen Fluenzen und niedrigen Temperaturen, wenn Erholungsmechanismen noch nicht wirksam werden, steigt die Clusterdichte linear mit der Neutronendosis an. Für die Fluenzabhängigkeit der 0,2% Dehngrenze gilt allgemein:

$$R_{p0,2} = A (1 - e^{-B \Phi})^{1/2}$$

A und B sind Materialkonstanten, Φ ist die schnelle Neutronenfluenz.

Mit steigender Temperatur werden die Defektcluster aufgelöst, so daß bei austenitischen Werkstoffen bei Temperaturen um 600 °C keine ausgeprägten, auf Tieftemperaturversprödung zurückzuführende Eigenschaftsänderungen zu erwarten sind.

2.2 Transmutationsbedingter Strahlenschaden; Helium-Hochtemperaturversprödung

Die bisher beschriebenen Schädigungsmechanismen verlieren mit steigender Temperatur an Wirksamkeit. Eine Beeinträchtigung der mechanischen Werkstoffeigenschaften durch Bestrahlung oberhalb $0,5 T_s$ wurde deshalb nicht erwartet. Es war somit eine Überraschung, als in den späten 50iger Jahren im Oak Ridge National Laboratory, USA, (ORNL) an neutronenbestrahlten Inconel 600 Röhren oberhalb 700 °C eine Hochtemperaturversprödung im Berst-Test beobachtet wurde /27, 28/. Die Bruchzeiten waren 3-5 fach geringer, die Bruchdehnungen 5fach geringer als die Werte der gleichbehandelten unbestrahlten Proben. An den Oberflächen der verformungsarmen interkristallinen Brüche wurden kugelförmige Eindrücke festgestellt. Gas war offensichtlich im Metall erzeugt worden und an die Korngrenzen gelangt. Der spektroskopische Nachweis von Bor legte die Vermutung nah, daß über den Einfang thermischer Neutronen Helium erzeugt worden war, welches, zu Gasblasen agglomeriert, entweder die Korngrenzen unmittelbar schwächte oder durch Blasenausbildung mit hohem Innendruck spannungserhöhend wirkte. Helium ist

praktisch unlöslich in Metallen. Bei 1000 K ist die Löslichkeit in Stahl etwa 10^{-14} /51/. Deshalb ist seine Neigung in Blasen auszuscheiden sehr groß. Es wurde auch nicht ausgeschlossen, daß das bei der Kernumwandlung miterzeugte Lithium die Verformungsfähigkeit der Korngrenzen beeinträchtigen konnte und Korngrenzenbruch verursachen würde. Als die Nickelbasislegierungen A-286¹⁾ und René 41²⁾ schon nach der niedrigen thermischen Fluenz von $4,4 \times 10^{19} \text{ m}^{-2}$ im Zeitstandversuch bei 650 °C Versprödung zeigten /29/, wurde Bor mit seinem hohen Einfangquerschnitt für n, α -Reaktionen dafür verantwortlich gemacht. Pfeil und Harries /30/ zeigten, daß die Versprödung bei konstantem Borgehalt, eine Funktion des ^{10}B -Gehalts und der thermischen Neutronenfluenz ist. Das wurde auch von anderen Autoren bestätigt /31, 32, 33/. Da die $^{10}\text{B}(n, \alpha)$ -Reaktion sowohl ^4He als auch ^7Li erzeugt, war es nicht sicher, ob Helium oder Lithium versprödend wirkten. Higgins und Roberts /34/ wiesen durch Implantationsversuche an Stählen nach, daß Helium die Hauptursache der Versprödung ist. Bloom und Clausing /35/ machten an AISI 304 Warmzugversuche im Ultrahochvakuum. Sie konnten mit Hilfe eines angeschlossenen Gasanalysators nachweisen, daß Helium zum Zeitpunkt des Bruchs freigesetzt wurde und die Menge proportional mit der Neutronenfluenz anstieg. Um die Duktilität von austenitischen Stählen bei 700 °C zu beeinflussen, genügten Heliumkonzentrationen von weniger als 0,1 appm /31,36/, für Nickellegierungen sogar weniger als 5×10^{-3} appm /37/. Weder in Nickelbasis- noch Eisenbasislegierungen war Helium durch Hochtemperaturglühungen bei Temperaturen bis 1050 °C auszugasen /38, 39, 40/.

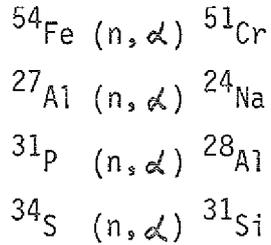
Auch wenn das Bor in der Nähe der Korngrenzen segregiert ist, kann davon ausgegangen werden, daß das Helium in der Matrix homogen verteilt ist, weil die Alpha-Partikel der $^{10}\text{B}(n, \alpha)$ -Reaktion mit ihrer Recoilenergie von 1,53 MeV eine Reichweite von $2,7 \mu\text{m}$ in austenitischem Stahl haben /37,41/. Obwohl ein klarer Zusammenhang zwischen Borgehalt, thermischer Neutronenfluenz und Hochtemperaturversprödung besteht, wird auch in schnellen Reaktoren, die nur einen geringen thermischen Anteil am Neutronenspektrum haben, in Metallen Helium erzeugt, welches auch versprödend wirkt. Birss /42/ stellt dar, durch welche Kernreaktionen in Reaktormaterialien Helium erzeugt wird. Die wichtigsten Kernreaktionen sind hier:

1) A-286: 15% Cr; 26% Ni; 2,2% Ti; 1,3% Mo; Rest Fe

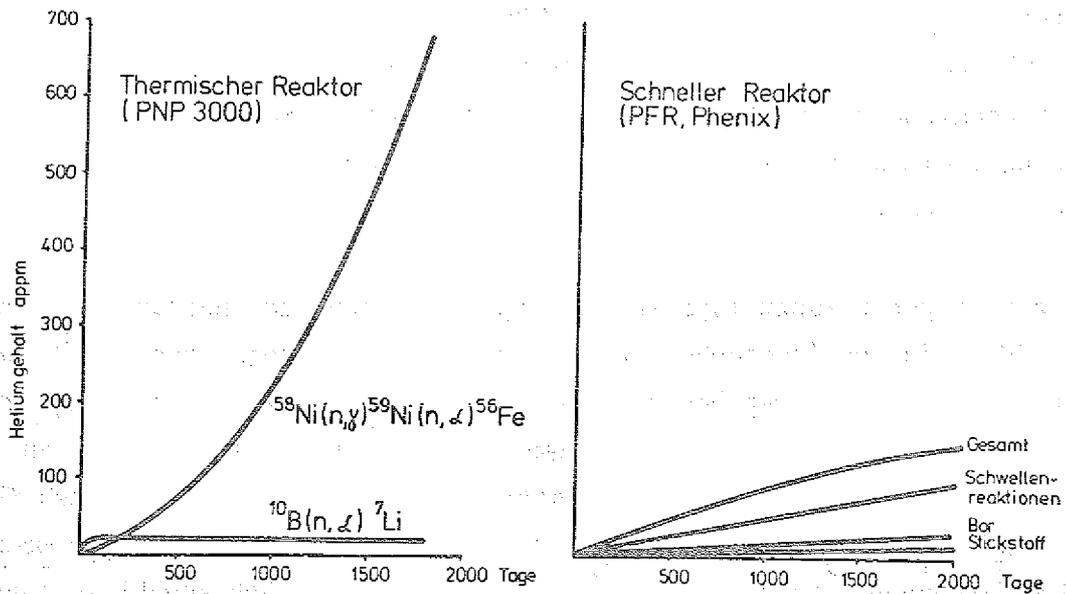
2) René 41: 9% Cr; 62% Ni; 3,1% Ti; 10% Mo; 11% Co; 1,5% Al; 1,8% Fe



und viele Schwellenreaktionen wie:



In Abb. 5 ist ein Vergleich der Heliumproduktion in austenitischen Stählen durch thermische und schnelle Neutronenbestrahlungen.



Heliumproduktion durch n, α -Reaktionen in einem

16% Ni-Stahl

Abb. 5: Heliumproduktion durch (n, α) -Reaktionen in einem 16% Ni-Stahl.

Ref. /43/

Obwohl Helium als Ursache der Hochtemperaturversprödung erkannt war, konnte der Mechanismus der Versprödung zuerst nicht eindeutig nachgewiesen werden. Moteff *et al* /29/ erklärten die Hochtemperaturversprödung der Nickellegierungen mit der höheren Störstellenkonzentration im Bereich der Korngrenzen, wo Bor hauptsächlich segregiert. Die Transmutationsprodukte des Bor - Lithium und Helium - verursachen in der Nähe der Korngrenze durch Recoil-Atome eine um mehr als eine Größenordnung höhere Fehlstellenkonzentration als die schnellen Neutronen in der Matrix. Reaktionen der Leerstellencuster mit Heliumloops sollten zu Versetzungsnetzwerken führen, die gemeinsam mit den Carbiden die Versetzungen festhalten und an der Bewegung hindern. Dadurch wird das Korngrenzen- und Korngleiten reduziert und damit die Duktilität.

Die nachweislich duktilitätsverbessernde Wirkung des Bor auf die Kriechbruchverformung /44, 45, 46, 47, 48/ könnte auch aufgehoben werden, wenn Bor aus den Korngrenzen in die korngrenzennahen Defektstellen diffundieren würde. Das sollte besonders deutlich werden bei Borgehalten unterhalb 10 ppm.

Ausscheidungen an Versetzungen im Korn und an den Korngrenzen bestrahlter austenitischer Stähle nach dem Warmzugversuch, die im unbestrahlten Werkstoff nicht festgestellt wurden, führten zu der Vermutung, daß Heliumatome keimbildend für Carbidausscheidungen sein könnten, die wiederum die Ursache der Hochtemperaturversprödung seien /49/. Später konnte aber nachgewiesen werden, daß diese Carbide bei 1150 °C in Lösung gingen, die Hochtemperaturversprödung trotzdem bestehen blieb /40/.

Die heutigen Erkenntnisse sehen die Hauptursache der Hochtemperaturversprödung in der Anwesenheit des Heliums im Korngrenzenbereich. Deshalb wird auch von "Heliumversprödung" gesprochen. Von Bedeutung sind damit die Diffusionseigenschaften des Heliums in Metallen und sein Verhalten in den Korngrenzen. Für das kfz-Nickel sind die charakteristischen Daten für die Einlagerung und Diffusion des atomaren Heliums bestimmt und der Mechanismus der Wanderung erkannt worden /50/. Helium kann danach sowohl an substituierten Gitterplätzen (He_V = helium at vacancy) als auch an interstitiellen Gitterplätzen (He_i) sitzen. Im thermischen Gleichgewicht ergibt sich in der Nähe des Schmelzpunktes des Grundwerkstoffs ein Verteilungskoeffizient von $\frac{C_{\text{He}_V}}{C_{\text{He}_i}} = 100$. Die Bindungsenergie des 'Substitutions-Heliums', $E_{\text{He}_V}^b$, wurde

mit 2,1 eV bestimmt /50/. Die Aktivierungsenergie, die nötig ist, ein Heliumatom aus einem interstitiellen Gitterplatz herauszuheben, $E_{\text{He}_i}^m$, beträgt 0,1 eV /50/. Die Aktivierungsenergie für die Dissoziation eines Substitutions-Heliumatoms ist somit

$$E_{\text{He}_V}^{\text{diss}} = E_{\text{He}_V}^b + E_{\text{He}_i}^m = 2,2 \text{ eV}$$

Die Aktivierungsenergie für die Diffusion, $E_{\text{He}_i}^{\text{diff}}$, im Nickelgitter beträgt etwa 0,8 eV. Die Tatsache, daß die Aktivierungsenergie der Heliumdiffusion im Nickel bei hohen Temperaturen mit 0,8 eV sehr viel höher ist als die Aktivierungsenergie für die Wanderung, $E_{\text{He}_i}^m$, über interstitielle Plätze, bestätigt die Beobachtung, daß Helium hauptsächlich auf Substitutionsgitterplätzen sitzt. Für ein solcherart eingelagertes Heliumatom sind bei hohen Temperaturen zwei Diffusionsmechanismen möglich. Falls die Diffusion über Leerstellen abläuft, müßte die Aktivierungsenergie in der Größe der Selbstdiffusion liegen. Am energetisch günstigsten wäre es dann, wenn die nächste Nachbarleerstelle eine Doppelleerstelle wäre. Für diesen Fall beträgt die Aktivierungsenergie der Helium-Diffusion in Nickel 2,1 eV /50/. Dieser Betrag ist weitaus höher als die gemessenen 0,8 eV. Damit kann für Nickel dieser Mechanismus ausgeschlossen werden. Die andere Möglichkeit der Diffusion läuft über einen Dissoziationsmechanismus ab. In diesem Fall springt das Heliumatom aus einer Leerstelle in eine Zwischengitterposition, von der es dann sehr schnell als 'interstitielles' Heliumatom wandert, bis es von einer weiteren Leerstelle eingefangen wird. Die Diffusionskonstante ist dann gegeben durch die Diffusionskonstante des interstitiellen Heliumatoms multipliziert mit der relativen Konzentration der 'interstitiellen Heliumatome':

$$D_{\text{He}} = D_0 e^{-\frac{E_{\text{He}}^m}{kT}} \cdot \frac{C_{\text{He}_i}}{C_{\text{He}_V}}$$

Die gemessenen thermodynamischen Daten unterstützen die Behauptung, daß bei hohen Temperaturen die Diffusion des Heliums in Nickel über den Dissoziationsmechanismus abläuft.

Bei hohen Temperaturen wird ein zweistufiger Ausscheidungsmechanismus angenommen /52/. Zuerst werden kleine Blasen ausgeschieden. Diese Blasen sind wiederum Keime für größere Blasen, die sich bei Anlegen einer Spannung über Leerstellensättigung bilden. Wenn sich Heliumblasen einmal gebildet haben, können sie bei hohen Temperaturen wachsen, auch wenn kein weiteres Helium gebildet wird. Als Mechanismus für das Wachstum der Heliumblasen in AISI 316 bei 1000 K ist Ostwaldreifung durch Umlösung kleiner Blasen als wahrscheinlich nachgewiesen worden /53/. Ein geringer Beitrag könnte auch über Blasenwanderung und Koagulation erfolgen. Aus der Temperaturabhängigkeit des Blasenwachstums in der Matrix wurde für die Heliumpermeation eine Aktivierungsenergie von 3,5 eV bestimmt.

Eine Abschätzung der Auswirkung des Heliums an den Korngrenzen auf die Ribbildung wird durch D.R. Harries gemacht /54/. Bei höheren Temperaturen wird der Bruch in unbestrahlten austenitischen Werkstoffen durch keilförmige Anrisse ausgelöst, die bevorzugt an Tripelpunkten der Korngrenzen beginnen und ab einer kritischen Riblänge instabil wachsen. Für keilförmige Anrisse ist die nötige Spannung:

$$\sigma = \sqrt{12 \gamma G / \pi L}$$

Die kritische Riblänge wird erreicht:

$$L_c \geq \frac{4 \gamma G}{(1-\nu) G^2}$$

- γ = effektive Oberflächenspannung für Korngrenzenbruch
- L = Länge der gleitenden Korngrenze
- G = Gleitmodul
- ν = Poisson Zahl

Durch Heliumausscheidungen in den Korngrenzen, so lassen Harries' Berechnungen vermuten, wird die Spannung, die zur Erzeugung eines keilförmigen Anrisses nötig ist, herabgesetzt.

3. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

3.1 Charakterisierung des Probenmaterials

3.1.1 Chemische Analyse

Für die Versuche stand Probenmaterial aus fünf Schmelzen zur Verfügung. Neben der spezifizierten Werkstoffzusammensetzung, Spalte 1 der Tab. 1, sind die Stückanalysen und Herstellungsdaten angegeben. Charge 2 unterscheidet sich von allen anderen durch den höheren Borgehalt. Bei der vierten Charge wurde besonderer Wert auf einen hohen Reinheitsgrad gelegt, der sich in den geringen Phosphor-, Schwefel-, Stickstoff- und Sauerstoffwerten niederschlägt. Der spezifizierte Chromgehalt wurde in dieser Charge leicht unterschritten. Der hier auch festgestellte etwas zu geringe Niobgehalt von 0,77% bedeutet bei dem Kohlenstoffgehalt von 0,092% eine Unterstabilisierung.

3.1.2 Wärmebehandlung und allgemeine Festigkeitsangaben

In Tab. 2 sind die thermischen und mechanischen Behandlungen der untersuchten Werkstoffvarianten aufgeführt und die daraus resultierenden Festigkeitskennwerte bei Raumtemperatur angegeben. Die beiden lösungsgeglühten Varianten, L1 und L2, liegen oberhalb der spezifizierten Werte von 0,2 % Dehngrenze und Zugfestigkeit; $R_{p0,2} > 210 \text{ MPa}$, $R_m = 530 \div 700 \text{ MPa}$. Die vorgeschriebene Mindestbruchdehnung von $A_5 = 35\%$ wird überschritten. Durch die 15% Kaltverformung der Variante K ist die 0,2% Dehngrenze auf 700 MPa angehoben worden und die Bruchdehnung auf etwa 20% abgesenkt. Die Mikrohärtigkeit wurde mit $HV_{0,1} = 2450 \text{ MPa}$ gemessen. Die kaltverformt-ausscheidungsgeglühten Zustände, KA1, KA2, KA3 und KA4, haben im Vergleich zur kaltverformten Variante erwartungsgemäß geringere 0,2% Dehngrenzen- und Zugfestigkeitskennwerte mit deutlich verbesserter Bruchdehnung. Innerhalb dieser Gruppe machen sich die geringen Änderungen der thermomechanischen Behandlung sowohl in den mechanischen Festigkeits- und Duktilitätswerten als auch durch geänderte Korngefüge deutlich bemerkbar. Die KA1 und KA3 Varianten, die eine 40%ige Kaltverformung mit anschließender einständiger

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung und Herstellungsdaten der untersuchten 1.4981 Chargen

| Element Massen- gehalt % | Spezifikation | Charge 1 | Charge 2 | Charge 3 | Charge 4 | Charge 5 |
|-----------------------------------|-------------------------------|------------------|---------------------------|------------------|---------------------------------|-----------------|
| C | 0,04-0,10 | 0,062 | 0,048 | 0,046 | 0,092 | 0,045 |
| Si | 0,30-0,60 | 0,41 | 0,58 | 0,46 | 0,45 | 0,37 |
| Mn | 1,5 | 1,38 | 1,29 | 1,29 | 1,28 | 0,93 |
| P | < 0,045 | 0,015 | 0,020 | 0,009 | 0,002 | 0,011 |
| S | < 0,030 | 0,005 | 0,009 | 0,009 | 0,002 | 0,008 |
| B | | 0,0010 | 0,0050 | 0,0007 | 0,0016 | 0,0011 |
| Co | | 0,02 | | 0,004 | | 0,03 |
| Fe | | bal. | bal. | bal. | bal. | bal. |
| Cr | 15,5-17,5 | 16,96 | 16,11 | 16,20 | 15,36 | 16,25 |
| Cu | | | 0,10 | | 0,038 | 0,02 |
| Mo | 1,6-2,0 | 1,74 | 1,73 | 1,78 | 1,70 | 1,75 |
| N | | | 0,033 | | 0,0079 | 0,023 |
| Ta/Nb | $\geq 10 \times \%C \leq 1,2$ | 0,95 | 0,60 | 0,54 | 0,771 | 0,82 |
| Ni | 15,5-17,5 | 16,87 | 15,97 | 16,85 | 15,60 | 16,85 |
| Ti | | 0,05 | | | | 0,02 |
| O | | 0,015 | 0,030 | | 0,003 | |
| Schmelznummer | | 72860 | 156330 | 93830 | 002630 | 70017 |
| Hersteller (Schmelze) | | TEW Krefeld | TEW Krefeld | TEW Krefeld | TEW Krefeld | TEW Krefeld |
| Hersteller (Halbzeug) | | Mannes- mann | Mannes- mann | Mannes- mann | Mannes- mann | Mannes- mann |
| Erschmelzungsart | | ESU* | ESU | ESU | ESU | ESU |
| Formgebungsverfahren | | Kaltpil- gern | gewalzt auf 174 ϕ | Kaltpil- gern | geschmie- det und gewalzt | kaltgewalzt |
| Abmessung (mm) | | Rohr 83 x 9 | 165 ϕ x 4400 | Rohr 114x13,5 | 25 | Blech |
| Probenlage | | axial | längs | axial | längs | längs |

* ESU = Elektro-Schlacken-Umschmelzung

Tabelle 2: Wärmebehandlung und allgemeine Angaben der untersuchten 1.4981 Chargen

| Charge | 1 | 2 | | 3 | 4 | | 5 | |
|---|---|----------------|--|--|--|---|--|-------------------------|
| Bezeichnung * | KA 1 | L1 | KA 2 | KAK | KA 3 | L2 | KA 4 | K |
| Wärmebehandlung | 1080°C, 20' 40% kV 840°C, 1 h | 1080°C, 20' | 1080°C, 20' 45% kV 900 °C, 2 h | 1080°C, 20' 45% kV 900 °C, 2 h 10% kV | 1080°C, 20' 40% kV 800- 850 °C, 1 h | 1080°C, 20' 1 h 45% kV 900 °C, 2 h | 1200°C, 1 h 45% kV 900 °C, 2 h | 1050°C, 5' 15% kV |
| Mechanische Festigkeitskennwerte bei RT | | | | | | | | |
| R _{p0,2} (MPa) | 502 | 225 | 306 | 611 | 515 | 249 | 333 | 700 |
| R _m (MPa) | 669 | 551 | 629 | 700 | 672 | 598 | 635 | 750 |
| A (%) | 36 | 60 | 54 | 32 | 30 | 57 | 42 | 20 |
| Z (%) | 71 | 175 | 72 | 66 | 76 | 73 | 69 | |
| Mikrohärte HV _{0,1} (MPa) | 2080 | 1378 | 1476 | 2250 | 2090 | 1525 | 1650 | 2450 |
| Korngröße nach ASTM | 5-6 | 5 | 10-11 | 10-11 | 5-6 | 9 | 10-11 | 8 |

* K = kaltverformt; A = ausscheidungsgeglüht; L = lösungsgeglüht

Glühung bei etwa 840 °C erhalten haben, zeigen wegen der nur teilweise abgelaufenen Rekristallisation gröberes Korn, geringere Bruchdehnung und höhere Festigkeits- und Mikrohärtewerte als die Varianten KA2 und KA4 mit der 45%igen Kaltverformung und zweistündigen Glühung bei 900 °C.

3.1.3 Gefügeuntersuchungen

Mikroaufnahmen aus den Gefügeuntersuchungen der acht Varianten zeigen die Abb. 6 bis 19. Das Gefüge wurde durch Ätzung nach Vilella entwickelt (15 Teile HNO₃, 30 Teile HCl, 45 Teile Glycerin bei 40 °C). Entsprechend der unterschiedlichen thermo-mechanischen Behandlung sind Unterschiede im Mikrogefüge deutlich:

Variante KA1 und KA3 (Abb. 6,7)

Die wenigen Primärcarbidausscheidungen sind zeilenförmig angeordnet. Das grobe gestreckte Korn ist durch die thermo-mechanische Behandlung nicht vollständig rekristallisiert worden. Aus der Kaltverformung haben sich Verformungszwillinge erhalten. Die feinen, homogen verteilten Carbide liegen bevorzugt in der Matrix. Vereinzelt größere Carbide sind an den Korngrenzen festzustellen.

Variante L1 (Abb. 8,9)

Die wenigen Primärcarbidausscheidungen sind zeilenförmig angeordnet. In der Matrix sind homogene, feinverteilte Carbidausscheidungen nachzuweisen. Die Korngrenzen sind vorwiegend ausscheidungsfrei.

Variante KA2 (Abb. 10,11)

Die wenigen Primärcarbidausscheidungen sind zeilenförmig angeordnet. Die thermo-mechanische Behandlung führte zu einem rekristallisierten, feinkörnigen Korn. Die feinen, homogen verteilten Carbide sind eingeformt und bevorzugt in der Matrix ausgeschieden.

Variante KAK (Abb. 12,13)

Wie Variante KA2. Durch die 10%ige Kaltverformung haben sich Verformungszwillinge gebildet.



Abb. 6: 200 : 1



Abb. 7: 1000 : 1

Gefügebildungen der Variante KA1 und KA3

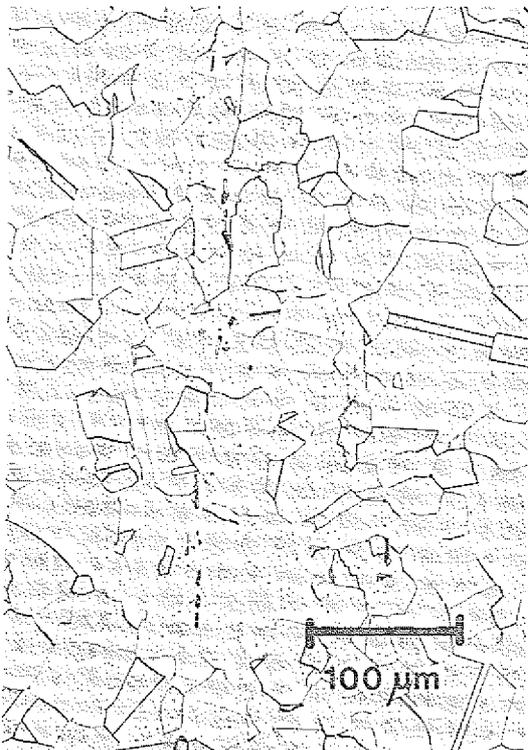


Abb. 8: 200 : 1

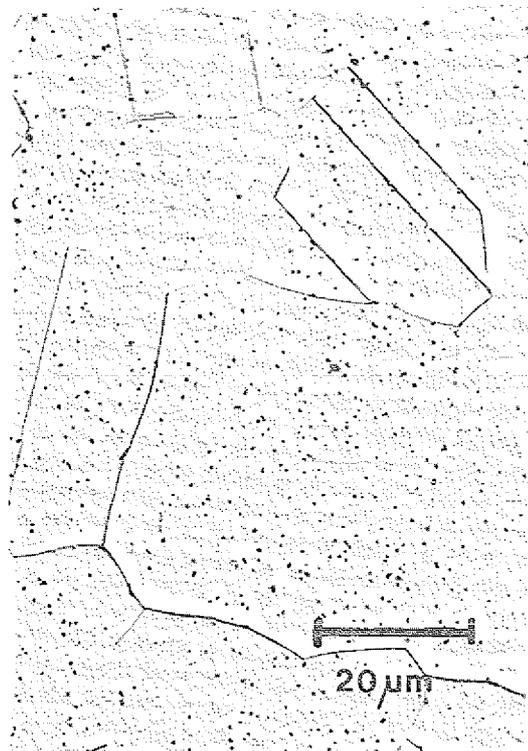


Abb. 9: 1000 : 1

Gefügebildungen der Variante L1

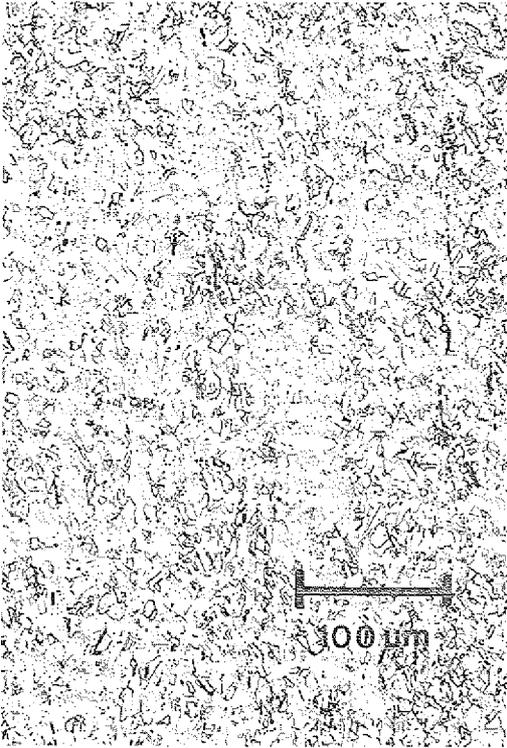


Abb. 10: 200 : 1

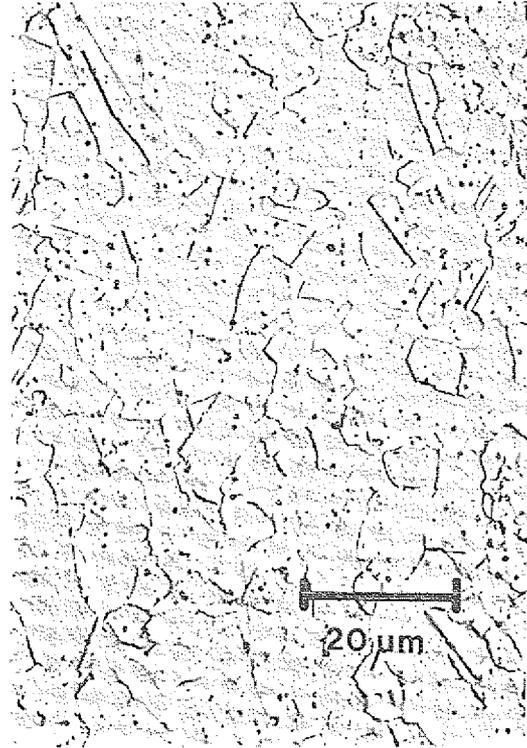


Abb. 11: 1000 : 1

Gefügaufnahmen der Variante KA2



Abb. 12: 200 : 1

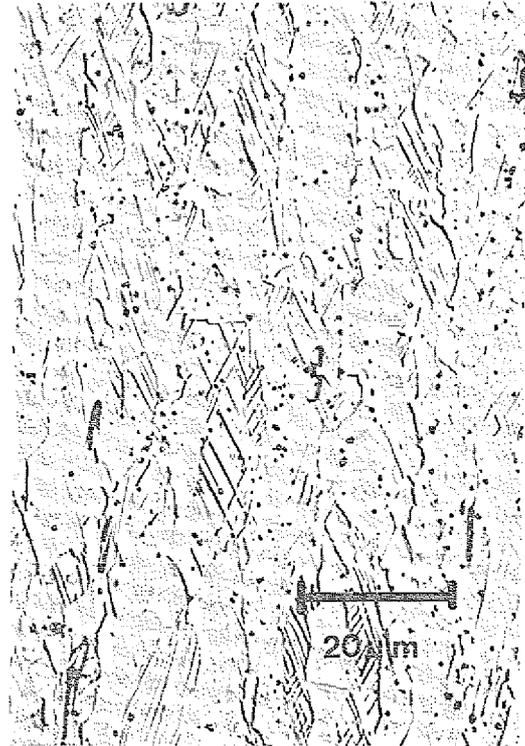


Abb. 13: 1000 : 1

Gefügaufnahmen der Variante KAK



Abb. 14: 200 : 1

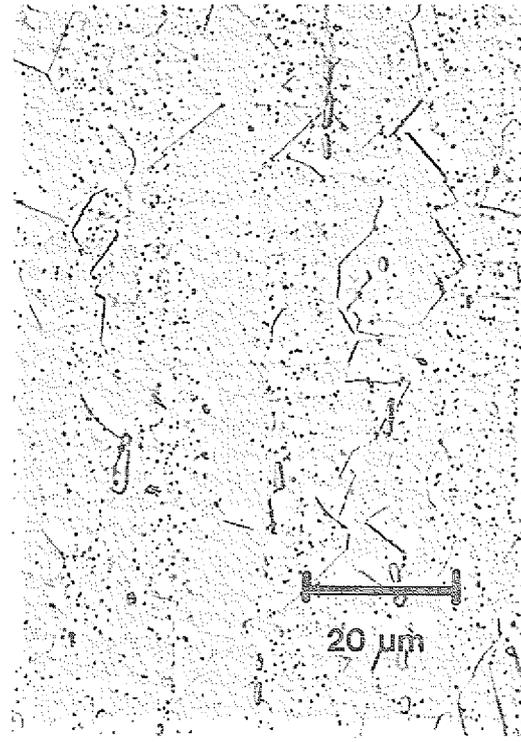


Abb. 15: 1000 : 1

Gefügeaufnahmen der Variante L2

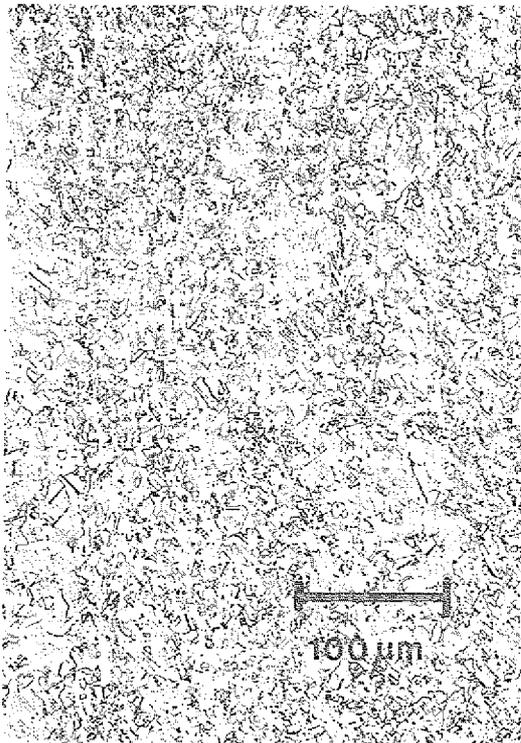


Abb. 16: 200 : 1



Abb. 17: 1000 : 1

Gefügeaufnahmen der Variante KA4



Abb. 18: 200 : 1

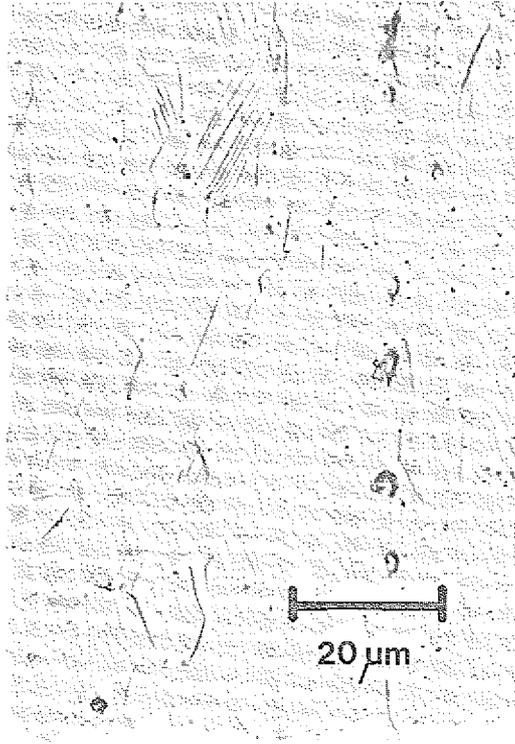


Abb. 19: 1000 : 1

Gefügebildungen der Variante K

Variante L2 (Abb. 14,15)

Die wenigen Primärcarbidausscheidungen sind zeilenförmig angeordnet. Feine, in Bändern angeordnete Sekundärcarbide sind in der Matrix ausgeschieden.

Variante KA4 (Abb. 16,17)

Die Primärcarbide sind durch die Kaltverformung zeilig angeordnet worden. Feine, sekundär ausgeschiedene Carbide sind sowohl in der Matrix als auch an den Korngrenzen.

Variante K (Abb. 18,19)

Starke Primärcarbidausscheidungen sind in zeiliger Anordnung. Die Kaltverformung ist deutlich sichtbar. Eine geringe Konzentration feinverteilter Carbide ist in der Matrix festzustellen.

3.2 Bestrahlungsexperimente

Fünf der sechs Materialbestrahlungen waren für die Erprobung des Stahls 1.4981 geplant und so ausgelegt worden, daß die HTR-spezifischen Forderungen berücksichtigt wurden. Diese Bestrahlungen fanden unter kontrollierten Bedingungen statt, deren Einzelheiten in Tab. 3 erfaßt sind. Aus der SNR-Bündelbestrahlung DFR 455, die von der Firma Interatom im Dounray Fast Reaktor (DFR) in Schottland durchgeführt wurde, stand außerdem ein Futterblech zur Verfügung, daß in der Nachuntersuchung Berücksichtigung fand. Die Bestrahlungsbedingungen sind hier wegen der fehlenden Instrumentierung nicht gemessen, sondern berechnet worden. Für die einzelnen Probenabschnitte ergaben sich wegen der starken Temperatur- und Flußgradienten unterschiedliche Wertepaare, deren Bereich in Tab. 3 angegeben ist. (Weitere Einzelheiten siehe Anlage 5a, b). Auf die Bestrahlungseinrichtungen der fünf instrumentierten Tests soll hier näher eingegangen werden.

3.2.1 Bestrahlungen im FRJ 2 - Jülich

3.2.1.1 Bestrahlungstests HTR-K1, HTR-K2, HTR-1

Das Bestrahlungsrig vom Typ BE 9.3, das für die drei Tests verwandt wurde, besitzt zwei Probenträger mit sechs Bohrungen, die in zwei Etagen jeweils insgesamt 12 Proben aufnehmen können. Die Probenträger stecken in geschlossenen, mit Helium gefüllten Kapseln. Die gewünschte Betriebstemperatur von 400 °C wurde über die Gamma-Aufheizung und vier elektrisch beheizte Öfen eingestellt. Zur Messung und Regelung der Temperaturen standen jeweils fünf strahlenresistente Ni/CrNi-Thermoelemente pro Probenträger zur Verfügung. Vier Thermoelemente sind in den vier Etagen in Höhe der Probenmitte angebracht, ein Thermoelement liegt als Reserve in der Probenträgermitte. Eine schematische Zeichnung dieses Rigtyps zeigt Abb. 20. Die Neutronenflüsse wurden in zwei Positionen mit Co- und Ni-Sonden gemessen. Der thermische Fluenzanteil wird über die Kernreaktion $^{59}\text{Co}(n,\gamma) ^{60}\text{Co}$ bestimmt, für den schnellen Anteil wird die $^{58}\text{Ni}(n,p) ^{58}\text{Co}$ oder $^{54}\text{Fe}(n,p) ^{54}\text{Mn}$ (HTR1) Reaktion genutzt. Die erzielten Fluenzen sind in Tab. 3 mitgeteilt; die Einzelheiten der Bestrahlung in Ref. 55 und 56 ausgewiesen.

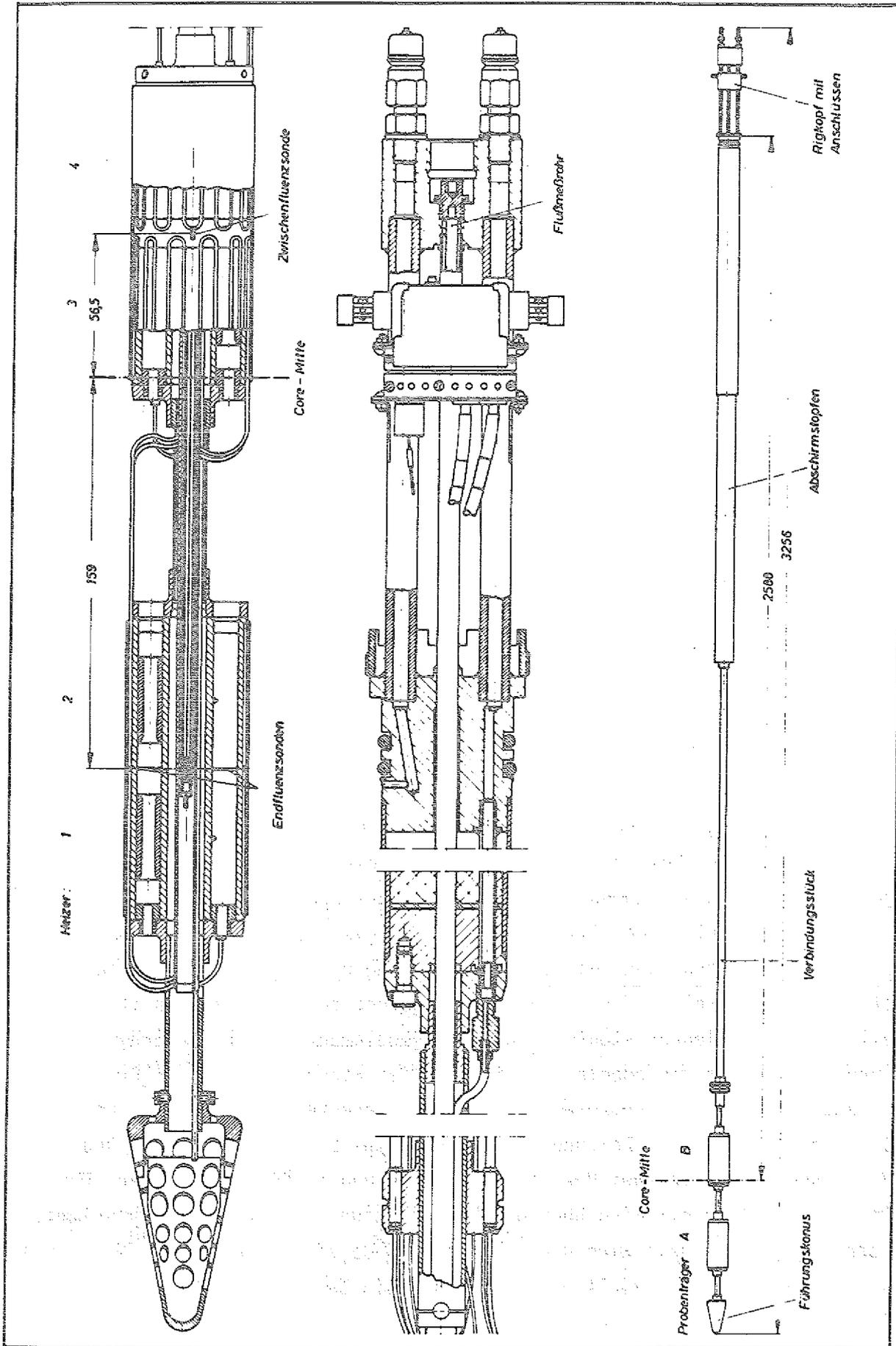


Abb. 20: Rig für Stahlbestrahlungen im FRJ2-Jülich

Tabelle 3: Zusammenfassung der Reaktorbestrahlungsdaten

| Experiment | HTR-K1 | HTR-K2 | HTR-1 | HTLE-1 | HTR-2 B | DFR-455 |
|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| Reaktor | FRJ2-Jülich | FRJ2-Jülich | FRJ2-Jülich | FRJ-2 Jülich | Siloe-Grenoble | DFR Dounray |
| Bestrahlte Position | B 5 | B 5 | B 2 | B 5 | AC1, AC2 | |
| Rig-Nr. | JS-15 | JS-16 | BE9.3-32 | JS11 | AJ1, AJ2 | |
| Mittl. Bestr. Temp. (°C) | 405 ^{±5} | 405 ^{±5} | 372 ^{±3} | 400 ^{±15} | 400; 500 | 270-600 |
| Mittl. Therm. Fluß (nm ⁻² s ⁻¹) | 1,56x10 ¹⁸ | 1,24x10 ¹⁸ | 1,09x10 ¹⁸ | 1,05x10 ¹⁸ | 1,10x10 ¹⁸ | 2,22x10 ¹⁵ |
| Schneller Fluß (nm ⁻² s ⁻¹) | 1,46x10 ¹⁸ | 1,01x10 ¹⁸ | 0,96x10 ¹⁸ | 1,05x10 ¹⁸ | 4,07x10 ¹⁷ | 2,22x10 ¹⁹ |
| Bestr. Dauer ¹⁾ (d) | 1,15 | 12,67 | 127,6 | 110 | 330,2 | 177 |
| Reaktor Leistung (MW, th) | 23,5 | 23,5 | 23 | 23 | 35 | 50 |
| Mittl. Therm. Fluenz, E < 0,4 eV (m ⁻²) | 1,55x10 ²³ | 1,35x10 ²⁴ | 1,20x10 ²⁵ | 1,0x10 ²⁵ | 3,15x10 ²⁵ | max. 3,4x10 ²² |
| Mittl. Schnelle Fluenz, E > 0,1 MeV (m ⁻²) | 1,45x10 ²³ | 1,10x10 ²⁴ | 1,05x10 ²⁵ | 1,0x10 ²⁵ | 1,16x10 ²⁵ | max. 3,4x10 ²⁶ |

1) Bezogen auf die angegebene Reaktorleistung (fpd)

3.2.1.2 Bestrahlungstest HTLE-1

Für diesen Bestrahlungstest wurde ein Rig des Typs LV46 genutzt. Das Rig hat nur einen Probenträger mit sechs durchgehenden axialen Bohrungen, die insgesamt 42 Zug- und Zeitstandproben aufnehmen konnten. Der Probenträger ist an einen Gaskreislauf mit Helium-Neon Gemischregelung zur groben Einstellung des Temperaturniveaus angeschlossen. Darüberhinaus verfügt das Rig über eine regelbare Dreizonenheizung. Für die Temperaturmessung und -regelung waren 8 Ni/CrNi-Thermoelemente über die gesamte Probenhöhe verteilt. Die thermische Neutronenfluenz wurde mit Kobaltsonden, die schnelle Fluenz mit Eisensonden bestimmt. Eine Übersicht der erreichten Bestrahlungsdaten gibt Tabelle 3. Einzelheiten der Bestrahlung sind in Ref. 57 ausgewiesen.

