

Forschungszentrum Karlsruhe

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6372

Das Bestrahlungsverhalten des austenitischen Stahls DIN 1.4970

Ralph Hübner

Institut für Materialforschung
Projekt Nukleare Sicherheitsforschung

Zusammenfassung

Das Bestrahlungsverhalten des austenitischen Stahls DIN 1.4970 (15% Cr, 15% Ni, 1,6% Mn, 1,5% Mo, 0,4 – 1% Si, 0,3 – 0,5% Ti) wurde im Bestrahlungsexperiment PFR-M2 untersucht. Die Proben in Form von Druckkapseln wurden im Prototype Fast Reactor in Dounreay, Schottland, bei 420, 500 und 600°C bis zu den Maximaldosen von 106, 81 bzw. 62 dpa_{NRT} bestrahlt. Durch die Bestimmung der Durchmesser- und Längenänderung konnte das spannungsfreie und das spannungsgetriebene Schwellen, sowie das bestrahlungsinduzierte Kriechen bestimmt werden. Im Anschluß an die Bestrahlungen wurden in den Nachuntersuchungen die Dichte und durch einen Ringzugversuch die mechanischen Eigenschaften bestimmt. Außerdem wurde die Mikrostruktur mit Hilfe des Transmissions-elektronenmikroskops (TEM) untersucht.

Das spannungsfreie Schwellen ist für alle Chargen bei 420°C am größten. Bei 600°C ist bis zur maximalen Dosis von 62 dpa_{NRT} kein Schwellen nachzuweisen. Sowohl bei 420°C als auch bei 500°C weist die Charge mit dem niedrigsten Si-Gehalt das stärkste Schwellen auf. Die Erhöhung des Si-Gehaltes von 0,4 auf 1,0 % führt bei 420°C zu einer Verlängerung der Inkubationsdosis von 20 auf 40 dpa_{NRT}, hat jedoch keinen Einfluß auf die Schwellrate. Wird nicht nur der Si-Gehalt erhöht, sondern auch der Ti-Gehalt von 0,5 auf 0,3 % reduziert, so verlängert sich nicht nur die Inkubationsdosis, sondern auch die Schwellrate nimmt ab. Bei 500°C führt sowohl die Erhöhung des Si-Gehaltes als auch die Reduktion des Ti-Gehaltes zu einer Abnahme der Schwellrate bei unveränderter Inkubationsdosis. Somit wird das beste Schwellverhalten durch einen hohen Si-Gehalt und einen niedrigen Ti-Gehalt, der zu einer Unterstabilisierung führt, erreicht. Die Wirkung der minoren Legierungselemente auf mikrostruktureller Ebene wurde durch die TEM-Analyse aufgeklärt. Die Erhöhung des Si-Gehaltes bewirkt eine erhöhte Leerstellenbeweglichkeit und reduziert damit die Porenbildungsrate. Dies führt zu der beobachteten verlängerten Inkubationsdosis. Um diese Wirkung jedoch entfalten zu können, muß das Silizium in der Matrix gelöst sein. Sinkt der Gehalt an gelöstem Silizium in der Matrix unter einen bestimmten Wert, beginnt das Schwellen. Bei den Chargen mit hohem Si-Gehalt (1 %) bilden sich im Laufe der Bestrahlung kohärente γ -Ausscheidungen (Ni_3Si), die den Gehalt an gelöstem Silizium in der Matrix reduzieren. Während diese Ausscheidungen bei niedrigem Ti-Gehalt (0,3 %) auch noch bei 106 dpa_{NRT} nachgewiesen werden können, sind sie bei höherem Ti-Gehalt (0,5 %) nicht stabil und es bilden sich statt dessen inkohärente Ausscheidungen der G-Phase ($\text{Ni}_{16}\text{Si}_7\text{Ti}_6$). Aufgrund der besonderen Eigenschaften der Matrix-Ausscheidungs-Grenzflächen wird die Punktdefektrekombinationsrate durch kohärente Ausscheidungen erhöht, während inkohärente Ausscheidungen nur als neutrale Punktdefektseenken wirken. Dies führt zu einem reduzierten Leerstellenfluß zu den Poren und damit zu einer kleineren Schwellrate, wenn kohärente γ -Ausscheidungen vorhanden sind, d.h. wenn der Ti-Gehalt reduziert wird.

Das spannungsgetriebene Schwellen konnte sowohl durch die Dichtemessungen als auch durch die TEM-Analyse der Porenstruktur bei 420°C nachgewiesen werden. Beide Methoden bestätigen damit die Ergebnisse der Längenmessungen zur Bestimmung des spannungsgetriebenen Schwellens. Es ergibt sich daraus eine lineare Spannungsabhängigkeit. Das spannungsgetriebene Schwellen ist wie das spannungsfreie Schwellen am größten bei niedrigem Si-Gehalt und hohem Ti-Gehalt und am niedrigsten bei hohem Si-Gehalt und niedrigem Ti-Gehalt. Allerdings sind die Unterschiede zwischen den Chargen nicht so groß wie beim spannungsfreien Schwellen.

Das bestrahlungsinduzierte Kriechen der 1.4970-Chargen bei 420 und 500°C besteht aus einem schwellunabhängigen Anteil, der mit dem SIPA-Mechanismus beschrieben werden kann und einem schwellabhängigen Anteil, der dem I-creep Modell von Gittus entspricht. Beide Anteile sind proportional zur Spannung. Durch die Analyse der Kriech- und Schwellraten kann der Einfluß der Verdichtung zu Beginn der Bestrahlung weitgehend eliminiert werden. Während der schwellunabhängige SIPA-Kriechanteil bei 500°C um den Faktor $\frac{1}{2}$ kleiner ist als bei 420°C, stimmen die Werte des Kriech-Schwellkorrelationskoeffizienten überein. Bei 600°C ist das Kriechen weder proportional zur Spannung, noch zur Dosis. Bei dieser Temperatur tritt bereits durch Bestrahlung beschleunigtes thermisches Kriechen auf.

Die mechanischen Eigenschaften der untersuchten Legierungen zeigen das auch bei anderen kaltverformten austenitischen Stählen beobachtete Verhalten. Bei 420°C nimmt die Festigkeit durch die Bestrahlung zu und bei 600°C ab. Bei 500°C ist kein Einfluß der Bestrahlung auf die Festigkeit feststellbar. Für die stark schwellende Charge mit niedrigem Si-Gehalt und hohem Ti-Gehalt tritt jedoch bei 420°C und einem Volumenschwellen von 2,9% eine starke Festigkeitsreduktion auf, die durch die Kerbwirkung der Poren verursacht wird.

The Irradiation Behaviour of the Austenitic Stainless Steel DIN 1.4970

Abstract

The irradiation behaviour of the austenitic stainless steel DIN 1.4970 (15% Cr, 15% Ni, 1,6% Mn, 1,5% Mo, 0,4 – 1% Si, 0,3 – 0,5% Ti) has been examined in the irradiation experiment PFR-M2. The samples have been irradiated as pressurised capsules in the Prototype Fast Reactor at Dounreay, Scotland, at 420, 500 and 600°C with maximum doses of 106, 81 and 62 dpa_{NRT}. The stress-free and the stress-induced swelling and the irradiation induced creep could be determined by the diameter and length measurements. After the irradiation the density and the mechanical properties have been determined. Additionally the microstructure was investigated with a transmission electron microscope (TEM).

All four lots show the maximum amount of stress-free swelling at 420°C. At 600°C no swelling can be detected up to the maximum dose of 62 dpa_{NRT}. The lot with the lowest Si-content exhibits the highest amount of swelling at 420°C as well as at 500°C. Increasing the Si-content from 0.4% to 1% increases at 420°C the incubation dose from 20 to 40 dpa_{NRT}, but has no influence on the swelling rate. Increasing not only the Si-content but also reducing the Ti-content from 0.5 to 0.3% increases not only the incubation dose but also reduces the swelling rate. At 500°C both the increase of the Si-content and the reduction of the Ti-content result in a reduced swelling rate without any effect on the incubation dose. Therefore the best swelling resistance is achieved with a high Si-content and a low Ti-content, resulting in an under stabilised condition. The TEM analysis of the microstructure reveals the mechanisms by which the minor elements influence swelling. Increasing the Si-content increases the vacancy mobility and reduces therefore the void nucleation rate. This yields the increased incubation dose. But this mechanism is only working if the silicon is dissolved in the matrix. Swelling starts when the amount of dissolved silicon is reduced under a certain amount. The lots with a high Si-content develop coherent γ' -precipitates (Ni_3Si) in the course of irradiation, which reduce the amount of dissolved silicon in the matrix. In the case of a low Ti-content (0.3%) these precipitates can still be found at 106 dpa_{NRT}. With a high Ti-content (0.5%) they dissolve and instead incoherent G-phase precipitates ($\text{Ni}_{16}\text{Si}_7\text{Ti}_6$) develop. Because of the properties of the precipitate matrix interface the point defect recombination rate is increased by coherent precipitates, whereas incoherent precipitates just act as neutral point defect sinks. This effect results in a reduced vacancy flux to the voids and therefore in a reduced swelling rate, if coherent precipitates exist, i. e. if the Ti-content is reduced.

The stress-induced swelling was detected by the density measurements and by the TEM analysis of the void structure at 420°C. Both methods confirm the results of the length measurements to determine the stress-induced swelling. A linear stress-dependence is observed. The stress-induced swelling is like the stress-free swelling greatest with a low Si-content and a high Ti-content and lowest with a high Si-content and a low Ti-content. Though the differences between the lots are smaller than for the stress-free swelling.