3.2.2 Bestrahlung im Siloé-Reaktor der CEA¹⁾-Grenoble (HTR-2C)

Die Werkstoffbestrahlungen wurden bei nominell 400 und 500 °C in zwei Rigs durchgeführt. Der Probenträger war ein Rohr, um das die Proben angeordnet sind. Sie standen in sieben Etagen auf dünnen Fußplättchen, die an das Rohr angeschweißt waren. Gehalten werden die Proben mit dünnen Edelstahlbändern, die gleichzeitig je zwei Thermoelemente pro Etage an den Probenschaft anpreßten (siehe Abb. 21). In jeder Etage befand sich eine Kapsel mit Neutronenfluenzdetektoren. Die gesamte Anordnung befand sich in einer geschlossenen Kapsel, die zur Verbesserung der Wärmeleitfähigkeit mit einem Natrium-Kalium Gemisch gefüllt war. Über diese Kapsel war ein auswechselbarer Ofen mit sechs unabhängig regelbaren Heizelementen gestülpt. Die thermische Neutronenfluenz wurde, wie bei den Jülicher-Experimenten, mit Co-Sonden durchgeführt. Die Bestimmung des schnellen Fluenzanteils erfolgte über Nb und Cu-Monitore, mit denen das CEA-Grenoble die beste Erfahrung hat. Hier werden die Schwellenreaktionen $^{93}\text{Nb} (n, n')$ und $^{63}\text{Cu} (n, \alpha) ^{60}\text{Co}$ genutzt. Die individuell erreichten Fluenzwerte aller Proben werden unter Pkt. 4 (Anlage 1 bis 7) mitgeteilt. Ein detaillierter Bestrahlungsbericht ist in Ref. 58 ausgewiesen.

1) Centre d'Etudes Nucleaires

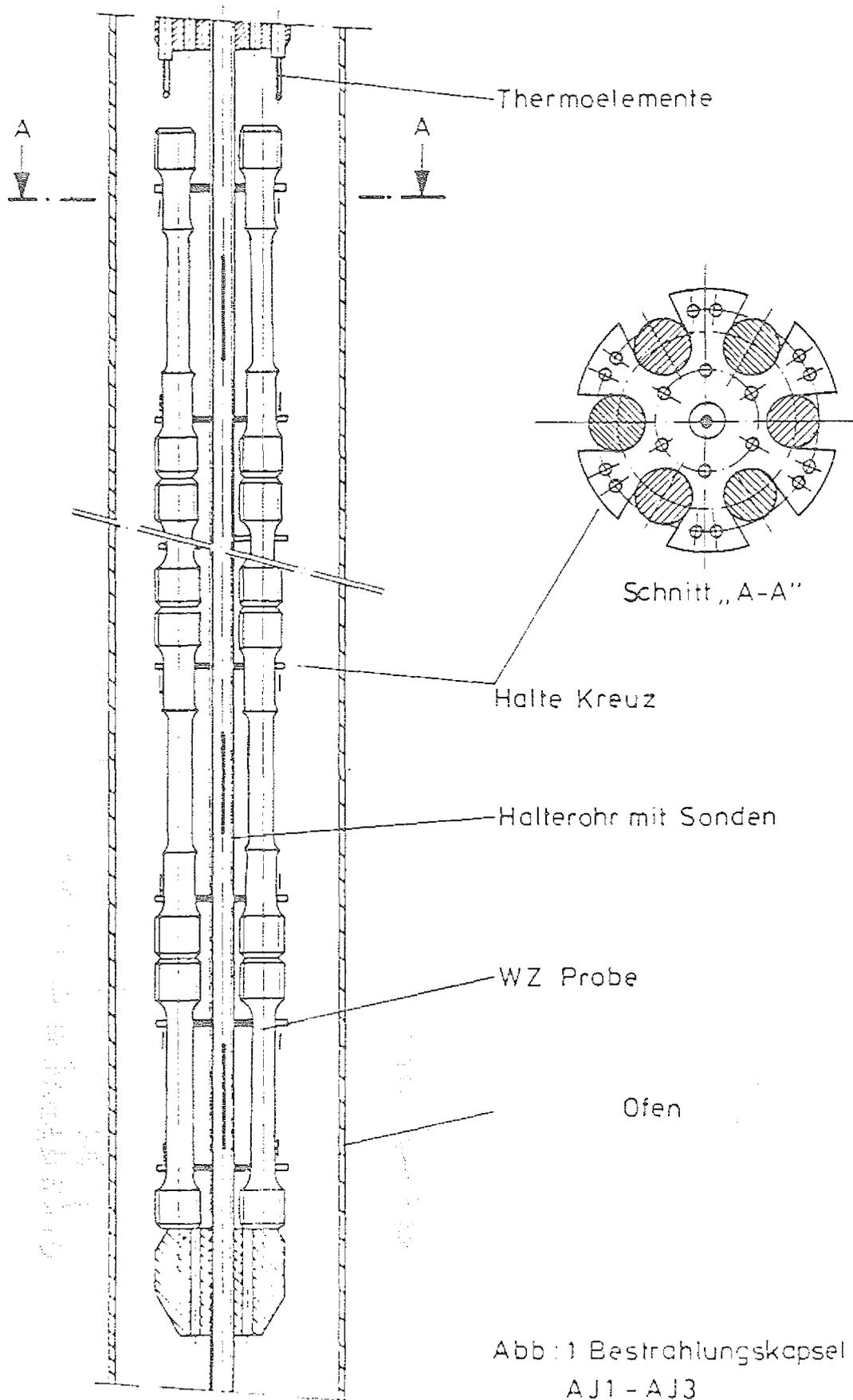


Abb. 21: Bestrahlungskapsel für Stahlbestrahlungen im Silo-Reaktor der CEA-Grenoble

3.3 Durchführung von Heliumimplantationen

Heliumimplantationsversuche konnten nur an Proben der Charge 1 im KA1 Zustand (siehe Tab. 2) durchgeführt werden. Die mittels Diamantscheiben abgetrennten 200 μm starken Proben erfuhren zuerst eine Glühbehandlung bei 1100 $^{\circ}\text{C}$ für 15 Minuten, um danach auf eine Stärke von 120 μm kaltgewalzt zu werden. Eine abschließende einstündige Ausscheidungsglühung bei 840 $^{\circ}\text{C}$ sollte wieder den Ausgangszustand herstellen. Die Abbildungen 22 und 23 zeigen Gefügaufnahmen nach dieser Behandlung. Der Vergleich mit dem Ausgangszustand, Abbildung 6 und 7, zeigt ein feinkörniges rekristallisiertes Gefüge. Die deutlich sichtbaren Spuren einer Kaltverformung sind wahrscheinlich bei der Präparation der nur 120 μm starken Folienproben entstanden. Die Mikrohärtigkeit dieser Folienproben entsprach mit $\text{HV}_{0,05} = 2032 \text{ MPa}$ der Mikrohärtigkeit des KA1 Ausgangszustandes von $\text{HV}_{0,1} = 2080 \text{ MPa}$. Auf die Unterschiede in den Festigkeitskennwerten des Warmzugversuchs bei 700 $^{\circ}\text{C}$ wird bei der Besprechung der Versuchsergebnisse eingegangen (Pkt. 4.5).



Abb. 22: 500 : 1



Abb. 23: 500 : 1

Gefügaufnahmen der Folienproben als Längs- und Querschleiff

Die Beladung der Proben mit Helium erfolgte am Kompaktzyklotron.¹⁾ Einen schematischen Aufbau der Implantationskammer zeigt Abbildung 24 (aus Ref. 53). Die Energie der vom Zyklotron erzeugten 28 MeV-Alpha-Teilchen wurde durch Vorschalten eines rotierenden Degraderrads auf 24 geeignet abgestufte Energien und somit unterschiedlichen Eindringtiefen reduziert. Die einzelnen Tiefenprofile hatten die Form einer Gauss-Verteilung mit einer Halbwertsbreite zwischen 4 und 4,5 μm . Aufgrund der unterschiedlichen Eindringtiefe der 24 Energien ergab sich eine Überlappung der einzelnen Profile, wodurch eine homogene Verteilung des Heliums über die Probendicke erreicht wurde. Der Energiedegradierer bestand aus 24 über dem Umfang des Rades angebrachten Aluminium-Folien unterschiedlicher Dicke, in denen die 28 MeV Alpha-Teilchen auf die benötigte Energie abgebremst wurden. Eine homogene

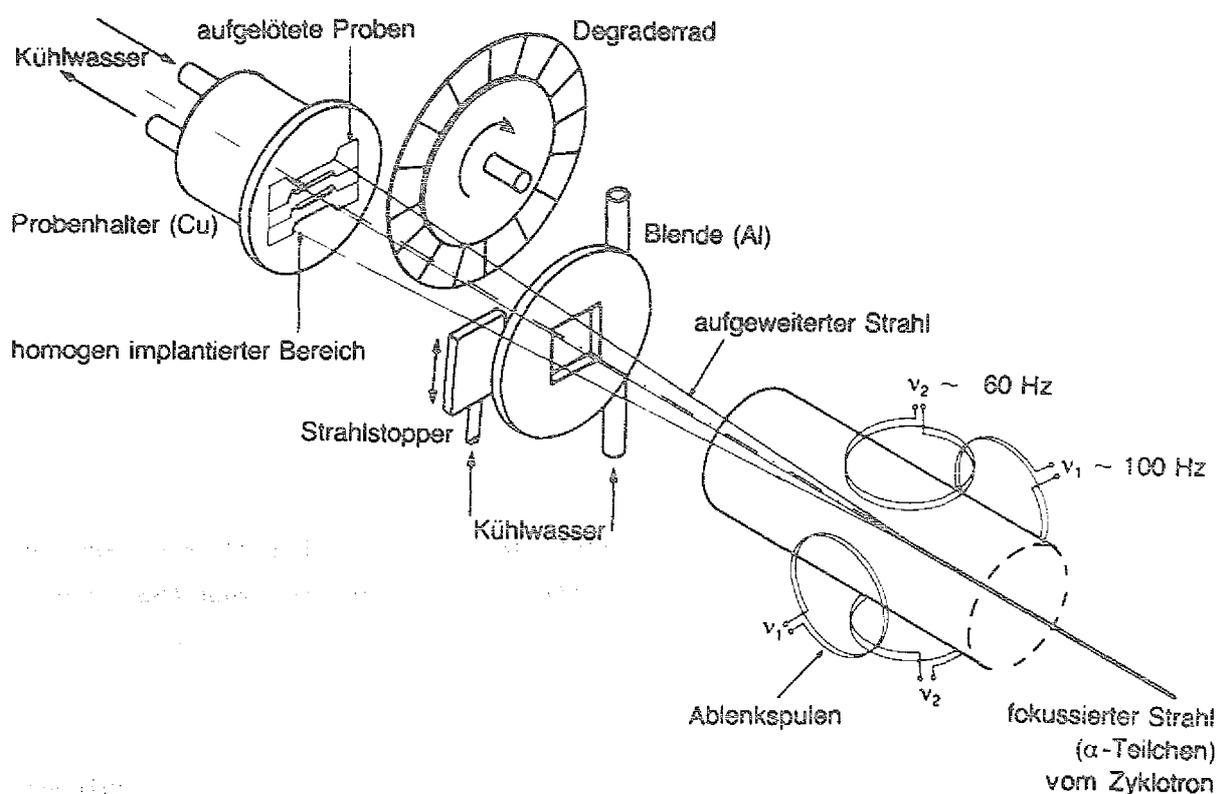


Abb. 24: Aufbau der Implantationskammer (Ref. 53)

¹⁾ An dieser Stelle sei Herrn Dr. Rothaut (Institut für Festkörperforschung, IFF, der Kernforschungsanlage Jülich) für die Durchführung der Heliumimplantationen gedankt.

Flächenverteilung des Heliums wurde erreicht, indem der α -Strahl durch zwei Paare von Ablenkspulen mit einer Frequenz von etwa 80-100 Hz horizontal und vertikal über die Probenfläche bewegt wurde. Auf diese Weise konnte eine Fläche von etwa 1 cm^2 homogen bestrahlt werden.

Jeweils drei Proben waren unmittelbar nebeneinander mit Indiumlot auf einen wassergekühlten Cu-Probenhalter montiert. Die Implantation erfolgte unter Vakuum bei Raumtemperatur.

3.4 Nachuntersuchungen

3.4.1 Warmzugversuche

Für Warmzugversuche werden in den Heißen Zellen der KFA zwei Universalprüfmaschinen eingesetzt. Bei beiden elektromechanischen Prüfmaschinen erfolgt die Kraftübertragung über Spindeln. Die Warmzugversuche wurden nach DIN 50145 durchgeführt und ausgewertet.¹⁾ Die geforderte Genauigkeit bei der Temperatureinstellung entsprach im Prüfbereich von 400 bis 900 °C den Normvorschriften. Die Abzugsgeschwindigkeit wurde über die gesamte Versuchsdauer konstant gehalten und betrug $0,1 \text{ mm/min} \hat{=} 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Die Dehnung bis max. 1 mm konnte im Kraft-Verlängerungsdiagramm in 250facher Vergrößerung aufgezeichnet werden. Die Meßlängen wurden optisch ermittelt. Die Meßgenauigkeit betrug $< 0,01 \text{ mm}$.

Die Abmaße der Warmzugproben zeigt Abbildung 25a. Die Blechproben aus der SNR-Bündelbestrahlung der Firma Interatom wurden entsprechend Abbildung 25b entnommen. Die Abmaße der funkenerosiv abgetrennten Folienproben für die Helium-Implantationsversuche zeigt Abbildung 25c.

Die Vergleichsproben erhielten vor dem Zugversuch die gleiche thermische Auslagerung, welche die bestrahlten Proben während der Reaktorbestrahlung erhalten hatten. Damit sollte sichergestellt werden, daß mögliche Einflüsse

¹⁾ An dieser Stelle sei den Herren F. Becker, W. Kalf und H. Schmitz (Heiße Zellen der Kernforschungsanlage Jülich) für die gewissenhafte Ausführung der Versuche recht herzlich gedankt.

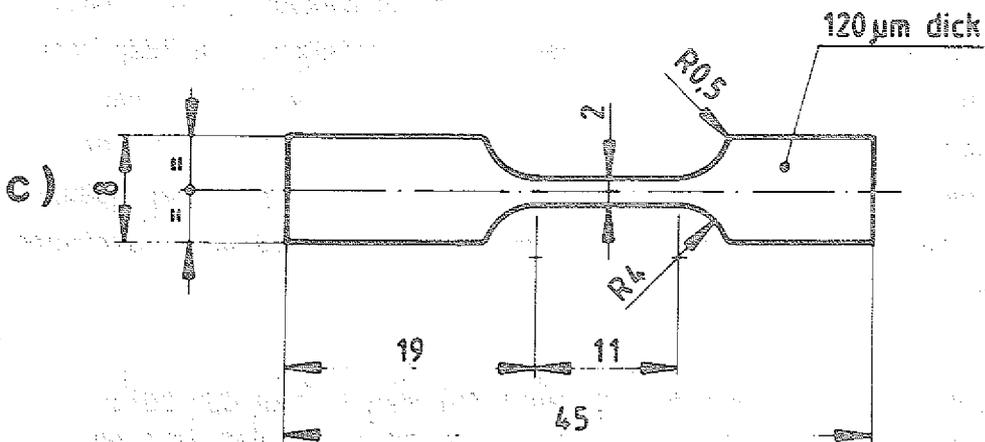
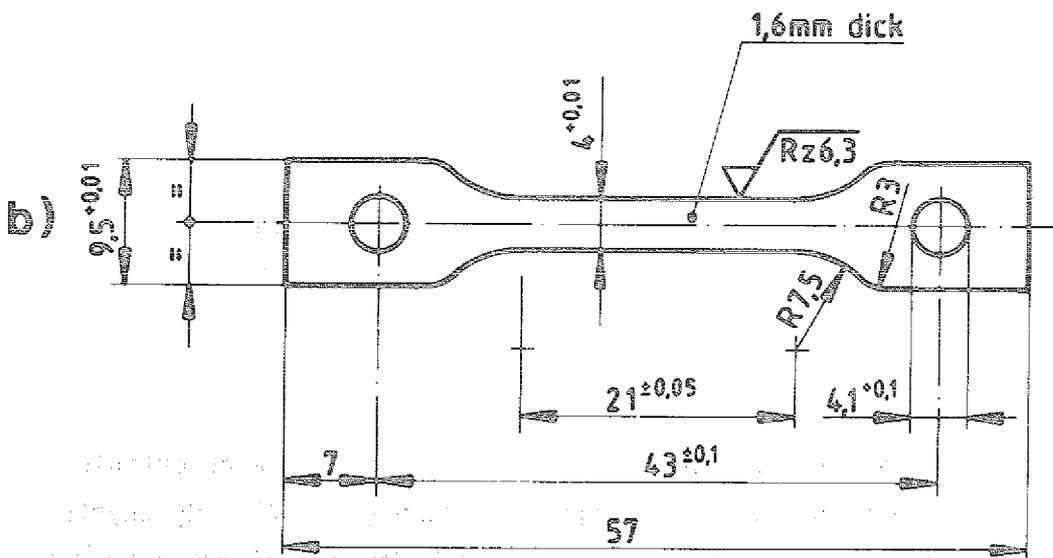
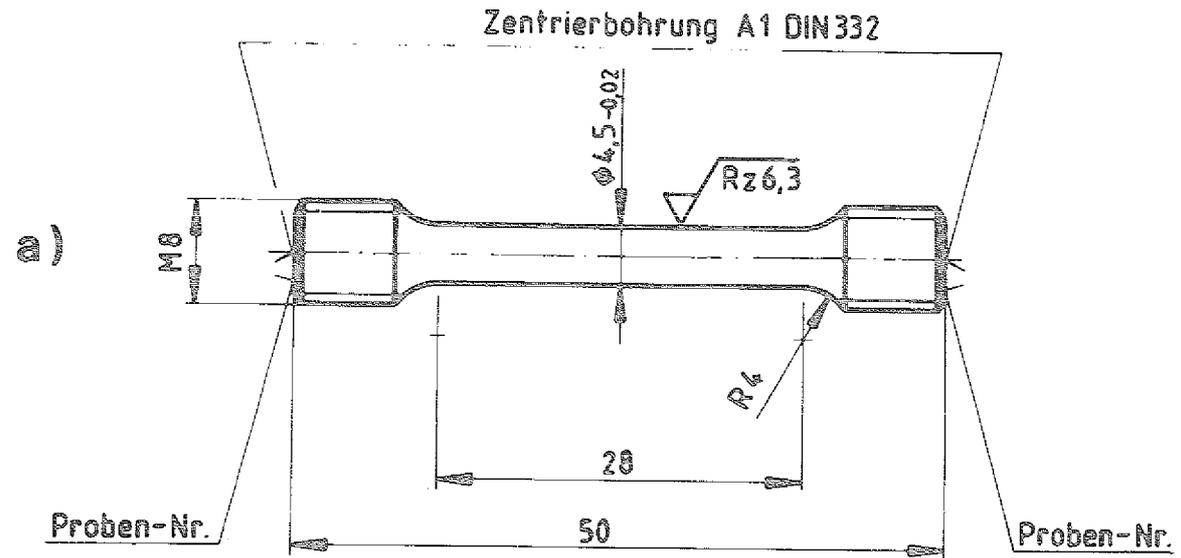


Abb. 25: Abmaße der Proben für die Warmzugversuche

der thermischen Auslagerung auf die mechanischen Kennwerte für alle Proben gleich ausfielen. Aus dem gleichen Grund wurden auch die Folienproben vor dem Zugversuch bei 380 °C für 480 Stunden geglüht.

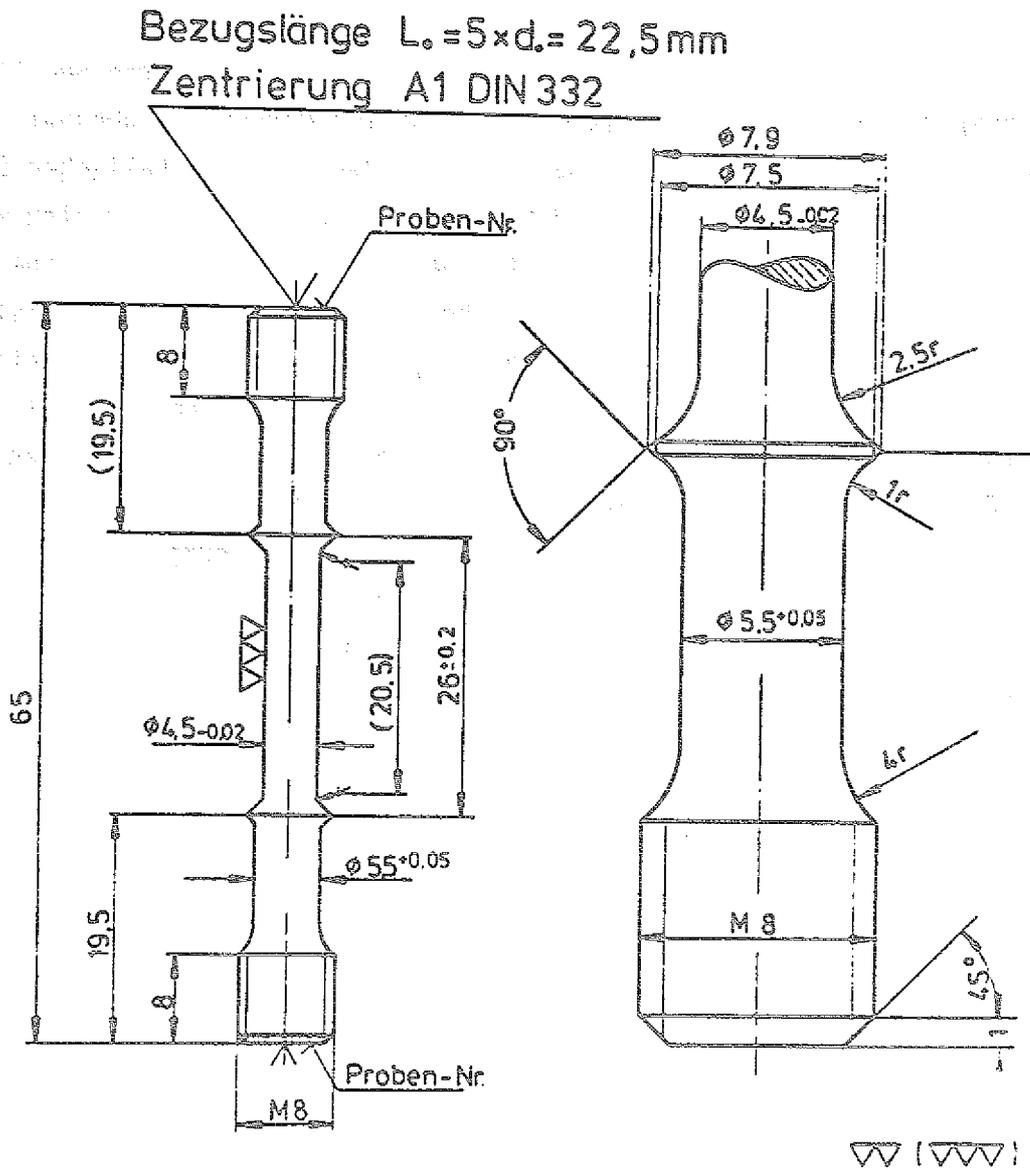
Für die Folienproben betrug die Verformungsgeschwindigkeit bis zur 1% Dehngrenze $7,6 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, danach bis zum Bruch $1,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

3.4.2 Zeitstandversuche

Die unbestrahlten und bestrahlten Proben wurden an den gleichen Maschinen geprüft. Die beiden Prüfstände der Firma Laubinger + Rickmann, Nordwalde, können sowohl kraft- als auch dehnungsregelt betrieben werden. Die Kraftaufbringung erfolgte elektro-mechanisch. Für die Versuche ¹⁾ in den Heißen Zellen fanden die Vorschriften nach DIN 50 118 Anwendung. Die Proben (Abmaße siehe Abb. 26) wurden zu Versuchsbeginn mit 0,1% der vorgesehenen Kraft belastet und dann auf Solltemperatur gebracht. Nach 20 Stunden begann der Versuch nach dem Aufbringen der gewünschten Kraft bei gleichzeitiger Messung der Dehnungs-, Kraft- und Temperaturänderungen. Die Versuche erfolgten in Luftatmosphäre. Die Prüftemperatur konnte über die Meßlänge während der gesamten Versuchsdauer mit $\pm 2 \text{ K}$ konstant gehalten werden.

Die Kriechtests an den Folienproben wurden in speziell angefertigten Kriechmaschinen des Instituts für Festkörperforschung (IFF) /59/ durchgeführt, in denen die gewünschte Spannung über einen Federmechanismus aufgebracht wird, der bei Kriechverformung der Probe eine konstante äußere Spannung gewährleistet. Die Probe befand sich dabei im Hochvakuum ($< 10^{-4} \text{ Pa}$), um eine Oxydation der 120 μm starken Proben auszuschließen. Die Temperatur- und Längenänderungen der Probe wurden über den gesamten Meßzeitraum mit einem Mehrkanalschreiber registriert. Die gewünschte Spannung wurde 15 Minuten nach Erreichen der Testtemperatur angelegt. Die Temperaturkonstanz betrug $\pm 2 \text{ K}$. Die Probenform war im Kriech- und Warmzugversuch gleich (Abb. 25c).

¹⁾ Herrn J. Schunck sei besonders gedankt für den Aufbau der Zeitstandanlagen in den Heißen Zellen und die Betreuung der Versuche.



Zeitstandprobe

Abb. 26: Abmaße der Proben für die Zeitstandversuche

3.4.3 Heliuminventarbestimmungen

Es ist zu erwarten, daß das Ausmaß der durch Helium ausgelösten Hochtemperaturversprödung vom Heliumgehalt der bestrahlten Werkstoffe abhängt. Eine rechnerische Bestimmung des Heliumgehalts aus den kernphysikalischen Daten der Legierungselemente und Reaktordaten ist bei Langzeitexperimenten mit großen Fehlern behaftet, wenn die zeitliche Änderung des Flußspektrums und sein Einfluß auf die n, α -Wirkungsquerschnitte nicht genau bekannt ist. Aus diesem Grund wurde die aufwendigere massenspektrometrische Heliumbestimmung vorgezogen, die bei Rockwell International, Canoga Park, Calif., mit hoher Genauigkeit durchgeführt wird.¹⁾ Etwa 5 mg große Probenstücke konnten von den heißen Zellen aus den Gewindeköpfen der Warmzugproben entnommen werden.²⁾ Teilstücke dieser Proben wurden bei Rockwell International in einem Wolframhalter unter Vakuum verdampft. Zu Eichzwecken wurde unmittelbar vor dem Verdampfen eine genau bekannte Menge ^3He - etwa $1,5 \times 10^{13}$ Atome - beigegeben. Über Getter gelangte das Gasgemisch ^3He - ^4He in das Massenspektrometer. Ein Vergleich der Peakhöhen ergab die Anzahl der freigesetzten ^4He -Atome. Im Verlauf der Messungen wurde das Massenspektrometer mehrfach mit Mischungen bekannter Gehalte an ^3He und ^4He kalibriert.

¹⁾ An dieser Stelle sei Herrn Dr. H. Farrar IV für seine gewissenhaften Analysen gedankt.

²⁾ Herrn F. Nieveler wird gedankt für die Probenpräparation in den heißen Zellen der Kernforschungsanlage Jülich.

4. ERGEBNISSE

4.1 Warmzugversuche

Bei der Auslegung von Hochtemperaturkomponenten in Anlehnung an die Regeln des ASME-Codes Case N 47 wird sichergestellt, daß die Summe aller Dehnungsbeiträge - elastische, plastische und Kriechdehnung - infolge von Primär- und Sekundärspannungen unterhalb einem bestimmten Gesamtdehnungswert liegt. Die Kennwerte für die Berechnung werden u.A. aus Warmzugversuchen gewonnen. Diese sind auslegungsbestimmend, wenn, wie im Fall der Absorberstäbe eines HTR, die Belastungen kurzzeitig sind, die Zeitabhängigkeit der Kennwerte bei hohen Temperaturen also noch vernachlässigt werden kann. Zusätzlich muß der Einfluß der Neutronenbestrahlung auf diese Werkstoffkenngrößen durch Bestrahlungsbeiwerte berücksichtigt werden, die aus den Zugversuchen an unbestrahlten und bestrahlten Proben gewonnen werden.

Wegen des begrenzten Probenvolumens in den Bestrahlungskapseln konnten nicht alle in Tabelle 2 aufgeführten Varianten in gleicher Anzahl berücksichtigt werden. Das Schwergewicht der Untersuchungen lag auf der Bestrahlungserprobung der in der Technik häufig zum Einsatz kommenden kaltverformt-ausscheidungsgeglühten Zustände, die in dieser Form auch im Dampfkesselbau und in der Hochdruckchemie eingesetzt werden. Deshalb ist der lösungsgeglühte Zustand nur einmal bestrahlt und stichprobenartig bei 700 °C getestet worden. Ähnlich knapp ausfallen mußten auch die Untersuchungen an Proben der Charge 4 (Tabelle 1) bei der besonderer Wert auf hohen Reinheitsgrad gelegt wurde. Der lösungsgeglühte Zustand dieser Variante wurde bei 700 °C untersucht, der kaltverformt-angelassene Zustand bei 700 °C und 850 °C.

Die numerischen Ergebnisse der Warmzugversuche sind in den Anlagen 1a bis 5b erfaßt, graphische Auftragungen zeigen die Abb. 27 bis 37.

4.1.1 Einfluß der Neutronenbestrahlung auf die Festigkeitskennwerte-----

Die neutronenbestrahlten Proben aller Varianten haben bei Prüftemperaturen bis 600 °C im Vergleich zu den unbestrahlten eine deutlich höhere 0,2% Dehngrenze und höhere Zugfestigkeit. Mit steigender Prüftemperatur nimmt diese Festigkeitserhöhung ab und ist bei 850 °C kaum noch festzustellen. Ein Einfluß der thermischen Neutronenfluenz auf diese Festigkeitskennwerte ist zwischen 1×10^{23} und $3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ nicht nachzuweisen.

4.1.2 Einfluß der Neutronenbestrahlung auf die Duktilitätskennwerte-----

Die Bruchdehnung und Brucheinschnürung von unbestrahlten Proben der hier untersuchten Varianten steigt im Prüftemperaturbereich von 600 bis 850 °C generell an. Nur die Werte der KA3-Variante bleiben konstant oder fallen oberhalb 700 °C leicht ab (Abb. 27 bis 31).

Die neutronenbestrahlten Proben dagegen zeigen im Warmzugversuch häufig schon bei 600 °C eine leichte Abnahme der Bruchdehnung und Brucheinschnürung. Zwischen 600 und 700 °C ist der Duktilitätsabfall gegenüber unbestrahlten Proben besonders markant. Bei noch höheren Prüftemperaturen fallen die Bruchdehnungs- und Brucheinschnürungswerte der bestrahlten Proben nur langsam weiter ab, solange das ursprüngliche Gefüge auch bei diesen Prüftemperaturen erhalten bleibt. (Ausnahme siehe weiter unten: Variante K) Welcher Restwert an Bruchdehnung absolut erreicht wird, hängt von der Höhe der Bruchdehnung ab, welche die unbestrahlte Probe bei der infrage kommenden Prüftemperatur hat. Diesen Zusammenhang soll Abb. 37 veranschaulichen. Wenn die Bruchdehnung des bestrahlten Werkstoffs – wie in dieser Auftragung – auf die Bruchdehnung des unbestrahlten bezogen wird, zeigt dieser normierte Wert für alle untersuchten Gefügevarianten eine gleiche Temperaturabhängigkeit, wenn gleiche Bestrahlungsbedingungen zugrunde liegen. Eine Erhöhung der Bestrahlungstemperatur von 400 auf 500 °C wirkt sich nur bei den Prüftemperaturen von 700 und 850 °C weiter duktilitätsmindernd aus.

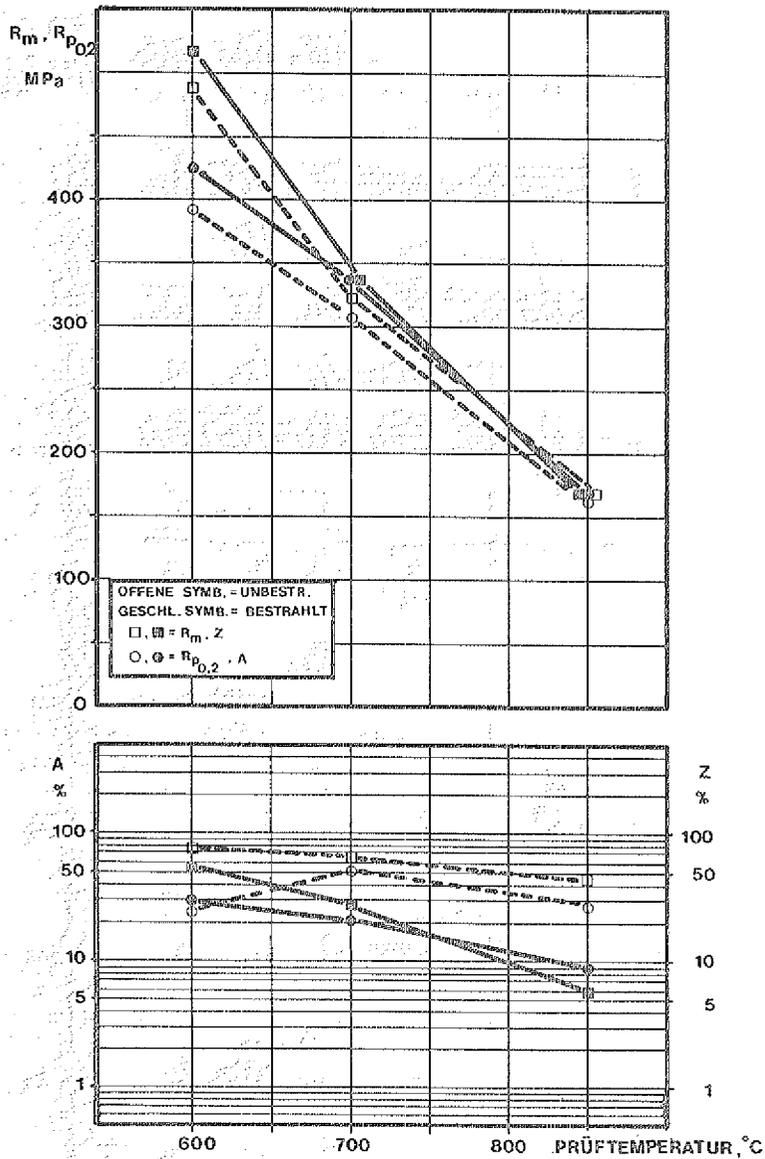


Abb. 27: Warmzugeigenschaften des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung ($\Phi_{th} = 1.55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$; $T_i = 400^\circ\text{C}$)

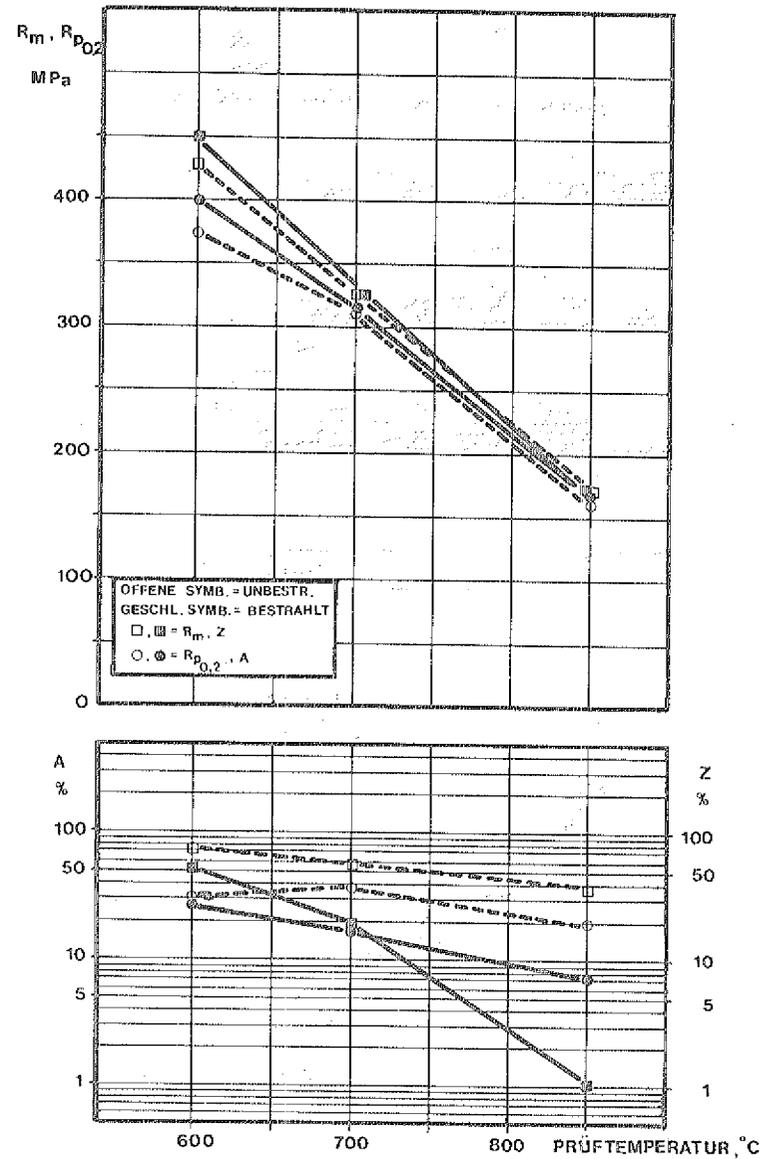


Abb. 28: Warmzugeigenschaften des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung ($\Phi_{th} = 1.35 \times 10^{24} \text{ m}^{-2}$; $T_i = 400^\circ\text{C}$)

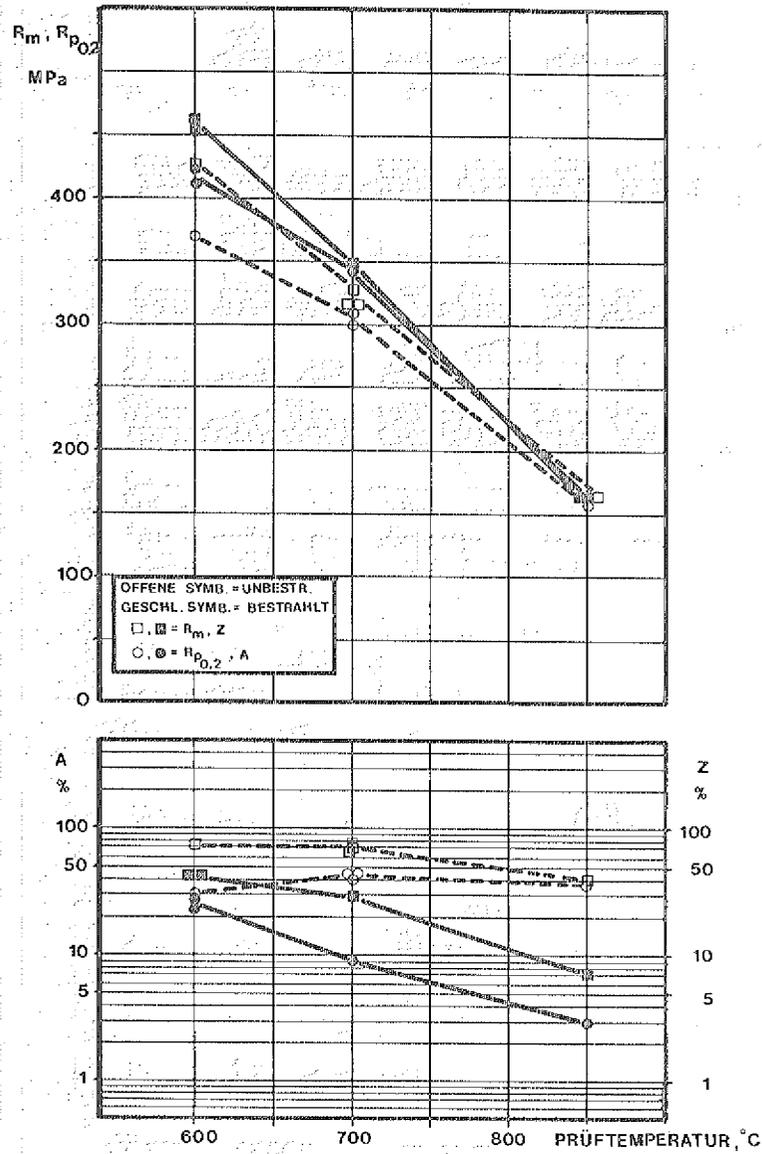


Abb. 29: Warmzugeigenschaften des Werkstoffs 1.4981 KA3 vor und nach Neutronenbestrahlung.
($\Phi_{th} \approx 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$, $T_1 = 400^\circ\text{C}$)