The irradiation-induced creep at 420 and 500°C can be described as consisting of two contributions. One of them is independent of swelling and can be described according to the SIPA mechanism. The other is swelling-driven and can be described according to the I-creep model by Gittus. Both contributions have a linear stress dependence. The influence of the densification in the beginning of the irradiation can be eliminated by analysing the swelling and creep rates. While the swelling-independent SIPA-contribution to the irradiation-induced creep at 500°C is only half of that at 420°C, the values of the creep-swelling coupling coefficient agree. At 600°C the creep is neither proportional to the stress nor to the dose. At this temperature irradiation enhanced thermal creep occurs already.

The mechanical properties show the typical behaviour of cold worked austenitic steels under irradiation. The strength increases at 420°C under irradiation and at 600°C it decreases. At 500°C no influence of the irradiation on the strength can be observed. The high swelling lot with low Si-content and high Ti-content exhibits a strong reduction in strength at 420°C when void swelling starts. This reduction in strength is caused by the notch effect of the voids.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	3
2	EXPERIMENTELLE DURCHFÜHRUNG	3
3	ERGEBNISSE DER DIMENSIONSVERMESSUNGEN	7
3.1	Ergebnisse der Durchmesserbestimmungen der drucklosen Proben: Schwellen	7
3.2	Ergebnisse der Längenmessungen: spannungsgetriebenes Schwellen	10
3.3	Ergebnisse der Durchmesserbestimmungen der druckbeaufschlagten Proben: Kriechen	12
3.3.1	Kriech-Schwellkorrelation bei 420°C,	12
3.3.2	Kriech-Schwellkorrelation bei 500°C	16
3.3.3	Beschreibung des Kriechens bei 600°C	17
4	ERGEBNISSE DER UNTERSUCHUNGEN MIT DEM TRANSMISSIONSELEKTRONENMIKROSKOP	18
4.1	Porenstruktur der drucklosen Proben	18
4.2	Porenstruktur der druckbeaufschlagten Proben	20
4.3	Ergebnisse der Ausscheidungsbestimmung	20
5	ERGEBNISSE DER RINGZUGVERSUCHE	24
6	DISKUSSION	26
6.1	Spannungsfreies Schwellen	26
6.1.1	Temperaturabhängigkeit	28
6.1.2	Einfluß der minoren Elemente	28
6.1.3	Einfluß des Neutronenflusses	29
6.2	Spannungsgetriebenes Schwellen	30
6.3	Bestrahlungsinduziertes Kriechen	31
6.4	Mechanische Eigenschaften	33
7	ZUSAMMENFASSUNG	34
8	LITERATURVERZEICHNIS	36

Liste der verwendeten Symbole

Symbol	Einheit	Erklärung
ϕ	[n/cm ² s]	Neutronenfluß
ϕt	[dpa _{NRT}]	Dosis
D	[mm]	Probendurchmesser
L	[mm]	Probenlänge
m	[g]	Probenmasse
ρ	[g/cm ³]	Probendichte
σ	[MPa]	Umfangsspannung
σ_{hy}	[MPa]	hydrostatischer Spannungsanteil
T	[°C]	Temperatur
$\Delta D/D_0$	[%]	Durchmesseränderung bezogen auf den Ausgangsdurchmesser
$\Delta L/L_0$	[%]	Längenänderung bezogen auf die Ausgangslänge
$\varepsilon_s(\sigma = 0, \phi t)$	[%]	spannungsfreies lineares Schwellen
$\varepsilon_s(\sigma, \phi t)$	[%]	spannungsgetriebenes lineares Schwellen
$\varepsilon_s^{tot}(\sigma, \phi t)$	[%]	gesamtes lineares Schwellen
$\varepsilon_K^w(\sigma, \phi t)$	[%]	wahres Kriechen
$\varepsilon_K^s(\sigma, \phi t)$	[%]	scheinbares Kriechen
S	[%]	Volumenschwellen
$\bar{\varepsilon}$	[%]	Vergleichsdehnung nach v. Mises
$\bar{\sigma}$	[MPa]	Vergleichsspannung nach v. Mises
R _m	[MPa]	Zugfestigkeit

1 Einleitung

Der Abbrand eines Brennelementes in einem schnellen Reaktor wird u.a. durch die Stabilität des Hüllrohres unter Neutronenbestrahlung bestimmt. Es ist bekannt, daß während der Bestrahlung eine Volumenvergrößerung durch die Bildung von Poren, das sogenannte Porenschwellen und bestrahlungsinduziertes Kriechen auftreten kann. Diese bestrahlungsinduzierten Deformationen begrenzen die Lebensdauer der Brennelemente. Sie lassen sich aber durch geeignete Wahl der Legierung und ihres metallurgischen Zustandes drastisch reduzieren. Zur Bestimmung des Einflusses von minoren Legierungselementen auf die bestrahlungsinduzierte Deformation von 15Cr15Ni-Stählen wurde 1981 ein Bestrahlungsexperiment im Prototype Fast Reactor (PFR) in Dounreay, Schottland begonnen. Es wurden Hüllrohrabschnitte, die zum Teil unter Innendruck standen bei drei Temperaturen (420, 500 und 600°C) bestrahlt. Zwischen einzelnen Bestrahlungskampagnen wurden die Proben dem Reaktor entnommen und auf Dimensionsänderungen untersucht. Nach Abschluß der Bestrahlung wurden die Proben ins Forschungszentrum Karlsruhe zur Durchführung von Nachuntersuchungen transportiert. Im folgenden werden die Ergebnisse zu vier Chargen des Werkstoff-Nr. DIN 1.4970 mit verschiedenen Gehalten an Titan und Silizium dargestellt.

2 Experimentelle Durchführung

Die Bestrahlungen wurden im Prototype Fast Reactor (PFR) in Dounreay, Schottland in Kontakt mit dem Kühlmittel Natrium durchgeführt. Die Bestrahlungstemperaturen betragen nominell 420, 500 und 600°C. Die auf die Dosis gemittelten Temperaturen sind für die ersten Bestrahlungskampagnen in Tabelle 1 angegeben. Nur für die Bestrahlungen bei 600°C gibt es eine deutliche Differenz zur nominellen Temperatur. In Tabelle 1 sind auch die weiteren charakteristischen Bestrahlungsparameter zusammengestellt. Die Bestrahlungsdauer ist in sogenannten Effective Full Power Days (EFPD) angegeben. Der Neutronenfluß betrug für alle Bestrahlungstemperaturen ca. $5 - 7 \times 10^{15} \text{ n / cm}^2 \text{ s}$.

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

	gemittelte Temperatur [°C]	Dauer [EFPD]	ϕ [n / cm ² s]	Max Dosis [dpa _{NRT}]	akkumulierte Dosis [dpa _{NRT}]
Bestrahlungstemperatur 420°C					
1. Kampagne	426	88	$7,4 \times 10^{15}$	13,4	13,4
2. Kampagne	411	260	$7,3 \times 10^{15}$	38,0	51,4
3. Kampagne	411	162	$7,1 \times 10^{15}$	22,9	74,3
4. Kampagne		166	$5,0 \times 10^{15}$	17,3	91,6
5. Kampagne		120	$6,0 \times 10^{15}$	14,4	106,0
Bestrahlungstemperatur 500°C					
1. Kampagne	490	91	$7,5 \times 10^{15}$	12,4	12,4
2. Kampagne	497	178	$7,3 \times 10^{15}$	27,5	39,9
3. Kampagne		144	$6,9 \times 10^{15}$	20,5	60,4
4. Kampagne		169	$6,0 \times 10^{15}$	20,4	80,8
Bestrahlungstemperatur 600°C					
1. Kampagne	572	165	$4,4 \times 10^{15}$	14,3	14,3
2. Kampagne	572	136	$4,6 \times 10^{15}$	13,0	27,3
3. Kampagne		110	$4,3 \times 10^{15}$	12,5	39,8
4. Kampagne		169	$6,3 \times 10^{15}$	21,4	61,2

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

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

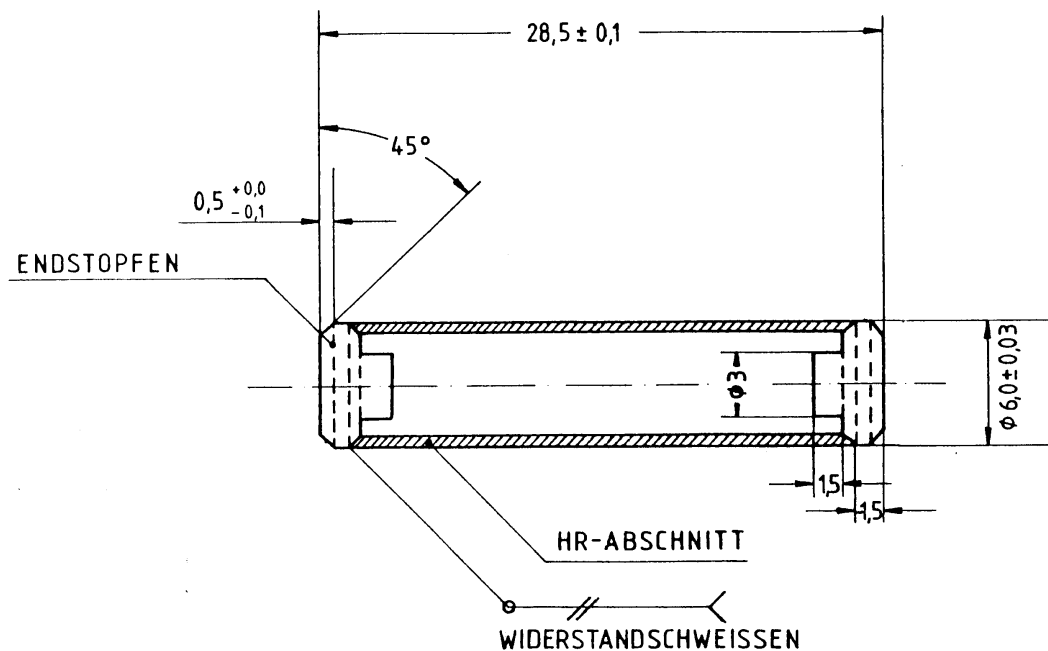


Abbildung 1: Längsschnitt durch PFR-M2 Druckkapsel

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

Mit der Bestimmung der Probenmasse kann der Innendruck der Proben überprüft werden. Durch die Verwendung von Argon als Füllgas konnte ein Druckverlust leicht durch die reduzierte Probenmasse nachgewiesen werden. Von den hier betrachteten Proben betrifft dies nur eine Probe der B-Charge mit $\sigma = 120$ MPa, die bei 600°C während der letzten Bestrahlungskampagne einen Druckverlust erlitt.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Bei den Berechnungen ist darauf zu achten, daß die druckbeaufschlagte und die drucklose Probe die gleiche Bestrahlungsdosis erhalten haben. Bei den 1.4970 Proben betragen die Dosisunterschiede bei einigen Proben ca. 2 % bezogen auf die Maximaldosis. Für diese Proben wurden die Durchmesser- und Längenwerte bei der Differenzbildung auf eine mittlere Dosis interpoliert.

Nach der letzten Bestrahlung und der Bestimmung des Durchmessers und der Masse werden die Proben in den heißen Zellen zerlegt. Dabei wird von jeder Probe ein ringförmiger Abschnitt abgetrennt. Mit diesem Abschnitt werden im sog. Ringzugversuch die mechanischen Eigenschaften nach der Bestrahlung abgeschätzt. In Abbildung 2 a) ist die Versuchsanordnung skizziert. Ein ringförmiger Probenabschnitt mit einer Breite von 5 mm wird auf Zug belastet. Die Zugkraft wird durch zwei Kreisabschnitte übertragen, in welche der Ring eingehängt wird. Hierdurch entsteht eine Zugspannung in tangentialer Richtung. Die Dehnung wird über den Verfahrweg der Krafteinleitung, den sog. Maschinenweg und die Meßlänge L_0 bestimmt. Die Meßlänge entspricht dem Bereich, in dem der Ring nicht durch die Krafteinleitung unterstützt wird. Aus der Verfahrgeschwindigkeit errechnet sich die Verformungsgeschwindigkeit zu ca. 5×10^{-4} 1/s. Die Prüftemperatur entspricht der Bestrahlungstemperatur. Zur Auswertung wird ein Kraft-Weg-Diagramm aufgenommen. Ein typisches Beispiel für ein solches Diagramm ist in Abbildung 2 b) dargestellt. Unter Last verformt sich die Probe im Bereich der Meßlänge, indem sie von einem Kreisbogen in eine Gerade übergeht. Durch diese Verformung vergrößert sich die Meßlänge während des Versuchs. Der nichtlineare Bereich zu Beginn der Belastung entspricht dem Setzen der Probe bzw. der Verformung der Probe im Bereich der Meßlänge. Der daran anschließende lineare Bereich wird zur Bestimmung der elastischen Eigenschaften benutzt. Durch Extrapolation dieses

Bereiches auf $F = 0 \text{ N}$ wird der Nullpunkt der Dehnung bestimmt, auf den dann die Größen Gleichmaßdehnung A_g , Bruchdehnung A und die 0,2 %-Dehngrenze $R_{p,0,2}$ bezogen werden.

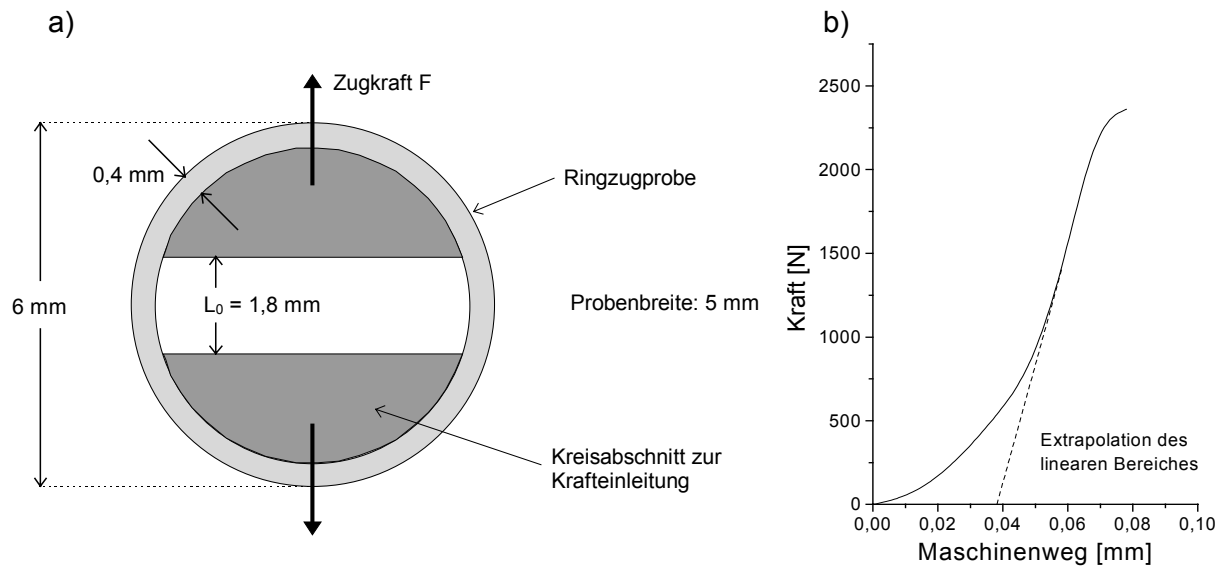


Abbildung 2: a) Prinzipskizze der Ringzugversuchsanordnung. b) Kraft-Weg-Diagramm eines Ringzugversuches

Zur Bewertung der Ergebnisse wurden die mit dem Ringzugversuch erhaltenen Kennwerte mit denen aus einem konventionellen Zugversuch erhaltenen verglichen [Hüb98]. Es zeigte sich, daß sowohl die Ergebnisse der Bruchdehnung als auch die der 0,2 %-Dehngrenze stark voneinander abweichen, ohne daß eine Systematik festzustellen wäre. Die geringsten Abweichungen treten für die Zugfestigkeit auf, wobei die Ergebnisse aus dem Ringzugversuch systematisch um ca. 20 MPa über denen aus dem konventionellen Zugversuch liegen. Die Unterschiede in den Abweichungen lassen sich dadurch erklären, daß nur die Zugfestigkeit ohne Bestimmung der elastischen Eigenschaften bzw. der Dehnung bestimmt werden kann. Die Dehnung und damit auch die elastischen Eigenschaften können jedoch im Ringzugversuch nicht eindeutig bestimmt werden. Daher werden im folgenden nur die Ergebnisse zur Zugfestigkeit behandelt.

Von einem Teil der restlichen Probe wird die Dichte bestimmt. Aus der Änderung der Dichte gegenüber dem unbestrahlten Werkstoff ergibt sich das Volumenschwellen nach folgender Formel:

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

Die Näherung gilt für kleine Schwellwerte bis ca. $\Delta V/V_0 = 8 \%$

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

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

In diesem Bericht werden die so gewonnenen Ergebnisse von vier Chargen des Werkstoff-Nr. DIN 1.4970 zusammengefaßt. Diese vier Legierungen unterscheiden sich im wesentlichen in ihrem Gehalt an Silizium und Titan. Der metallurgische Zustand ist Lösungsglühen bei 1100°C mit anschließender Kaltverformung um 20 %. Nur bei der L-Charge wurde 1120°C als Lösungsglühtemperatur gewählt. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 2 zusammengestellt. Ausgehend von der B-Charge als Referenz wurde in einem ersten Schritt der Si-Gehalt von 0,4 % auf 1,0 % bei allen anderen Chargen erhöht. Die K- und L-Charge unterscheiden sich nur durch die höhere Lösungsglühtemperatur der L-Charge. In einem weiteren Schritt wurde der Ti-Gehalt der I-Charge von 0,5 % auf 0,3 % reduziert. Die I-Charge ist dadurch unterstabilisiert.