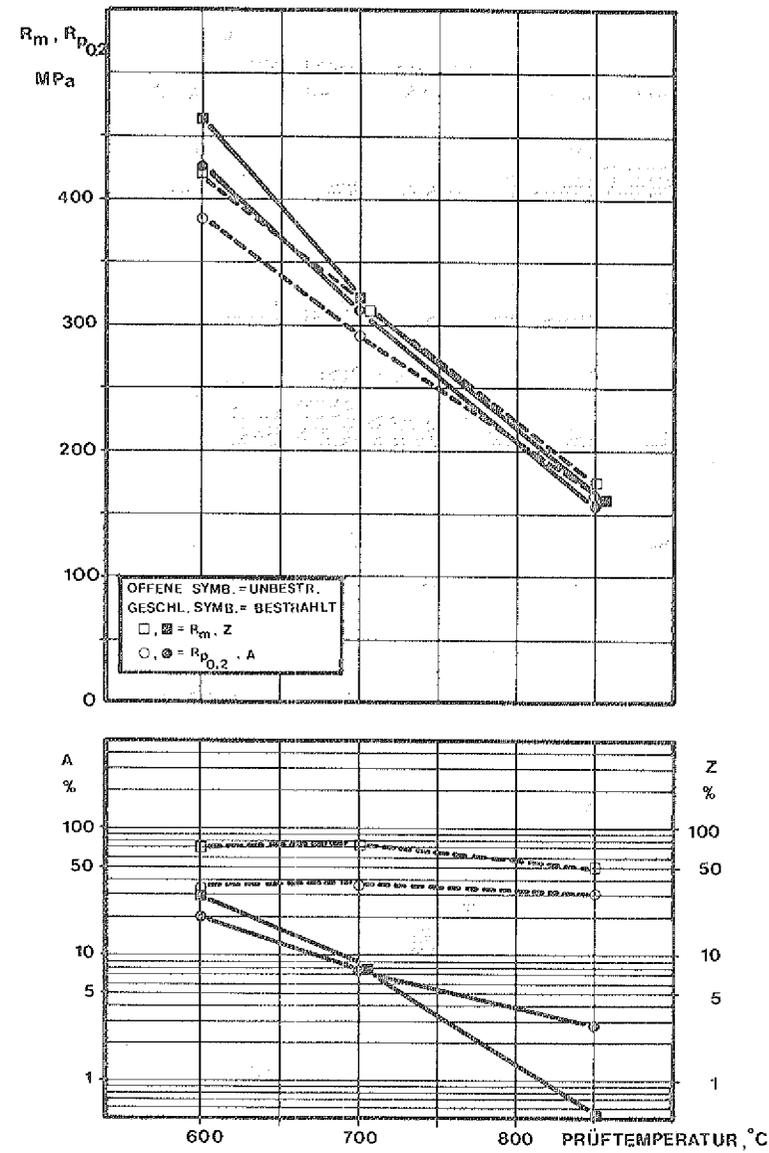


Abb. 30: Warmzugeigenschaften des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung.
($\Phi_{th} \approx 3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$, $T_1 = 400^\circ\text{C}$)

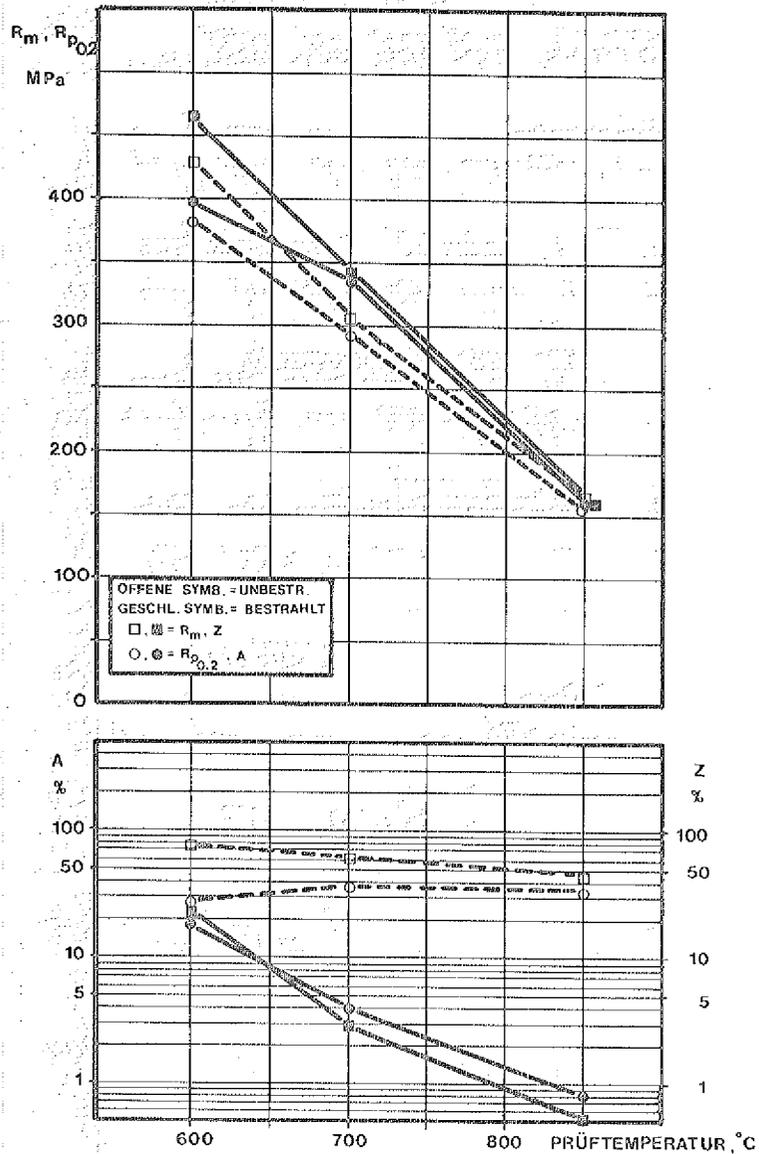


Abb. 31: Warmzugeigenschaften des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung ($\Phi_{th} \approx 3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$; $T_i = 500^\circ\text{C}$)

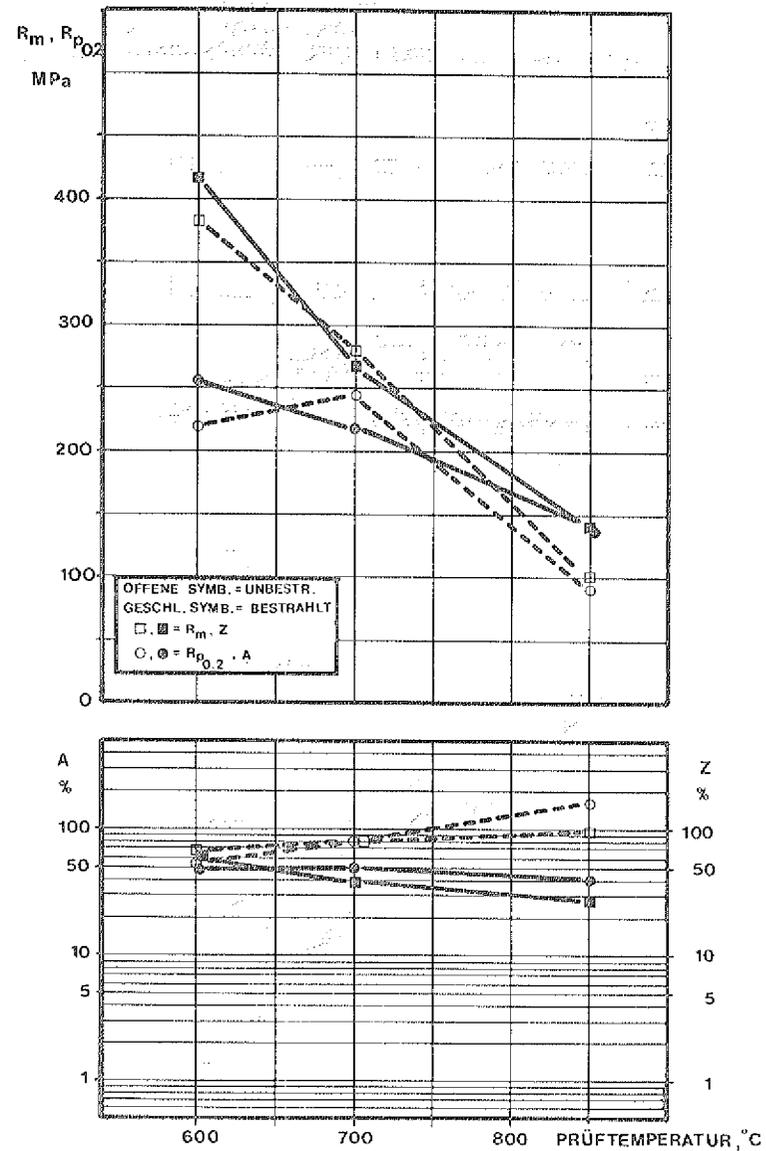


Abb. 32: Warmzugeigenschaften des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA2) vor und nach Neutronenbestrahlung ($\Phi_{th} = 1.55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$; $T_i = 400^\circ\text{C}$)

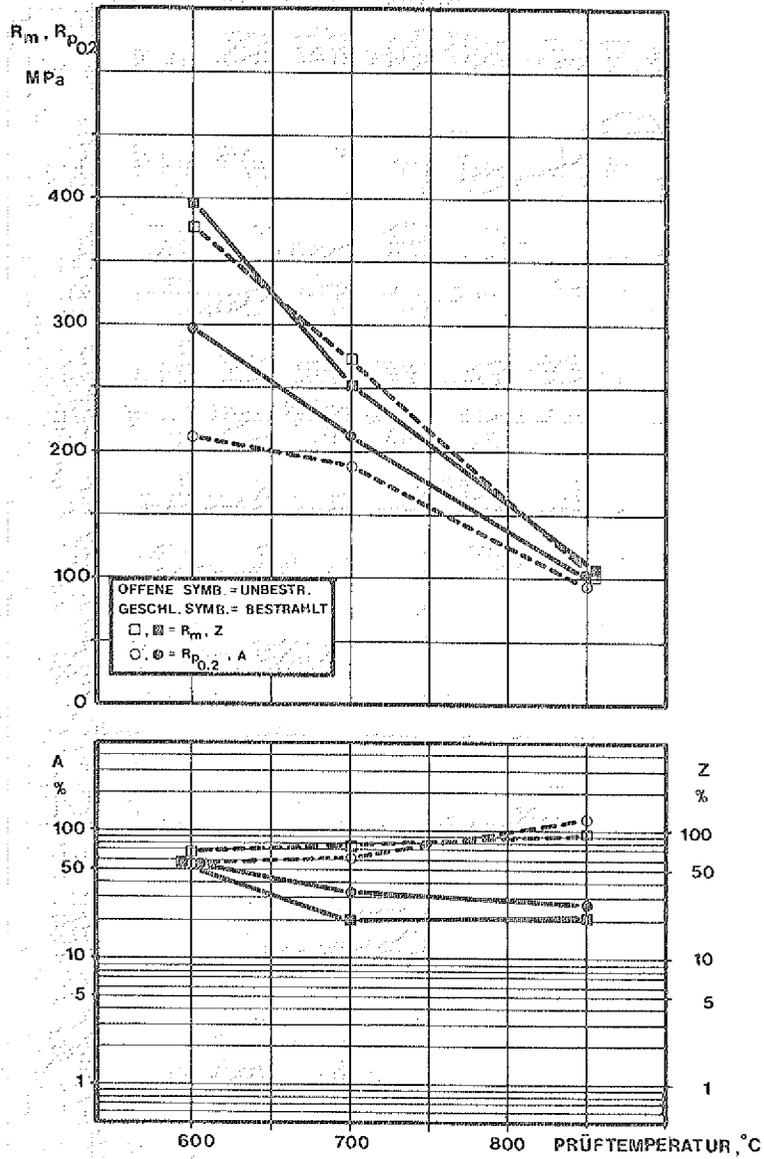


Abb. 33: Warmzugeigenschaften des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA2) vor und nach Neutronenbestrahlung ($\Phi_{th} = 1.35 \times 10^{24} \text{ m}^{-2}$; $T_i = 400^\circ\text{C}$)

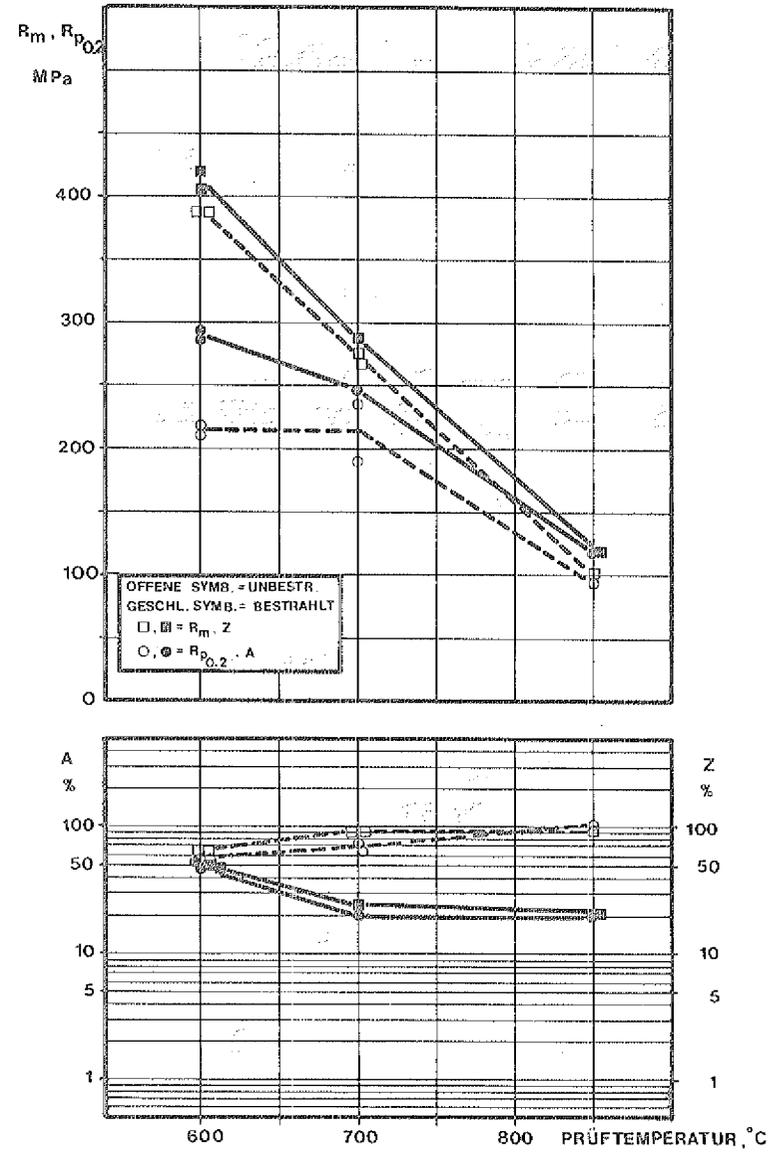


Abb. 34: Warmzugeigenschaften des Werkstoffs 1.4981 KA2 vor und nach Neutronenbestrahlung ($\Phi_{th} \approx 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$, $T_i = 400^\circ\text{C}$)

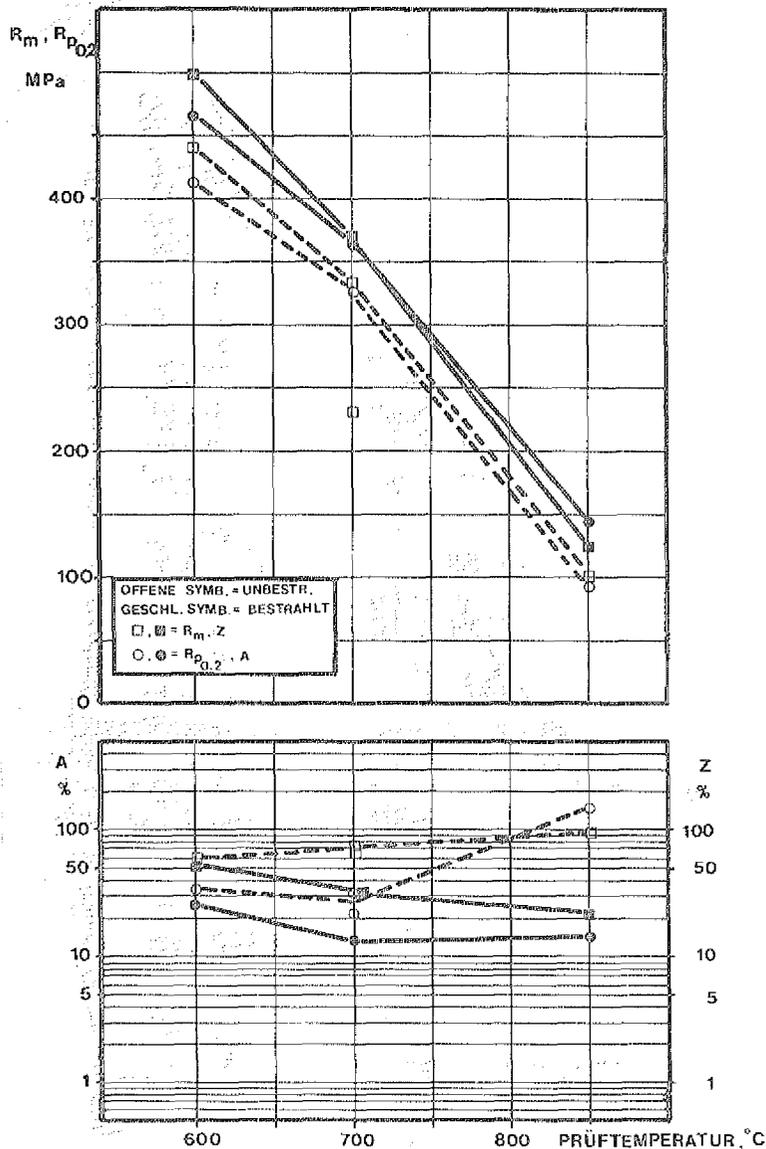


Abb. 35: Warmzugeigenschaften des Werkstoffs 1.4981 KAK vor und nach Neutronenbestrahlung.
 ($\Phi_{th} \approx 1 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$, $T_i = 400^\circ\text{C}$)

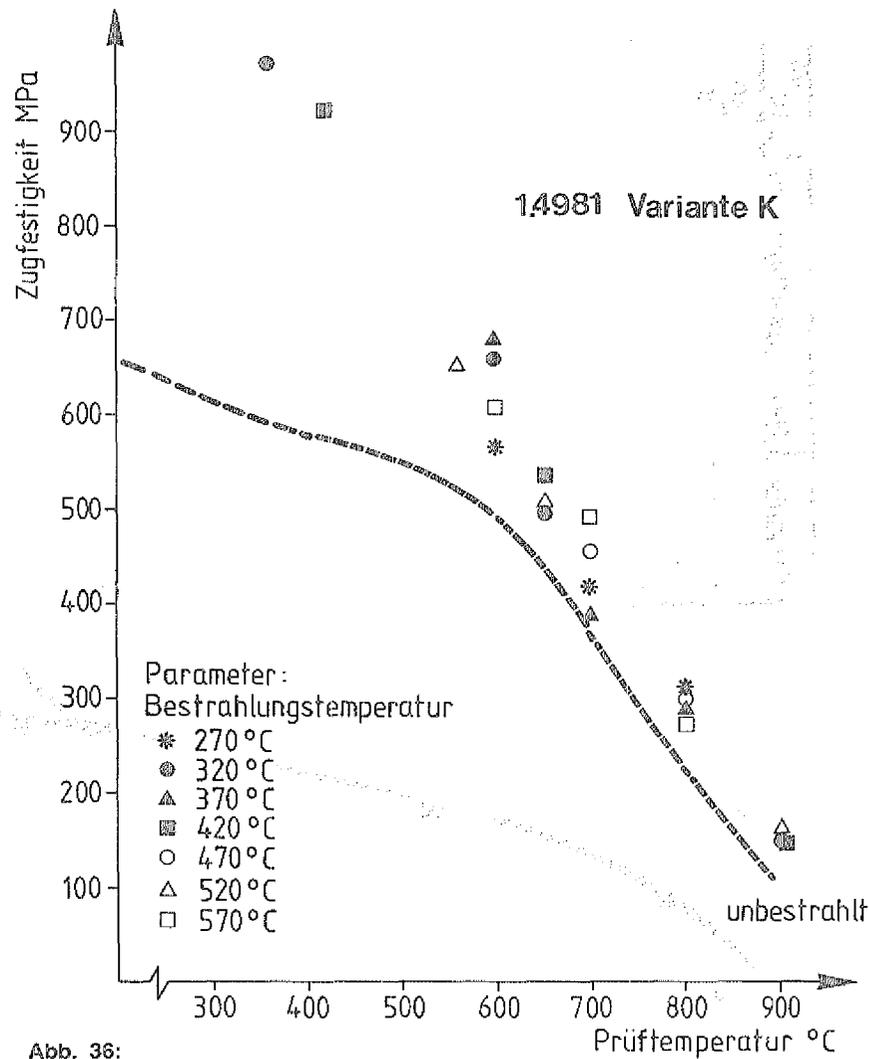


Abb. 36: Einfluß der Prüftemperatur auf die Zugfestigkeit bestrahlter * X8 Cr Ni Mo Nb 16 16 Proben im lösungsgeglüht + 14 % kaltverformten Zustand * SNR - Bündelbestrahlung DFR 455

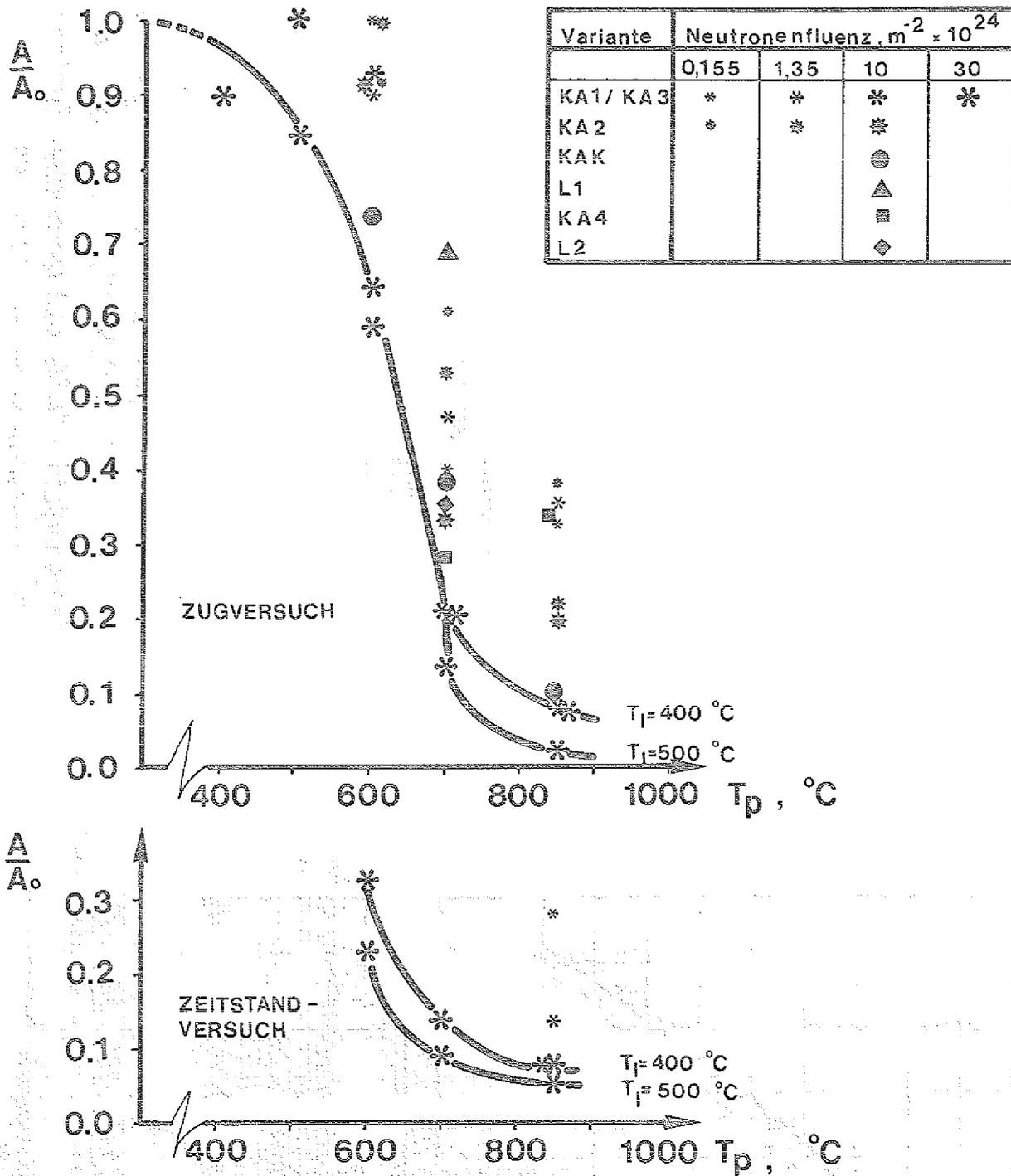


Abb. 37: Einfluß der Prüftemperatur, T_p , auf die normierte Bruchdehnung, $\frac{A}{A_0}$, des Stahls 1.4981 in Abhängigkeit von der thermischen Neutronenfluenz.

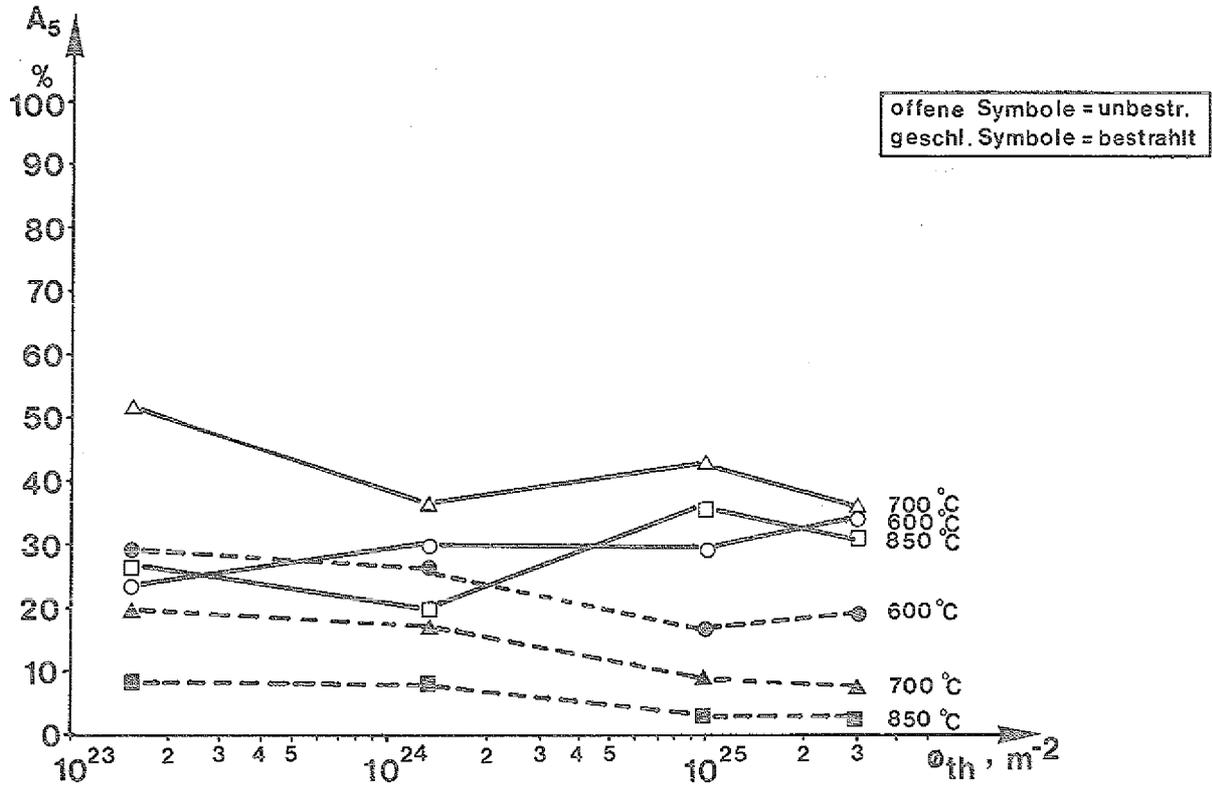


Abb. 38: Einfluß der therm. Neutronenfluenz, ϕ_{th} , auf die Bruchdehnung, A_5 , des Stahls 1.4981 (Variante KA1/ KA3)

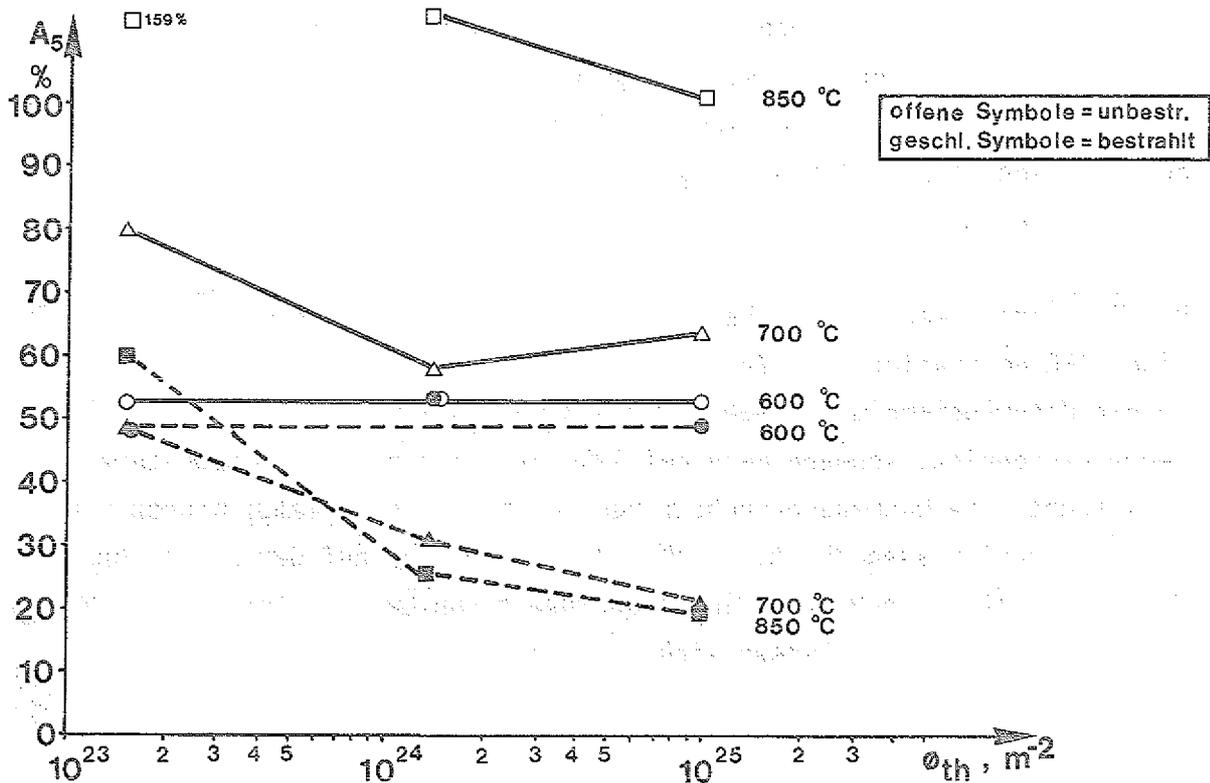


Abb. 39: Einfluß der therm. Neutronenfluenz, ϕ_{th} , auf die Bruchdehnung, A_5 , des Stahls 1.4981 (Variante KA 2)

Von hochbestrahlten Zugproben kann im anschließenden Zugversuch bei 600 °C eine Bruchdehnung erwartet werden, die etwa 90% des Wertes der unbestrahlten Probe entspricht; bei Prüftemperaturen oberhalb 800 °C dürften bestrahlte Proben – unabhängig von ihrem Gefügestand – weniger als 10% ihrer jeweiligen Ausgangsbruchdehnung erreichen.

In Abb. 37 wird der im Vergleich zur Prüftemperatur geringe Einfluß der thermischen Neutronenfluenz zwischen 1×10^{23} und $3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ deutlich. Die Abb. 38 und 39 zeigen den Einfluß der Neutronenfluenz in diesem Bereich auf die absoluten Bruchdehnungswerte der beiden Varianten KA3 und KA2.

Der Beginn der neutronenbestrahlungsinduzierten Abnahme der Bruchdehnung liegt für Prüftemperaturen, bei denen sich die Hochtemperaturversprödung bemerkbar macht, noch unterhalb einer thermischen Neutronenfluenz von $1 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$.

Die bei 400 °C thermisch ausgelagerten, unbestrahlten Proben haben bei gleicher Prüftemperatur, aber unterschiedlichen Auslagerungszeiten (sie entsprechen der jeweiligen Bestrahlungszeit der bestrahlten Proben, siehe Pkt. 3.4.1), nicht immer die gleichen Bruchdehnungswerte. Es ist nicht sicher, ob es sich dabei immer um statistisch bedingte Abweichungen handelt. Die teilweise beobachtete systematische Abnahme der Bruchdehnung (Abb. 39) mit steigender Auslagerungszeit, könnte u.U. auch auf Segregation von Fremdatomen im Bereich der Korngrenzen hindeuten, die während der z.T. sehr langen Auslagerungszeit ablaufen könnten. Dieser Beobachtung konnte im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht nachgegangen werden.

Die Variante K war als 14% kaltverformtes Blech, welches von Interatom aus einer SNR-Bestrahlung zur Verfügung gestellt worden war (siehe Pkt. 3.2), in die Untersuchung mit aufgenommen worden und wurde nicht nur im Hochtemperaturgebiet, sondern auch bei SNR-betriebsnahen Prüftemperaturen untersucht. Die Warmzugversuche wurden deshalb bis zu Temperaturen von 360 °C hinunter ausgedehnt. In Abb. 40 ist der Verlauf der Bruchdehnung der bestrahlten Blechproben in Abhängigkeit von der Prüftemperatur dargestellt. Drei Bereiche lassen sich hier unterscheiden:

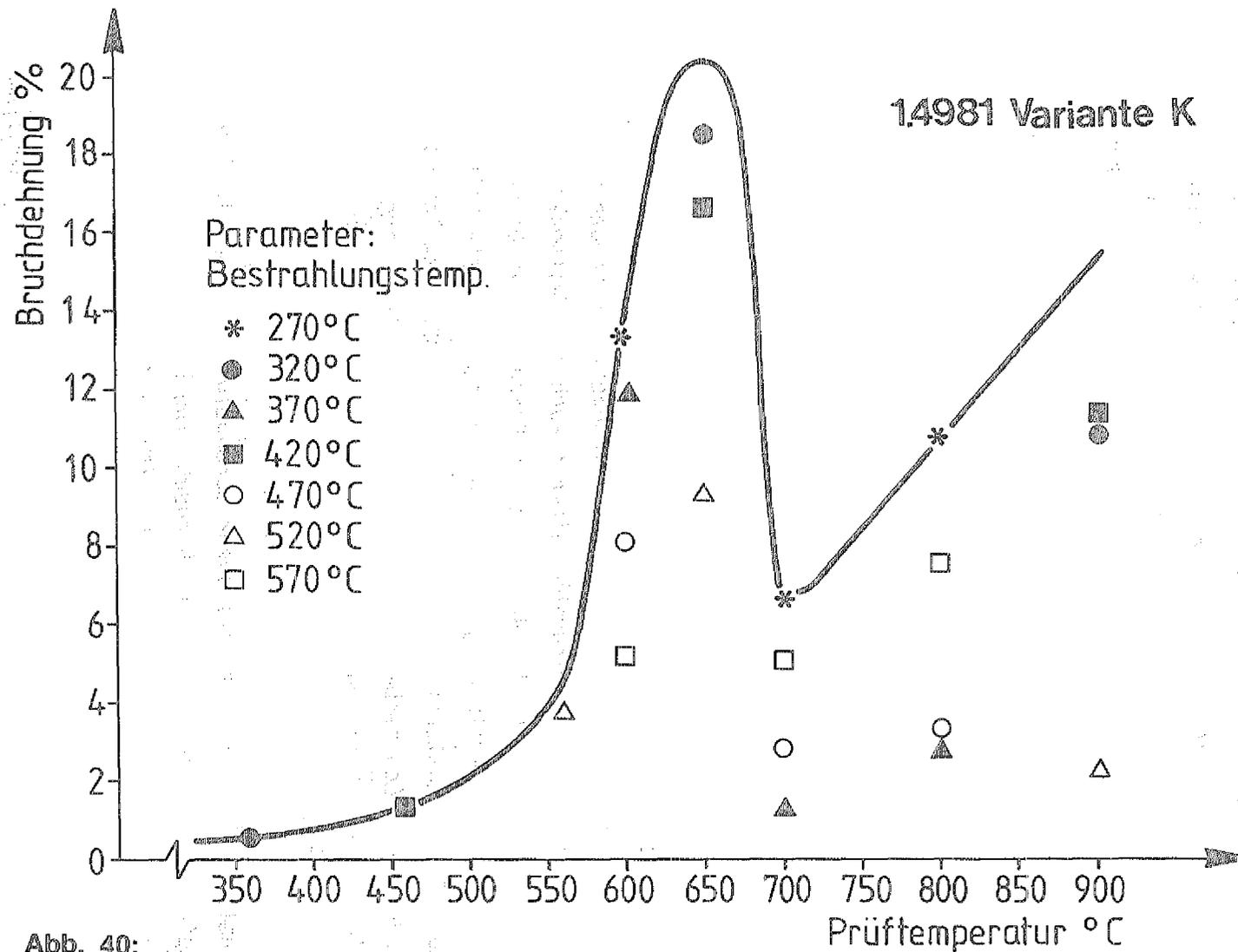


Abb. 40:

Einfluß der Prüftemperatur auf die Bruchdehnung bestrahlter* X8 Cr Ni Mo Nb 16 16 Proben im lösungsgeglüht + 14% kaltverformten Zustand.

* SNR - Bündelbestrahlung DFR 455

im ersten Bereich zwischen 360 und 600 °C steigt die Bruchdehnung von Werten unter 1% zuerst langsam, dann ab 550 °C steil auf Werte um 20% an. Die geringe Bruchdehnung ist durch die Tieftemperaturversprödung verursacht (siehe Pkt. 2.1.3), deren Wirkung mit ansteigender Prüftemperatur durch Ausheilung der neutroneninduzierten Gitterdefekte abnimmt, um bei etwa 600 °C ganz zu verschwinden. Im zweiten Bereich, bei Prüftemperaturen zwischen 600 und 700 °C verhält sich die Werkstoffvariante K wie alle anderen hier untersuchten Varianten: durch die Hochtemperaturversprödung nimmt die Bruchdehnung der Proben ab. Der erneute Anstieg der Bruchdehnung im dritten Bereich ist auf die beginnende Erholung des kaltverformten Gefüges oberhalb von 700 °C zurückzuführen (siehe Pkt. 4.3.3, Transmissions-elektronenmikroskopische Untersuchung). Dieses Verhalten zeigen auch andere kaltverformte austenitische Stähle wie der AISI 316 (Ref. 60) oder der 1.4970 (Ref. 61).

4.2 Zeitstandversuche

Für den Einsatz von Absorberstäben in fortgeschrittenen HTR-Anlagen, wie der Prototypanlage für Nukleare Prozeßwärme (PNP), werden von der Planungsseite bei Betriebstemperaturen oberhalb 650 °C Standzeiten vorgegeben, die es nötig machen, neben der Temperaturabhängigkeit auch die Zeitabhängigkeit der Werkstoffkenndaten bei der Auslegung der Komponente zu berücksichtigen. Bei diesen Temperaturen genügen schon Belastungen unterhalb der 0,2% Dehngrenze des austenitischen Stahls, um die Komponente langsam zu verformen oder den Bruch herbeizuführen, wenn die Belastung lang genug anhält. Deshalb kann der Standard-Zugversuch nicht allein Daten für den Ausleger bereitstellen.

In dieser Situation müssen Zeitstandversuche durchgeführt werden, in denen die zeitabhängige Verformung und der Bruch durch eine kontinuierliche Messung bei konstanter Last bzw. Spannung gemessen werden.

Die zeitabhängige Verformung unter Belastung wird Kriechen genannt. In Kriechversuchen (Zeitstandversuchen) werden die Zeitdehnlinsen – Kriechkurven – des untersuchten Werkstoffs aufgenommen. Bei konstanter Belastung wird der in Abb. 41a gezeigte idealisierte Verlauf der Kriechkurve gemessen. Sobald die Belastung aufgebracht wird, verformt sich die Werkstoffprobe elastoplastisch zur Anfangsdehnung (A-B), danach wird das primäre oder Übergangskriechen (B-C) beobachtet. In diesem Bereich (siehe Abb. 41b) nimmt die Kriechrate zunehmend ab. Der sekundäre oder stationäre Kriechbereich (C-D) repräsentiert eine Phase des Kriechens, in dem die Kriechrate konstant bleibt, weil Verfestigung durch Versetzungsbehinderung, $(\frac{d\sigma}{d\varepsilon})$ und die Erholung der Verfestigung durch Versetzungsaflösung, $-(\frac{d\sigma}{dt})$, im Gleichgewicht stehen.

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\frac{d\sigma}{d\varepsilon}}{\frac{d\sigma}{dt}} = \frac{d\varepsilon}{dt} = \text{const}$$

Im tertiären Bereich (D-E) der Kriechkurve steigt die Kriechrate durch Einschnürung der Probe schnell an, bis bei "E" der Bruch eintritt. Die erreichte Versuchszeit wird Standzeit genannt.

Die Höhe der Kriechrate hängt von der anliegenden Spannung ab. In Abb. 42 wird die Abhängigkeit der normierten Kriechrate, $\frac{\dot{\varepsilon}}{\sigma}$, (auf den Koeffizienten der Selbstdiffusion bezogen) von der normierten Spannung, $\frac{\sigma}{G}$, (auf den Gleitmodul bezogen) dargestellt.

Bei geringen Spannungen steigt die Kriechrate proportional zur Spannung (Bereich I), bei mittleren Spannungen folgt sie einem Potenzgesetz (Bereich II) und bei hohen Spannungen wird ein exponentieller Anstieg der Kriechrate mit der Spannung beobachtet (Bereich III). Die unterschiedliche Spannungsabhängigkeit der Kriechrate in den einzelnen Bereichen ist auf unterschiedliche Mechanismen der Kriechverformung in diesen Bereichen zurückzuführen. Im ersten Bereich läuft das Kriechen über Diffusionsprozesse ab (Nabarro-Herring Kriechen, Coble Kriechen), im zweiten Bereich wird die Verformung des Werkstoffs hauptsächlich durch Versetzungsklettern erreicht und im dritten Bereich – in der Nähe der Fließspannung – wird die hohe Kriechrate durch Versetzungsgleiten erreicht. Für den Ausleger der HTR-Absorberstäbe ist das Zeitstandverhalten des Stahls 1.4981 bis maximal 200 Stunden von Interesse. Für diese kurzen Standzeiten ist die Zeitstand-

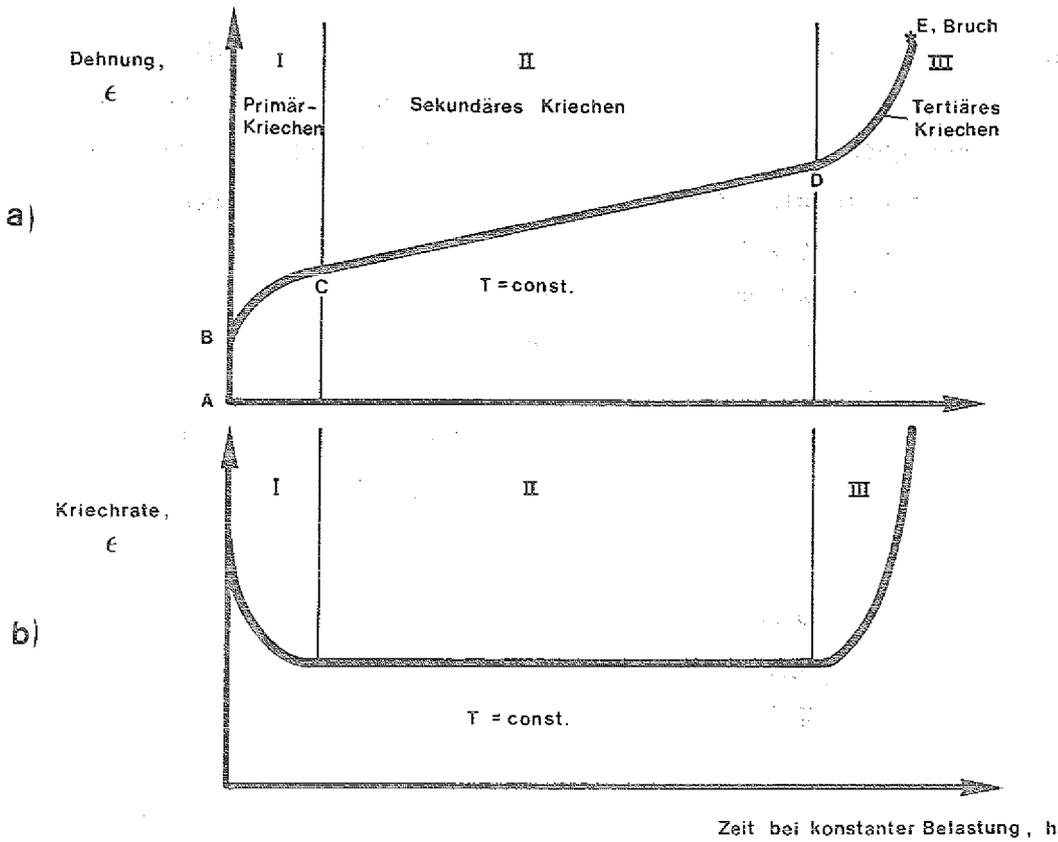


Abb. 41: Idealisierter Verlauf der Kriechkurve (a) und der Kriechrate (b)

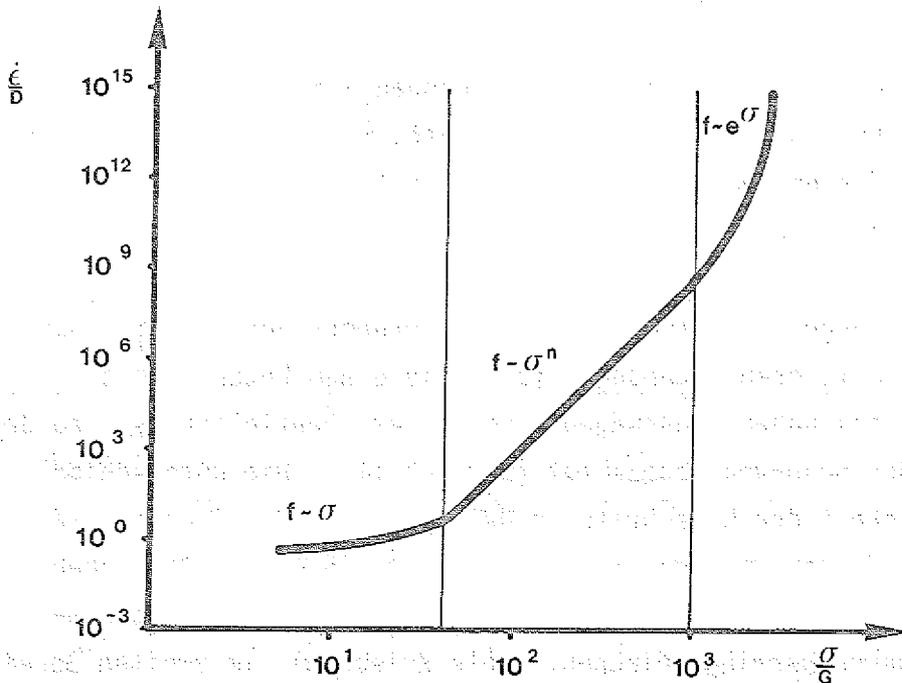


Abb. 42: Verlauf der auf den Koeffizienten der Selbstdiffusion normierten Kriechrate über der normierten Spannung.

festigkeit des Werkstoffs vergleichsweise hoch, so daß für die Versuche Spannungen gewählt werden mußten, die am Ende des Bereiches II lagen.

Das Schwergewicht der Untersuchungen war auf die Nachuntersuchung der unbestrahlten und bestrahlten Proben der kaltverformt-ausscheidungsgeglühten Zustände ausgerichtet, die wegen ihrer technischen Bedeutung für den HTR von besonderem Interesse sind. Bei einer Prüftemperatur von 850 °C wurde der Einfluß der thermischen Neutronenfluenz auf das Zeitstandverhalten dieser Varianten zwischen 1×10^{23} und maximal $3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ untersucht. An den höchstbestrahlten Proben der Variante KA3 konnten diese Untersuchungen auch bei 600 °C und 700 °C durchgeführt werden.

Die Ergebnisse der Zeitstandversuche sind in den Anlagen 6 und 7 zusammengestellt, die Zeitdehnlagen zeigen die Abb. 43 bis 56. Die Darstellungen, in denen die bleibende Dehnung als Funktion des Logarithmus der Prüfzeit aufgetragen ist, machen den Einfluß der Neutronenbestrahlung auf die Standzeit und Bruchdehnung deutlich. Bei nahezu gleichen Prüfbedingungen erreichen alle bestrahlten Proben generell geringere Standzeiten und geringere Bruchdehnungen als die unbestrahlten, thermisch ausgelagerten Vergleichsproben. In Abb. 57 wird der Einfluß der Neutronenbestrahlung auf die Bruchdehnung des 1.4981 (Variante KA2) besonders augenfällig. Während die unbestrahlte Probe (a) im Zeitstandversuch bei 850 °C eine sehr starke Längung erfuhr und nicht zu Bruch ging (b), hat die bis zu einer thermischen Fluenz von $1,55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ bestrahlte Probe eine vergleichsweise geringe Bruchdehnung (c) (siehe Abb. 48). Der Einfluß der Neutronenfluenz auf die Kriechbruchdehnung der bestrahlten Proben ist im vorgenannten Fluenzbereich für die Varianten KA3 und KA2 nicht sehr ausgeprägt (Abb. 58). Auch der Abfall der auf die Kriechbruchdehnung des unbestrahlten Werkstoffs normierten Kriechbruchdehnung der höchstbestrahlten Proben ($\Phi_m = 3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$) ist im Prüftemperaturbereich zwischen 600 und 700 °C nicht mehr so stark, wie im Zugversuch (Abb. 37). Bei einer Prüftemperatur von 850 °C unterscheiden sich die Bruchdehnungen im Zeitstand bzw. Zugversuch kaum noch.

Die hier vorliegenden, unter Lastkonstanz erhaltenen Zeitdehnlagen, lassen keine Aussage über die Ausdehnung des sekundären Kriechbereiches zu, da das stationäre Kriechen nicht durch einen gradlinigen Verlauf der

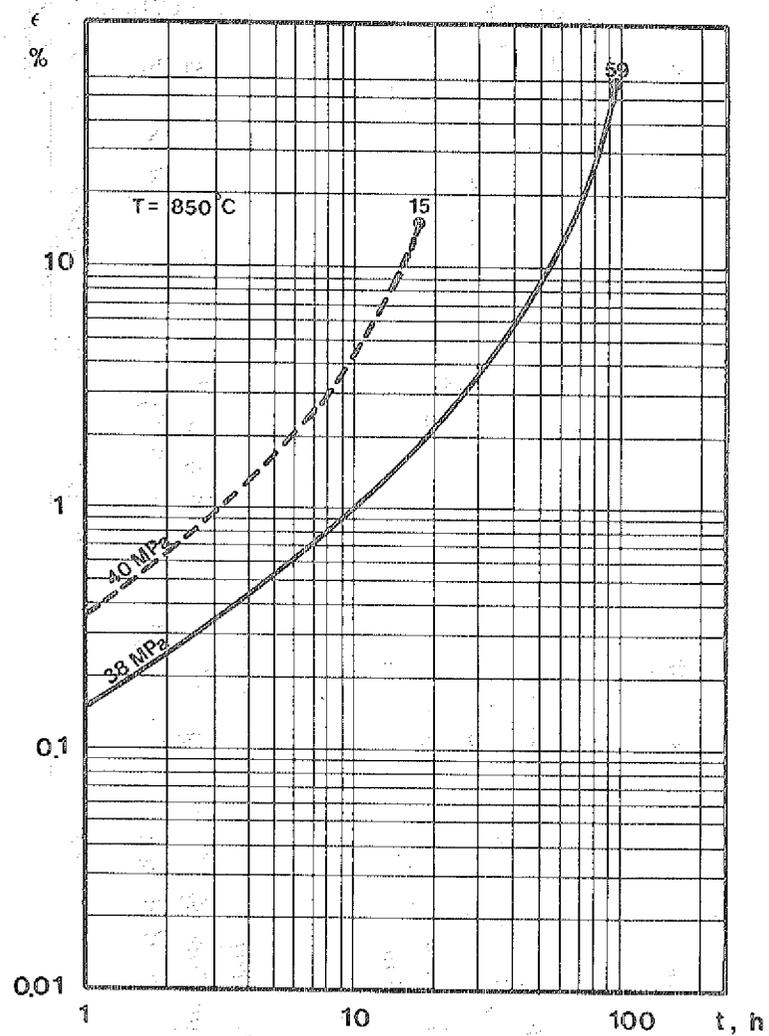


Abb. 43: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 $(\Phi_{\text{th}} = 1.55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}; T_1 = 400^{\circ}\text{C})$

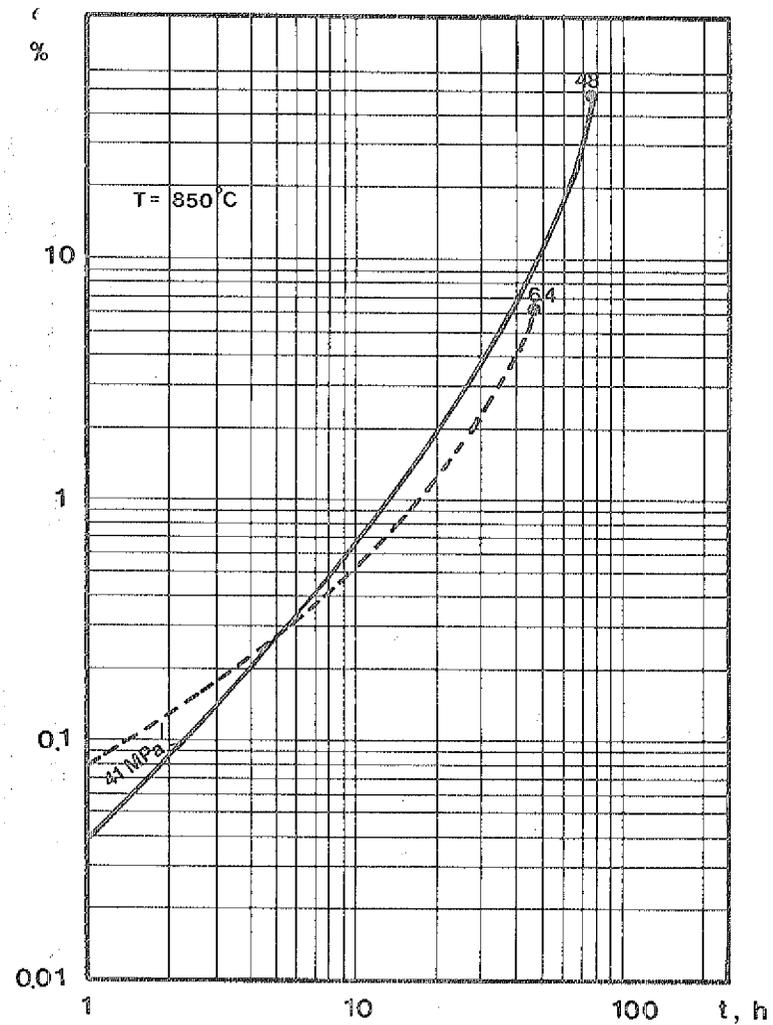


Abb. 44: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 $(\Phi_{\text{th}} = 1.35 \times 10^{24} \text{ m}^{-2}; T_1 = 400^{\circ}\text{C})$

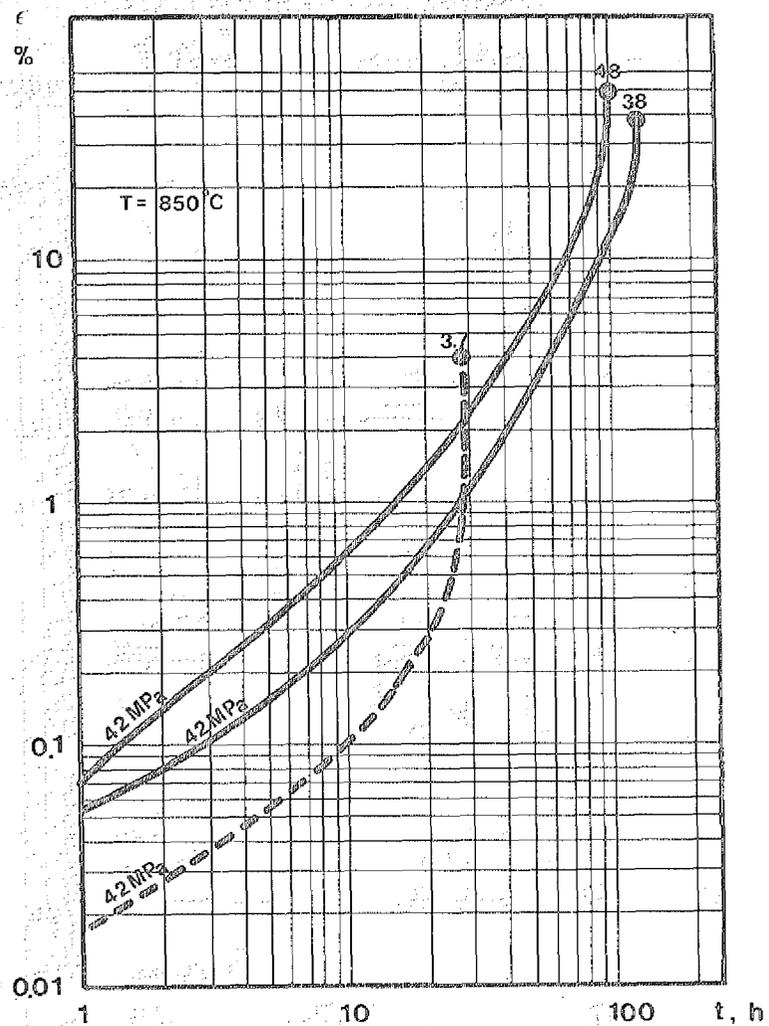


Abb. 45: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 KA3 vor und nach Neutronenbestrahlung.
 ($\Phi_n \approx 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$; $T_i = 400^\circ\text{C}$)

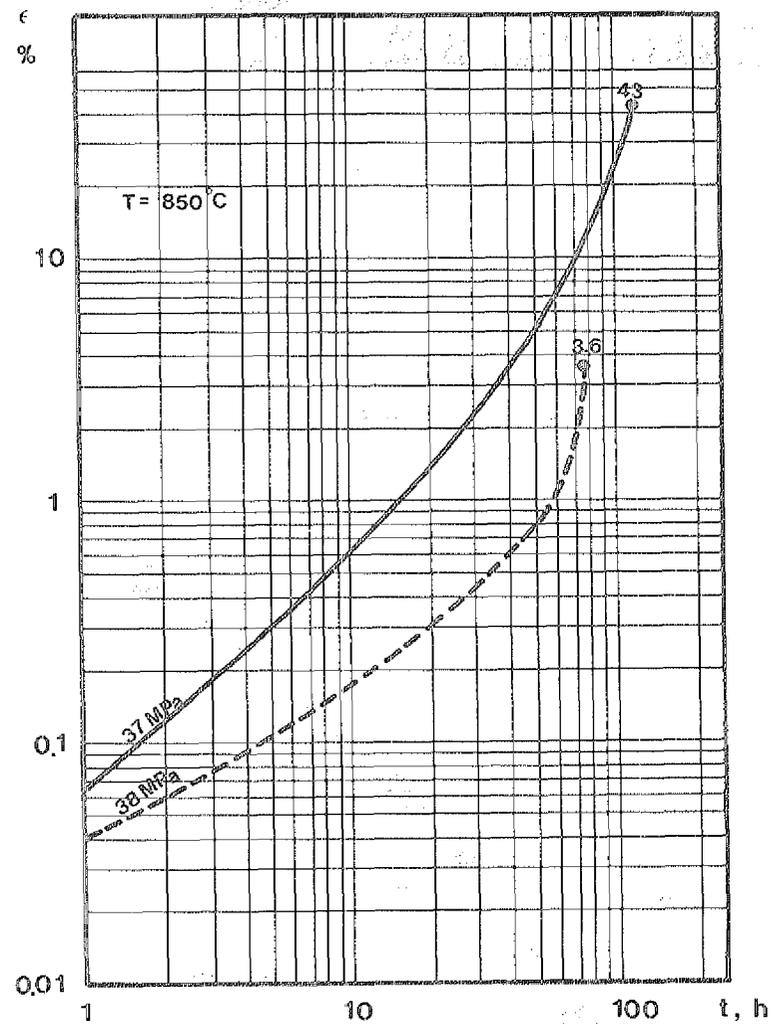


Abb. 46: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 ($\Phi_{th} \approx 3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$; $T_i = 400^\circ\text{C}$)

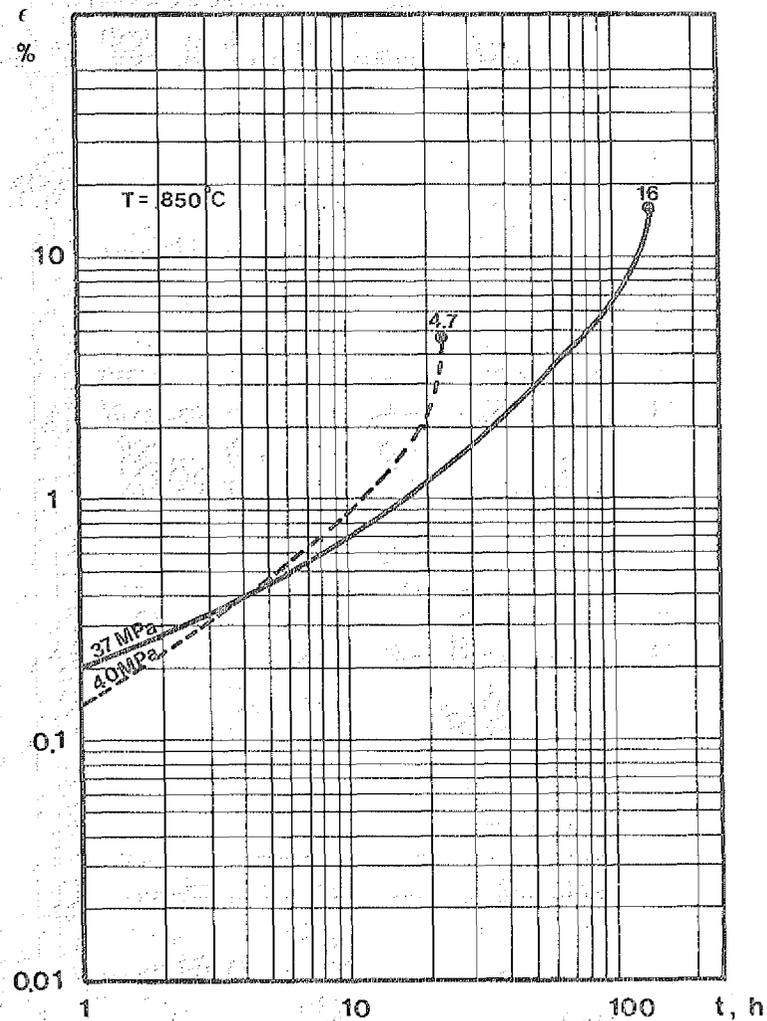


Abb. 47: Zeitdehnliesen des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 ($\Phi_{th} \approx 3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$; $T_1 = 500^\circ\text{C}$)

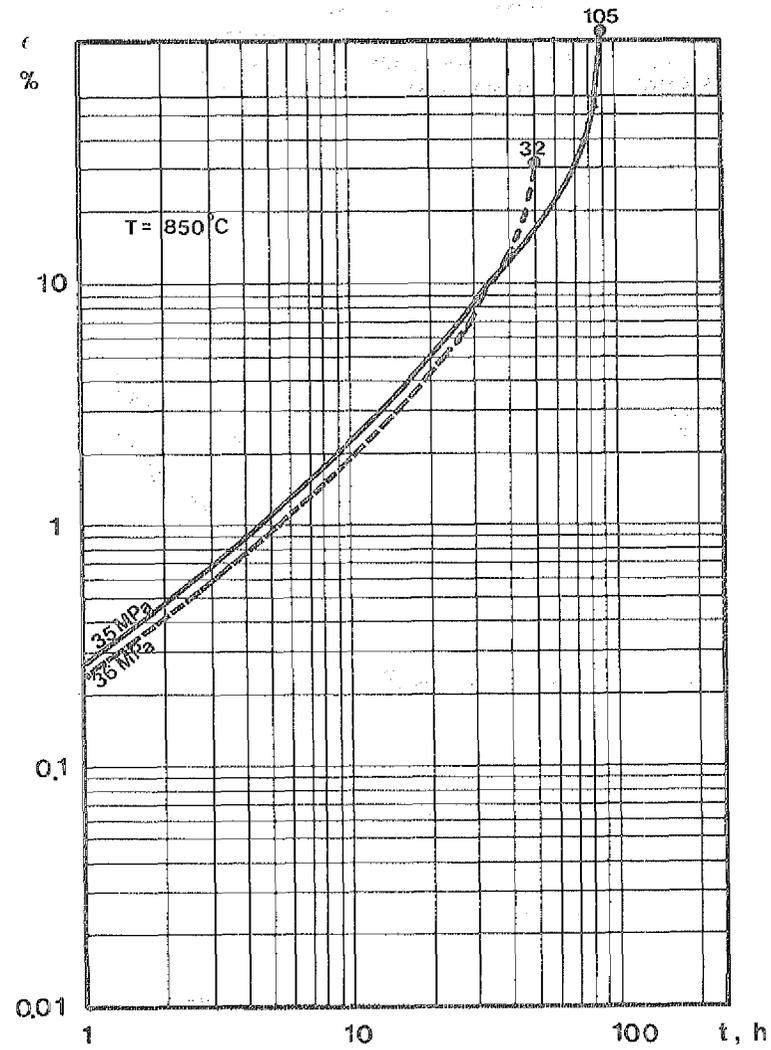


Abb. 48: Zeitdehnliesen des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA2) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 ($\Phi_{th} = 1.55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$; $T_1 = 400^\circ\text{C}$)

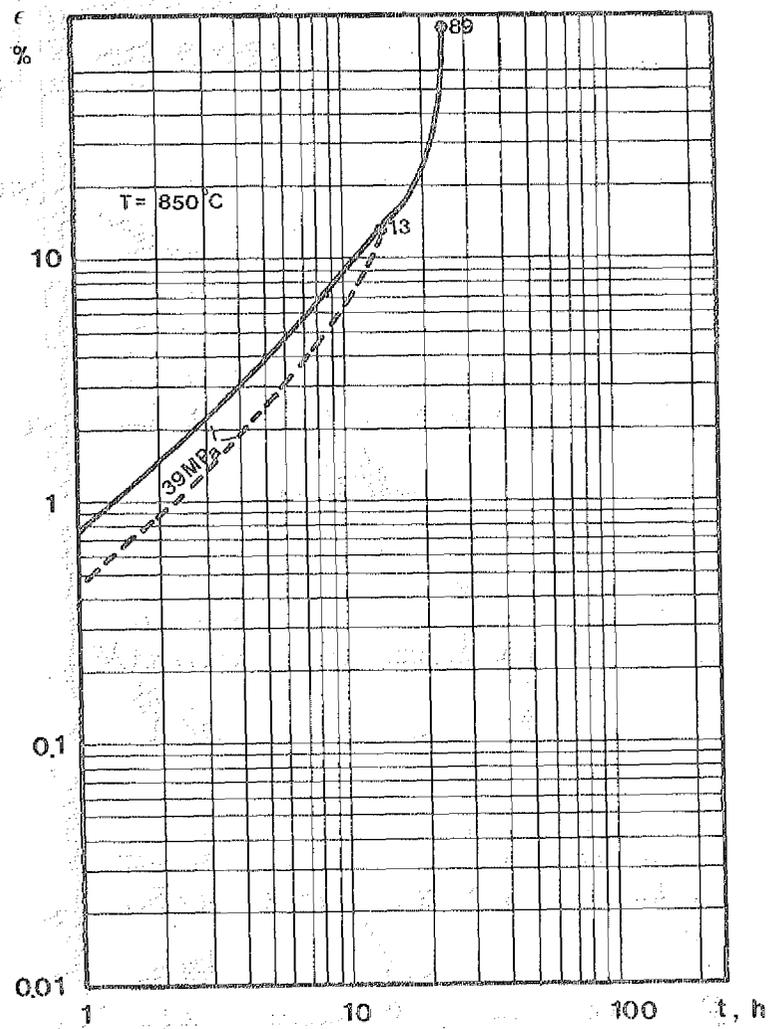


Abb. 49: Zeitdehnliesen des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA2) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 $(\Phi_{th} = 1.35 \times 10^{24} \text{ m}^{-2}; T_1 = 400^\circ\text{C})$

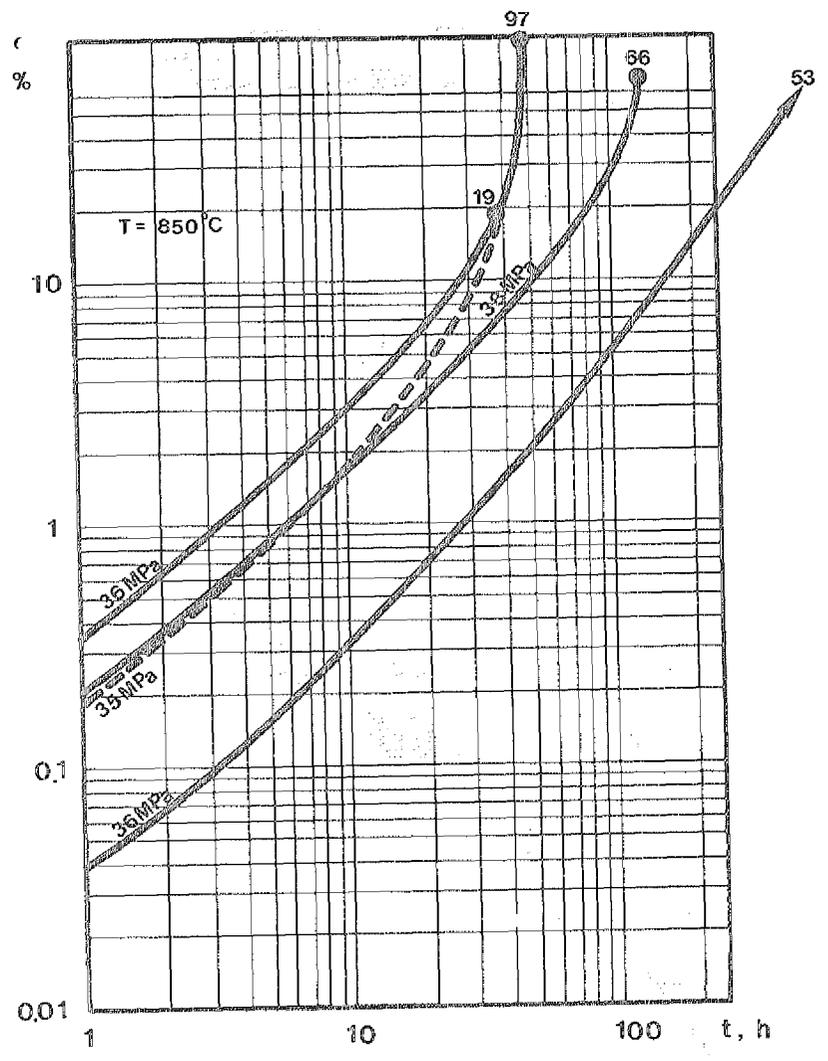


Abb. 50: Zeitdehnliesen des Werkstoffs 1.4981 KA2 vor und nach Neutronenbestrahlung.
 $(\Phi_{th} \approx 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}, T_1 = 400^\circ\text{C})$

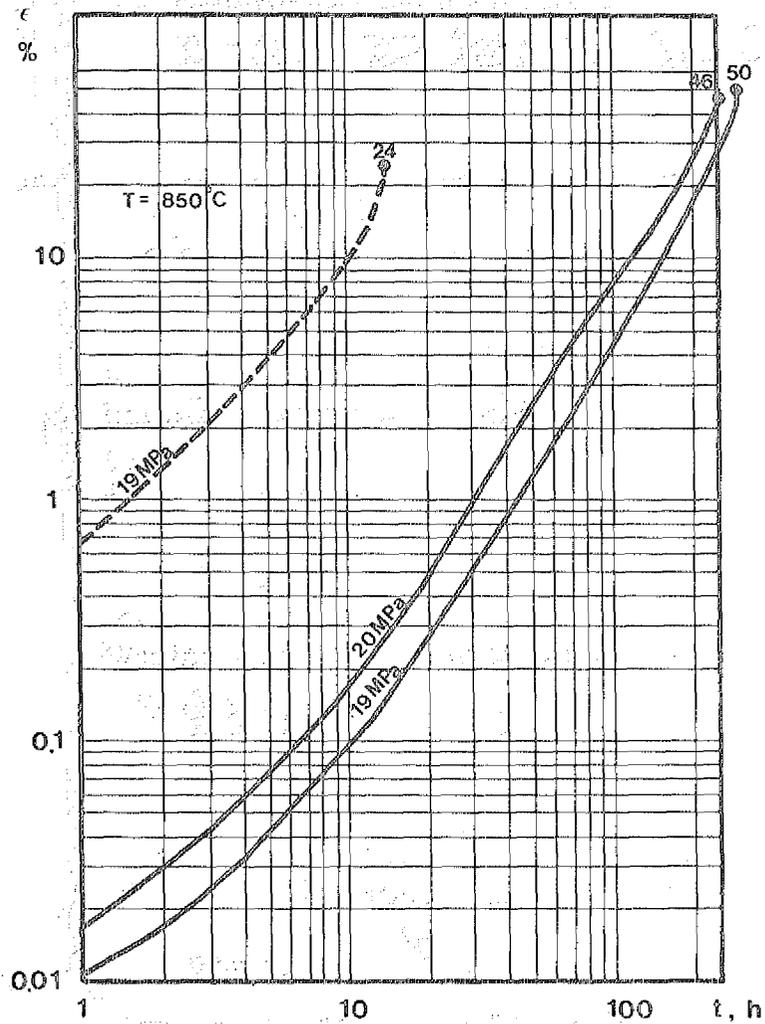


Abb. 51: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 R KA vor und nach Neutronenbestrahlung.
 $(\Phi_{th} \approx 1 \times 10^{25} \text{m}^{-2}, T_1 = 400^\circ\text{C})$

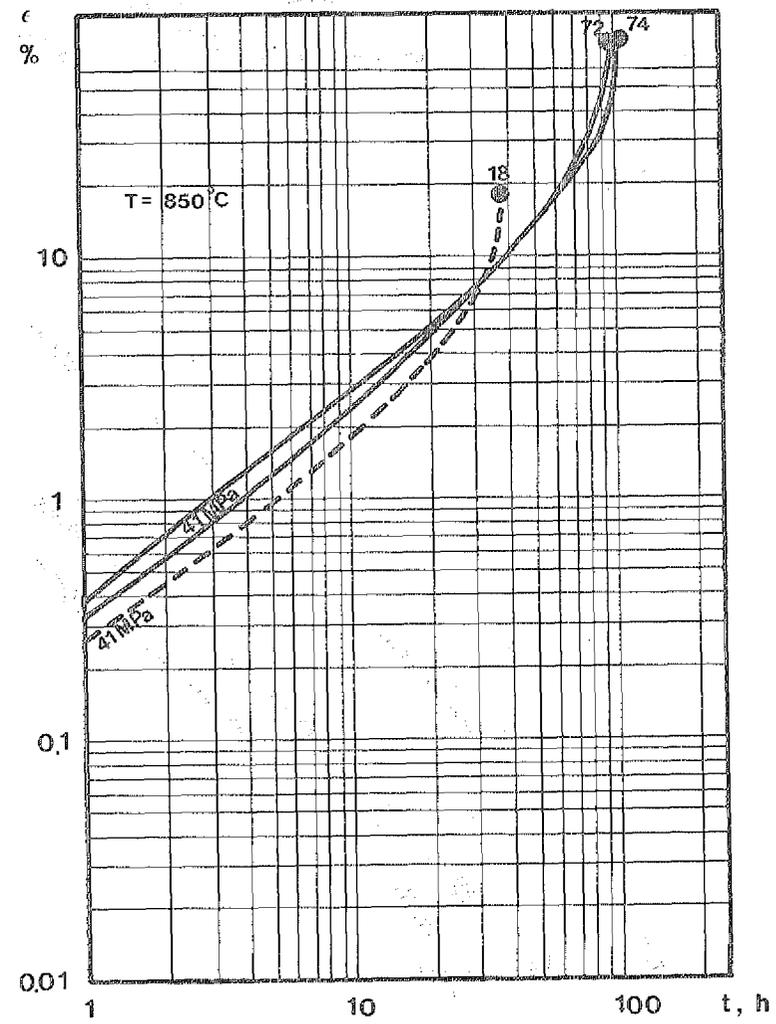


Abb. 52: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 KAK vor und nach Neutronenbestrahlung.
 $(\Phi_{th} \approx 1 \times 10^{25} \text{m}^{-2}, T_1 = 400^\circ\text{C})$

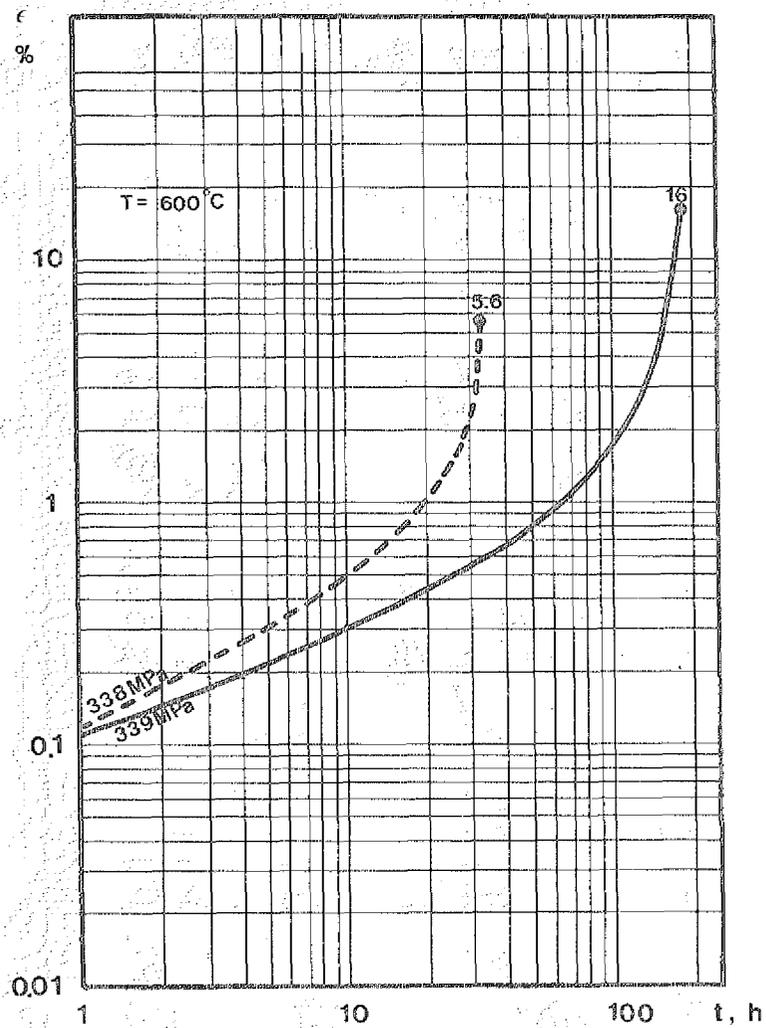


Abb. 53: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 ($\Phi_{\text{th}} = 3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$; $T_1 = 400^\circ\text{C}$)

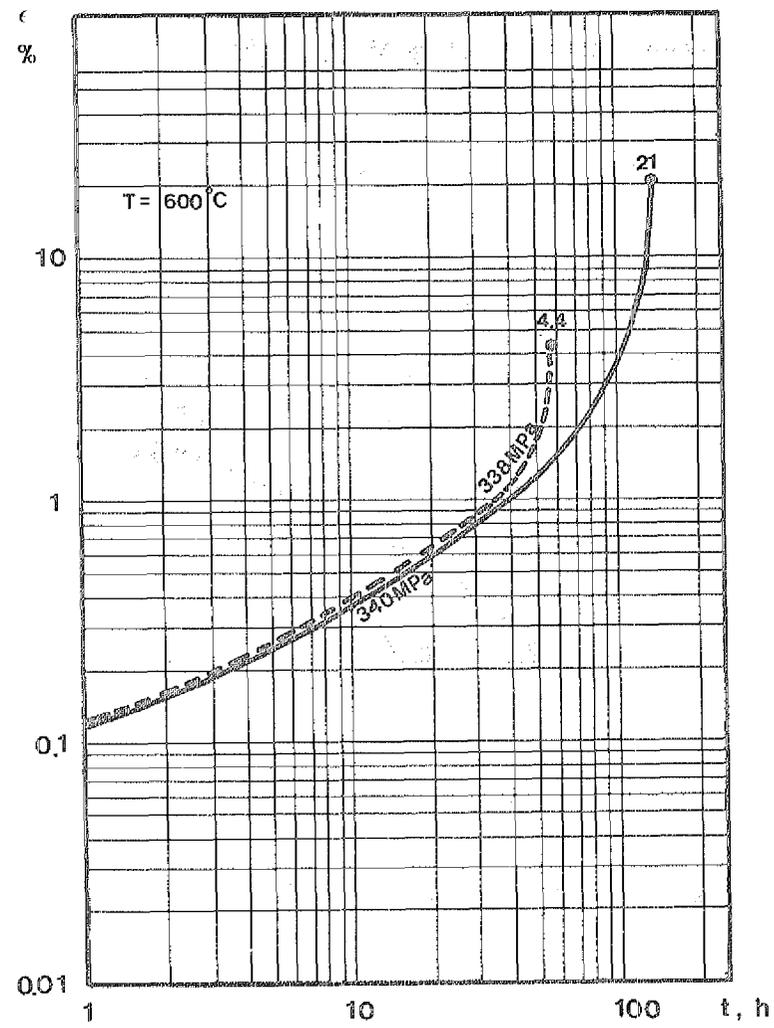


Abb. 54: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 ($\Phi_{\text{th}} \approx 3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$; $T_1 = 500^\circ\text{C}$)

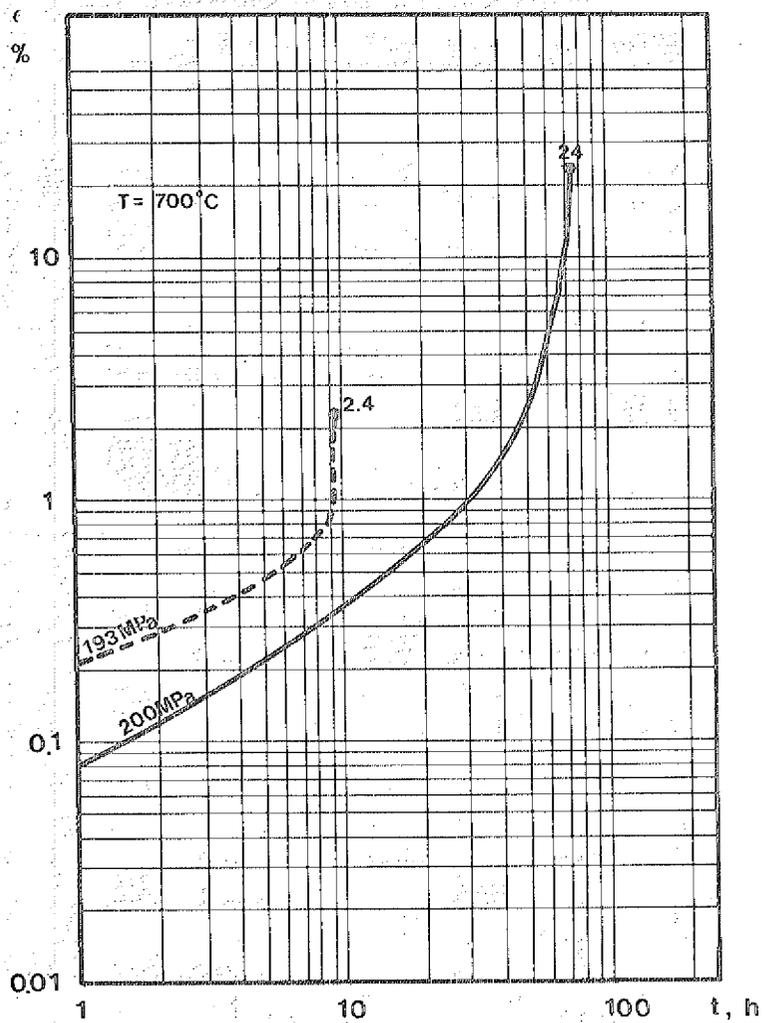


Abb. 55: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 ($\Phi_{th} \approx 3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$; $T_1 = 400^\circ\text{C}$)