Tabelle 2: Chemische Zusammensetzung in Gew.-% der DIN 1.4970 Chargen

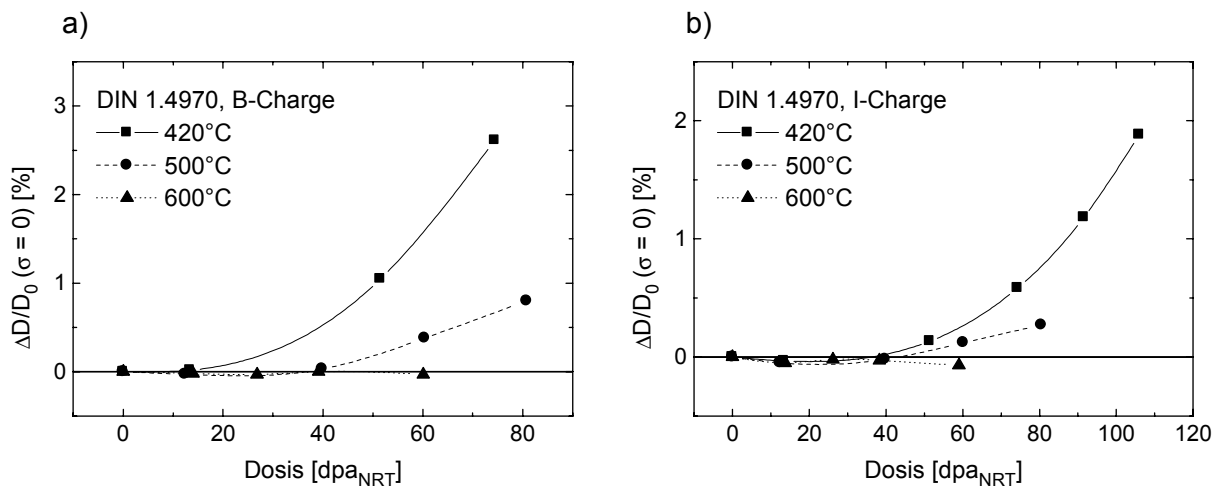
Charge	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	Ti	Co	B	N	P
B	0,083	0,42	1,6	14,95	14,73	1,19	0,01	0,47	0,017	0,0015	0,018	<0,015
I	0,089	1,01	1,16	15,15	15,00	1,45	0,01	0,31	0,018	0,0029	0,016	<0,015
K	0,086	0,99	1,6	15,06	14,86	1,46	0,02	0,49	0,016	0,0020	0,017	<0,015
L	0,086	0,96	1,64	15,15	14,9	1,46	0,02	0,5	0,017	0,0021	0,017	<0,015

3 Ergebnisse der Dimensionsvermessungen

Im folgenden werden die Ergebnisse der Durchmesser- und Längenmessungen dargestellt. Wie bereits in Kapitel "Experimentelle Durchführung" beschrieben, kann mit diesen Größen das spannungsfreie und das spannungsgetriebene Schwellen sowie das bestrahlungsinduzierte Kriechen bestimmt werden.

3.1 Ergebnisse der Durchmesserbestimmungen der drucklosen Proben: Schwellen

In Abbildung 3 sind die Durchmesseränderungen der drucklosen Proben als Funktion der Bestrahlungsdosis dargestellt, die dem spannungsfreien Schwellen entsprechen. Für alle Chargen gilt, daß das größte Schwellen bei 420°C auftritt und bei 600°C bis zur Maximaldosis von 60 dpa_{NRT} kein Schwellen festzustellen ist. Bei allen Proben tritt zu Beginn der Bestrahlung eine Verdichtung auf, die zum einen auf die Erholung der Versetzungsstruktur und zum anderen auf die Bildung von Ausscheidungen zurückzuführen ist. Die Dosis, ab der ein Schwellen beobachtet werden kann, die sog. Inkubationsdosis, erhöht sich bei der B-Charge, wenn die Bestrahlungstemperatur erhöht wird. Gleichzeitig nimmt die Schwellrate ab. Bei den anderen Chargen hingegen wirkt sich die höhere Temperatur im wesentlichen nur durch eine reduzierte Schwellrate aus. Der Einfluß auf die Inkubationsdosis ist gering.



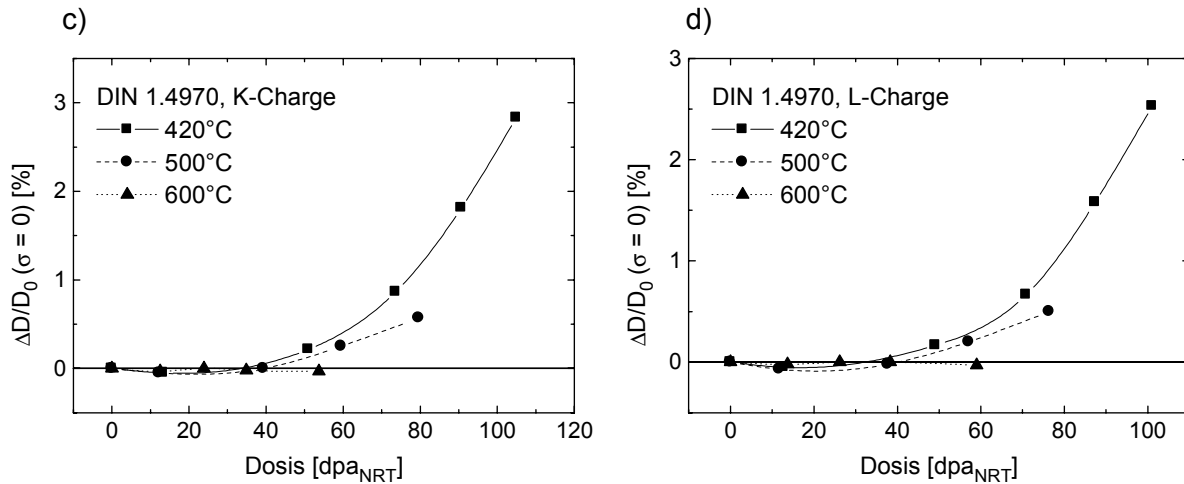


Abbildung 3: Einfluß der Temperatur auf die Durchmesseränderungen der drucklosen Proben als Funktion der Bestrahlungsdosis. a) B-Charge, b) I-Charge, c) K-Charge und d) L-Charge

Die Unterschiede zwischen den Chargen werden in Abbildung 4 deutlich. Sowohl bei 420°C als auch bei 500°C weist die B-Charge das höchste Schwellen auf, während die I-Charge das geringste Schwellen zeigt. Die K- und L-Charge unterscheiden sich in ihrem Schwellverhalten nicht und liegen zwischen der B- und der I-Charge.

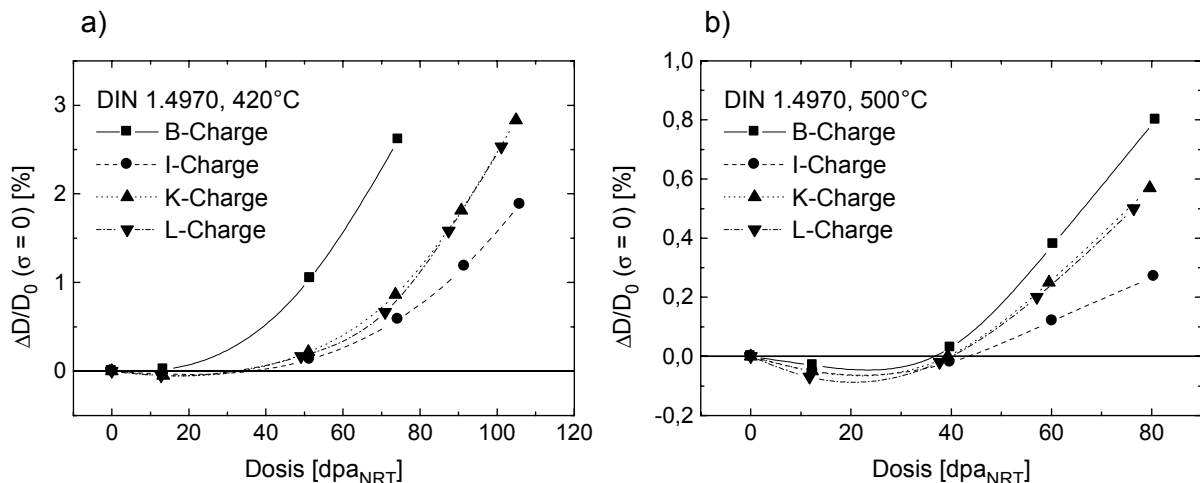


Abbildung 4: Vergleich der Durchmesseränderungen der drucklosen Proben als Funktion der Bestrahlungsdosis. a) 420°C b) 500°C

Bei 420°C unterscheiden sich die Legierungen sowohl in ihrer Inkubationsdosis als auch in ihrer Schwellrate. Während die B-Charge bereits bei ca. 20 dpa_{NRT} zu schwellen beginnt, tritt für die I-, K- und L-Charge erst ab ca. 40 dpa_{NRT} Schwellen auf. Betrachtet man nur die jeweils letzten Meßpunkte und bestimmt für diese die lineare Schwellrate, so ergibt sich für die B-, K- und L-Charge ca. 0,07 %/dpa_{NRT} und für die I-Charge 0,04 %/dpa_{NRT}. Dies bedeutet, daß die Erhöhung des Si-Gehaltes bei 420°C zu einer Erhöhung der Inkubationsdosis führt, ohne Einfluß auf die Schwellrate zu haben. Die Reduktion des Ti-Gehaltes reduziert wiederum die Schwellrate ohne Einfluß auf die Inkubationsdosis zu haben. Der Unterschied in der Lösungsglühtemperatur zwischen der K- und L-Charge hat keinen Einfluß auf das Schwellverhalten.

Bei 500°C weisen alle Legierungen dieselbe Inkubationsdosis auf, unterscheiden sich jedoch in ihrer Schwellrate. Diese liegt für die B-Charge bei 0,02 %/dpa_{NRT}, für die K- und die L-Charge bei 0,016 %/dpa_{NRT} und für die I-Charge bei 0,007 %/dpa_{NRT}. In diesem Fall bewirken somit sowohl die Erhöhung des Si-Gehaltes und die Reduktion des Ti-Gehaltes eine Reduk-

tion der Schwellrate. Der Unterschied in der Lösungsglüh­temperatur zwischen der K- und L-Charge hat wiederum keinen Einfluß auf das Schwellverhalten.

Der Neutronenfluß ϕ ist in einem Reaktor stark ortsabhängig. Bei den bisher vorgestellten Ergebnissen wurden alle Proben mit dem maximalen Fluß bestrahlt, der in Tabelle 1 angegeben ist. Für die B- und die K-Charge wurden auch Proben mit kleinerem Fluß bestrahlt. In Abbildung 5 ist der Neutronenfluß als Funktion der Bestrahlungsposition dargestellt. Im Bereich der Flanke ($\phi / \phi_{\max} = 30 - 60 \%$) variiert der Neutronenfluß über die gesamte Probenlänge um ca. 4 % bezogen auf den maximalen Fluß.