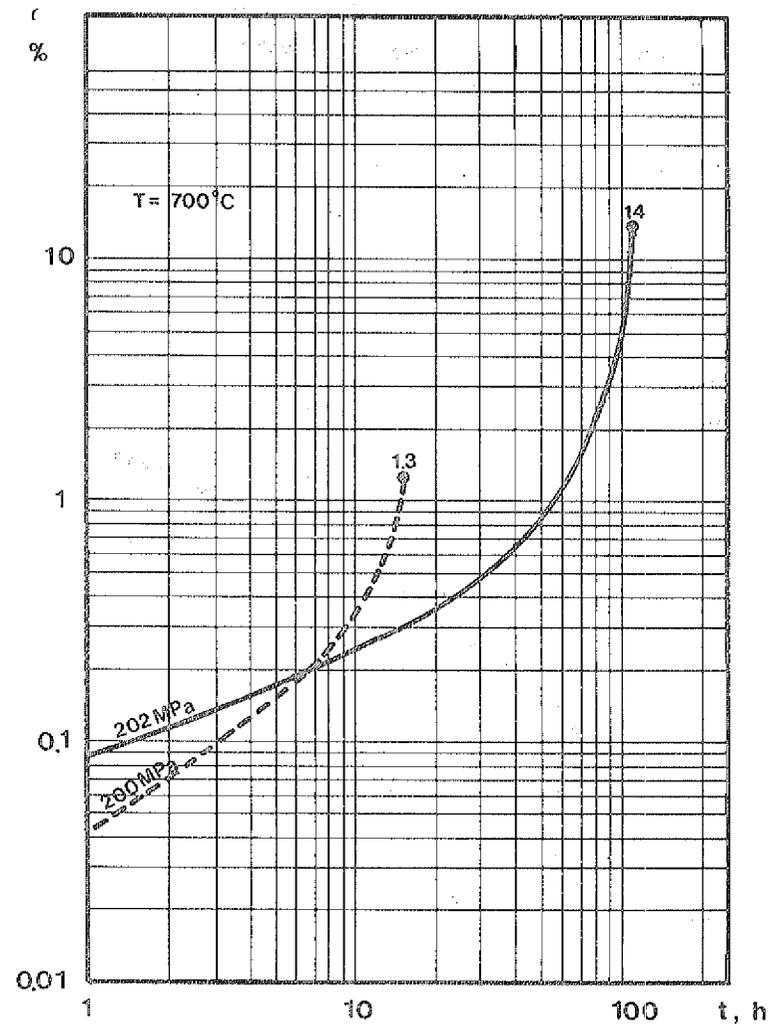
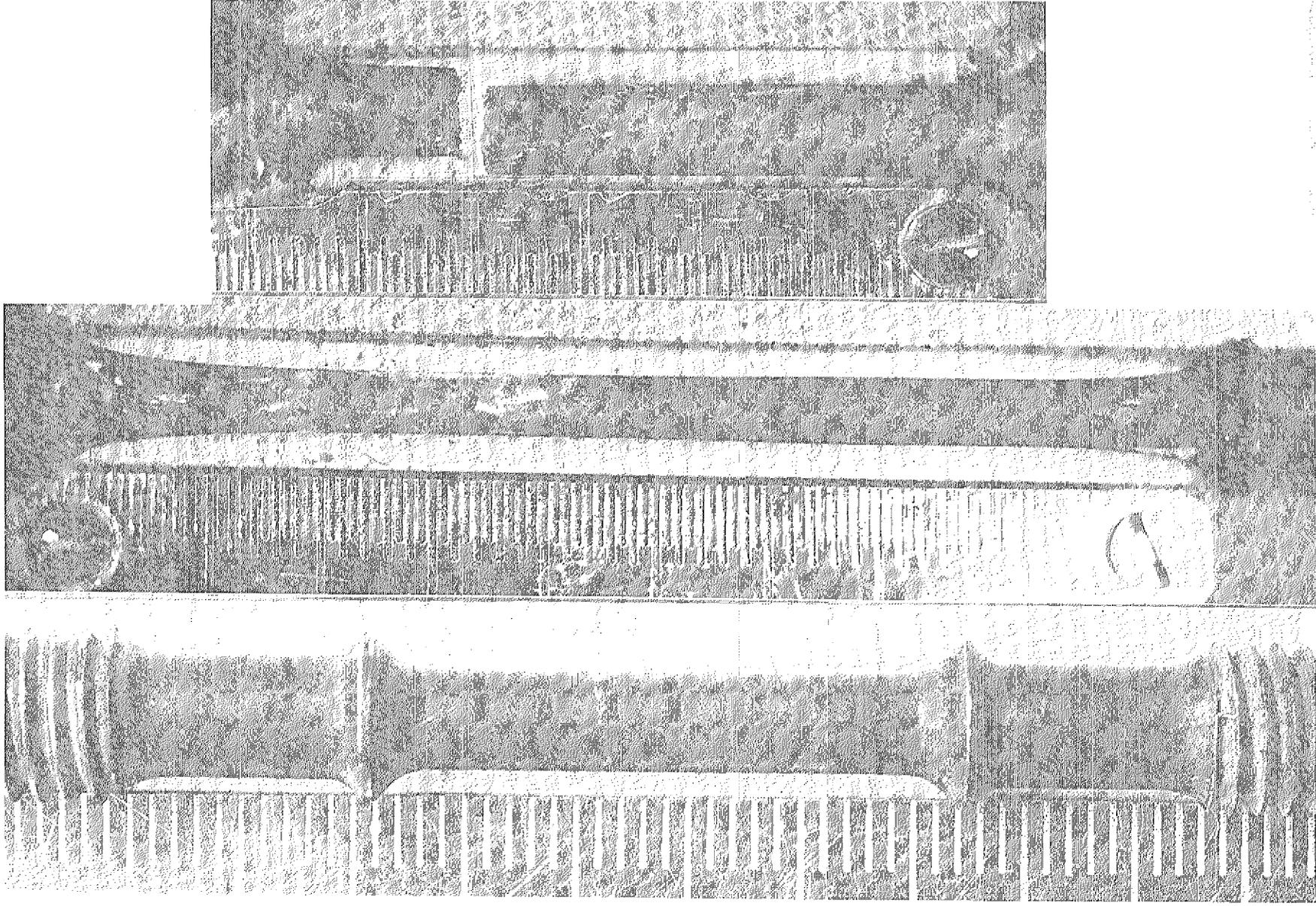


Abb. 56: Zeitdehnlinien des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gestrichelt)
 ($\Phi_{th} \approx 3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$; $T_1 = 500^\circ\text{C}$)



a)

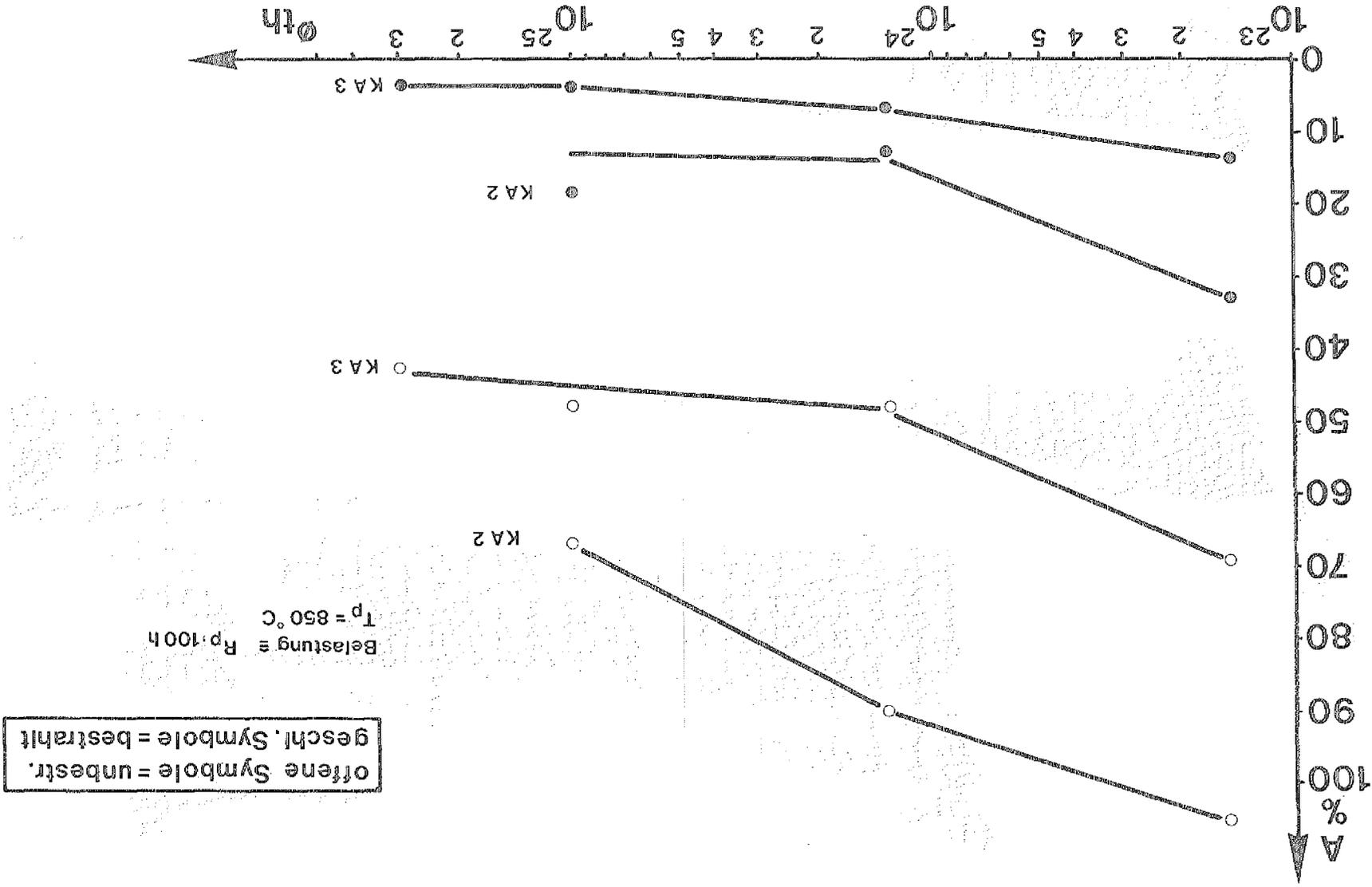
b)

c)

Abb. 57: Aufnahmen von Zeitstandproben: a) vor dem Versuch, b) nach Prüfung einer unbestrahlten Probe bei 850 °C, c) nach Prüfung einer bestrahlten Probe bei 850 °C.

$$\left(\bar{\Phi}_{\Sigma_{\text{TK}}} \approx 1,55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}; T = 400 \text{ °C} \right)$$

Abb. 58: Einfluß der therm. Neutronenfluenz, Φ_{th} , auf die Bruchdehnung im Zeitstandversuch des Stahls 1.4981 (Variante KA3, KA2)



Zeitdehnlängen sichtbar wird. Bei Versuchen mit Lastkonstanz steigt nämlich die Kriechgeschwindigkeit mit fortschreitender Versuchsdauer an, weil die an der Probe effektiv wirkende Spannung durch Querschnittsverminderung zunimmt. Eine Trennung der drei Kriechbereiche ist in dieser Auftragung also nur näherungsweise möglich. Hilfe gibt ein Ansatz nach Norton /62/. Hier wird der Verlauf der stationären Kriechrate, $\dot{\epsilon}_s$, in Abhängigkeit von der Spannung, σ , gegeben:

$$\dot{\epsilon}_s = K \sigma^n \quad n, K = \text{Werkstoffspezifische Konstanten} \quad (1)$$

Wird die Änderung der Spannung mit zunehmender Dehnung in Versuchen mit Lastkonstanz berücksichtigt, $\sigma = \sigma_0 e^{\epsilon}$, lautet das Norton'sche Kriechgesetz für lastkonstante Kriechversuche:

$$\dot{\epsilon}_s = K \sigma_0^n e^{n\epsilon} \quad (2)$$

Durch Logarithmieren ergibt sich:

$$\log \dot{\epsilon}_s = \log(K \sigma_0^n) + \log e \cdot n\epsilon \quad (3)$$

In den Kriechgesetzen wird die "wahre Dehnung", ϵ_w und "wahre Kriechgeschwindigkeit" $\dot{\epsilon}_w$, benutzt, die mit der technischen Dehnung ϵ_t und der entsprechenden Kriechrate, $\dot{\epsilon}_t$, in folgendem Zusammenhang steht:

$$\dot{\epsilon}_w = \ln(1 + \epsilon_t)$$

$$\dot{\epsilon}_w = \frac{\dot{\epsilon}_t}{1 + \epsilon_t}$$

Diese Umformung (3) liefert in einem $\log \dot{\epsilon} - \epsilon$ -Diagramm für das stationäre Kriechen eine Gerade mit der Steigung $0,434 n$. Damit kann der Bereich des stationären Kriechens bestimmt werden. Die drei Kriechbereiche der Zeitdehnlängen können somit getrennt werden.

Um einen Einblick in die materialbedingten Streuungen der Kriechkurven gleicher Proben einer Charge zu erhalten, wurden fünf Proben der Variante KA3 unter identischen Bedingungen bei einer Temperatur von 850 °C geprüft. Das Ausmaß der gemessenen Streuungen sollte bei einem späteren Vergleich der Zeitdehnlinien unbestrahlter und bestrahlter Proben den Einfluß der Neutronenbestrahlung deutlich werden lassen. Die Abb. 59 zeigt die $\log \dot{\epsilon} - \epsilon$ -Darstellung dieser Versuche. Der Kurvenverlauf ist für die fünf Proben ähnlich, obwohl die Streuung in den Bruchdehnungswerten den Faktor 2 erreicht. Im ersten Bereich der Kriechkurve wird die Verfestigung der Probe durch die starke Abnahme der Kriechgeschwindigkeit deutlich. Bevor stationäres Kriechen eintritt, zeigen alle Proben geringe Entfestigung. Der Mittelwert der in Gleichung (3) für das stationäre Kriechen ermittelten Norton'schen Materialkonstanten, n , liegt bei 6,75 mit den Extremwerten bei 8,22 und 5,89. Die größte Verformung der Proben erfolgt im stationären Kriechbereich. Generell erhöht sich im verformungsarmen, tertiären Bereich die Kriechgeschwindigkeit kaum. Die einzige Ausnahme, die Probe Nr. 3 mit einem ausgeprägten tertiären Kriechbereich, könnte auf eine größere Materialinhomogenität dieser Probe hindeuten.

Der Einfluß der Bestrahlung macht sich in der $\log \dot{\epsilon} - \epsilon$ -Darstellung für die Variante KA3 schon nach der geringen thermischen Fluenz von $1,55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ bemerkbar (Abb. 60). Während die thermisch ausgelagerte, unbestrahlte Probe ein den oben besprochenen unbestrahlten Proben verwandtes Verhalten aufweist, ist der Kurvenverlauf der bestrahlten sichtbar anders. Dem primären Bereich schließt sich offensichtlich sofort ein verkürzter stationärer Kriechbereich an. Der tertiäre Kriechbereich ist gegen den stationären Kriechbereich deutlich abgehoben. Bei nur geringer zusätzlicher Verformung erhöht sich die Kriechgeschwindigkeit um eine Größenordnung. Proben der Variante KA3, welche eine thermische Neutronenfluenz von $1 \times 10^{24} \text{ m}^{-2}$ erreicht oder überschritten haben, weisen offensichtlich keinen stationären Kriechbereich auf, wenn sie bei 850 °C geprüft werden (Abb. 61 bis 64). Von der minimalen Verformung im primären Kriechbereich abgesehen, erfolgt die "Dehnung" der Probe ausschließlich im tertiären Kriechbereich. Für die höchstbestrahlten Proben der Variante KA3 – die thermische Fluenz beträgt $3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ – kann auch bei den Prüftemperaturen von 600 und 700 °C kein stationäres Kriechen nachgewiesen werden (Abb. 65, 66).

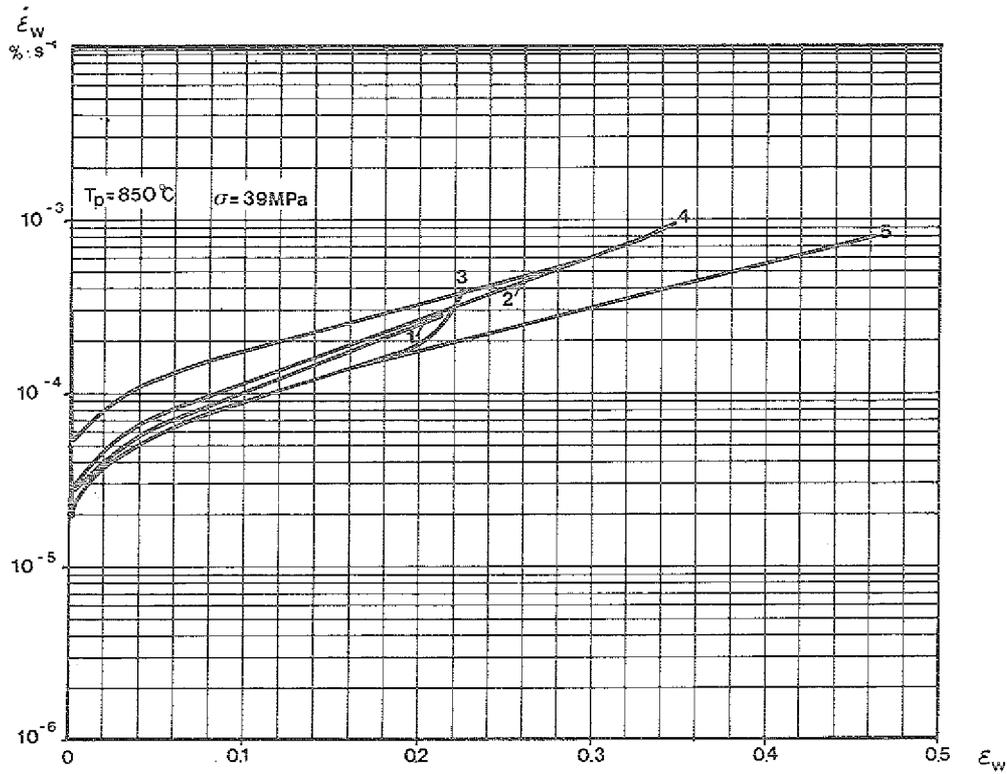


Abb. 59: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des unbestrahlten Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3)

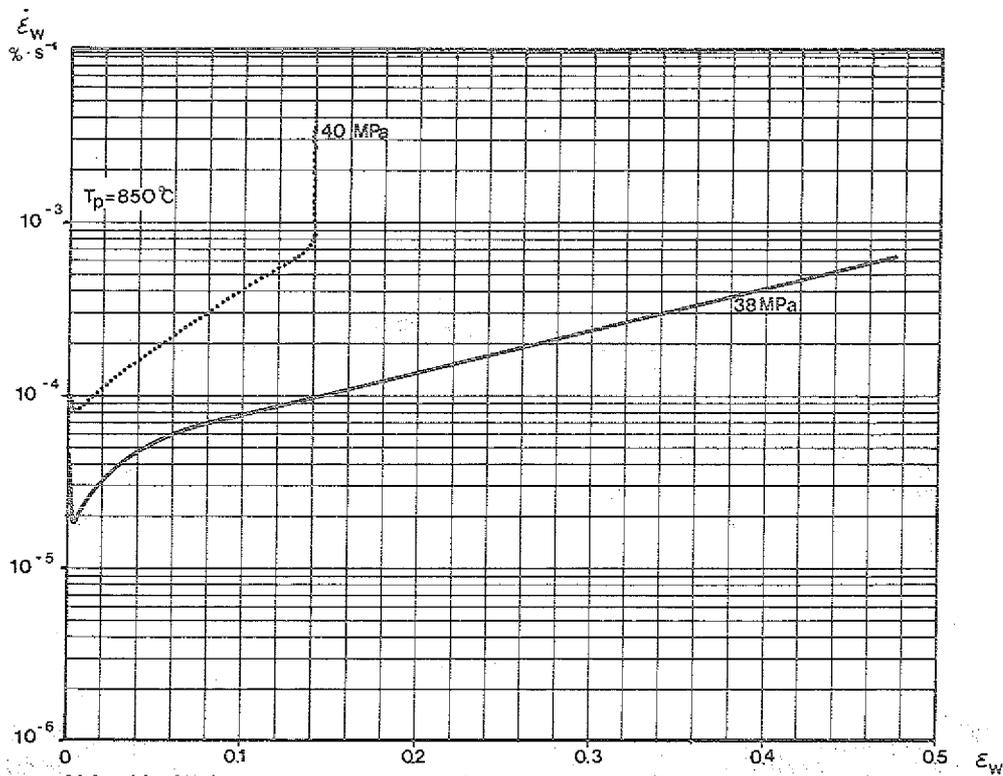


Abb. 60: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet)
 $(\Phi_{th} = 1.55 \times 10^{23} m^{-2}; T_1 = 400^\circ C)$

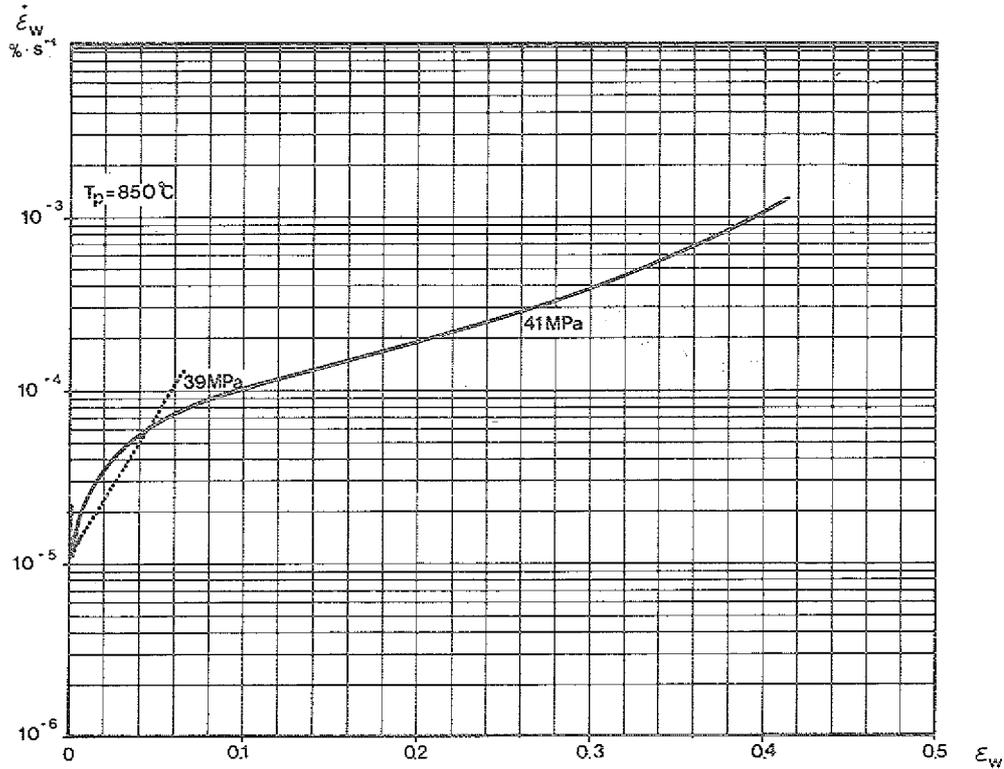


Abb. 61: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet)
 $(\Phi_{th} = 1.35 \times 10^{24} \text{ m}^{-2}; T_i = 400^\circ C)$

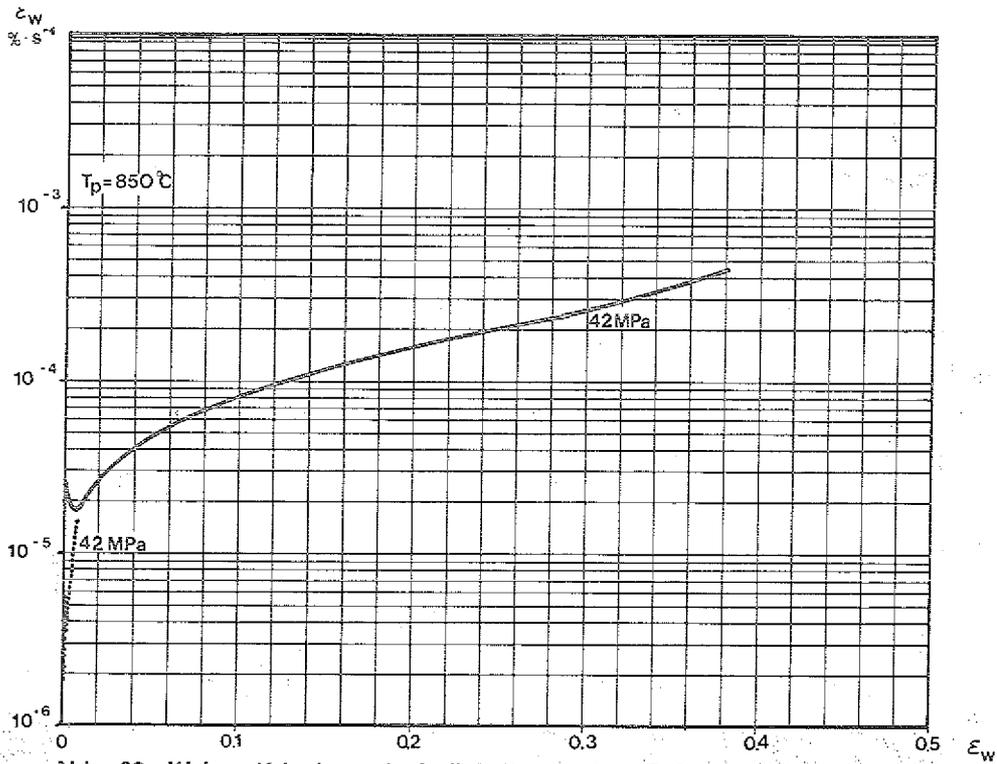


Abb. 62: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet)
 $(\Phi_{th} = 1.0 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}; T_i = 400^\circ C)$

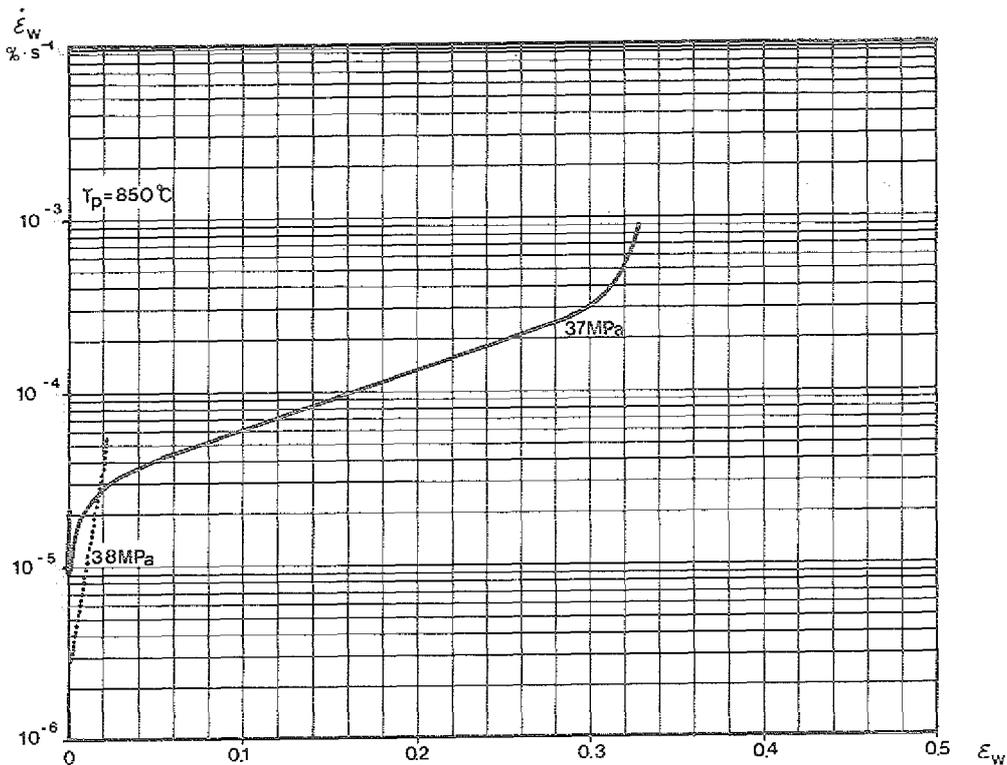


Abb. 63: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet)
 $(\Phi_{th} \approx 3.0 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}; T_1 = 400^\circ\text{C})$

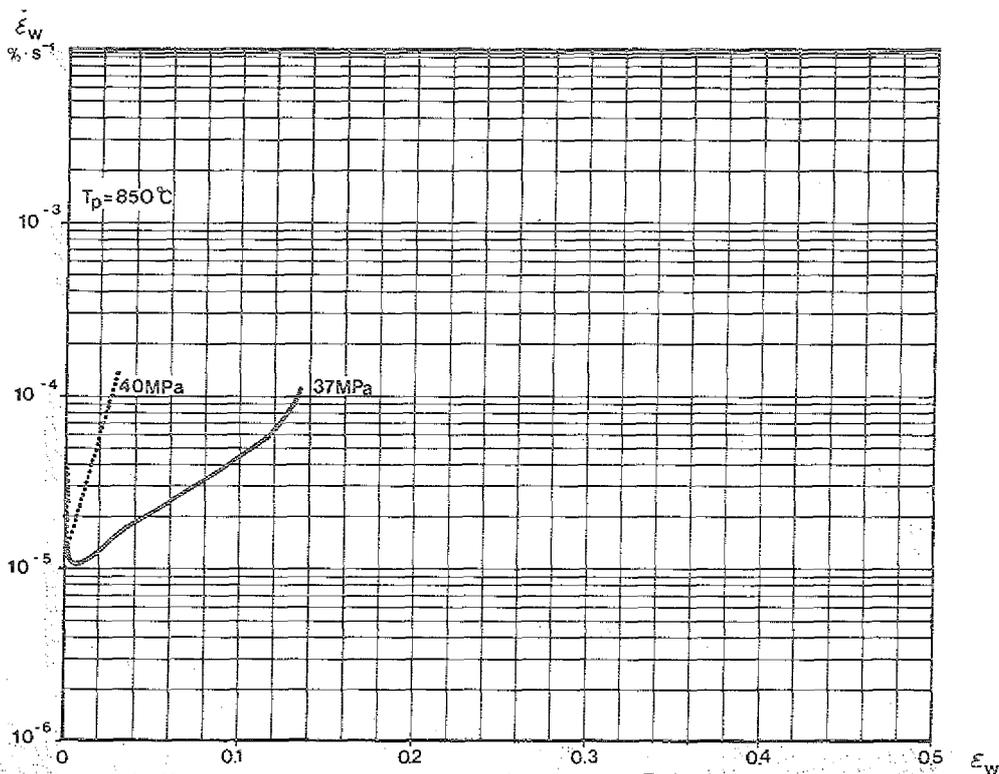


Abb. 64: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet)
 $(\Phi_{th} \approx 3.0 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}; T_1 = 500^\circ\text{C})$

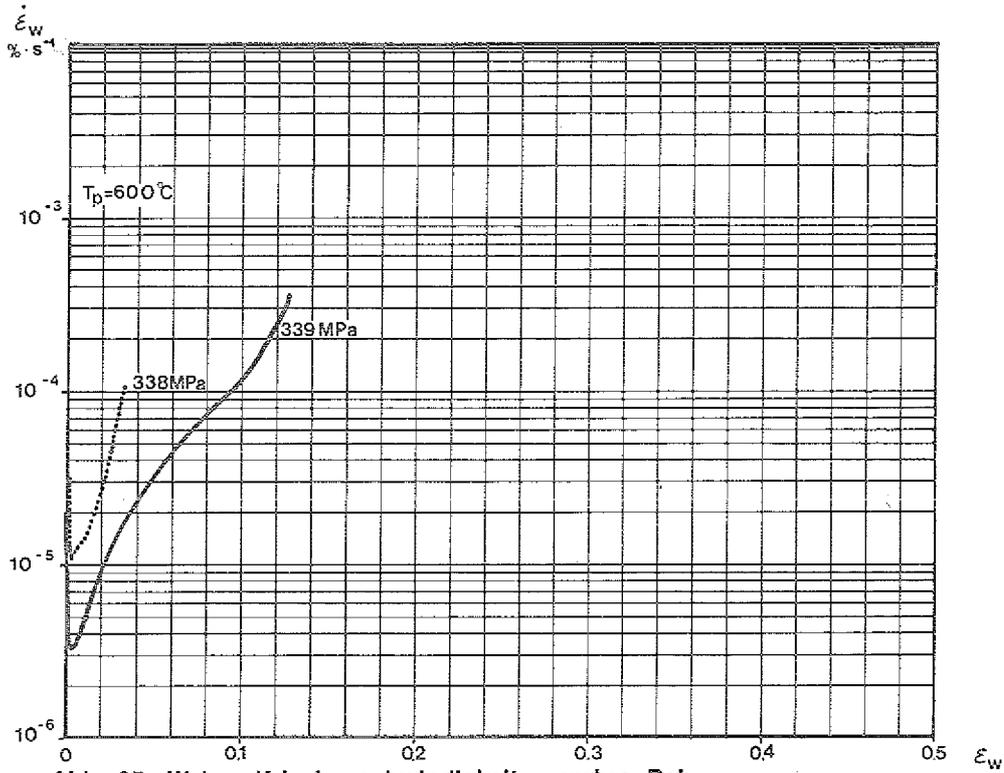


Abb. 65: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet)
 $(\Phi_{th} \approx 3.0 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}; T_i = 400^\circ C)$

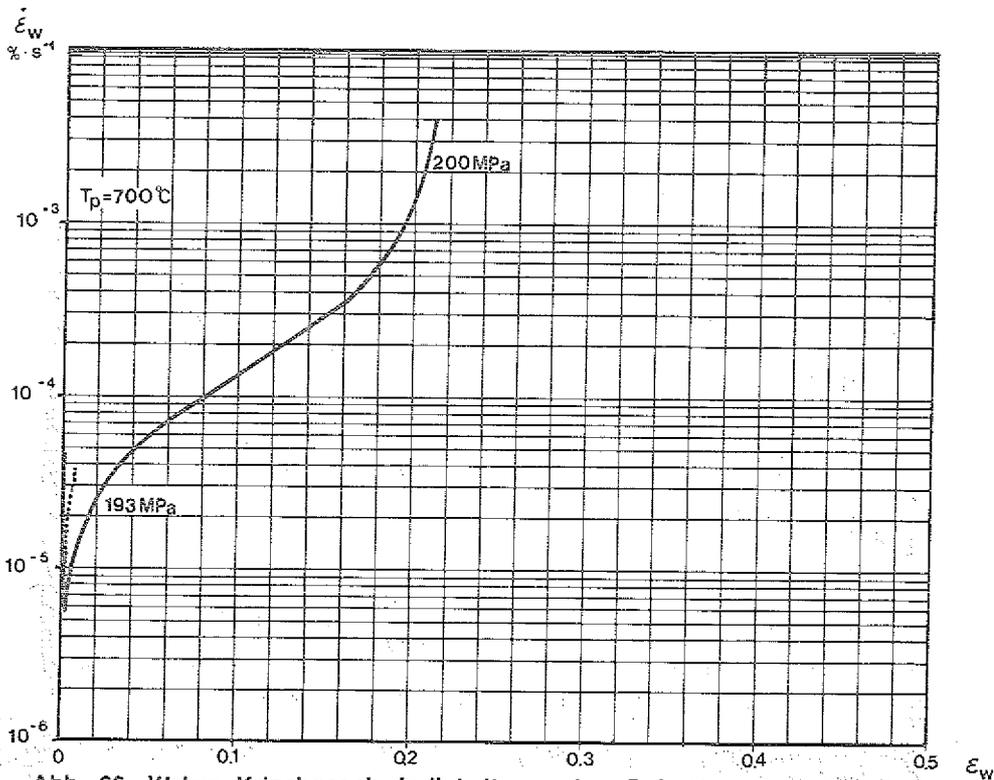


Abb. 66: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA3) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet)
 $(\Phi_{th} \approx 3.0 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}; T_i = 400^\circ C)$

Die Proben der Variante KA2 verhalten sich im Zeitstandversuch bei 850 °C ähnlich wie die Proben der Variante KA3. Unbestrahlt zeigen sie im Anschluß an den primären Kriechbereich eine kurze Periode der Entfestigung, welcher sich ein langer stationärer Kriechbereich anschließt. Im tertiären Kriechbereich erfolgt eine weitere, ausgedehnte Streckung der Probe (Abb. 67 bis 69). Die Norton'sche Materialkonstante, n , liegt im Mittel bei 3,89.

Nach der Neutronenbestrahlung läßt sich ein stationärer Kriechbereich nicht mehr sicher nachweisen, weil der Übergang in den tertiären Bereich nicht mit einer überproportionalen Steigung der Kriechgeschwindigkeit verbunden ist. Die wesentliche Kriechdehnung der Probe erfolgt oberhalb einer thermischen Fluenz von $1 \times 10^{24} \text{ m}^{-2}$ nur im tertiären Bereich.

Die Auswertung der Ergebnisse der Warmzug- und Zeitstandversuche ermöglichen Aussagen zum Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit im Temperaturbereich zwischen 600 und 850 °C auf die Bruchdehnung der bestrahlten Proben (Abb. 70). Die Bruchdehnung ist wiederum normiert aufgetragen. Die höchste Verformungsgeschwindigkeit wird im Warmzugversuch erreicht. Der Warmzugversuch wurde bei konstanter Abzugsgeschwindigkeit durchgeführt (siehe Pkt. 3.4.1). Bei der Auswertung der Zeitstandversuche konnte als "Verformungsgeschwindigkeit" nicht die stationäre Kriechgeschwindigkeit benutzt werden, sondern die mittlere Verformungsgeschwindigkeit über den gesamten Versuchszeitraum. Die mittlere Verformungsgeschwindigkeit der bestrahlten Proben aus den Kurzzeitstandversuchen lag etwa zwei Größenordnungen niedriger als im Warmzugversuch.

Bei Prüftemperaturen oberhalb 700 °C spielt die Verformungsgeschwindigkeit im Bereich 1×10^{-6} bis 1×10^{-1} /h fast keine Rolle, da die Bruchdehnung in diesem Bereich schon sehr niedrige Werte erreicht hat. Wird diese Temperatur unterschritten, verringert sich die Bruchdehnung mit fallender Verformungsgeschwindigkeit. Die Reduktion ist besonders stark im Bereich 1×10^{-1} bis 1×10^{-3} /h. Die Abhängigkeit der Bruchdehnung von der Verformungsgeschwindigkeit scheint in diesem Bereich für den 1.4981 aber geringer zu sein als für den Stahl 1.4970.

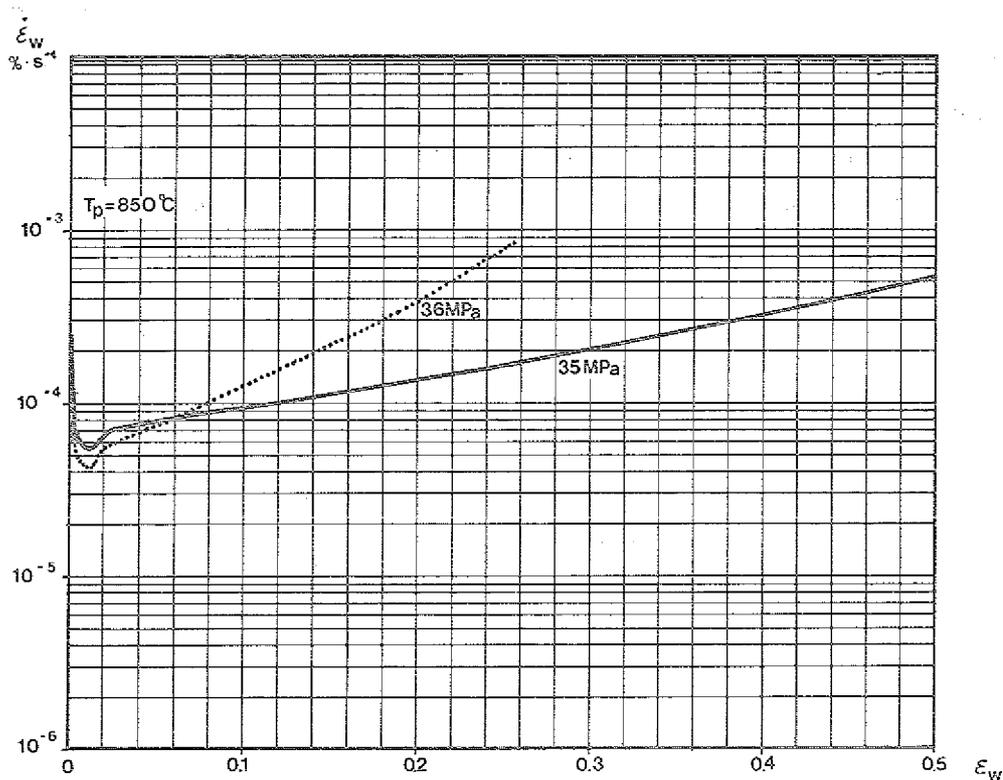


Abb. 67: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA2) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet)
 $(\Phi_{th} = 1.55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}; T_I = 400^\circ\text{C})$

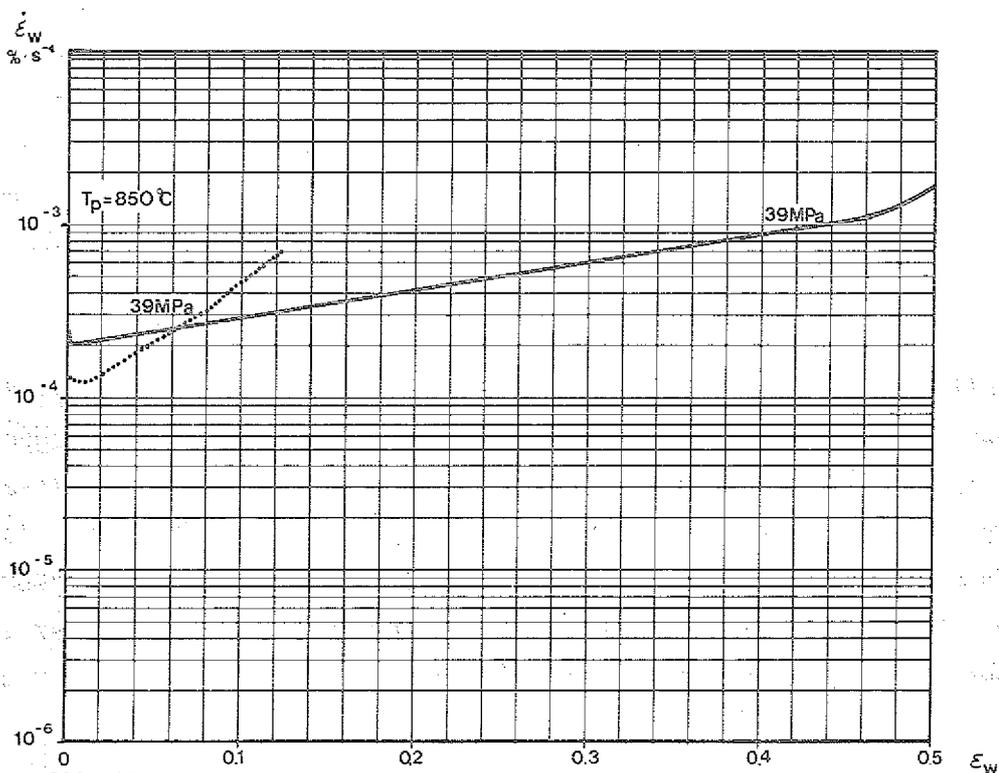


Abb. 68: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA2) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet)
 $(\Phi_{th} = 1.35 \times 10^{24} \text{ m}^{-2}; T_I = 400^\circ\text{C})$

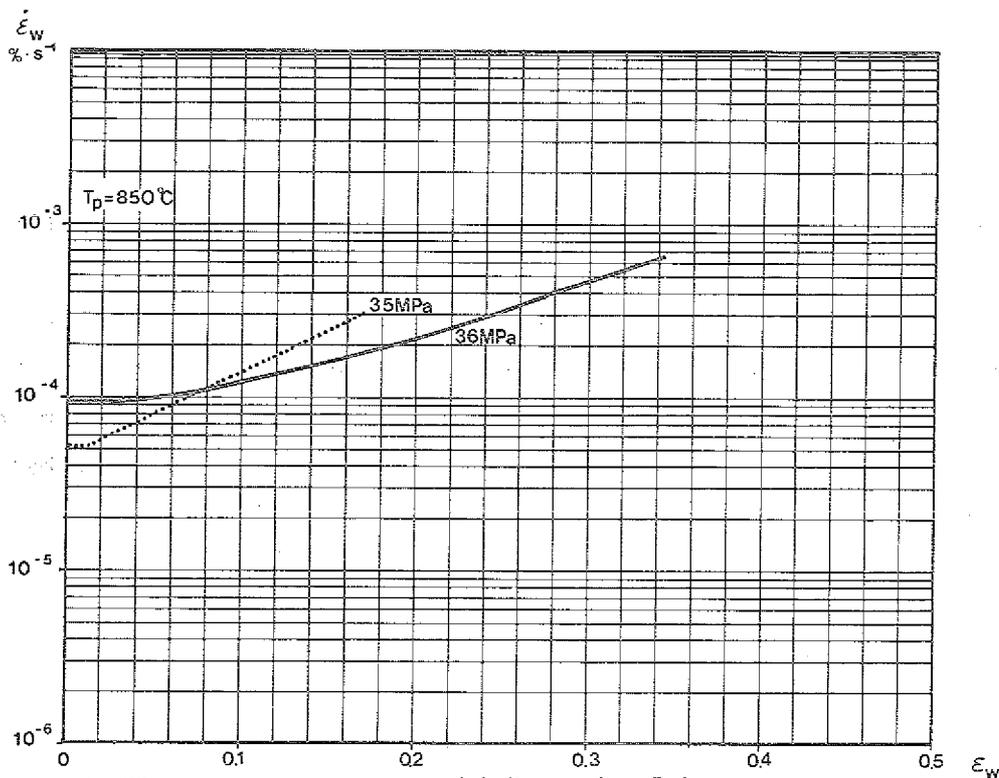


Abb. 69: Wahre Kriechgeschwindigkeit – wahre Dehnung – Diagramm des Werkstoffs 1.4981 (Variante KA2) vor und nach Neutronenbestrahlung (gepunktet) ($\Phi_{th} = 1.0 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$; $T_i = 400^\circ\text{C}$)

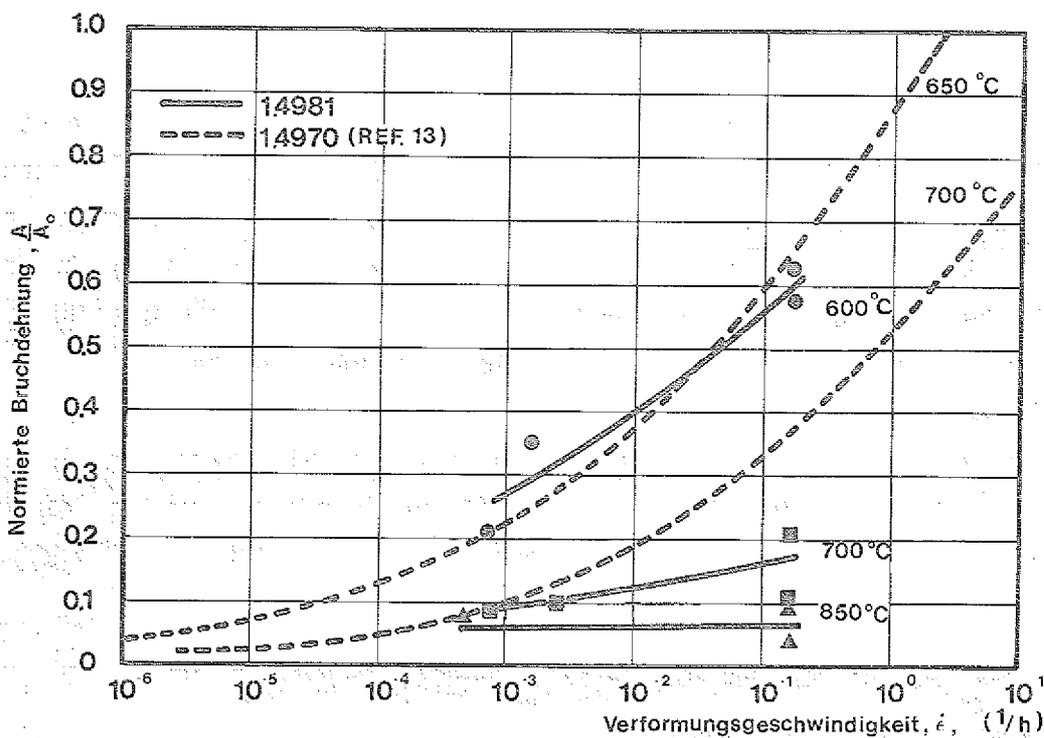


Abb. 70: Einfluß der Kriechgeschwindigkeit auf die Bruchdehnung des neutronenbestrahlten austenitischen Stahls 1.4981 (Variante KA 3)

4.3 Metallkundliche Untersuchungen

4.3.1 Metallografie

Die metallografische Untersuchung wurde an Zugprobenhälften unbestrahlter und bestrahlter Proben der beiden Varianten KA3 und KA2 nach einer Prüfung im Temperaturbereich von 600 bis 850 °C durchgeführt.¹⁾ Qualitative Aussagen zum Verformungsverhalten der Körner und Korngrenzen im Bereich des Bruches sollten dazu beitragen, die im Zugversuch festgestellten unterschiedlichen Bruchdehnungen der unbestrahlten und bestrahlten Proben zu verstehen. Dabei interessierte besonders, warum die bestrahlten Proben der Variante KA2 höhere Bruchdehnungen zeigten als die der Variante KA3. Die bestrahlten Proben hatten eine thermische Neutronenfluenz von $1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ akkumuliert.

Nach dem Zugversuch bei 600 °C sind die Körner der unbestrahlten und bestrahlten Probe der Variante KA2 in der ganzen Schliffebene in achsialer Richtung langgestreckt (Abb. 72, 74). Korngrenzenrisse sind nicht nachzuweisen. Beide Proben haben eine leichte Einschnürung im Bereich des Bruchs (Abb. 71, 73). Die Proben der Variante KA3 sind lokal stärker eingeschnürt (Abb. 75, 77), unterscheiden sich ansonsten in der metallografischen Beurteilung qualitativ nicht von der Variante KA2 (Abb. 76, 78).

Die unbestrahlte Probe der Variante KA2 aus dem 700 °C-Zugversuch weist im Längsschliff stark gestreckte Körner auf (Abb. 80). Zu einer Korngrenzentrennung kommt es auch nicht im Bereich des Bruchs. Der geringe Querschnitt der gestreckten Körner läßt keine sichere Aussage über die Art des Bruchs zu. Wahrscheinlich erfolgte der Bruch, wie bei der bei 600 °C geprüften Probe, transkristallin. Die Probe ist lang ausgezogen und hat einen großen Einschnürungsbereich (Abb. 79).

Bei der bestrahlten Probe kann im Längsschliff eine Streckung der Körner nicht festgestellt werden (Abb. 82). Häufige und kurze Korngrenzentrennungen sind über die ganze Schliffebene verteilt sichtbar (Abb. 81 und 82).

¹⁾ An dieser Stelle sei den Herren T. Floßdorf und F. Hettmann (Heiße Zellen der Kernforschungsanlage Jülich) für die Präparation der Proben gedankt.

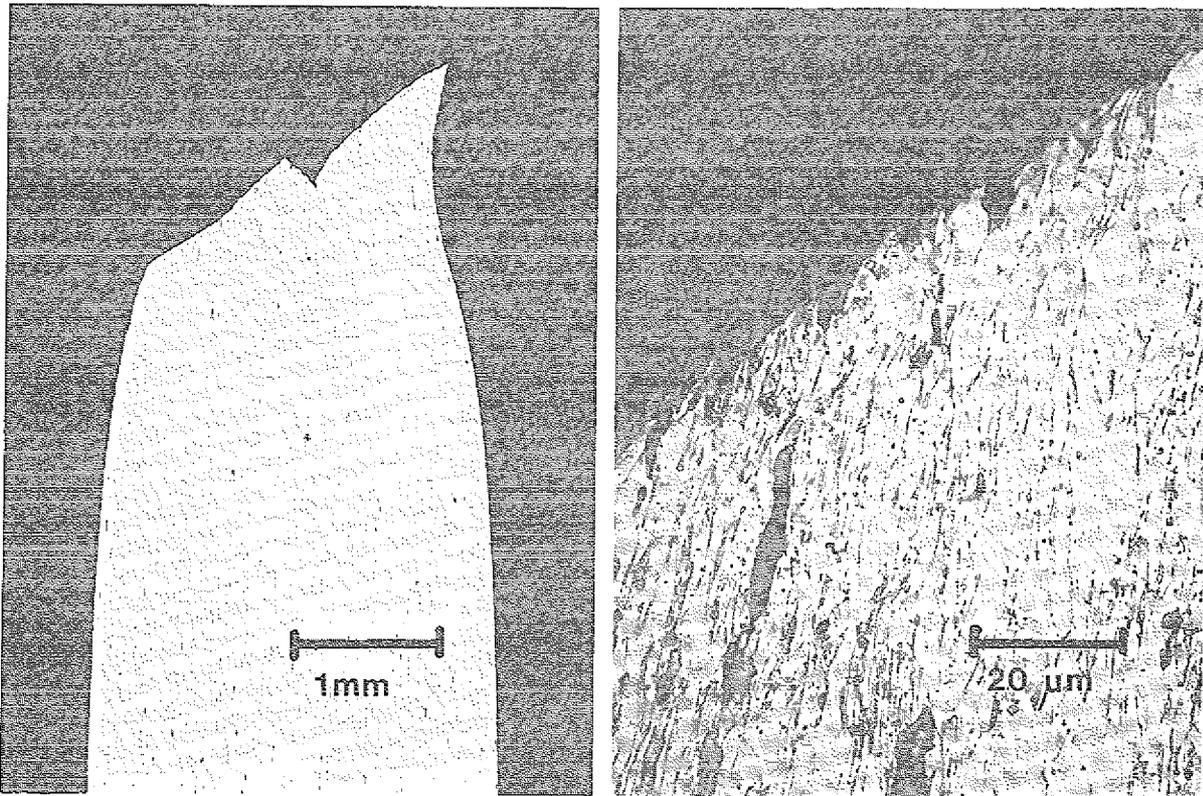


Abb. 71 und 72: Schliffbilder der bei 600 °C geprüften unbestrahlten Zugprobe der Variante KA 2.

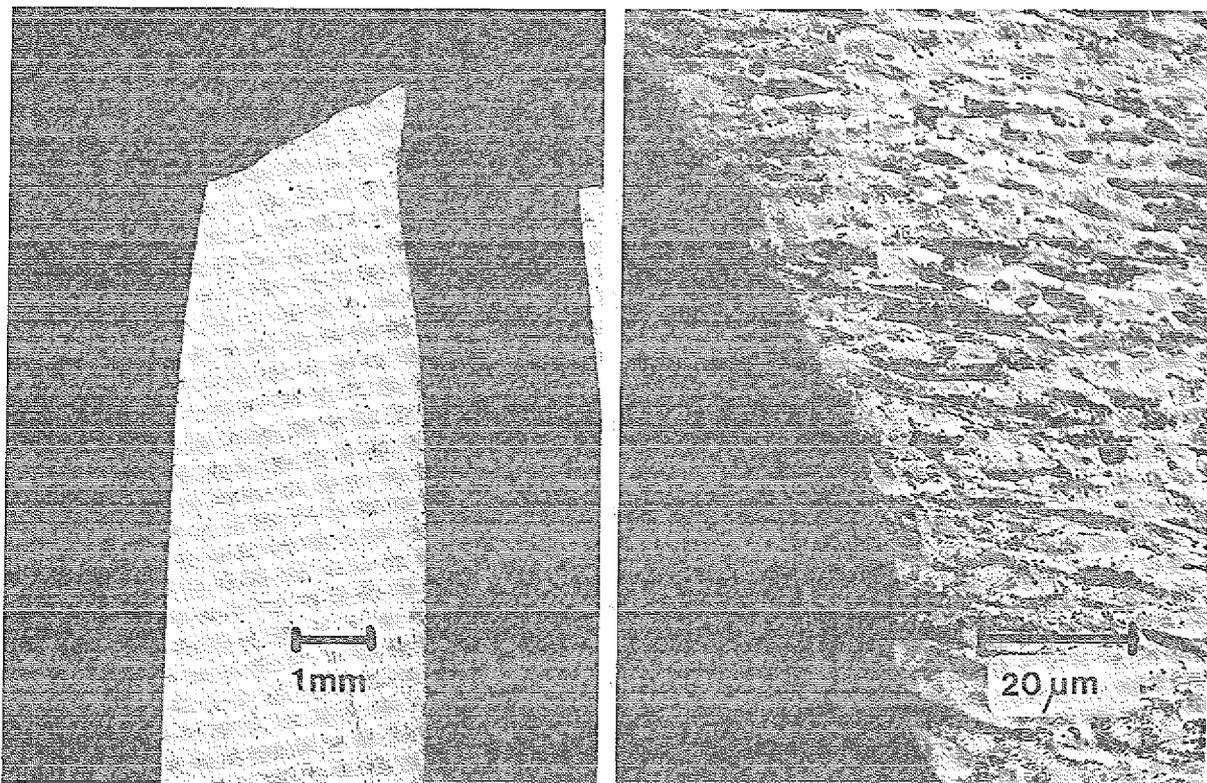


Abb. 73 und 74: Schliffbilder der bei 600 °C geprüften bestrahlten Zugprobe der Variante KA 2 ($\Phi_{1m} = 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$).

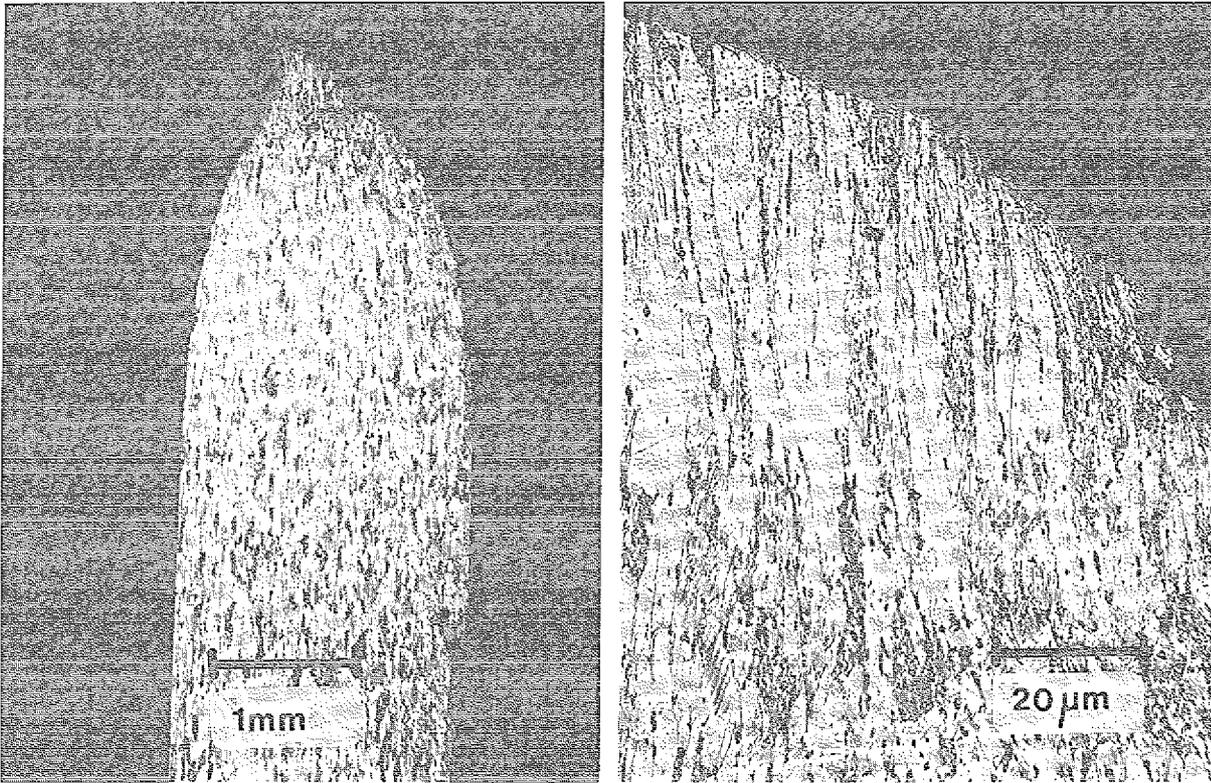


Abb. 75 und 76: Schliffaufnahmen einer unbestrahlten Zugprobe der Variante KA 3 nach Prüfung bei 600 °C.

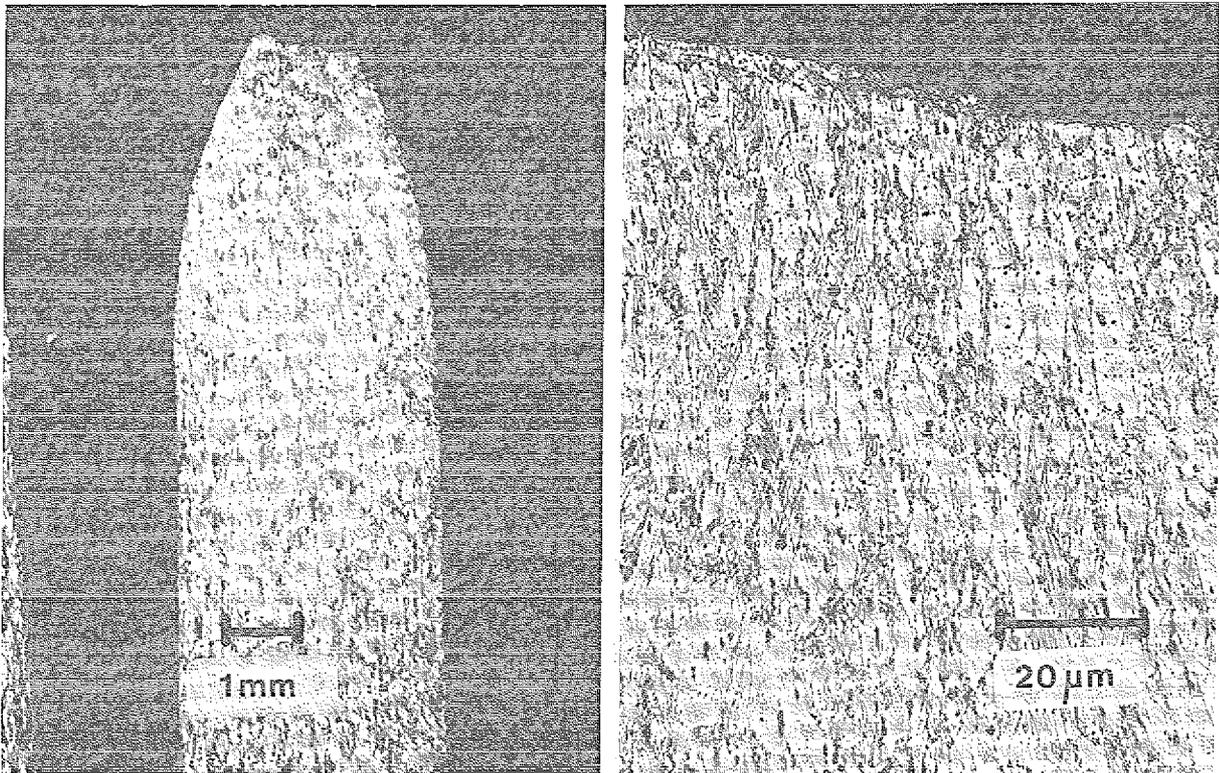


Abb. 77 und 78: Schliffaufnahmen einer bestrahlten Zugprobe der Variante KA 3 nach Prüfung bei 600 °C ($\Phi_{th} = 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$).

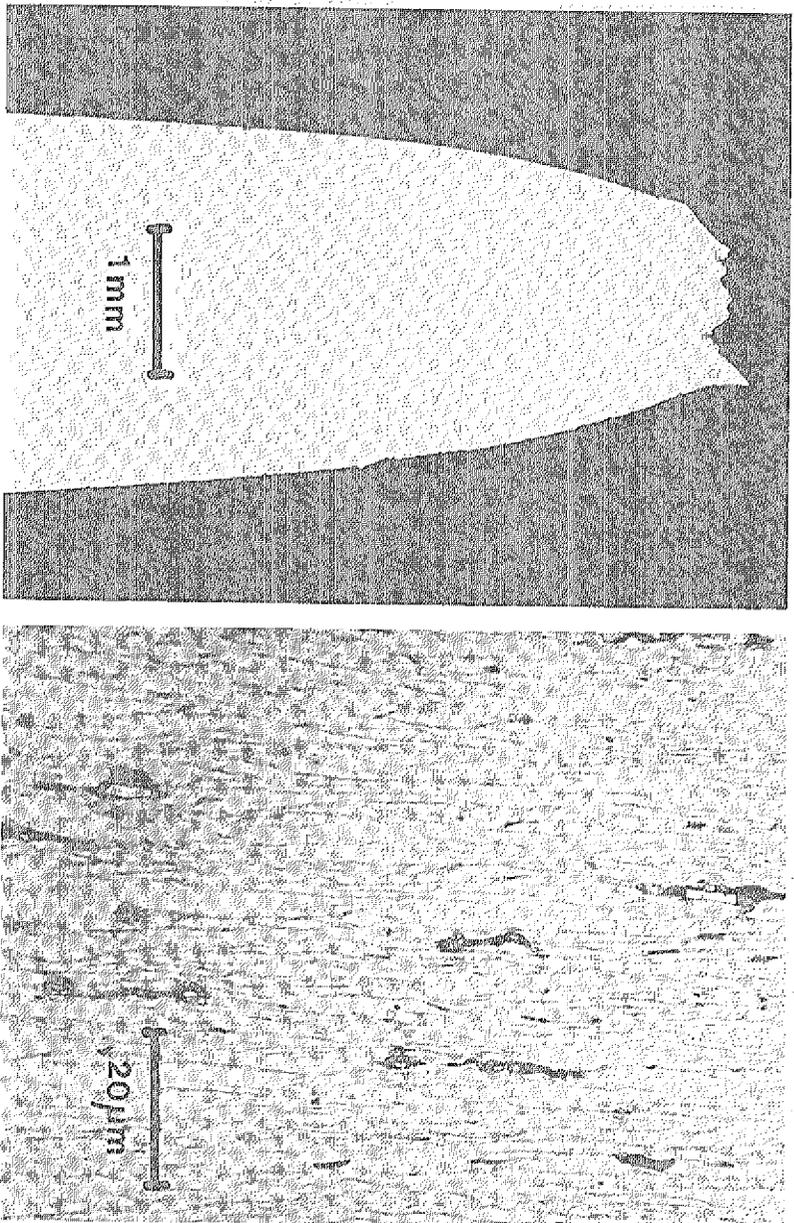


Abb. 79 und 80: Schlifffbilder der bei 700 °C geprüften unbestrahlten Zugprobe der Variante KA 2.

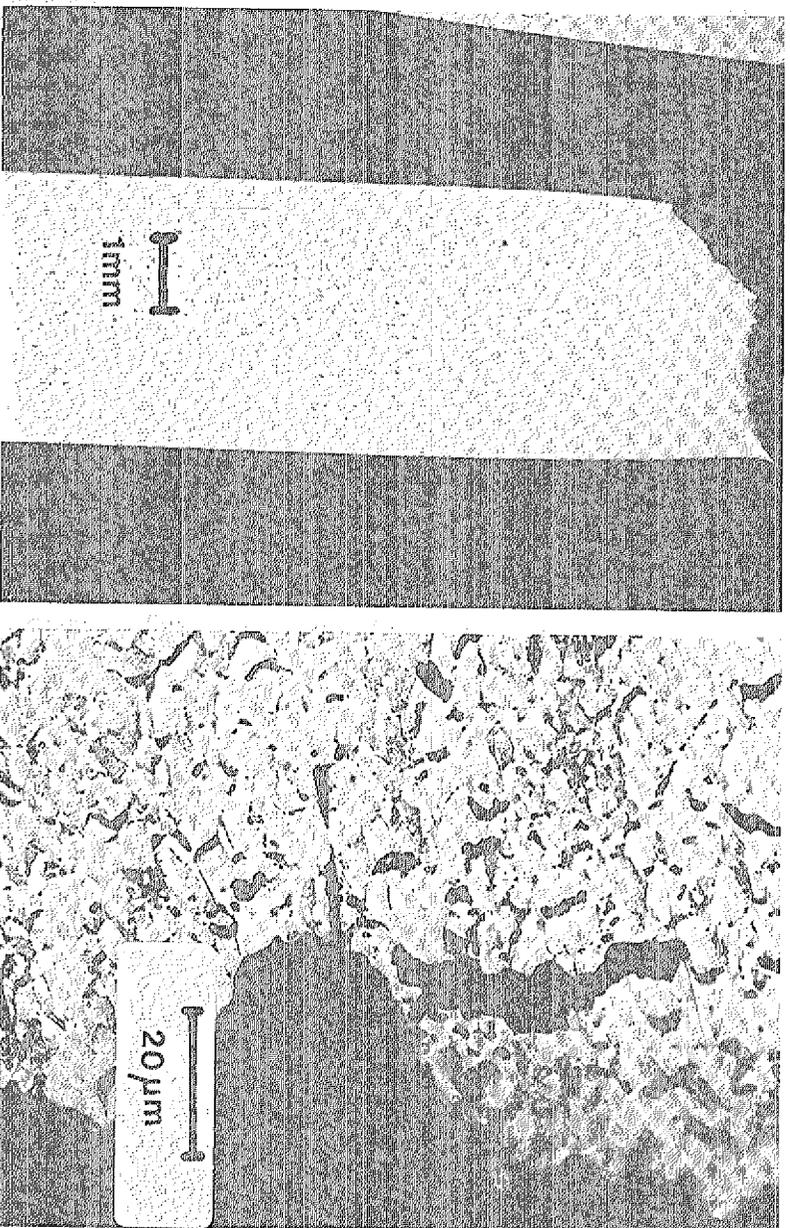


Abb. 81 und 82: Schlifffbilder der bei 700 °C geprüften bestrahlten Zugprobe der Variante KA 2 ($\Phi_{\text{Str}} = 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$).

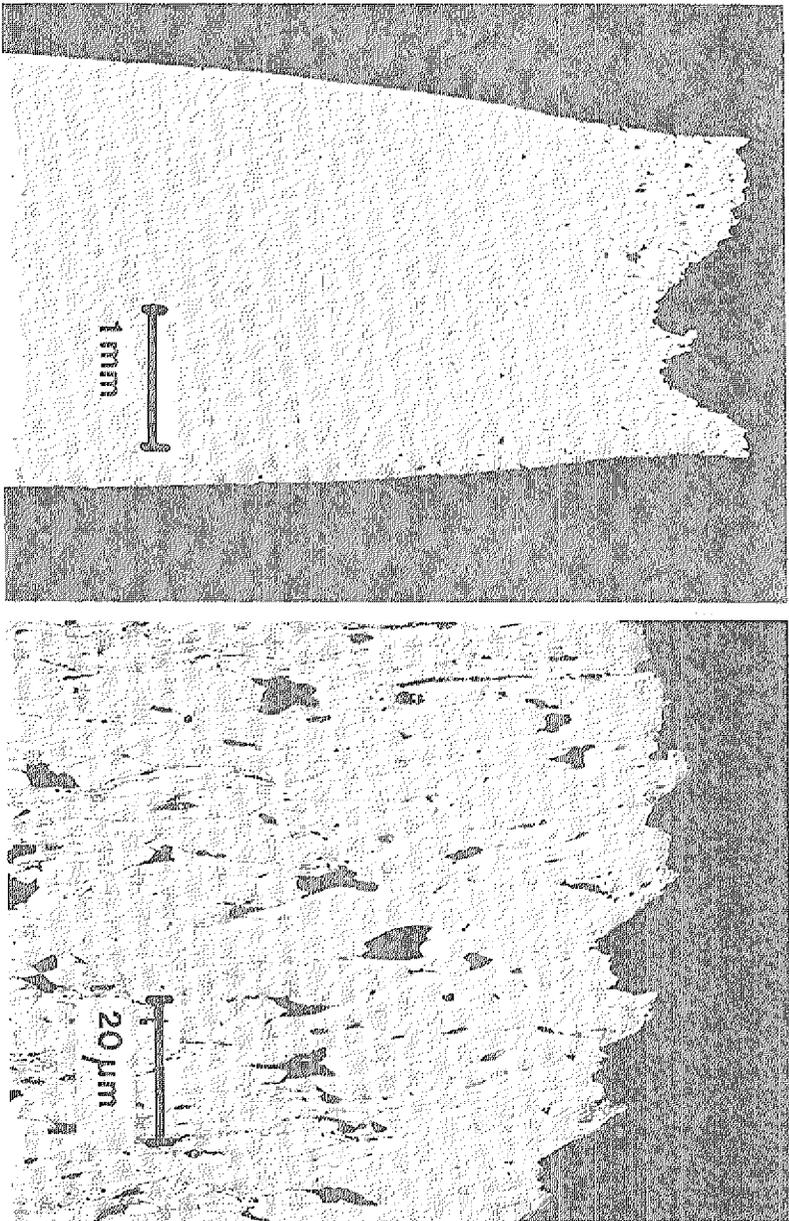


Abb. 83 und 84: Schliffbilder der bei 700 °C geprüften unbestrahlten Zugproben der Variante KA 3.

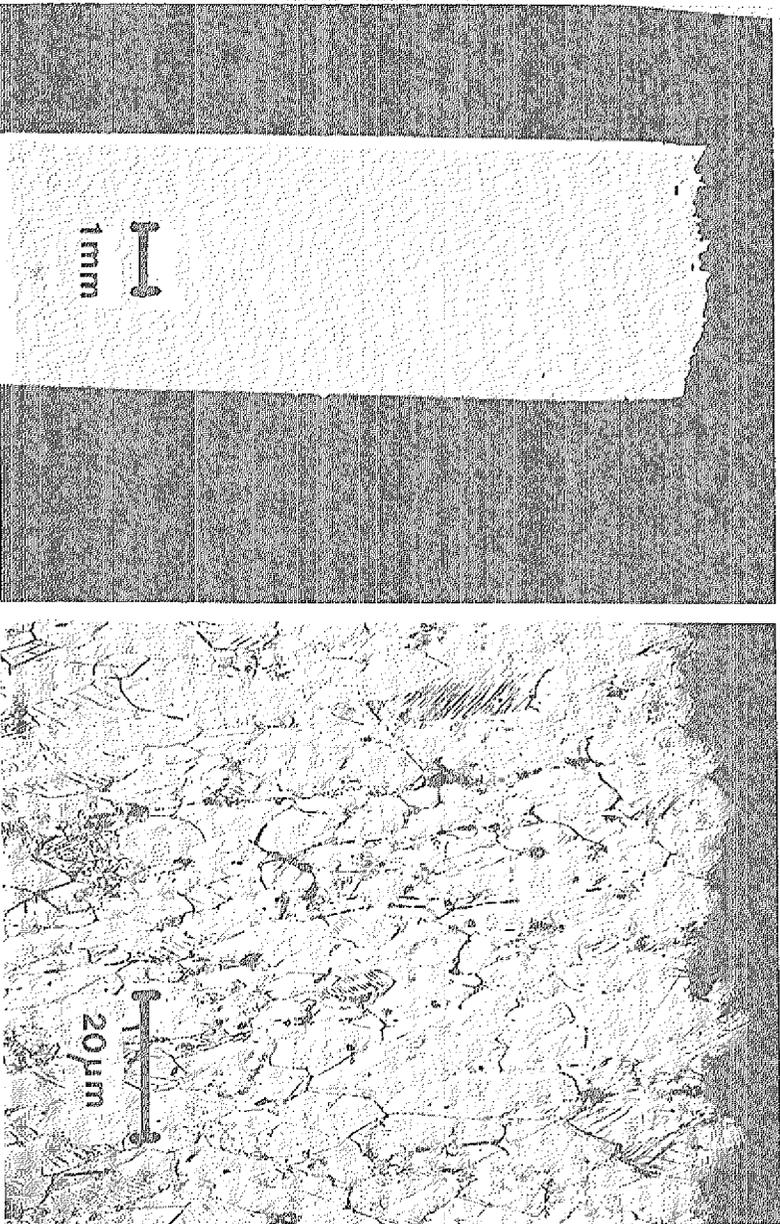


Abb. 85 und 86: Schliffbilder der bei 700 °C geprüften bestrahlten Zugprobe der Variante KA 3 ($\Phi_{1\text{M}} = 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$).

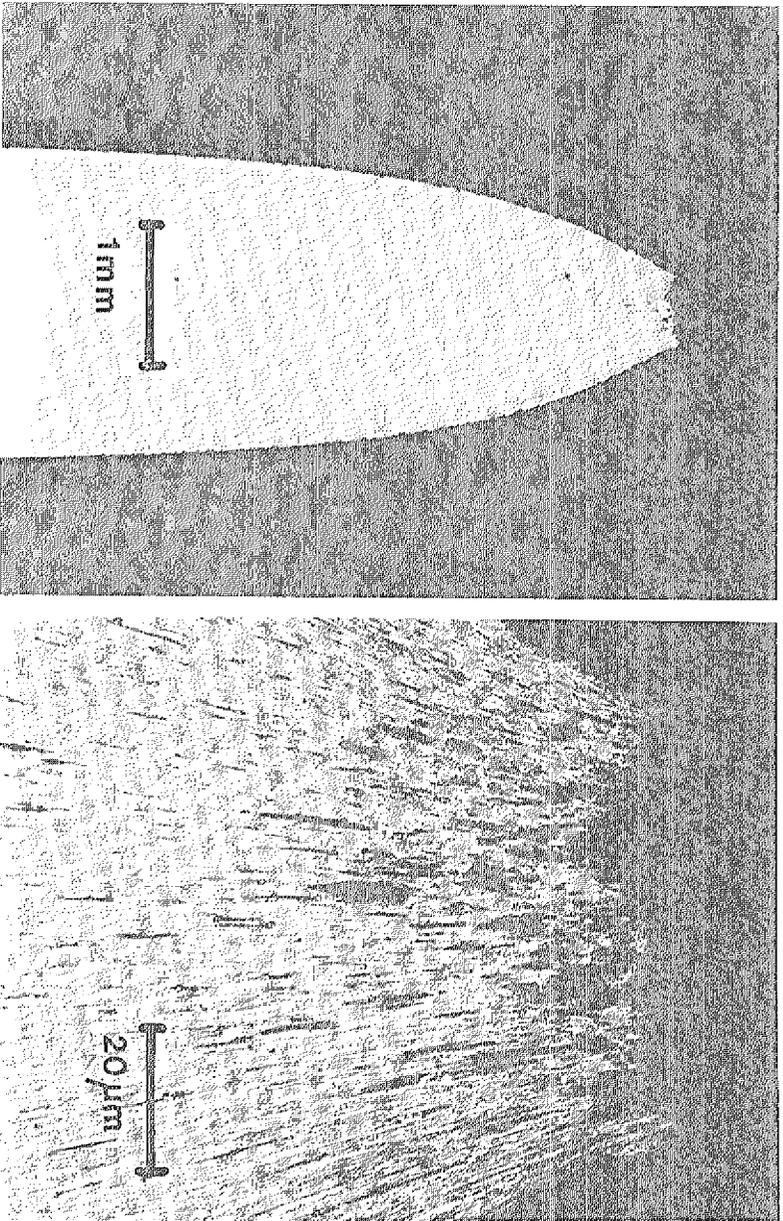


Abb. 87 und 88: Schliffbilder der bei 850 °C geprüften unbestrahlten Zugprobe der Variante KA 2.

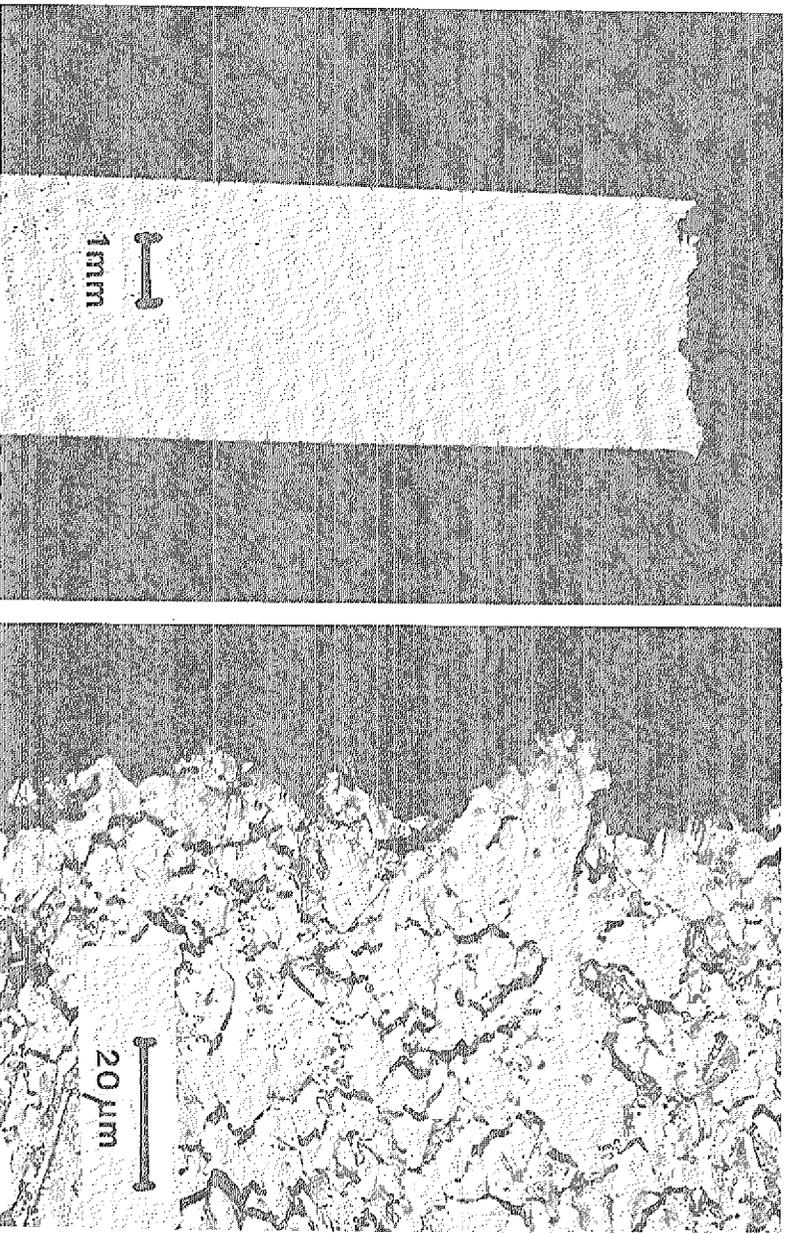


Abb. 89 und 90: Schliffbilder der bei 850 °C geprüften bestrahlten Zugprobe der Variante KA 2 ($\Phi_{\text{Th}} = 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$).

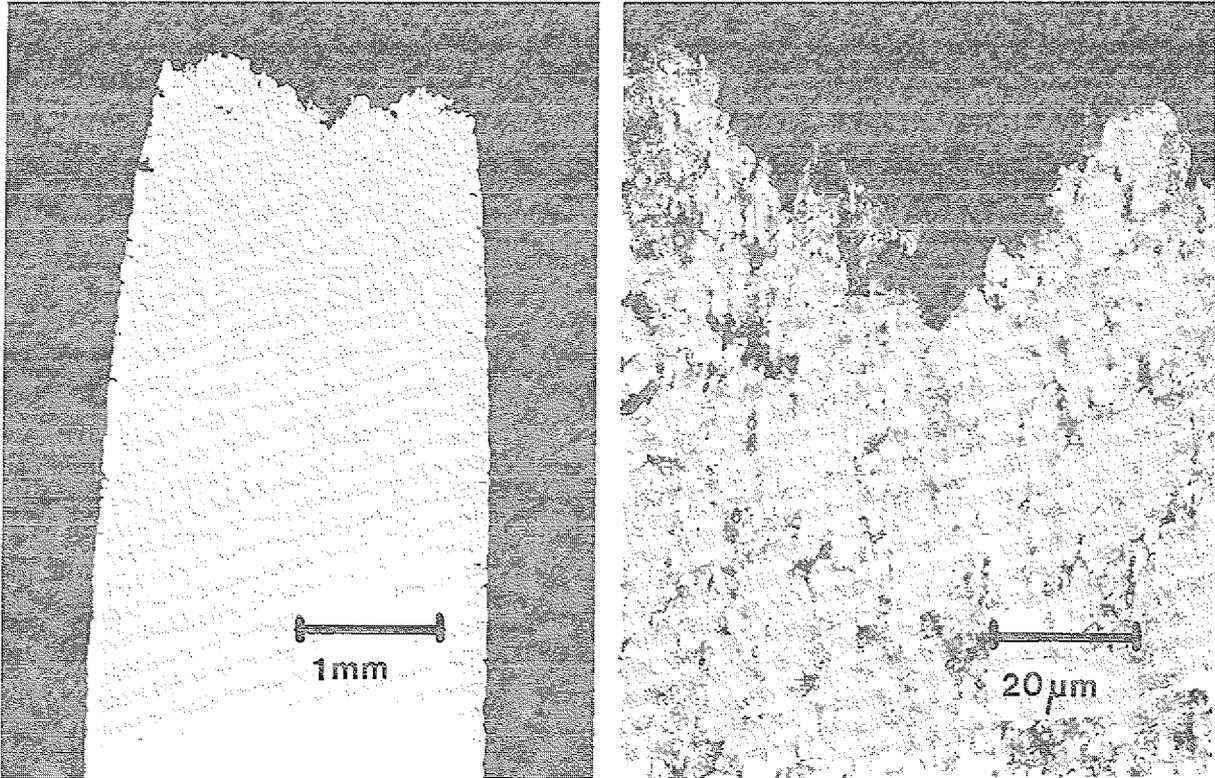


Abb. 91 und 92: Schliffbilder der bei 850 °C geprüften unbestrahlten Zugprobe der Variante KA 3.