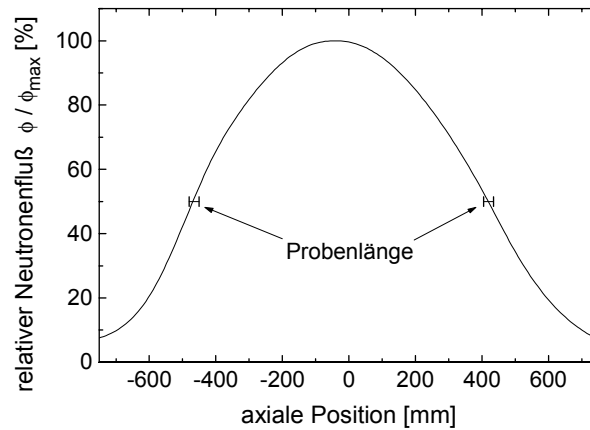


Abbildung 5: Relativer Neutronenfluß als Funktion der Bestrahlungsposition

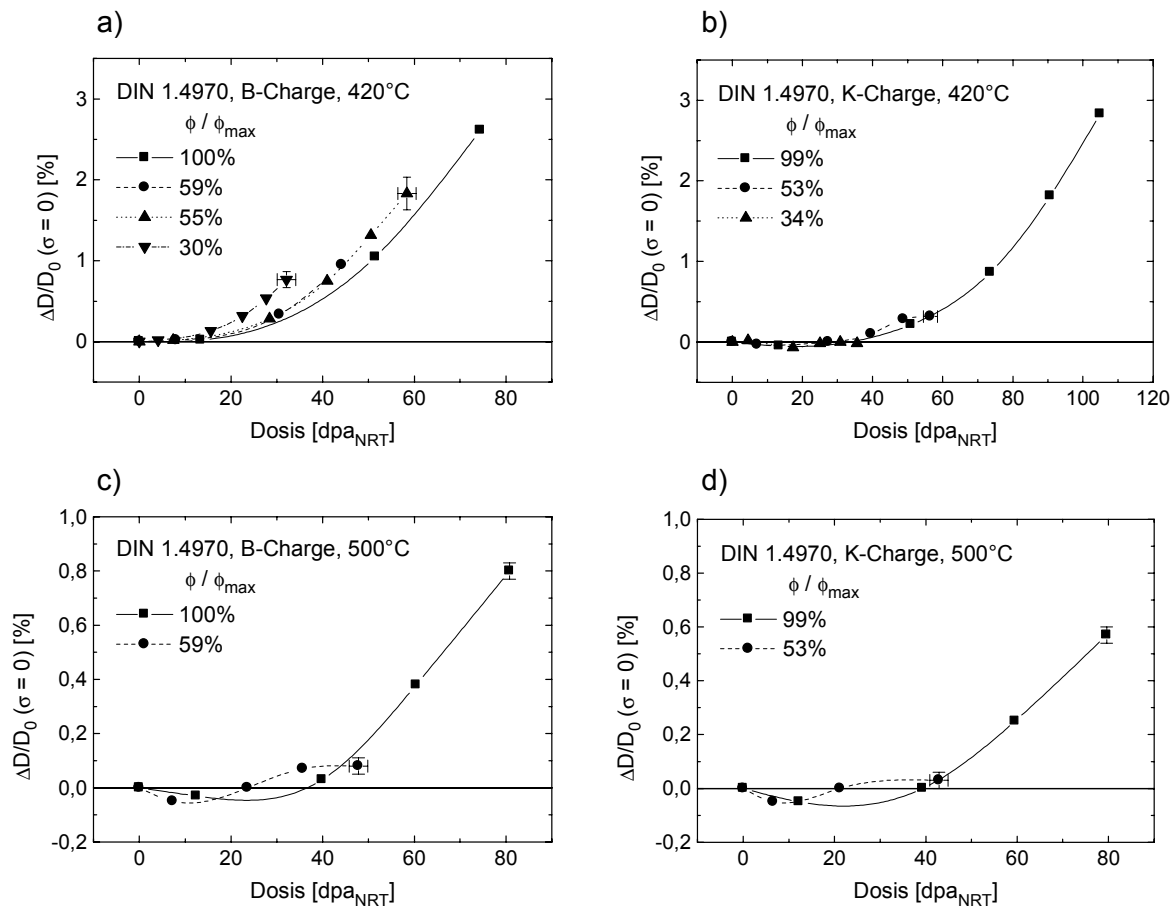


Abbildung 6: Abhängigkeit des Schwellens vom Neutronenfluß. Wenn zu einzelnen Meßpunkten kein Fehlerbalken angegeben ist, so ist dieser kleiner als die Symbolgröße. a) 420°C, B-Charge b) 420°C, K-Charge c) 500°C, B-Charge d) 500°C, K-Charge

In Abbildung 6 ist das Schwellen der B- und K-Charge bei 420 und 500°C als Funktion der Dosis für verschiedene Flüsse dargestellt. Im Rahmen der Meßgenauigkeit zeigt sich nur für die B-Charge bei 420°C ein signifikanter Einfluß durch den Fluß. In diesem Fall nimmt das Schwellen bei gleicher Dosis mit abnehmendem Fluß zu.

Im Folgenden werden nur Proben betrachtet, bei denen der relative Neutronenfluß mindestens 90 % betrug.

3.2 Ergebnisse der Längenmessungen: Spannungsgetriebenes Schwellen

Unter spannungsgetriebenen Schwellen versteht man die Volumenänderung $\Delta V/V_0$, die zusätzlich zum normalen Schwellen auftritt, wenn eine mechanische Spannung wirkt. Da in diesem Fall immer auch Kriechen auftreten kann, ist die Bestimmung des spannungsgetriebenen Schwellens durch die Bestimmung der Durchmesseränderung nicht möglich. Nach dem Soderberg-Theorem wird jedoch die Längenänderung eines Druckröhrchens nur von der Volumenänderung bestimmt. D.h. die Differenz der Längenänderung einer drucklosen und einer druckbeaufschlagten Kapseln ergibt das spannungsgetriebene lineare Schwellen (siehe Gleichung 2). Außerdem kann das Volumenschwellen nach der Bestrahlung auch aus der Dichteänderung bestimmt werden. Das spannungsgetriebene Volumenschwellen ergibt sich dann wiederum aus der Differenz des Volumenschwellens einer druckbeaufschlagten und einer drucklosen Probe.

In Abbildung 7 ist das spannungsgetriebene lineare Schwellen $\epsilon_s(\sigma)$ für die B-, I-, K- und L-Charge bei 420°C dargestellt. Zum Vergleich der oben beschriebenen Methoden wurde das spannungsgetriebene Volumenschwellen $\Delta V/V(\sigma)$ in das lineare Schwellen $\epsilon_s(\sigma)$ umgerechnet.