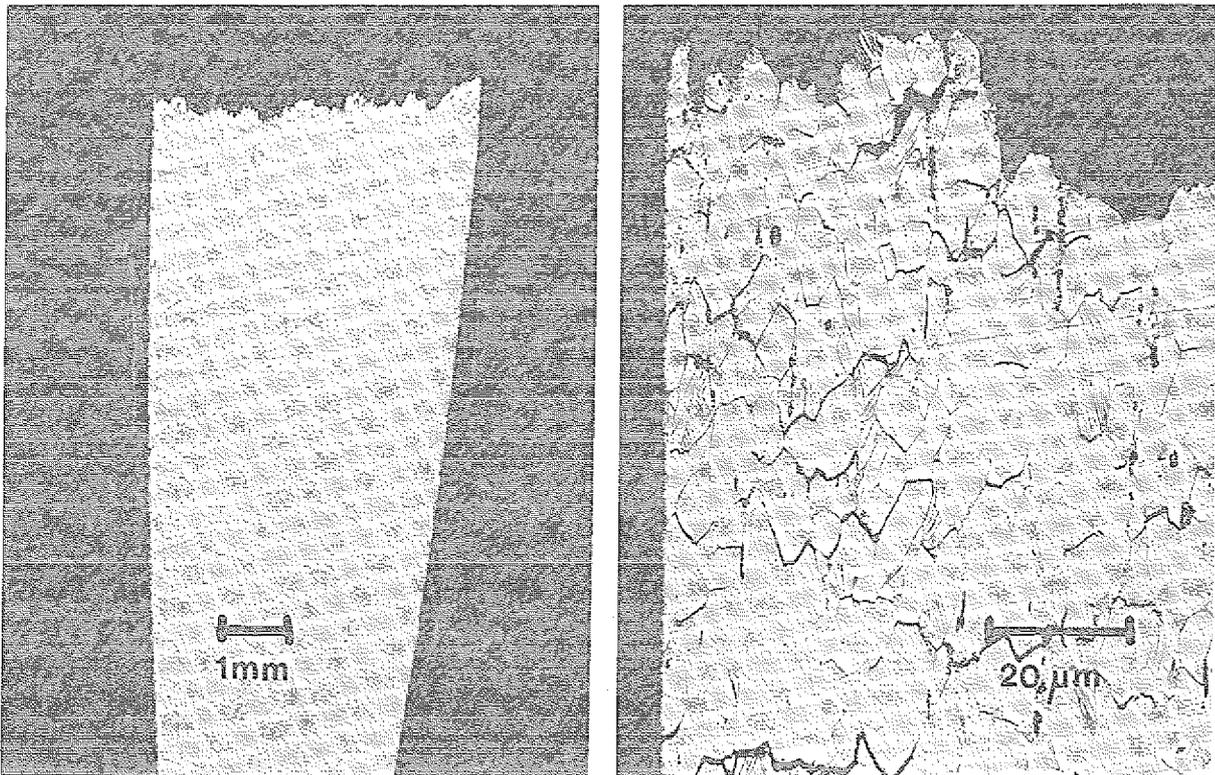


Abb. 93 und 94: Schliffbilder der bei 850 °C geprüften bestrahlten Zugprobe der Variante KA 3 ($\Phi_{\text{Th}} = 1 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$).

Diese Risse sind größtenteils stark aufgeweitet. Der Bruch erfolgte interkristallin und ohne sichtbare Einschnürung der Probe.

Die unbestrahlte Probe der Variante KA 3 aus dem 700 °C-Zugversuch weist im Längsschliff (Abb. 84) langgestreckte Körner auf. Die kurzen Korngrenzenrisse - senkrecht zur ehemaligen Spannungsrichtung - sind im Bereich des Bruchs und in Oberflächennähe stark aufgeweitet. Diese Aufweitung nimmt mit wachsender Entfernung vom Bruch ab (Abb. 83). Die Probe ist über einen weiten Bereich deutlich eingeschnürt.

Die bestrahlte Probe zeigt dagegen nur geringe lokale Einschnürung (Abb. 85). Bis auf die zahlreichen, kaum aufgeweiteten Korngrenzenrisse, die senkrecht zur ehemaligen Spannungsrichtung verlaufen und sich meistens über mehrere benachbarte Körner erstrecken (Abb. 86), gleicht die Gefügeaufnahme des Längsschliffs derjenigen aus der Voruntersuchung (Abb. 6). Die ursprüngliche Kaltverformung, die durch Verformungszwillinge deutlich wird, ist offensichtlich erhalten geblieben. Eine Streckung der Körner durch die Beanspruchung im Warmzugversuch ist nicht erkennbar.

Die Gefügeuntersuchung der bei 850 °C geprüften Zugprobe der Variante KA 2 kommt zu ähnlichen Ergebnissen, wie die an der gleichen Probe aus dem 700 °C-Zugversuch. Die Probe ist über einen weiten Bereich stark eingeschnürt (Abb. 87). Die Körner sind lang ausgezogen (Abb. 88). Im Bereich des Bruchs treten Kriechporen auf, die in der Nähe des Bruches besonders groß sind.

Eine Einschnürung der bestrahlten Probe kann im Längsschliff nicht festgestellt werden (Abb. 89). Auch die Körner scheinen durch die Beanspruchung im Warmzugversuch nicht gestreckt worden zu sein (Abb. 90). Die häufigen Korngrenzenrisse gleichen denen aus der Gefügeuntersuchung der bestrahlten Probe aus dem Zugversuch bei 700 °C (Abb. 82). Der Bruch erfolgte interkristallin.

Die unbestrahlte Probe der Variante KA 3 aus dem 850 °C-Zugversuch weist im Längsschliff gestreckte Körner auf (Abb. 92). Die Korngrenzenrisse im Bereich des Bruchs sind weniger stark aufgeweitet, dafür aber länger als bei der Probe aus dem Zugversuch bei 700 °C (vergleiche Abb. 84). Der Schaft der Probe weist zahlreiche Einrisse auf, die interkristallin verlaufen und mehrere 1/10-mm lang sein können (Abb. 91). Der Bruch der Probe

erfolgte interkristallin. Eine Einschnürung ist im Längsschliff über einen weiten Bereich sichtbar.

Die bestrahlte Probe hat keine nachweisbare Einschnürung (Abb. 93, 94). Die aus der Gefügeuntersuchung der gleichen Probe aus dem 700 °C-Zugversuch bekannten interkristallinen Risse sind jetzt häufiger und länger (Abb. 94). Eine Streckung der Körner durch die Beanspruchung im Warmzugversuch ist nicht nachzuweisen.

Zusammenfassend können aus den Gefügeuntersuchungen folgende Schlüsse gezogen werden:

Die unbestrahlten Proben der Variante KA 2 aus den Zugversuchen zeigen mit ansteigender Prüftemperatur steigende Verformung der Körner. Wegen der Feinkörnigkeit des Gefüges und der starken Streckung der Körner kann nicht sicher festgestellt werden, ob der Bruch bei 700 und 850 °C auch transkristallin erfolgt ist, wie bei der Probe, die bei 600 °C geprüft wurde.

Eine gute Verformung mit starker Streckung der Körner zeigt dagegen nur die bei 600 °C geprüfte bestrahlte Zugprobe. Auch hier ist ein transkristalliner Bruch nachzuweisen.

Die bei 700 und 850 °C geprüften bestrahlten Proben haben einen interkristallinen, verformungsarmen Bruch. Die Körner scheinen durch die Beanspruchung im Zugversuch nicht gestreckt worden zu sein. Kurze Korngrenzentrännen senkrecht zur ehemaligen Spannungsrichtung sind über den gesamten Längsschliff verteilt nachzuweisen.

Die unbestrahlten Proben der Variante KA 3 sind im Zugversuch bei 600 °C transkristallin gebrochen. Die Körner sind verformt. Bei 700 und 850 °C erfolgt der Bruch der Proben interkristallin. Die Körner sind gestreckt. Korngrenzentrennungen sind im Bereich des Bruchs häufig. Die bei 850 °C geprüfte Probe hat an der Oberfläche zahlreiche, radiale interkristalline Einrisse.

Die Gefügeaufnahmen der bestrahlten Probe der Variante KA 3, die bei 600 °C geprüft wurde, unterscheiden sich nicht von denen der unbestrahlten Probe aus dem Zugversuch bei 600 °C. Die Brüche erfolgten transkristallin. Die bei 700 und 850 °C geprüften sind dagegen interkristallin und verformungsarm gebrochen. Die Körner zeigen keine nachweisbare Streckung nach der Belastung im Zugversuch. Die zahlreichen interkristallinen Risse werden mit steigender Prüftemperatur noch zahlreicher und länger.

In einer weiteren Untersuchung sollte festgestellt werden, ob die bestrahlte Probe der Variante KA 3, die im Bestrahlungsversuch HTR-2B eine thermische Fluenz von $2,7 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ akkumuliert hatte, im Zeitstandversuch bei 600 °C auch transkristallin gebrochen war. Hier brachte die bestrahlte Probe nur eine Kriechbruchdehnung von 5,6%, während die unbestrahlte Vergleichsprobe einen Wert von 16% aufwies (siehe Anlage 6, Proben TH-41 und TH-42). Offensichtlich zeigte die bestrahlte Zeitstandprobe Anzeichen der Helium-Hochtemperaturversprödung, während die Zugprobe, die auch bei 600 °C geprüft worden war, nach der gleichen Neutronenfluenz noch nicht versprödet war (siehe Anlage 1a, Probe TH-46).

Die Übersichtsaufnahme des Längsschliffs zeigt einen verformungsarmen Bruch, ohne Einschnürungsbereich. Auf der Schlifflfläche sind gleichmäßig verteilte Mikrorisse zu sehen, die normal zur ehemaligen Hauptspannungsrichtung des Zeitstandversuchs stehen (Abb. 95). Die zahlreichen Mikrorisse und der Bruch verlaufen interkristallin (Abb. 96). Die Mikroaufnahmen der bestrahlten Zeitstandprobe unterschieden sich damit deutlich von denen der bestrahlten Zugprobe (vergleiche Abb. 77 und 78).

4.3.2 Rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchung

Auch kurzzeitig bestrahlte Proben der Variante KA2 und KA 3 verzeichneten im Zugversuch starke Verluste an Bruchdehnung und Brucheinschnürung, wenn die Prüftemperatur von 600 auf 700 °C angehoben wurde. Die metallografischen Untersuchungen an langfristig bestrahlten Proben dieser Varianten zeigten, daß der Duktilitätsabfall in diesem Temperaturbereich mit einem Übergang von der transkristallinen zur interkristallinen Bruchform verbunden war. Die Fraktografie der Bruchflächen der kurzzeitig bestrahlten Proben

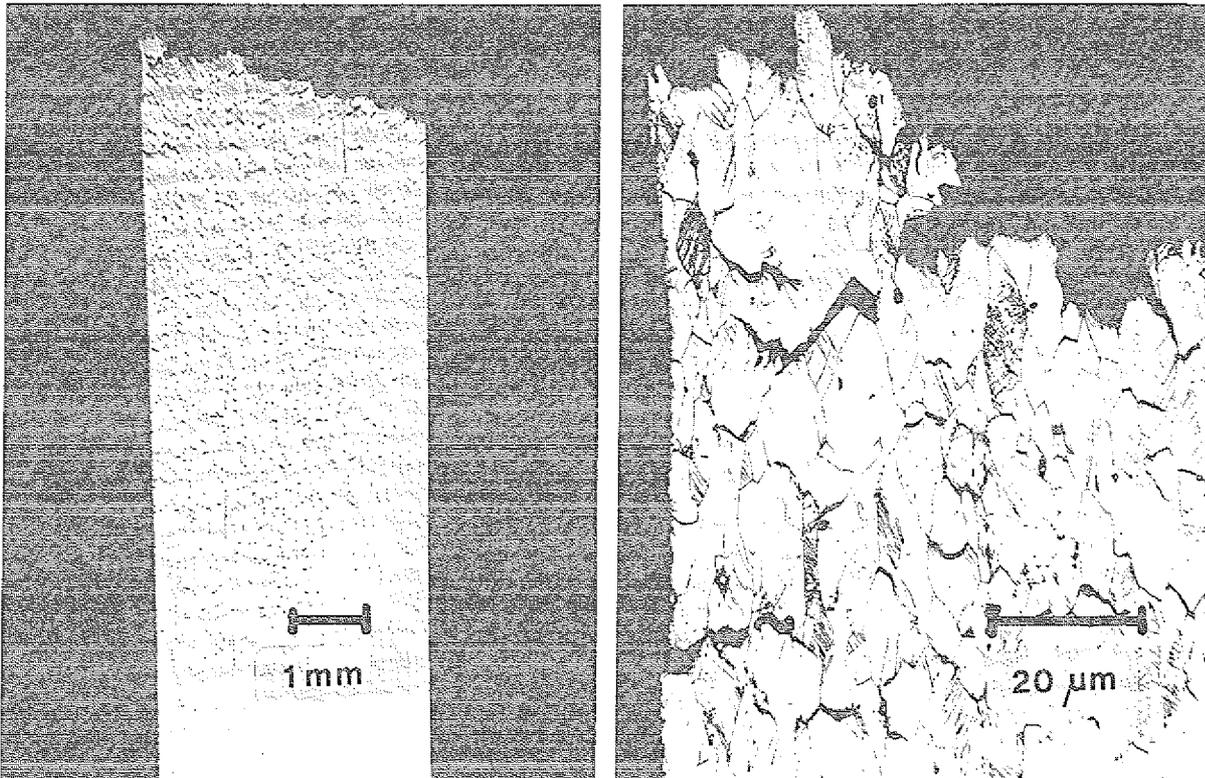


Abb. 95 und 96: Schliffaufnahmen einer bestrahlten Zeitstandprobe der Variante KA 3 nach Prüfung bei 600 °C ($\Phi_{th} = 2,7 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$).

– ihre akkumulierte thermische Neutronenfluenz betrug $1,55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ – sollte nachweisen, ob der Duktilitätsabfall in diesem Temperaturbereich auch mit einer Änderung der Bruchform einherging oder Hinweise auf Ursachen für den spröden Bruch zu finden waren.

Die Bruchflächenaufnahme der bei 600 °C geprüften Zugprobe der KA 3 Variante (Abb. 97) läßt auf einen Verformungsbruch schließen. Dagegen zeigt die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der bei 700 °C geprüften Probe freiliegende Körner (Abb. 98); ein sicheres Zeichen für einen interkristallinen Bruch.

Die sehr feinkörnige Probe der Variante KA 2 weist nach dem Zugversuch bei 600 °C einen plastischen Verformungsbruch auf. Das ist an der "Näpfchen - Zäpfchen"-Form der Oberfläche zu erkennen (Abb. 99). Die Bruchfläche der bei 700 °C geprüften Probe zeigt Reste dieser Bruchform. Daneben deuten freiliegende Körner auch auf eine erhöhte Neigung zum interkristallinen Spröbruch hin.

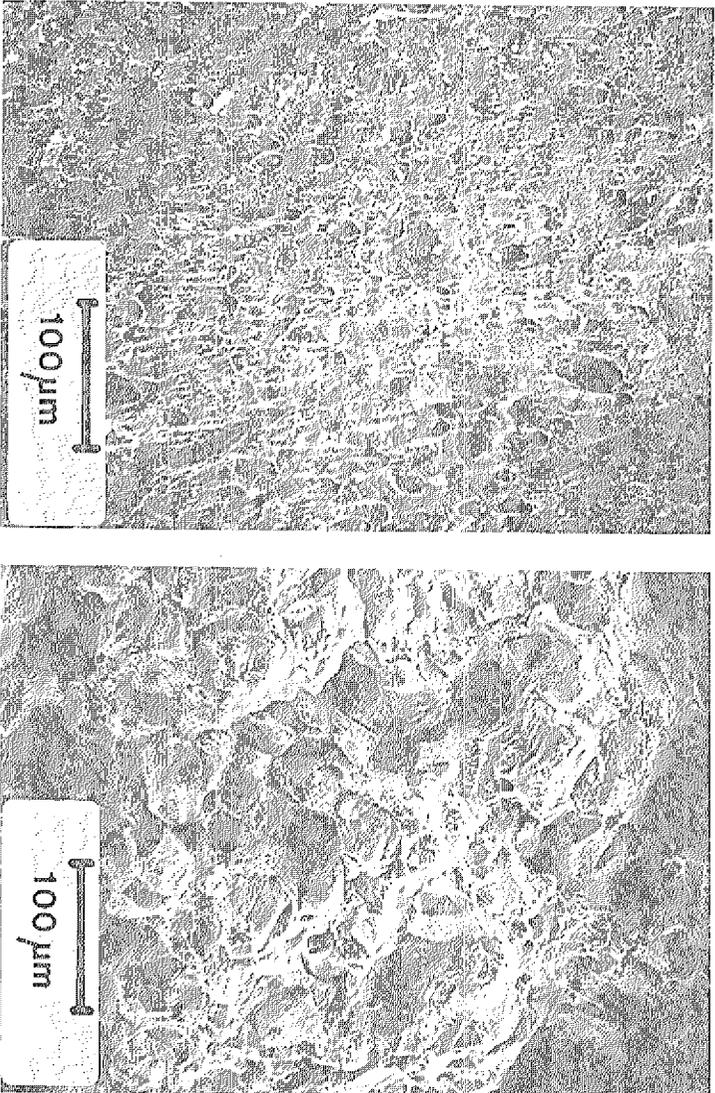


Abb. 97 und 98: Bruchflächenaufnahmen (REM) der bei 600 bzw. 700 °C
(Abb. 98) geprüften Zugproben der Variante KA 3
($\dot{\Phi}_{\text{th}} = 1,55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$).

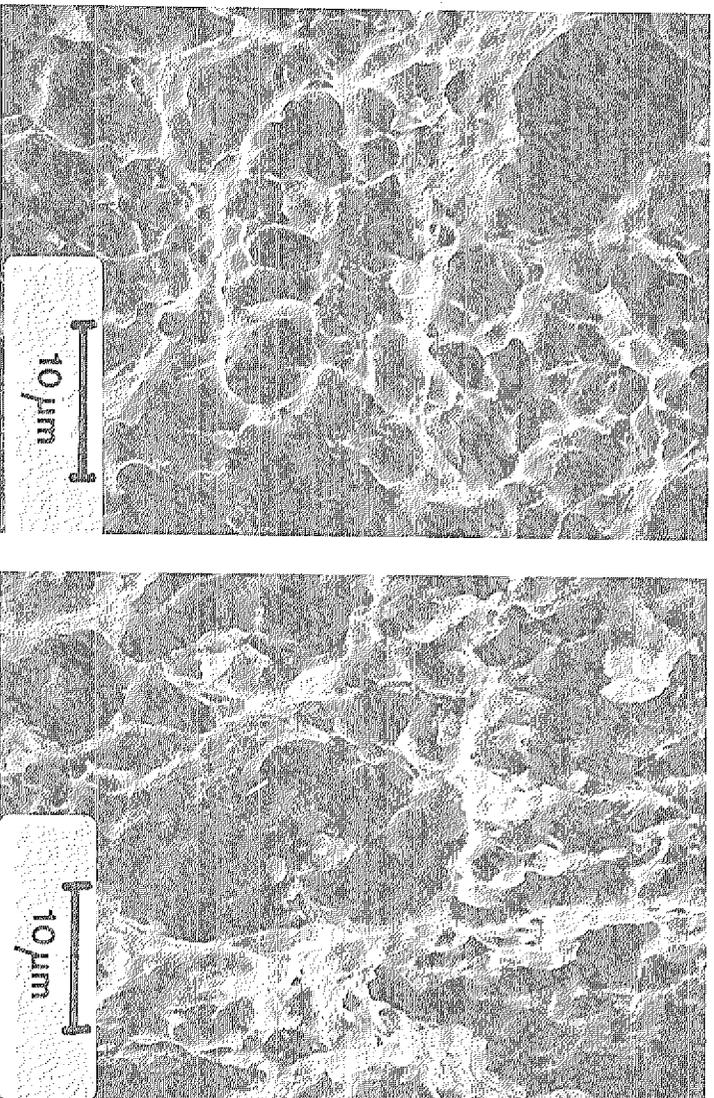


Abb. 99 und 100: Bruchflächenaufnahmen (REM) der bei 600 bzw. 700 °C
(Abb. 100) geprüften Zugproben der Variante KA 2
($\dot{\Phi}_{\text{th}} = 1,55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$).

4.3.3 Transmissionselektronenmikroskopische (TEM) Untersuchung

Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen tragen häufig dazu bei, u.a. die physikalischen Eigenschaften der Werkstoffe zu verstehen. Es war in dieser Arbeit besonders reizvoll, die bestrahlungsinduzierten mechanischen Eigenschaftsänderungen des austenitischen Stahls in Abhängigkeit von der Prüftemperatur durch TEM-Untersuchungen zu erklären. Wegen der hohen γ -Aktivität der Proben konnten die nötigen Präparationsarbeiten zum jetzigen Zeitpunkt an Proben aus den HTR-spezifischen Bestrahlungen, die zum Teil erst vor weniger als einem Jahr beendet worden waren, noch nicht durchgeführt werden. Die SNR-Bündelbestrahlung (siehe Pkt. 3.2) lag dagegen solange zurück, daß an Proben der Variante K erste Untersuchungen möglich wurden.¹⁾ Der Verlauf der Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Prüftemperatur war besonders interessant (siehe Abb. 40). Wie in Punkt 4.1.2 beschrieben, war oberhalb von 700 °C ein Anstieg der Bruchdehnung festzustellen, obwohl Proben, zwischen 650 und 700 °C geprüft, durch starke Verluste an Bruchdehnung eine Hochtemperaturversprödung angezeigt hatten.

Proben, die zwischen 600 und 700 °C geprüft worden waren, zeigen im Transmissionselektronenmikroskop sekundär ausgeschiedene Niobcarbide (Abb. 101). Durch quantitative Auswertungen wurde ihr mittlerer Durchmesser mit 3,3 nm bestimmt, ihre Konzentration lag bei etwa $1,5 \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$. Daneben werden kurze Versetzungslinien und Versetzungsringe nachgewiesen (Abb. 101).

Proben, die oberhalb 800 °C geprüft worden waren, weisen nur noch vereinzelte, sekundär ausgeschiedene Niobcarbide auf; Teilbereiche zeigen versetzungsfreie, erholte Körner (Abb. 102). In diesen erholten Bereichen sind Heliumblasen nachzuweisen, die fast ausschließlich an Korngrenzen und Ausscheidungen anzutreffen sind. Ihr Durchmesser liegt zwischen 2 und 5 nm. Die Heliumblasen konnten sicher identifiziert werden, weil die TEM-Proben aus den unverformt gebliebenen Flachprobenköpfen entnommen worden waren. Deshalb war eine Verwechslung mit Kriechporen nicht möglich.

¹⁾ An dieser Stelle sei Herrn Dr. Kesternich (Institut für Festkörperforschung, IFF, der Kernforschungsanlage Jülich) für seine Bereitschaft die Untersuchungen durchzuführen recht herzlich gedankt.

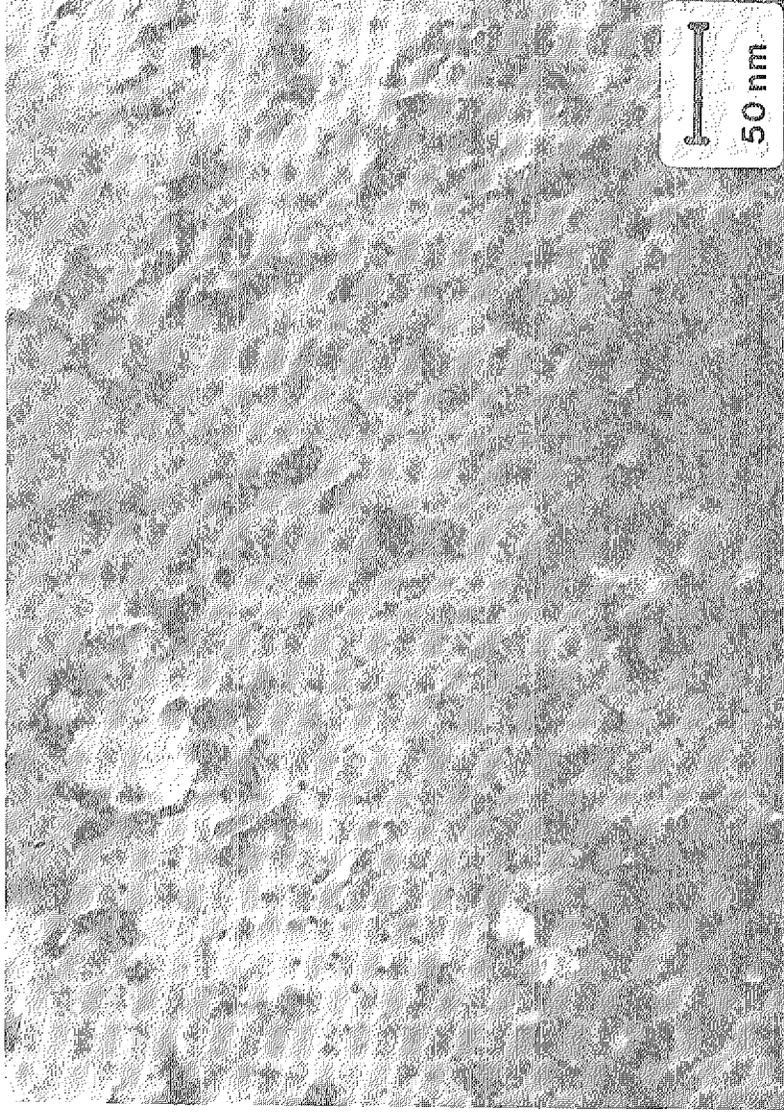


Abb. 101:

TEM-Aufnahme des neutronenbestrahlten 14% kaltverformten Stahls 1,4981 nach einstündiger Auslagerung zwischen 600 und 700 °C. Neben sekundär ausgeschiedenem Niobcarbid sind Versetzungsbruchstücke zu erkennen.



Abb. 102:

TEM-Aufnahme des neutronenbestrahlten, 14% kaltverformten Stahls 1,4981 nach einstündiger Auslagerung bei 900 °C. An Korngrenzen erhaltener Kristallite und einer Primärcarbidausscheidung sind Heliumblasen sichtbar.

Unterhalb 900 °C waren diese Heliumblasen auch bei der im Transmissions-
elektronenmikroskop erreichbaren hohen Auflösung nicht sichtbar.

4.4 Heliuminventarbestimmungen

Die Heliuminventarbestimmungen sind unter Punkt 3.4.3 beschrieben und be-
gründet. Die Ergebnisse der Messungen können der Tabelle 5 entnommen wer-
den. Den Einfluß des Heliumgehalts auf die Bruchdehnung der Varianten
KA 3 und KA 2 im Zugversuch bei 600, 700 und 850 °C zeigt Abb. 103. In
dieser Darstellung wurde die Bruchdehnung der bestrahlten Proben auf die
Bruchdehnung der unbestrahlten Proben normiert. Es wird deutlich, daß
die Variante KA 3 stärkere Anzeichen einer Helium-Hochtemperaturversprö-
dung aufweist als die Variante KA 2, wenn gleiche Heliumkonzentrationen
zugrunde gelegt werden. Wegen des höheren Borgehalts der Variante KA 2
(siehe Tab. 1) wurden an diesen Proben höhere Heliumgehalte nachgewiesen
als an gleichlang bestrahlten Proben der Variante KA 3. Über die tatsäch-
liche Heliumkonzentration an den Korngrenzen geben diese integralen
Messungen keine Auskunft.

4.5 Heliumimplantationsversuche

Die Ergebnisse der Zug- und Zeitstandversuche, die bei einer Prüftemperatur
von 700 °C an heliumimplantierten Folienproben und entsprechenden Ver-
gleichsproben durchgeführt wurden, können den Tabellen 6a und 6b entnommen
werden. Offensichtlich werden die 0,2% Dehngrenzen und die Zugfestigkeit
durch die Heliumimplantation nicht beeinflusst.

Die Folienproben haben geringere 0,2% Dehngrenzen als die in den Bestrah-
lungsversuchen benutzten Gewindekopfproben, die Werte um $R_{p0,2} \approx 300$ MPa
aufweisen. Die Zugfestigkeit der unterschiedlich geformten $p_{0,2}$ Proben ist
dagegen nahezu gleich.

Tabelle 5: Massenspektrometrisch ermittelte Helium-Inventare neutronenbestrahlter 1.4981 Proben und deren in Zugversuchen zwischen 600 und 850 °C erreichte Bruchdehnung.

| Werkstoff-Variante | Bestrahlungs-versuch | Helium-gehalt appm | Normierte Bruchdehnung** bei | | |
|--------------------|----------------------|--------------------------|------------------------------|--------|--------|
| | | | 600 °C | 700 °C | 850 °C |
| KA 1/KA 3 | HTR-K1 | 0,575 * | 1,00 | 0,40 | 0,33 |
| KA 1/KA 3 | HTR-K2 | 4,04 * | 0,90 | 0,47 | 0,35 |
| KA 1/KA 3 | HTR-1 | 9,96 [±] 0,02 | 0,68 | - | - |
| KA 1/KA 3 | HTLE-1 | 6,137 [±] 0,011 | 0,59 | 0,21 | 0,08 |
| KA 1/KA 3 | HTR-2B | 20,65 [±] 0,10 | 0,59 | 0,21 | 0,09 |
| L 1 | HTLE-1 | 45,82 [±] 0,13 | - | 0,69 | - |
| KA 2 | HTR-K1 | 2,87 * | 0,92 | 0,61 | 0,37 |
| KA 2 | HTR-K2 | 20,21 * | 1,00 | 0,53 | 0,22 |
| KA 2 | HTLE-1 | 45,82 [±] 0,13 | 0,92 | 0,33 | 0,20 |
| KAK | HTLE-1 | 45,82 [±] 0,13 | 0,74 | 0,39 | 0,10 |
| L 2 | HTLE-1 | 5,477 [±] 0,001 | - | 0,35 | - |
| KA 4 | HTLE-1 | 5,477 [±] 0,001 | - | 0,28 | 0,34 |
| K | DFR-455 | 10,08 [±] 0,0 | - | - | - |

* aus $^{10}\text{B} (n, \alpha)$ Reaktion berechnet

** Normierte Bruchdehnung = $\frac{A}{A_0}$; A = Bruchdehnung bestrahlter Proben
A₀ = Bruchdehnung unbestrahlter Proben

Tabelle 6a: Ergebnisse der Zugversuche bei 700 °C an Folienproben des 1.4981 (Variante KA 1) nach unterschiedlichen Implantationen von Helium.

| Proben-Nr. | Helium-Konzentration | $R_{p0,2}$ | R_m | A |
|------------|----------------------|------------|-------|----|
| ./. | appm | MPa | MPa | % |
| 1 | 0 | 230 | 296 | 24 |
| 2 | 0 | 242 | 304 | 24 |
| 3 | 4 | 232 | 309 | 24 |
| 4 | 4 | 256 | 325 | 17 |
| 5 | 64 | 262 | 327 | 19 |
| 6 | 64 | 244 | 278 | 19 |
| 7 | 180 | 243 | 351 | 15 |
| 8 | 180 | 251 | 325 | 13 |

Tabelle 6b: Ergebnisse der Zeitstandversuche bei 700 °C an Folienproben des 1.4981 (Variante KA 1) nach unterschiedlichen Implantationen von Helium

| Proben-Nr. | Helium-Konzentration | Belastung | Standzeit | A |
|------------|----------------------|-----------|-----------|-----|
| | appm | MPa | h | % |
| 1 | 0 | 155 | 97 | 36 |
| 2 | 0 | 155 | 108 | 34 |
| 3 | 4 | 155 | 50 | 17 |
| 4 | 64 | 155 | 42 | 12 |
| 5 | 180 | 155 | 30 | 5,2 |
| 6 | 0 | 179 | 43 | 43 |
| 7 | 0 | 200 | 21 | 33 |
| 8 | 4 | 210 | 12 | 16 |
| 9 | 180 | 210 | 6,7 | 5 |

Die Bruchdehnung der Folienproben nimmt mit steigender Heliumkonzentration ab, ist allerdings auch bei den hohen Heliumgehalten von 180 appm noch überraschend hoch. Im Zugversuch bei 700 °C werden noch Werte von etwa 14% erreicht, während die nichtimplantierten Vergleichsproben 24% Bruchdehnung haben. Im Zeitstandversuch weisen die Folienproben mit 180 appm Helium noch eine Kriechbruchdehnung von 5% auf; bei den Vergleichsproben beträgt sie etwa 35%.

In Abb. 103 wurden die an heliumimplantierten Zugproben gemessenen normierten Bruchdehnungen bei einer Prüftemperatur von 700 °C in Abhängigkeit von ihrem Heliumgehalt aufgetragen. Wenn Proben mit gleichem Heliuminventar herangezogen werden, weisen die heliumimplantierten Folienproben bedeutend geringere Neigung zur Hochtemperaturversprödung auf als die neutronenbestrahlten Gewindekopfproben.

5. DISKUSSION

Die Ergebnisse der Nachuntersuchungen zeigen Unterschiede im Hochtemperaturverformungsverhalten des austenitischen Stahls 1.4981 vor und nach Neutronenbestrahlung auf. Sie lassen Rückschlüsse zu, welcher Mechanismus zur Helium-Hochtemperaturversprödung führt.

Die unbestrahlten Proben aller hier untersuchten Gefügevarianten dieses niobstabilisierten Stahls zeigen im Zug- und Zeitstandversuch bei hohen Temperaturen das für austenitische Stähle erwartete gute Verformungsverhalten. Das Verformungsvermögen hängt von der Vorbehandlung ab. Die kaltverformten Varianten haben geringere Bruchwerte als die lösungsgeglühten. K.D. Closs und Mitarbeiter /63/ wiesen an einer Vielzahl austenitischer Stähle und Nickellegierungen nach, daß die 0,2%-Dehngrenze umgekehrt proportional zur Bruchdehnung verläuft.

Für den hier untersuchten Stahl konnte bei einer Prüftemperatur von 600 °C ein transkristalliner Bruch nachgewiesen werden. Die Körner sind langgestreckt. Im Zeitstandversuch erfolgt die stärkste Dehnung durch stationäres Kriechen. Mit steigender Temperatur nimmt bei den austenitischen Werkstoffen im unbestrahlten Zustand die Korngrenzenfestigkeit stärker ab, als die Festigkeit der Körner /32/, so daß oberhalb 700 °C gewöhnlich interkristalline Risse zum Bruch führen. Das ist auch für den Stahl 1.4981 der Fall. Die Proben zeigen wegen der sehr guten Verformungsfähigkeit der Körner verbesserte Duktilitätskennwerte.

Das Hochtemperaturverformungsverhalten der neutronenbestrahlten Proben wird durch die Prüftemperatur und die Dehngeschwindigkeit und damit die Prüfzeit mitbestimmt.

Bei einer Prüftemperatur von 600 °C unterscheiden sich die bestrahlten Proben (Fluenzbereich therm. Neutronen $1,55 \times 10^{23}$ bis $2,7 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$) in einem kurzzeitigen Zugversuch noch nicht von den unbestrahlten Proben. Sie haben langgestreckte, stark verformte Körner und sind transkristallin gebrochen. In dem längeren Zeitstandversuch brechen die Proben verformungsarm durch interkristalline Risse. Stationäres Kriechen ist meist nicht nachzuweisen. Die metallografische Untersuchung zeigt einen verformungsarmen Bruch ohne Einschnürung. Die Schlieffläche ist mit zahlreichen kurzen interkristallinen Rissen übersät.

Das unterschiedliche Verformungsverhalten des Stahls 1.4981 im Zug- und Zeitstandversuch bei 600 °C nach Neutronenbestrahlung ist verständlich: Das vornehmlich durch $^{10}\text{B} (n, \alpha)$ -Reaktionen entstandene Helium, das in Metallen praktisch unlöslich ist, wird bei den hier vorliegenden Bestrahlungstemperaturen von 400 und 500 °C im Gitter des Korns zwangsgelöst. Auch wenn Bor üblicherweise in Korngrenznähe segregiert, sollte davon ausgegangen werden, daß sich die Recoilprodukte Helium und Lithium vorwiegend im Korninnern befinden. Die Alpha-Partikel mit der Recoilenergie von 1,53 MeV haben im Stahl eine Reichweite von 2,7 μm (siehe Pkt. 2.2). Die Reichweite der höherenergetischen Lithiumatome ist wegen des größeren Atomdurchmessers etwas geringer. Bei einer Temperatur von 600 °C ist die Diffusionsgeschwindigkeit der Recoilprodukte im Korn offensichtlich noch so gering, daß sich die unterschiedlichen Versuchszeiten der Zug- und Zeitstandversuche auf die Länge der Diffusionswege auswirken. Im Zugversuch erreichen wahrscheinlich nur geringe Mengen an Helium und Lithium die Korngrenzen, während sie im Zeitstandversuch ausreichen, um die Korngrenzflächenenergie wirksam herabzusetzen. In einem isothermen Versuch gilt:

$$\frac{x_1^2}{t_1} = \frac{x_2^2}{t_2} \quad \begin{array}{l} x_1, x_2 = \text{Diffusionswege} \\ t_1, t_2 = \text{Diffusionszeiten} \end{array}$$

Bei Prüftemperaturen von 700 °C und höher, versagen die Proben sowohl im Zug- als auch Zeitstandversuch durch verformungsarme, interkristalline Brüche. In einer metallografischen Untersuchung können auf der ganzen Schlieffläche wieder zahlreiche kurze, interkristalline Mikrorisse nachgewiesen werden.

Diese interkristallinen Mikrorisse treten im Zugversuch wahrscheinlich erst nach Erreichen der Zugfestigkeit auf. Würden die Mikrorisse früher auftreten, sollte die Zugfestigkeit der bestrahlten Proben reduziert sein. Das ist aber nicht der Fall (siehe Anlagen 1a bis 5b). Bis zum Erreichen der Zugfestigkeit ist die Gleichmaßdehnung sehr gering ($\sim 1\%$) und für unbestrahlte und bestrahlte Proben gleich. Danach kann die verstärkte Dehnung der unbestrahlten Proben von den bestrahlten nicht nachvollzogen werden, weil ihre Korngrenzflächenenergie durch eingelagertes Helium und Lithium herabgesetzt wurde. Die Folge ist eine Trennung der Korngrenze.

Im Zeitstandversuch wird die Verformung, die zu Mikrorissen in den Korngrenzen führt, sicherlich zu Beginn des tertiären Kriechens erreicht sein. Die absolute Höhe der bis dahin erzielten Verformung hängt davon ab, wann die Recoilprodukte in den Korngrenzen eine kritische Konzentration erreicht haben, die wiederum von der Konzentration dieser Produkte im Korn (bestimmt durch den Borgehalt und die Bestrahlungsgeschichte) und deren Diffusionsgeschwindigkeit abhängt. Bis zu diesem Zeitpunkt verhalten sich die bestrahlten Proben im Zeitstandversuch wie die unbestrahlten. Die kurzzeitig bestrahlten Proben der Varianten KA 2 und KA 3 (therm. Fluenz $1,55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$), mit ihrem geringem Heliuminventaren, zeigten bei 850°C noch eine kurze Phase stationären Kriechens (siehe Abb. 60, 67). Dagegen kriechen die gleichen Proben nach einer thermischen Neutronenfluenz von $1,35 \times 10^{24} \text{ m}^{-2}$ nicht mehr stationär; an das primäre Kriechen schließt sich unmittelbar das tertiäre an (Abb. 61, 62, 63, 64, 68).

Die Mikrorisse treten zuerst nur in den Korngrenzenebenen auf, die normal zur Hauptspannungsrichtung liegen und die die kritische Konzentration an Recoilprodukten aufweisen. In den einachsigen Versuchen erreichen sie deshalb gewöhnlich nur die Länge eines Korns. Ein weiterer Rißfortschritt ist erst möglich, wenn die günstiger ausgerichteten Nachbarkorngrenzenebenen auch unter Zugspannung geraten.

Spitzenspannungen treten in den Rißspitzen auf, während die Flanken der Risse nahezu spannungsfrei sind. Eine Verformung erfolgt deshalb nur in den plastischen Zonen vor den Rißspitzen. Die Folge ist zuerst eine Aufweitung der Mikrorisse. Weil die Mikrorisse im gesamten Probenvolumen auftreten, macht sich ihre Aufweitung in einer Probenlängung bemerkbar.

Aus der Bruchmechanik ist bekannt, daß das Volumen der plastischen Zone umgekehrt proportional mit der Fließspannung wächst. Wie bereits weiter oben nachgewiesen wurde, steigt für austenitische Stähle und Nickellegierungen die 0,2%-Dehngrenze umgekehrt proportional zur Bruchdehnung. Somit wächst das Volumen der plastischen Zone auch mit steigender Bruchdehnung eines Werkstoffs an. Es gilt dann:

$$A \sim k \cdot A_0 \quad \text{oder}$$

$$\frac{A}{A_0} \sim k$$

A = Bruchdehnung nach
Bestrahlung

A₀ = Bruchdehnung vor
Bestrahlung

Bei konstanter Temperatur ist die normierte Bruchdehnung eine Konstante. Für die verschiedenen Varianten des Stahls 1.4981 wurde dieser Zusammenhang bestätigt. Die Konstante, k, ist temperaturabhängig (siehe Abb. 37). Die gleiche Abhängigkeit wurde auch für andere austenitische Stähle und Nickellegierungen nachgewiesen /64/.

In Abb. 70 wird der Einfluß der mittleren Verformungsgeschwindigkeit auf die normierte Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Prüftemperatur dargestellt. Da die Verformungsgeschwindigkeit in einem umgekehrt proportionalen Verhältnis zur Versuchszeit steht, macht diese Darstellung auch deutlich, bei welchen Temperaturen die Diffusionsgeschwindigkeit der Recoilprodukte das Ausmaß der Hochtemperaturversprödung bestimmt. Es ist zu erkennen, daß bei geringen Verformungsgeschwindigkeiten – langen Versuchszeiten – auch unterhalb einer Temperatur von 600 °C mit stärkerer Reduktion der Kriechbruchdehnung neutronenbestrahlter Austenite gerechnet werden muß.

Abb. 103 zeigt den Einfluß des Heliuminventars der Probe auf die normierte Bruchdehnung der beiden Varianten KA 2 und KA 3 des Stahls 1.4981 bei den Versuchstemperaturen 600, 700 und 850 °C. Es wird deutlich, daß die Variante KA 3 bei gleichem Heliuminventar eine stärkere Reduktion der Bruchdehnung aufweist als die Variante KA 2. Dieser Sachverhalt kann verschiedene Ursachen haben: die spezielle thermomechanische Behandlung der Variante KA 2, die durch eine Optimierung des Gefügezustands eine hohe Duktilität des Werkstoffs erreicht hatte, könnte auch eine gegenüber der Variante KA 3 erhöhte Korngrenzflächenenergie bewirkt haben. Außerdem könnte die Heliumkonzentration in den Korngrenzen der Variante KA 2 niedriger sein als in denen der Variante KA 3. Das dürfte der Fall sein, weil die Variante KA 2 ein kleineres Korn und damit ein größeres Korngrenzenvolumen aufweist. Die starken Unterschiede im Versprödungsverhalten bei einer Temperatur von 600 °C könnten auch darauf hinweisen, daß die gezielten Carbidausscheidungen im Korninnern der Variante KA 2 wirkungsvolle Senken für die Diffusion des Heliums vom Korn in die Korngrenzen darstellen.

Die geringere Versprödung der heliumimplantierten Folienproben kann darauf zurückgeführt werden, daß die Korngrenzen der neutronenbestrahlten Proben nicht nur durch den Einbau von Heliumatomen, sondern zusätzlich durch die gleiche Konzentration von Lithiumatomen geschädigt werden. Außerdem haben die Folienproben ein noch feinkörnigeres Gefüge als die Proben der Variante KA 2.

Die Nachuntersuchungen konnten keinen Hinweis geben, ob eine Agglomeration von Helium zu Blasen der Ausgangspunkt für Mikrorisse in den Korngrenzen ist, wie es das zuerst von R.S. Barnes vorgeschlagene, aber umstrittene, Bläschenmodell /65/ annimmt. Zwar wachsen die unter Innendruck stehenden Heliumblasen bei geringeren hydrostatischen Spannungen, σ , instabil

$$-\sigma = \frac{0,76 \gamma}{r_{\text{krit.}}} \text{ — als Leerstellenporen — } \sigma = \frac{2 \gamma}{r_{\text{krit.}}}. \quad (\gamma = \text{Korngrenzflächenenergie; } r_{\text{krit.}} = \text{kritischer Blasen- bzw. Porenradius}).$$

Doch ist fraglich, ob die für die Ausbildung der Helium-Hochtemperaturversprödung benötigten geringen Heliummengen (siehe Pkt. 2.2) als Blasenagglomerationen ausreichen, den Korngrenzverband wirksam zu schwächen /36, 37/. Die eigenen transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen konnten im unbelasteten Teil des Probenkopfes erst nach Prüftemperaturen von 900 °C eine geringe Anzahl kleiner Heliumblasen im Korngrenzbereich nachweisen. Starke Reduktionen der Bruchdehnungswerte der Proben der Variante K, die ein vergleichsweise hohes Heliuminventar von 10 appm hatten, waren aber schon bei einer Prüftemperatur von 700 °C eingetreten.

Prinzipiell bieten sich folgende Maßnahmen zur Reduktion der Helium-Hochtemperaturversprödung austenitischer Werkstoffe an:

- Verringerung der Heliumkonzentration in den Korngrenzen
- Erhöhung der Korngrenzflächenenergie

Eine Verringerung der Heliumkonzentration in den Korngrenzen ist möglich, wenn die Heliumproduktion beeinflusst oder die Diffusion des Heliums zu den Korngrenzen wirkungsvoll behindert wird. Die Heliumproduktion müßte durch legierungstechnische Maßnahmen eingeschränkt werden. Das dürfte Schwierigkeiten bereiten. Die beiden Elemente, die in thermischen Reaktoren den größten Teil zur Heliumproduktion beitragen sind Bor und Nickel (siehe Abb. 5). Bor wird als Verunreinigung im Stahl nur schwer zu vermeiden sein,

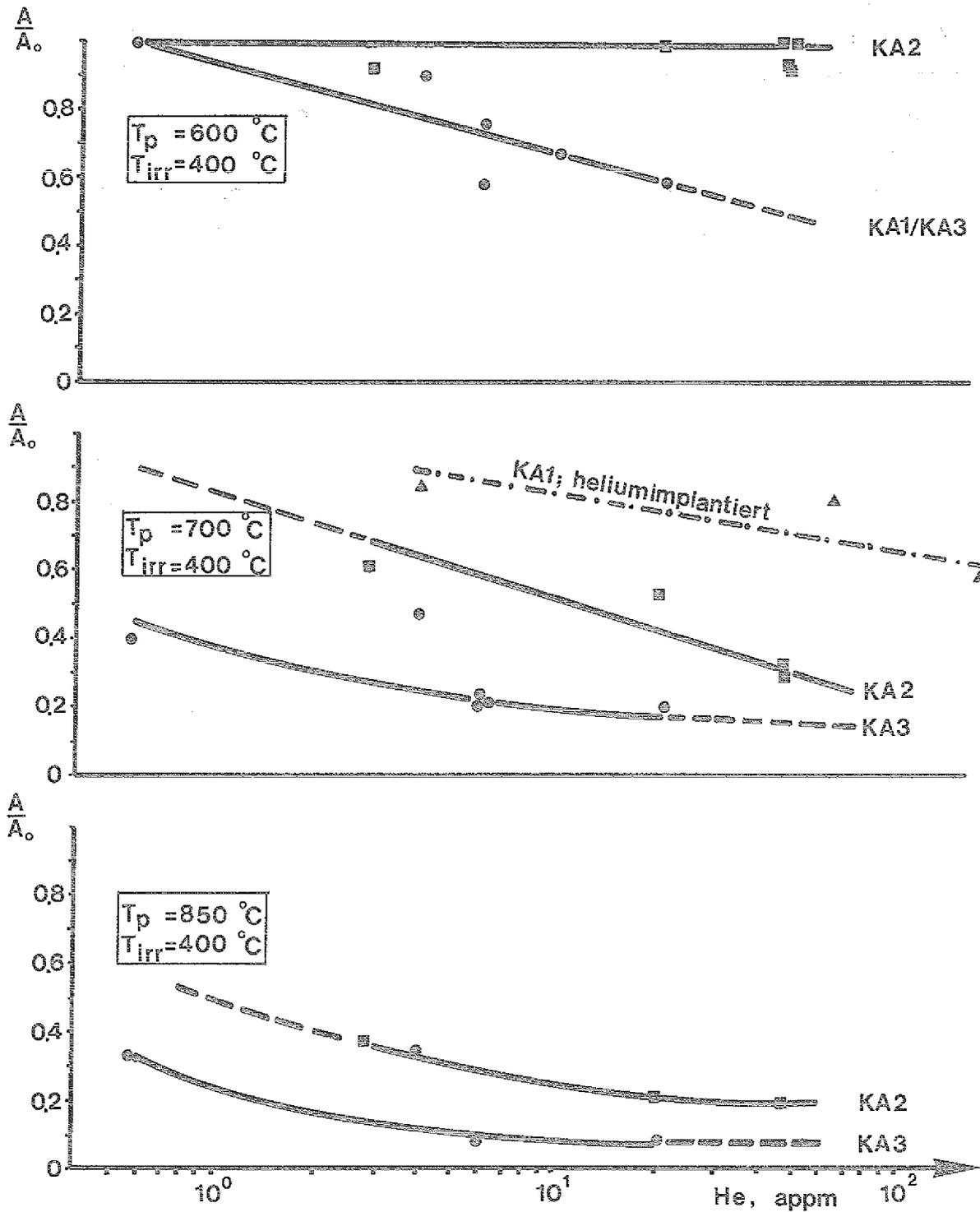


Abb. 103:

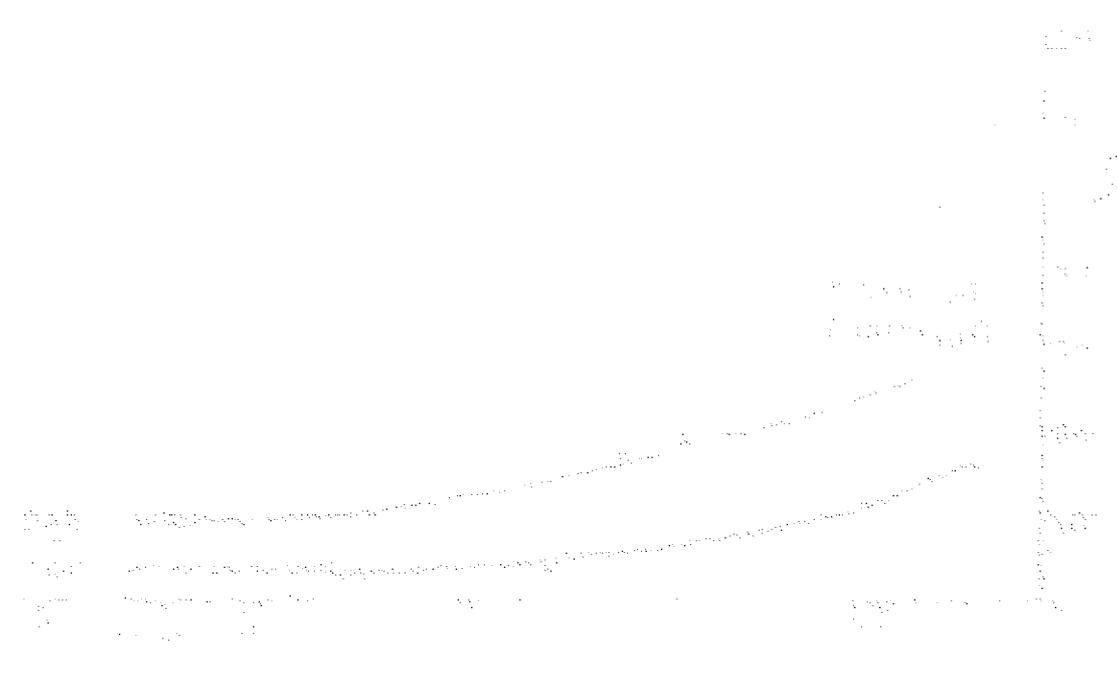
Einfluß des durch (n, α) Reaktionen erzeugten Heliumgehalts auf die normierte Bruchdehnung, $\frac{A}{A_0}$, des Stahls 1.4981 (Variante KA1/KA3; KA2) in Abhängigkeit von der Prüftemperatur, T_p .

Nickel wird kaum durch andere Elemente ersetzt werden können.

Die Heliumdiffusion kann nach den hier vorliegenden Ergebnissen wahrscheinlich in gewissen Grenzen durch homogen verteilte Ausscheidungen im Korn beeinflußt werden. Damit wird das Auftreten der Hochtemperaturversprödung aber offensichtlich nur verzögert.

Die Verringerung der Hochtemperaturversprödung austenitischer Werkstoffe durch eine gezielte Erhöhung der Korngrenzflächenenergie wird aufwendige Forschungsarbeit bedeuten. Erfolge müßten sich dadurch bemerkbar machen, daß der Übergang vom transkristallinen zum interkristallinen Bruch schon bei den unbestrahlten Werkstoffen zu höheren Temperaturen verschoben ist.

Wenn in der Kerntechnik mit einem Duktilitätsverlust austenitischer Werkstoffe durch die Helium-Hochtemperaturversprödung gerechnet werden muß, dürfte eine pragmatische Lösung dieses Problems durch den Einsatz gefügeoptimierter Stähle hoher Ausgangsduktilität in den meisten Fällen möglich sein.



[Faint, illegible text and markings at the bottom of the page, possibly bleed-through or a second page's content.]

6. ZUSAMMENFASSUNG

Wenn austenitische Stähle und Nickellegierungen im Core von Kernreaktoren eingesetzt werden, muß bei hohen Temperaturen mit dem Auftreten der Helium-Hochtemperaturversprödung gerechnet werden. Diese Hochtemperaturversprödung wirkt sich auf das Verformungsverhalten der Werkstoffe aus. Die geringere Bruchdehnung, Brucheinschnürung bzw. Kriechbruchdehnung und -einschnürung werden durch die Einlagerung von Helium in den Korngrenzen verursacht, das durch (n, α) -Kernreaktionen in thermischen und schnellen Reaktoren erzeugt wird. In thermischen Reaktoren leisten die Elemente Bor und Nickel durch Transmutation den größten Beitrag zur Heliumproduktion.

In der vorliegenden Arbeit sollte das Hochtemperaturverformungsverhalten des niobstabilisierten Stahls 1.4981 nach Neutronenbestrahlung in Warmzug- und Zeitstandversuchen untersucht werden. Dazu wurden Proben mit unterschiedlichen Ausgangsgefügen bei 400 und 500 °C im Bereich thermischer Neutronenfluenzen von $1,55 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ bis $3 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ bestrahlt. Die Prüfung im Zugversuch erfolgte bei konstanter Abzugsgeschwindigkeit von $1,8 \times 10^{-1} \text{ /h}$ zwischen 400 und 900 °C. In den Zeitstandversuchen bei Temperaturen von 600 bis 850 °C waren die Belastungen so gewählt worden, daß Versuchszeiten von 300 Stunden nicht überschritten wurden.

In den Nachuntersuchungen konnte der Einfluß der Prüftemperatur, der Verformungsgeschwindigkeit und der Neutronenfluenz auf die Ausbildung der Hochtemperaturversprödung erfaßt werden. In dem hier vorgegebenen Fluenzbereich thermischer Neutronen ist die Heliumproduktion im Korn schon so groß, daß die Heliumkonzentration an den Korngrenzen und damit das Ausmaß des Duktilitätsverlustes des Werkstoffs durch das Diffusionsvermögen des Heliums zur Korngrenze bestimmt wird. Unterhalb einer Prüftemperatur von 700 °C wirkt sich die unterschiedliche Versuchsdauer der Zug- und Zeitstandversuche aus. Die Versuchsergebnisse zeigen, daß die verschiedenen Gefügevarianten des Stahls 1.4981 unter gleichen Prüfbedingungen zwar relativ gleich stark verspröden, die absolute Höhe der Bruchdehnung nach Neutronenbestrahlung aber von der Höhe der Ausgangsbruchdehnung abhängt, die wiederum durch die thermomechanische Vorbehandlung bestimmt werden kann.

Die Ergebnisse der metallkundlichen Nachuntersuchung machen folgendes deutlich:

Durch Helium-Hochtemperaturversprödung geschädigte Proben weisen zahlreiche interkristalline Mikrorisse auf, die normal zur Hauptspannungsrichtung verlaufen. Sie versagen durch interkristallinen Bruch. Die Verformung der Proben erfolgt hauptsächlich durch Aufweitung der Mikrorisse; die Körner werden nicht in dem Maß gestreckt, wie das bei den unbestrahlten Proben der Fall ist. Damit wird auch verständlich, warum diese geschädigten Proben nur wenig oder gar nicht stationär kriechen.

Der Versuch, die Helium-Hochtemperaturversprödung zu simulieren, indem Folienproben bei Raumtemperatur mit α -Strahlen in einem Zyklotron beschossen wurden, war teilweise erfolgreich. Die Ergebnisse der Warmzug- und Zeitstanduntersuchungen führten zu qualitativ gleichen Aussagen.

Anlage 1a: Ergebnisse der Warmzugversuche an thermisch ausgelagerten oder bestrahlten 1.4981 Proben
(Variante KA1/KA3)

| Bestrahlungs-Experiment | Proben Nr. | Thermische Fluenz | Schnelle Fluenz | Prüf-Temperatur | $R_{P0,2}$ | R_m | A_5 | Z |
|-------------------------|------------|-----------------------|-----------------------|-----------------|------------|-------|-------|-----|
| - | - | $n\ m^{-2}$ | $n\ m^{-2}$ | $^{\circ}C$ | MPa | MPa | % | % |
| HTR-K1 | TH-1 | - | - | 600 | 390 | 437 | 24 | 74 |
| HTR-K1 | TH-2 | $1,55 \times 10^{23}$ | $1,45 \times 10^{23}$ | 600 | 424 | 466 | 30 | 52 |
| HTR-K1 | TH-3 | - | - | 700 | 307 | 322 | 52 | 64 |
| HTR-K1 | TH-4 | $1,55 \times 10^{23}$ | $1,45 \times 10^{23}$ | 700 | 338 | 339 | 20 | 27 |
| HTR-K1 | TH-5 | - | - | 850 | 163 | 169 | 27 | 46 |
| HTR-K1 | TH-6 | $1,55 \times 10^{23}$ | $1,45 \times 10^{23}$ | 850 | 168 | 170 | 8,9 | 5,7 |
| HTR-K2 | TH-11 | - | - | 600 | 373 | 428 | 30 | 72 |
| HTR-K2 | TH-12 | $1,35 \times 10^{24}$ | $1,10 \times 10^{24}$ | 600 | 399 | 449 | 27 | 51 |
| HTR-K2 | TH-13 | - | - | 700 | 311 | 325 | 36 | 56 |
| HTR-K2 | TH-14 | $1,35 \times 10^{24}$ | $1,10 \times 10^{24}$ | 700 | 314 | 324 | 17 | 19 |
| HTR-K2 | TH-15 | - | - | 850 | 159 | 171 | 20 | 36 |
| HTR-K2 | TH-16 | $1,35 \times 10^{24}$ | $1,10 \times 10^{24}$ | 850 | 168 | 173 | 7 | 1 |
| HTLE-1 | TH-21 | - | - | 600 | 371 | 427 | 29 | 73 |
| HTLE-1 | TH-22 | $1,03 \times 10^{25}$ | $0,95 \times 10^{25}$ | 600 | 412 | 452 | 27 | 39 |
| HTLE-1 | TH-27 | $1,03 \times 10^{25}$ | $0,95 \times 10^{25}$ | 600 | 423 | 462 | 22 | 39 |
| HTLE-1 | TH-28 | - | - | 700 | 310 | 326 | 43 | 72 |
| HTLE-1 | TH-29 | - | - | 700 | - | 314 | 40 | 62 |
| HTLE-1 | TH-23 | - | - | 700 | 299 | 317 | 43 | 65 |
| HTLE-1 | TH-24 | $1,03 \times 10^{25}$ | $0,95 \times 10^{25}$ | 700 | 343 | 349 | 9 | 28 |
| HTLE-1 | TH-25 | - | - | 850 | 158 | 166 | 36 | 40 |
| HTLE-1 | TH-26 | $1,03 \times 10^{25}$ | $0,95 \times 10^{25}$ | 850 | 163 | 163 | 3 | 7 |

Anlage 1b: Ergebnisse der Warmzugversuche an thermisch ausgelagerten oder bestrahlten 1.4981 Proben
(Variante KA1/KA3) - FORTSETZUNG -

| Bestrahlungs-Experiment | Proben Nr. | Thermische Fluenz $n \cdot m^{-2}$ | Schnelle Fluenz $n \cdot m^{-2}$ | Prüf-Temperatur $^{\circ}C$ | $R_{p0,2}$ MPa | R_m MPa | A_5 % | Z % |
|-------------------------|------------|---------------------------------------|-------------------------------------|--------------------------------|-------------------|--------------|------------|--------|
| HTR-2B | TH-41 | - | - | 400 | 434 | 531 | 20 | 65 |
| HTR-2B | TH-42 | $2,4 \times 10^{25}$ | $0,85 \times 10^{25}$ | 400 | 489 | 582 | 18 | 53 |
| HTR-2B | TH-43 | - | - | 500 | 412 | 498 | 20 | 71 |
| HTR-2B | TH-44 | $3,0 \times 10^{25}$ | $1,2 \times 10^{25}$ | 500 | 512 | 563 | 17 | 46 |
| HTR-2B | TH-45 | - | - | 600 | 384 | 422 | 34 | 73 |
| HTR-2B | TH-46 | $3,0 \times 10^{25}$ | $1,2 \times 10^{25}$ | 600 | 426 | 462 | 20 | 29 |
| HTR-2B | TH-47 | - | - | 700 | 291 | 309 | 36 | 73 |
| HTR-2B | TH-48 | $3,0 \times 10^{25}$ | $1,2 \times 10^{25}$ | 700 | 308 | 321 | 7,6 | 7,9 |
| HTR-2B | TH-49 | - | - | 850 | 162 | 173 | 31 | 49 |
| HTR-2B | TH-50 | $3,0 \times 10^{25}$ | $1,2 \times 10^{25}$ | 850 | 155 | 160 | 2,9 | 0,1 |
| HTR-2B | TH-51 | - | - | 900 | 96 | 102 | 59 | 53 |
| HTR-2B | TH-53 | - | - | 500 | 412 | 509 | 21 | 61 |
| HTR-2B | TH-54 | $3,2 \times 10^{25}$ | $1,15 \times 10^{25}$ | 500 | 431 | 520 | 24 | 60 |
| HTR-2B | TH-55 | - | - | 600 | 381 | 431 | 28 | 73 |
| HTR-2B | TH-56 | $3,2 \times 10^{25}$ | $1,15 \times 10^{25}$ | 600 | 397 | 463 | 18 | 23 |
| HTR-2B | TH-57 | - | - | 700 | 292 | 305 | 36 | 61 |
| HTR-2B | TH-58 | $3,2 \times 10^{25}$ | $1,15 \times 10^{25}$ | 700 | 334 | 343 | 4,8 | 2,8 |
| HTR-2B | TH-59 | - | - | 850 | 152 | 163 | 34 | 45 |
| HTR-2B | TH-60 | $3,2 \times 10^{25}$ | $1,15 \times 10^{25}$ | 850 | 154 | 157 | 0,8 | 0,4 |
| HTR-2B | TH-61 | - | - | 900 | 107 | 113 | 42 | 39 |

Anlage 3:

Ergebnisse der Warmzugversuche an thermisch ausgelagerten oder bestrahlten 1.4981 Proben (Varianten KAK, L1)

| Bestrahlungs-Experiment | Proben Nr. | Thermische Fluenz | Schnelle Fluenz | Prüf-Temperatur | R _{p0,2} | R _m | A ₅ | Z |
|-------------------------|------------|-------------------------|------------------------|-----------------|-------------------|----------------|----------------|----|
| - | - | n m ⁻² | n m ⁻² | °C | MPa | MPa | % | % |
| <u>Variante KAK</u> | | | | | | | | |
| HTLE-1 | 4/1 | - | - | 600 | 412 | 440 | 34 | 60 |
| HTLE-1 | 4/2 | 1,02 x 10 ²⁵ | 1,0 x 10 ²⁵ | 600 | 467 | 496 | 25 | 53 |
| HTLE-1 | 4/4 | - | - | 700 | 326 | 332 | 33 | 68 |
| HTLE-1 | 4/5 | - | - | 700 | - | 230 | 22 | 78 |
| HTLE-1 | 4/6 | 1,02 x 10 ²⁵ | 1,0 x 10 ²⁵ | 700 | 364 | 370 | 13 | 31 |
| HTLE-1 | 4/7 | - | - | 850 | 92 | 103 | 138 | 94 |
| HTLE-1 | 4/3 | 1,02 x 10 ²⁵ | 1,0 x 10 ²⁵ | 850 | 126 | 145 | 14 | 21 |
| <u>Variante L1</u> | | | | | | | | |
| HTLE-1 | 8/2 | - | - | 600 | 151 | 408 | 47 | 68 |
| HTLE-1 | 8/4 | - | - | 700 | 140 | 299 | 35 | 39 |
| HTLE-1 | 8/3 | - | - | 700 | 135 | 290 | 34 | 41 |
| HTLE-1 | 8/6 | - | - | 850 | 108 | 130 | 92 | 91 |
| HTLE-1 | 8/1 | 0,90 x 10 ²⁵ | 1,0 x 10 ²⁵ | 700 | 161 | 298 | 24 | 26 |

Anlage 4: Ergebnisse der Warmzugversuche an thermisch ausgelagerten oder bestrahlten 1.4981 Proben (Variante KA4, L2)

| Bestrahlungs-Experiment | Proben Nr. | Thermische Fluenz | Schnelle Fluenz | Prüf-Temperatur | R _{p0,2} | R _m | A ₅ | Z |
|-------------------------|------------|-------------------------|-------------------------|-----------------|-------------------|----------------|----------------|----|
| - | - | n m ⁻² | n m ⁻² | °C | MPa | MPa | % | % |
| <u>Variante KA4</u> | | | | | | | | |
| HTLE-1 | 5/4 | - | - | 700 | 135 | 290 | 34 | 41 |
| HTLE-1 | 5/3 | - | - | 700 | 198 | 229 | 74 | 69 |
| HTLE-1 | 5/1 | 0,9 x 10 ²⁵ | 1,0 x 10 ²⁵ | 700 | 192 | 213 | 21 | 21 |
| HTLE-1 | 5/5 | - | - | 850 | 72 | 83 | 67 | 34 |
| HTLE-1 | 5/2 | 0,9 x 10 ²⁵ | 1,0 x 10 ²⁵ | 850 | 73 | 80 | 23* | 23 |
| <u>Variante L2</u> | | | | | | | | |
| HTLE-1 | 11/1 | - | - | 600 | 197 | 413 | 41 | 65 |
| HTLE-1 | 11/3 | - | - | 700 | 136 | 268 | 46 | 47 |
| HTLE-1 | 11/4 | - | - | 850 | 116 | 121 | 40 | 37 |
| HTLE-1 | 11/2 | 1,03 x 10 ²⁵ | 0,95 x 10 ²⁵ | 700 | 164 | 265 | 16* | 22 |

* Meßmarkierung nicht mehr festzustellen, deshalb Bestimmung von A über die Gesamtlänge der Probe

Anlage 5a: Ergebnisse der Warmzugversuche an thermisch ausgelagerten oder bestrahlten 1.4981 Proben (Variante K)

| Bestrahlungs- experiment | Proben- Nr. | Thermische Fluenz | Schnelle Fluenz | Bestr.-Temp Prüf- Temperatur | R _{P0,2} | R _m | A ₅ |
|-----------------------------|----------------|-------------------------|-------------------------|------------------------------------|-------------------|----------------|----------------|
| - | - | n m ⁻² | n m ⁻² | °C | MP a | MP a | % |
| DFR-455 | 0-0-1 | - | - | - /400 | 538 | 576 | 6,7 |
| DFR-455 | 0-0-2 | - | - | - /600 | 416 | 492 | 18,2 |
| DFR-455 | 0-0-3 | - | - | - /700 | 342 | 369 | 16,3 |
| DFR-455 | 0-0-4 | - | - | - /800 | 218 | 223 | 26 |
| DFR-455 | 0-0-5 | - | - | - /900 | 98 | 102 | 41 |
| DFR-455 | 1-10-1 | 2,52 x 10 ²² | 2,52 x 10 ²⁶ | 270/600 | - | 568 | 13 |
| DFR-455 | 1-10-2 | " | " | 270/700 | 347 | 421 | 6,7 |
| DFR-455 | 1-10-3 | " | " | 270/800 | 256 | 307 | 11 |
| DFR-455 | 1-11-1 | 2,95 x 10 ²² | 2,95 x 10 ²⁶ | 320/360 | - | 974 | 0,5 |
| DFR-455 | 1-11-2 | " | " | 320/650 | 454 | 503 | 19 |
| DFR-455 | 1-11-3 | " | " | 320/900 | 91 | 158 | 11 |
| DFR-455 | 1-12-1 | 3,21 x 10 ²² | 3,21 x 10 ²⁶ | 370/600 | 651 | 682 | 12 |
| DFR-455 | 1-12-2 | " | " | 370/700 | 376 | 385 | 1,4 |
| DFR-455 | 1-12-3 | " | " | 370/800 | 237 | 292 | 2,9 |
| DFR-455 | 1-13-1 | 3,40 x 10 ²² | 3,40 x 10 ²⁶ | 420/460 | - | 923 | 1,4 |
| DFR-455 | 1-13-2 | " | " | 420/650 | - | 542 | 17 |
| DFR-455 | 1-13-3 | " | " | 420/900 | 88 | 153 | 11 |
| DFR-455 | 1-14-1 | 3,40 x 10 ²² | 3,40 x 10 ²⁶ | 470/600 | 620 | 660 | 8,1 |
| DFR-455 | 1-14-2 | " | " | 470/700 | 396 | 456 | 2,9 |
| DFR-455 | 1-14-3 | " | " | 470/800 | 237 | 295 | 3,3 |

| Bestrahlungs- Experiment | Proben- Nr. | thermische Fluenz | Schnelle Fluenz | Bestr.-Temp. Prüf- Temperatur | Belastung | Standzeit | A | Z | $\dot{\epsilon}_{\min}$ | $\epsilon_e + A_p$ |
|-----------------------------|----------------|-----------------------|-----------------------|-------------------------------------|-----------|-----------|-----|-----|---|--------------------|
| - | - | $n \text{ m}^{-2}$ | $n \text{ m}^{-2}$ | $^{\circ}\text{C}$ | MPa | h | % | % | $\% \text{ s}^{-1}$ ($\times 10^{-5}$) | % |
| HTR-K1 | TH-1 | - | - | 400/850 | 38 | 98 | 59 | 53 | 2,8 | 0,05 |
| HTR-K1 | TH-2 | $1,55 \times 10^{23}$ | $1,45 \times 10^{23}$ | 400/850 | 40 | 17 | 14 | 15 | 8,3 | 0,25 |
| HTR-K2 | TH-11 | - | - | 400/850 | 41 | 74 | 48 | 60 | 2,5 | 0,02 |
| HTR-K2 | TH-12 | $1,35 \times 10^{24}$ | $1,10 \times 10^{24}$ | 400/850 | 39 | 46 | 6,7 | 8,2 | 1,1 | 0,08 |
| HTLE-1 | TH-21 | - | - | 400/850 | 42 | 100 | 48 | 52 | 1,7 | 0,05 |
| HTLE-1 | TH-23 | - | - | 400/850 | 42 | 124 | 38 | 43 | 1,0 | 0,07 |
| HTLE-1 | TH-22 | $1,03 \times 10^{25}$ | $0,95 \times 10^{25}$ | 400/850 | 42 | 26 | 3,7 | 4,4 | 0,26 | 0,03 |
| HTR-2B | TH-41 | - | - | 400/600 | 339 | 173 | 16 | 46 | 0,28 | 0,47 |
| HTR-2B | TH-42 | $2,70 \times 10^{25}$ | $1,15 \times 10^{25}$ | 400/600 | 338 | 33 | 5,6 | 15 | 1,1 | 0,32 |
| HTR-2B | TH-43 | - | - | 400/700 | 200 | 70 | 24 | 40 | 0,4 | 0,20 |
| HTR-2B | TH-44 | $2,70 \times 10^{25}$ | $1,15 \times 10^{25}$ | 400/700 | 193 | 9,3 | 2,4 | 5,7 | 1,6 | 0,87 |
| HTR-2B | TH-45 | - | - | 400/850 | 37 | 112 | 43 | 46 | 2,2 | 0,04 |
| HTR-2B | TH-46 | $2,70 \times 10^{25}$ | $1,15 \times 10^{25}$ | 400/850 | 38 | 73 | 3,6 | 3,5 | 3,0 | 0,03 |
| HTR-2B | TH-47 | - | - | 500/600 | 340 | 135 | 21 | 56 | 0,5 | 0,27 |
| HTR-2B | TH-48 | $2,95 \times 10^{25}$ | $1,05 \times 10^{25}$ | 500/600 | 338 | 58 | 4,4 | 13 | 0,5 | 0,27 |
| HTR-2B | TH-49 | - | - | 500/700 | 202 | 111 | 14 | 21 | 0,28 | 0,20 |
| HTR-2B | TH-50 | $2,95 \times 10^{25}$ | $1,05 \times 10^{25}$ | 500/700 | 200 | 16 | 1,3 | 1,8 | 0,8 | 0,24 |
| HTR-2B | TH-51 | - | - | 500/850 | 37 | 136 | 16 | 23 | 1,4 | 0,85 |
| HTR-2B | TH-52 | $2,30 \times 10^{25}$ | $0,85 \times 10^{25}$ | 500/850 | 40 | 23 | 4,7 | 1,3 | 2,2 | 0,15 |

Anlage 7: Ergebnisse der Zeitstandversuche an thermisch ausgelagerten oder bestrahlten 1.4981 Proben (Variante KA2, KAK, KA4)

| Bestrahlungs-Experiment | Proben-Nr. | thermische Fluenz | Schnelle Fluenz | Bestr.-Temp. Prüf-Temperatur | Belastung | Standzeit | A | Z | $\dot{\epsilon}_{\min}$ | $\epsilon_e + A_p$ |
|-------------------------|------------|-----------------------|-----------------------|------------------------------|-----------|-----------|-----|----|---|--------------------|
| - | - | $n \text{ m}^{-2}$ | $n \text{ m}^{-2}$ | $^{\circ}\text{C}$ | MPa | h | % | % | $\% \text{ s}^{-1}$ ($\times 10^{-5}$) | % |
| <u>Variante KA2</u> | | | | | | | | | | |
| HTR-K1 | TR-1 | - | - | 400/850 | 35 | 88 | 105 | 59 | 5,5 | 0,11 |
| HTR-K1 | TR-2 | $1,55 \times 10^{23}$ | $1,45 \times 10^{23}$ | 400/850 | 36 | 50 | 33 | 21 | 5,3 | 0,01 |
| HTR-K2 | TR-11 | - | - | 400/850 | 39 | 27 | 90 | 90 | 23 | 0,05 |
| HTR-K2 | TR-12 | $1,35 \times 10^{24}$ | $1,10 \times 10^{24}$ | 400/850 | 39 | 14 | 13 | 15 | 20 | 0,02 |
| HTLE-1 | TR-21 | - | - | 400/850 | 38 | 130 | 67 | 88 | 4,2 | 0,08 |
| HTLE-1 | TR-23 | - | - | 400/850 | 36 | 47 | 97 | 92 | 7,5 | 0,00 |
| HTLE-1 | TR-22 | $1,02 \times 10^{25}$ | $1,06 \times 10^{25}$ | 400/850 | 35 | 38 | 19 | 20 | 5,3 | 0,04 |
| <u>Variante KAK</u> | | | | | | | | | | |
| HTLE-1 | 4/1 | - | - | 400/850 | 41 | 96 | 72 | 86 | 7,0 | 0,35 |
| HTLE-1 | 4/2 | - | - | 400/850 | 41 | 99 | 74 | 86 | 6,0 | 0,26 |
| HTLE-1 | 4/3 | $1,02 \times 10^{25}$ | $1,06 \times 10^{25}$ | 400/850 | 41 | 37 | 18 | 22 | 5,0 | 0,05 |
| <u>Variante KA4</u> | | | | | | | | | | |
| HTLE-1 | 5/1 | - | - | 400/850 | 20 | 242 | 46 | 38 | 2,0 | 0,0 |
| HTLE-1 | 5/2 | - | - | 400/850 | 19 | 279 | 50 | 46 | 1,0 | 0,0 |
| HTLE-1 | 5/3 | $0,9 \times 10^{25}$ | $1,0 \times 10^{25}$ | 400/850 | 19 | 14 | 24 | 20 | 1,6 | 0,04 |

8. LITERATURVERZEICHNIS

- /1/ Diehl, H.; Ohly, W.; Thiele, B.A.
Energiepolitik in Nordrhein-Westfalen 14 (1982) 272
- /2/ Weber, H.; Bendick, W.; Diehl, H.; Thiele, B.A.
Energiepolitik in Nordrhein-Westfalen 14 (1982) 284
- /3/ Laidler, J.J.; Holmes, J.J.; Bennett, J.W.
Radiation Effects in Breeder Reactor Structural Materials (1977)
Scottsdale, Arizona, 41-52
- /4/ Harries, D.R.
ibid
27-40
- /5/ Dupouy, J.M.
ibid
1-12
- /6/ Ehrlich, K.; Groß, R.
Deutsches Atomforum, Reaktortagung
Berlin (1974) 348-351
- /7/ Ehrlich, K.; Groß, R.
Fuel and Fuelelements for Fast Reactors 2
IAEA-SM-173/30 (1973) 179-197
- /8/ Ehrlich, K.; Roule, G.
European Conference on Irradiation
Behaviour of Fuel Cladding and Core
Component Materials, Karlsruhe (1974) 61-64
- /9/ Dietz, W.
KFK 2416 (1976) 80-88

- /10/ Bergmann, H.J.; Dietz, W.
European Conference on Irradiation
Behaviour of Fuel Cladding and Core Component Materials,
Karlsruhe (1974) 135-138
- /11/ Closs, K.D.; Herschbach, K.; Schneider, W.
European Conference on Irradiation
Behaviour of Fuel Cladding and Core Component Materials,
Karlsruhe (1974) 143-146
- /12/ Closs, K.D.; Herschbach, K.
Deutsches Atomforum
Reaktortagung, Düsseldorf (1976) 790-793
- /13/ Closs, K.D.; Dietz, W.
Symposium über Warmumformung und Warmfestigkeit
Deutsche Gesellschaft für Metallkunde Bad Nauheim (1975) 161-172
- /14/ Bergmann, H.J.; Haas, D.; Herschbach, K.
Radiation Effects in Breeder Reactor
Structural Materials (1977) Scottsdale, Arizona, 241-251
- /15/ Herschbach, K.; Schneider, W.; Ehrlich, K.
Annual Meeting on Nuclear Technology (1981) Düsseldorf 381-383
- /16/ Schäfer, L.; Polifka, F.; Kempe, H.
KFF 2773 (1979)
- /17/ Wassilew, C.; Closs, K.D.
Deutsches Atomforum
Reaktortagung, Nürnberg (1975) 431-434
- /18/ Ullmaier, H.; Schilling, W.
Physics of Modern Materials I (1980) 301
IAEA-SMR-46/105

- /19/ Cawthorne, C.; Fulton, E.J.
Nature 216 (1967) 575-576
- /20/ Appelby, W.K.; Bloom, E.E.; Flinn, J.E.; Garner, F.A.
Radiation Effects in Breeder Reactor
Structural Materials (1977) Conf. Scottsdale, Arizona, 509-527
- /21/ Levy, V.; Azam, N.; de Namour, L.; Didout, G.; Delaplace, J.
Radiation Effects in Breeder Reactor
Structural Materials (1977) Conf. Scottsdale, Arizona, 709-725
- /22/ Leitnacker, J.M.; Bloom, E.E.; Stiegler, J.O.
J. Nucl. Mater. 49 (1973/74) 57
- /23/ Heald, P.T.; Speight, M.V.
Phil. Mag. 29 (1974) 1075
- /24/ Straalsund, J.L.
Radiation Effects in Breeder Reactor
Structural Materials (1977)
Conf. Scottsdale, Arizona 191-207
- /25/ Dupouy, J.M.; Lehmann, J.; Cartier, L.; Huillery, R.; Millet, P.
Radiation Effects in Breeder Reactor
Structural Materials (1977) Conf. Scottsdale, Arizona, 229-240
- /26/ Walter, L.C.; Mc. Vay, G.L.; Hudman, G.D.
Radiation Effects in Breeder Reactor
Structural Materials (1977) Conf. Scottsdale, Arizona 277-294
- /27/ Wilson, J.C. et al
ORNL-2614 (1958)
- /28/ Hinkle, N.E. et al
ORNL-2829 (1959)

- /29/ Moteff, J.; Robertshaw, F.C.; Kingsbury, F.D.
J. Nucl. Mat., 17 (1965) 245-258
- /30/ Pfeil, P.C.; Harries, D.R.
ASTM STP 380 (1965) 202
- /31/ Martin, W.R.; Weir, J.R.
ASTM-Symp., Atlantic City (1966) 440
- /32/ Böhm, H.; Dienst, W.; Hauck, H.J.
Zeit f. Metallkunde 57 (1966) 352
- /33/ Broomfield, G.H.; Harries, D.R.; Roberts, A.C.
Journ. Iron and Steel Inst. 203 (1965) 502
- /34/ Higgins, P.R.B.; Roberts, A.C.
Nature, 206 (1965) 1249
- /35/ Bloom, E.E.; Clausing, R.E.; Mc. Guire, G.E.
ANS Trans., 16 (1973) 96
- /36/ Kangilaski, M.
Reactor Technology 14 (1971) 213
- /37/ Harries, D.R.
J. British Nucl. Energy Soc. 5 (1966) 74
- /38/ Martin, W.R.; Weir, J.R.
Nature, 202 (1964) 997
- /39/ Fennell, J.; Roberts, A.C.
Journ. Nuclear Mat. 12 (1964) 167
- /40/ Higgins, P.R.B.; Roberts, A.C.
AERE R 4565. (1964)

- /41/ Williams, T.M.; Gott, K.
Journ. Nuclear Mat. 95 (1980) 265
- /42/ Birss, I.R.
Journ. Nuclear Mat. 34 (1970) 241
- /43/ Harries, D.R.
Journ. Nuclear Mat. 82 (1979) 2
- /44/ Crussard, C.; Plateau, J.; Henry, G.
Joint Intern. Conf. on Creep (1963)
Inst. Mech. Eng. London, Engl. 1963
- /45/ Decker, R.F.; Rowe, J.P.; Freeman, J.W.
NACA-Report 1392 (1958)
- /46/ Loveless, D.L.; Bloom, F.K.
Iron Age 179 (1957) 95
- /47/ Salvaggi, J.; Yerkovich, L.A.
Trans. ASM 49 (1957) 761
- /48/ Mercier, A.; Hochmann, J.
Rev. Met. 59 (1962) 65
- /49/ Arkell, D.R.; Pfeil, P.C.L.
Journ. Nuclear Mat. 12 (1964) 145
- /50/ Schilling, W.
Proc. of Yamada Conf. V
Point Defects and Defect Interactions in Metals
Kyoto (1981) 303-308
- /51/ Trinkaus, H.
Phil. Mag to be published

- /52/ Trinkaus, H.
Proc. of Yamada Conf. V
Point Defects and Defect Interactions in Metals
Kyoto (1981) 312-318
- /53/ Rothaut, J.
Jül-1781 (1982)
- /54/ Harries, D.R.
J. Nucl. Mat. 82 (I) (1979) 2-21
- /55/ Pott, G.; Putsch, F.; Küpper, H.
KFA-ZBB-IB-4/83 (1983)
- /56/ Pott, G.; Küpper, H.
KFA-ZBB-IB-9/78 HTR (1978)
- /57/ Pott, G.; Hürttlen, B.
KFA-ZBB-IB-19/81 (1981)
- /58/ Pott, G.
KFA-ZBB-TN-08/83 (1983)
- /59/ Morikawa, H.
Jül-1290 (1976)
- /60/ Fish, R.L.; Holmes, J.J.
Journ. Nuclear Mat. 46 (1973) 113-120
- /61/ Anderko, K.; Wassilew, C.
KFK 2369 (1976)
- /62/ Norton, F.H.
Creep of Steel at High Temperature
Mc. Graw Hill (1929)

/63/ Closs, K.D.; Schäfer, L.; Schirra, M.; Wassilew, Ch.

Deutsches Atomforum

Reaktortagung, Nürnberg (1975) 416-419

/64/ Thiele, B.A.; Diehl, H.; Ohly, W.; Weber, H.

Special Issue of Journ. Nuclear Mat. to be published

/65/ Barnes, R.S.

Nature, 206 (1965) 1307-1310