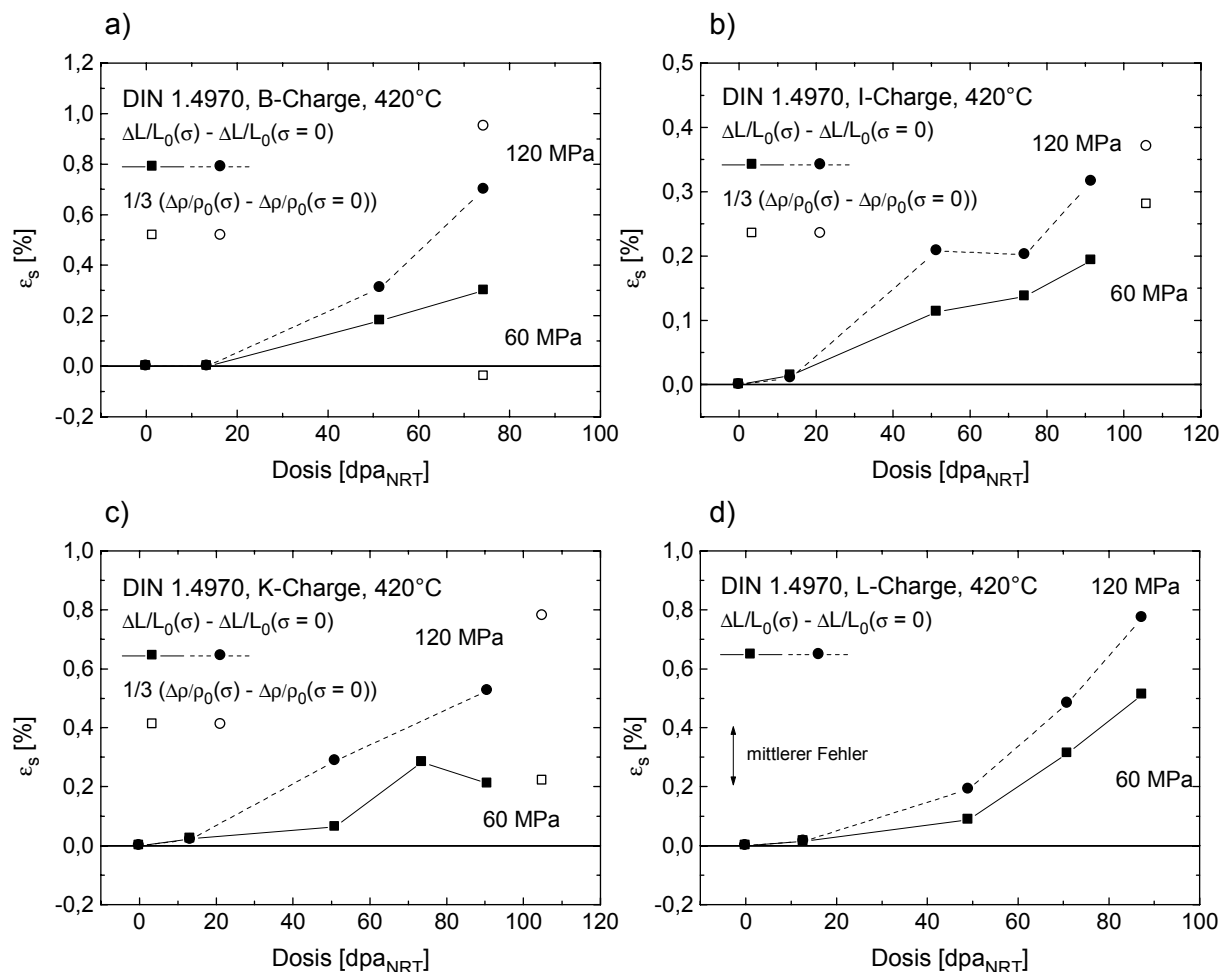


Abbildung 7: Spannungsgetriebenes Schwellen als Funktion der Dosis bei 420°C. Der, in d) angegebene mittlere Fehler gilt auch für die anderen Teilbilder.
a) B-Charge, b) I-Charge, c) K-Charge, d) L-Charge

Obwohl das spannungsgetriebene Schwellen als Differenz zweier großer Zahlen bestimmt wird, ist die Übereinstimmung zwischen den Längen- und Dichtemessungen zufriedenstellend. Nur für die B-Charge weichen die Werte sowohl für 60 als auch für 120 MPa deutlich voneinander ab. Dabei zeigt sich jedoch keine systematische Abweichung zwischen den Meßmethoden.

Der direkte Vergleich der Chargen in Abbildung 8 a) zeigt, daß die Rangfolge innerhalb der Legierungen in Bezug auf die Schwellresistenz im wesentlichen erhalten bleibt. Die Unterschiede zwischen der B- und der I-Charge sind jedoch nicht so groß wie beim spannungsfreien Schwellen. Dagegen verhalten sich die K- und die L-Charge beim spannungsgetriebenen Schwellen unterschiedlich, obwohl sie sich beim spannungsfreien Schwellen praktisch identisch verhalten.

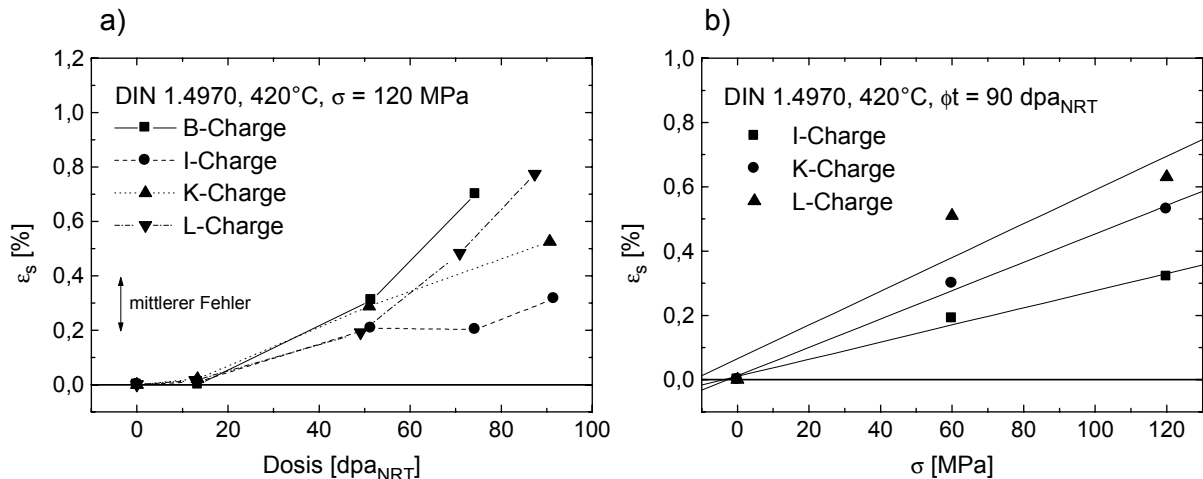


Abbildung 8: a) Vergleich des spannungsgetriebenen linearen Schwellens bei 420°C und 120 MPa. b) Spannungsgetriebenes lineares Schwellen als Funktion der Umfangsspannung bei 90 dpa_{NRT} und 420°C.

In Abbildung 8 b) ist die Spannungsabhängigkeit des spannungsgetriebenen linearen Schwellens bei 90 dpa_{NRT} und 420°C dargestellt. Für alle Chargen nimmt das spannungsgetriebene Schwellen innerhalb der Meßgenauigkeit linear mit der Spannung zu.

Zur mathematischen Beschreibung des erhöhten Schwellens unter Spannung ist es notwendig, die Voraussetzungen für spannungsfreies Schwellen zu betrachten. Damit Porenschwellen in einer Probe auftritt, müssen zwei Voraussetzungen erfüllt sein [Her81]: 1. Für die Porenentstehung müssen sog. Porenkeime gebildet werden. Dies können Leerstellen-Cluster oder He-Blasen sein. 2. Für das Porenwachstum muß ein Nettofluß von Leerstellen zu den Poren vorhanden sein. Eine mechanische Spannung kann zum einen die Bildung von Porenkeimen erleichtern bzw. beschleunigen. In diesem Fall wird durch die Spannung die Inkubationsdosis verkürzt. Zum anderen kann die Spannung den Nettofluß von Leerstellen zu den Poren erhöhen. Dieser Mechanismus resultiert in einer erhöhten Schwellrate. In Abbildung 9 sind die Auswirkungen der beiden Modelle auf das Schwellen als Funktion der Dosis dargestellt [Gar81.2]. Im Falle der verkürzten Inkubationsdosis ergibt sich nach Erreichen einer konstanten Schwellrate ein konstantes spannungsgetriebenes Schwellen, während im Falle der erhöhten Schwellrate das spannungsgetriebene Schwellen mit zunehmender Dosis zunimmt.

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

Erhöhte Schwellrate:

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

Verkürzte Inkubationsdosis:

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

Die Ergebnisse können mit beiden Formeln gleich gut beschrieben werden. Es ist daher anhand der mathematischen Analyse keine Entscheidung über den zugrundeliegenden Mechanismus möglich. Es ergibt sich mit $\phi t = 51 - 106 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$, $\sigma = 60$ und 120 MPa , $T = 420^\circ\text{C}$:

B- Charge:	$A = 4,5 \pm 1 \times 10^{-3} \text{ MPa}^{-1}$	$B = 2,7 \pm 1 \times 10^{-4} \text{ MPa}^{-1}$
I- Charge:	$A = 4 \pm 2 \times 10^{-3} \text{ MPa}^{-1}$	$B = 1,5 \pm 0,5 \times 10^{-4} \text{ MPa}^{-1}$
K- Charge:	$A = 6 \pm 3 \times 10^{-3} \text{ MPa}^{-1}$	$B = 3 \pm 1 \times 10^{-4} \text{ MPa}^{-1}$
L- Charge:	$A = 9 \pm 1,5 \times 10^{-3} \text{ MPa}^{-1}$	$B = 3,5 \pm 2 \times 10^{-4} \text{ MPa}^{-1}$

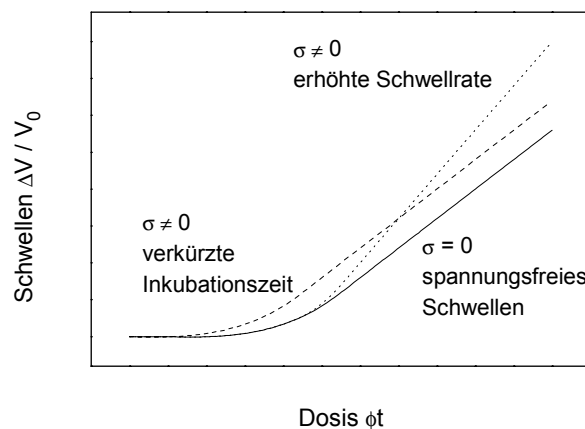


Abbildung 9: Schematische Darstellung der diskutierten Modelle zum spannungsgetriebenen Schwellen.

3.3 Ergebnisse der Durchmesserbestimmungen der druckbeaufschlagten Proben: Bestrahlungsinduziertes Kriechen

Bestrahlungsinduziertes Kriechen tritt in Proben unter n-Bestrahlung in einem Temperaturbereich auf, in dem thermisches Kriechen nicht beobachtet wird. Bei Experimenten mit Druckkapseln wird die Durchmesseränderung der druckbeaufschlagten Proben durch das Kriechen und Schwellen verursacht. Von besonderem Interesse ist die Spannungsabhängigkeit der Kriechdehnung und die Korrelation zwischen der Kriechdehnung und dem Schwellen.

3.3.1 Kriech-Schwellkorrelation bei 420°C ,

Aufgrund der kleinen Datenbasis bei 500 und 600°C wurde in den bisherigen Veröffentlichungen nur das Kriechen bei 420°C behandelt. Diese Ergebnisse sollen im folgenden noch einmal kurz zusammengefaßt werden.

In [Her90.1] wurde gezeigt, daß für $50 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$ ein linearer Zusammenhang besteht zwischen der Durchmesseränderung der druckbeaufschlagten Proben $\Delta D/D_0(\sigma)$ und dem spannungsfreien linearen Schwellen $\varepsilon_S(\sigma=0) = \Delta D/D_0(\sigma=0)$, sowie dem wahren Kriechen $\varepsilon_K^w(\sigma)$ und dem gesamten linearen Schwellen $\varepsilon_S^{\text{tot}}(\sigma)$. Dabei liegen die 1.4970-Chargen mit verschiedenen 15Cr15Ni-Modellegierungen auf gemeinsamen Geraden.

Der funktionale Zusammenhang wurde mit folgender Formel beschrieben. Dabei entspricht der erste, schwellenunabhängige Term dem SIPA-Kriechen [Hea74.1] und der zweite schwellenabhängige Term dem I-Creep von Gittus [Git72].

$$\varepsilon_K^w(\sigma, \phi t) = \text{SIPA} \cdot \sigma \cdot \phi t + \text{IC} \cdot \varepsilon_S^{\text{tot}}(\sigma, \phi t) \cdot \sigma^n$$

Gl. 10

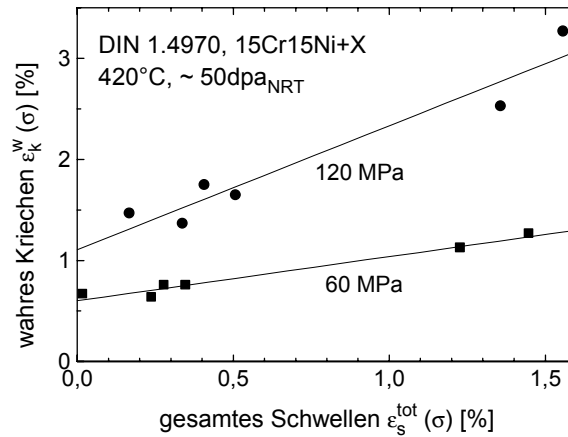


Abbildung 10: Wahres Kriechen als Funktion des gesamten linearen Schwellens für 420°C und 50 dpa_{NRT}. [Her90.1]

Für jede Umfangsspannung σ ergibt sich eine Gerade. Aus dem Achsenabschnitt, der Dosis $\phi t = 50 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$ und der Umfangsspannung σ wird SIPA bestimmt und aus der Steigung der Ausgleichsgeraden und der Umfangsspannung σ IC. Dabei lassen sich die Ergebnisse am besten mit einem Spannungsexponenten $n = 1,5$ beschreiben. Herschbach et al. [Her90.1] erhielten:

$$\begin{aligned} \text{SIPA} &= 1,9 \times 10^{-6} \text{ 1/MPa dpa}_{\text{NRT}} \\ \text{IC} &= 9,5 \times 10^{-4} \text{ 1/MPa}^{1,5} \end{aligned}$$

Für die Bestimmung des wahren Kriechens $\varepsilon_K^w(\sigma, \phi t)$ und des gesamten linearen Schwellens $\varepsilon_S^{\text{tot}}(\sigma, \phi t)$ ist die Bestimmung des spannungsgetriebenen Schwellens notwendig. Während der laufenden Bestrahlung ist dies nur über die Bestimmung der Längenänderung möglich. Da über die Genauigkeit dieser Messungen mit fortschreitender Bestrahlung Zweifel auftraten, wurde in [Her93.1] für die 3. und 4. Zwischenvermessung die Korrelation für das scheinbare Kriechen $\varepsilon_K^s(\sigma, \phi t)$ und das spannungsfreie lineare Schwellen $\varepsilon_S(\sigma = 0, \phi t)$ aufgestellt. Der Koeffizient SIPA wurde aus dem Achsenabschnitt des $\Delta D / D_0(\sigma) - \varepsilon_S(\sigma = 0) -$ Diagramms für 50 dpa_{NRT} aus [Her90.1] bestimmt:

$$\text{SIPA} = 2,5 \times 10^{-6} \text{ 1/MPa dpa}_{\text{NRT}}$$

Mit diesem Wert und einem Spannungsexponenten $n = 1,5$ wurden für die vier Chargen des 1.4970 und den Ergebnissen der 2., 3. und 4. Zwischenvermessung (50, 74 und 90 dpa_{NRT}) der IC-Wert nach folgender Formel bestimmt.

$$\text{IC} = \left(\varepsilon_K^s(\sigma, \phi t) - (\text{SIPA} \cdot \sigma \cdot \phi t) \right) / \left(\varepsilon_S(\sigma = 0, \phi t) \cdot \sigma^n \right) \quad \text{Gl. 11}$$

Als Mittelwert ergab sich:

$$\text{IC} \cong 10 \times 10^{-4} \text{ 1/MPa}^{1,5}$$

Im Anschluß an die Veröffentlichungen [Her90,1] und [Her93.1] fand noch eine Bestrahlungskampagne statt. In dieser letzten Kampagne wurden drei Chargen des 1.4970 bis zu 106 dpa_{NRT} bestrahlt. Aus den anschließend bestimmten Werten für das spannungsfreie lineare Schwellen, den Werten für SIPA und IC und einem Spannungsexponenten $n = 1,5$ wurde das scheinbare Kriechen berechnet und mit den gemessenen Werten verglichen. In Abbildung 11 sind die berechneten Werte gegen die experimentell ermittelten Werte aufge-

tragen [Hüb97.2]. Die Werte für $\phi t \leq 90 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$ stammen aus [Her93.1]. Mit zunehmender Kriechdehnung ergibt sich eine Diskrepanz in dem Sinne, daß die berechneten Werte kleiner als die gemessenen sind.

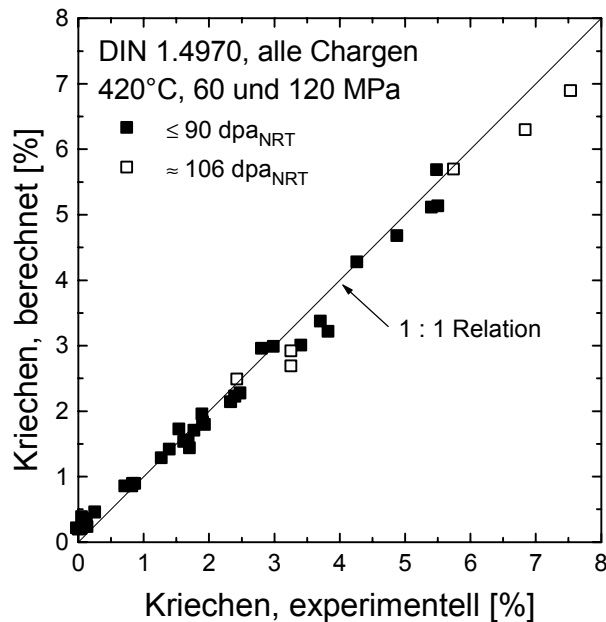


Abbildung 11: Vergleich des berechneten scheinbaren Kriechens mit dem experimentell beobachteten scheinbaren Kriechen ($\text{SIPA} = 2,5 \times 10^{-6} \text{ 1/MPa dpa}_{\text{NRT}}$, $n = 1,5$; $\text{IC} = 10 \times 10^{-4} \text{ 1/MPa}^{1,5}$)

Dies war der Stand der Untersuchungen nach Abschluß der Bestrahlung und der Durchmesserbestimmungen. Nachdem die im Anschluß daran durchgeführten Dichtemessungen die Messungen der Längenänderung zur Bestimmung des spannungsgetriebenen Schwellens bestätigen (Kapitel 3.2), kann jetzt noch einmal die Korrelation zwischen wahrem Kriechen und Gesamtschwellen für alle Bestrahlungsdosen untersucht werden. Insbesondere kann nun die Spannungsabhängigkeit des I-Creep-Term bei höheren Dosen untersucht werden. Dazu wird für jede Dosis ϕt und jede Spannung σ die Korrelation zwischen wahren Kriechen und gesamten linearen Schwellen aufgestellt und die Koeffizienten SIPA und IC nach Gleichung (10) bestimmt. Dabei zeigt sich, daß die Daten gut mit einem Spannungsexponenten $n = 1$ beschrieben werden können. In Tabelle 3 sind die Ergebnisse der einzelnen Zwischenmessungen zusammengefaßt

Tabelle 3: Ergebnisse der Analyse der Kriech-Schwell-Korrelation für die vier Chargen des DIN 1.4970 bei 420°C .

$\phi t \text{ [dpa}_{\text{NRT}}]$	51	51	73	73	90	90
$\sigma \text{ [MPa]}$	60	120	60	120	60	120
$\text{SIPA} \text{ [} 10^{-6} \text{ 1/MPa dpa}_{\text{NRT}}]$	1,8	1,9	2,8	3,1	2,4	2,5
$\text{IC} \text{ [} 10^{-2} \text{ 1/MPa}]$	0,8	0,8	0,2	0,5	0,5	0,7

Da bei $105 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$ nur für zwei Chargen das spannungsgetriebene Schwellen über die Dichtemessung bestimmt wurde, konnte keine sinnvolle Analyse durchgeführt werden. Die Mittelwerte für alle Dosen und Spannungen sind:

$$\text{SIPA} = (2,5 \pm 0,5) \times 10^{-6} \text{ 1/MPa dpa}_{\text{NRT}}$$

$$\text{IC} = (0,6 \pm 0,2) \times 10^{-2} \text{ 1/MPa}$$

In der Literatur finden sich noch weitere Formeln, nach denen Kriech-Schwellkorrelationen ausgewertet werden [Ehr81, Gar94]. Grundsätzlich enthalten alle Formeln einen Term unabhängig vom Schwellen, aber abhängig von Spannung und Dosis, sowie einen Term der pro-

portional zum Schwellen und abhängig von der Spannung ist. Häufig wird die Angabe der Dosisabhängigkeit durch die Verwendung der momentanen Dehn- bzw. Schwellrate umgangen:

$$\dot{\varepsilon} = \Delta\varepsilon/\Delta\phi t \quad \text{Gl. 12}$$

Der Vorteil der Analyse von Schwellraten ist, daß durch die Differenzbildung die Verdichtung zu Beginn der Bestrahlung keinen Einfluß auf den Schwellwert mehr besitzt. Da die Kriechdehnung bei allen Formeln als Differenz aus druckbeaufschlagter und druckloser Probe bestimmt wird, hat die Verdichtung grundsätzlich keinen Einfluß auf sie.

Für den Vergleich mit Literaturdaten und um den Einfluß der Verdichtung zu bestimmen wurden die Daten nochmals mit folgender Formel analysiert [Gar94]:

$$\frac{\dot{\varepsilon}}{\bar{\sigma}} = B_0 + D \cdot \dot{S} \quad \text{Gl. 13}$$

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

für die Koeffizienten gilt:

$$B_0 = 4/3 \cdot \text{SIPA}$$

$$D = 4/9 \cdot \text{IC}$$

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

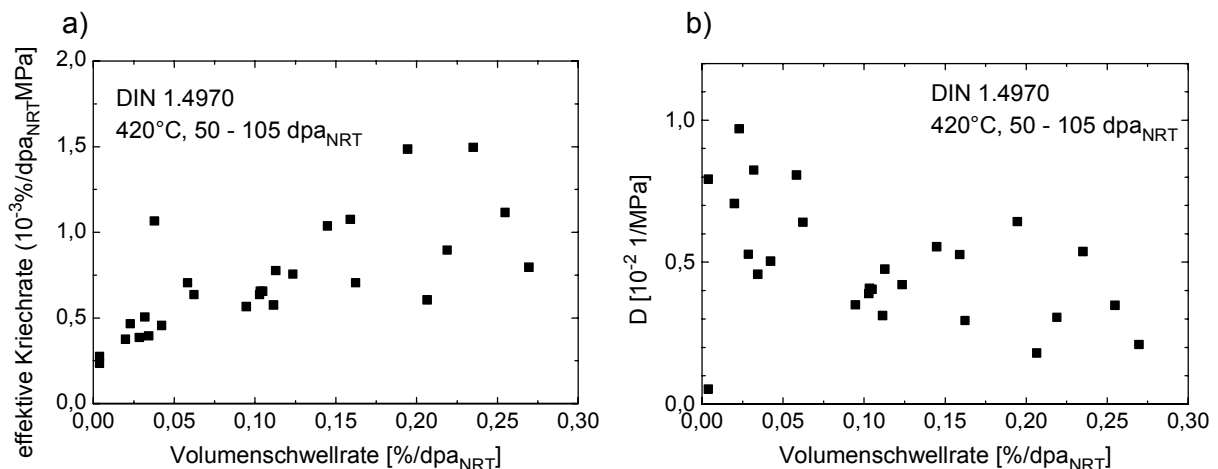


Abbildung 12: a) Effektive Kriechrate $\dot{\varepsilon}/\bar{\sigma}$ als Funktion der Volumenschwellrate \dot{S} für 420°C und $\phi t = 50 - 105 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$. b) Korrelationskoeffizient D als Funktion der Volumenschwellrate \dot{S} für 420°C und $\phi t = 50 - 105 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$.

Für $\dot{S} = 0$ ergibt sich B_0 . Bestimmt man für jeden Meßpunkt den Korrelationskoeffizient D, so zeigt sich, daß er mit zunehmender Schwellrate abnimmt.

In Tabelle 4 sind die mit beiden Methoden bestimmten Koeffizienten gegenübergestellt. Der Korrelationskoeffizient D stimmt bei beiden Methoden überein, wobei bei der Bestimmung mit Gleichung 13 eine wesentlich größere Streuung auftritt. Dies mag daran liegen, daß bei der ersten Methode der Korrelationskoeffizient nicht für jeden einzelnen Meßpunkt bestimmt wurde, sondern jeweils als Mittelwert für alle Punkte mit gemeinsamer Dosis und Spannung. Der schwellunabhängige Kriechkoeffizient B_0 ist bei Gleichung 10 signifikant größer als bei Gleichung 13. Dies läßt sich durch die Vernachlässigung der Verdichtung bei Gleichung 10 erklären. Die Koeffizienten B_0 bzw. SIPA werden durch die Kriechdehnung für $\dot{S} = 0$ bzw. $\varepsilon_S^{\text{tot}}(\sigma, \phi t) = 0$ bestimmt. Wenn eine Verdichtung zu Beginn der Bestrahlung auftritt, ent-

spricht $\varepsilon_S^{\text{tot}}(\sigma, \phi t) = 0$ jedoch nicht dem Punkt in dem kein Schwellen auftritt, sondern dem Punkt, in dem das Schwellen gerade so groß ist wie die Verdichtung zu Beginn der Bestrahlung. Daher beinhaltet die Kriechdehnung bei $\varepsilon_S^{\text{tot}}(\sigma, \phi t) = 0$ nicht nur den schwellunabhängigen Kriechanteil, sondern auch einen schwellabhängigen Anteil. D.h. bei der Bestimmung der Kriech-Schwell-Kopplung mit Gleichung 10 wird B_0 grundsätzlich zu hoch bestimmt.

Tabelle 4: Vergleich der mit verschiedenen Methoden bestimmten Kriechkoeffizienten für 420°C.

	Gleichung 10	Gleichung 13
B_0 [10^{-6} 1/MPa dpa _{NRT}]	3,2 ± 0,5	2,3
D [10^{-2} 1/dpa _{NRT}]	0,6 ± 0,1	0,2 - 1,0

3.3.2 Kriech-Schwellkorrelation bei 500°C

Da bei 500°C alle 1.4970 Chargen eine signifikante Verdichtung zu Beginn der Bestrahlung aufweisen (Abbildung 4), wurde bei der Analyse der Kriech-Schwellkorrelation die Kriech- und Schwellraten untersucht. Zur Bestimmung des wahren Kriechens und gesamten Schwellens wurde das spannungsgetriebene Schwellen aus der Längenänderung bestimmt. In Abbildung 13 a) sind die so gewonnen effektiven Kriechraten gegen die Volumenschwellrate aufgetragen. Die Extrapolation der Kriechrate für $\dot{S} = 0$ ergibt

$$B_0 = 1 \times 10^{-6} \text{ 1/MPa dpa}_{\text{NRT}}$$

Der mit diesem Wert für jeden Datenpunkt bestimmte Korrelationskoeffizient D ist in Abbildung 13 b) dargestellt. Mit zunehmender Schwellrate nimmt die Streuung ab und es ergibt sich :

$$D = 0,5 \pm 0,1 \times 10^{-2} \text{ 1/MPa}$$

Eine Abnahme des Koeffizienten kann nicht festgestellt werden, wobei der untersuchte Wertebereich der Volumenschwellrate auch kleiner als bei 420°C ist.

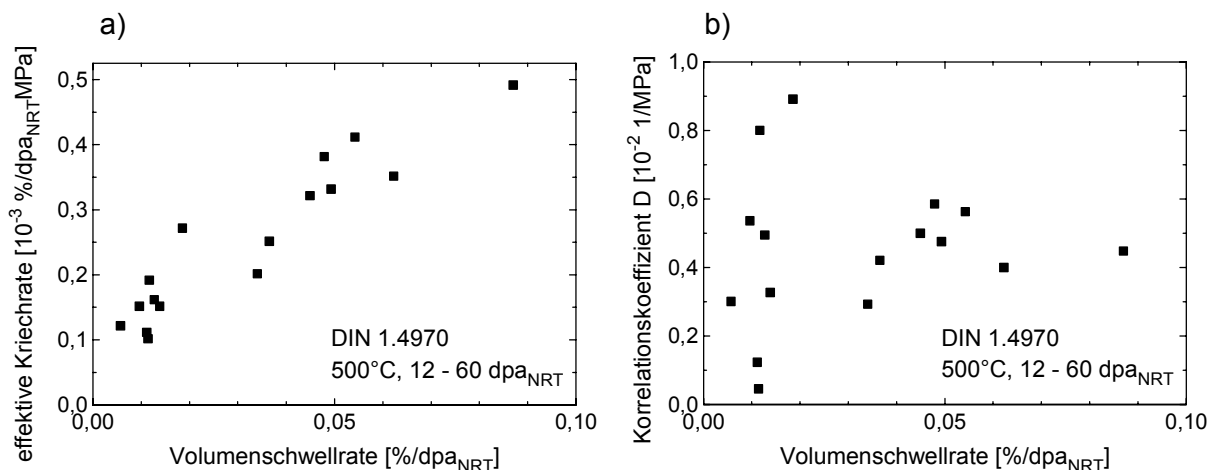


Abbildung 13: a) Effektive Kriechrate $\dot{\varepsilon}/\bar{\sigma}$ als Funktion der Volumenschwellrate \dot{S} für 500°C und $\phi t = 12 - 60 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$. b) Korrelationskoeffizient D als Funktion der Volumenschwellrate \dot{S} für 500°C und $\phi t = 12 - 60 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$.

In Abbildung 14 sind die effektiven Kriechraten für 420°C und 500°C verglichen. Man sieht, daß sich die Kriechraten nur um einen konstanten Betrag unterscheiden. In der Analyse wirkt sich dies in einem kleineren B_0 -Wert für 500°C aus, während der Korrelationskoeffizient bei beiden Temperaturen gleich ist.

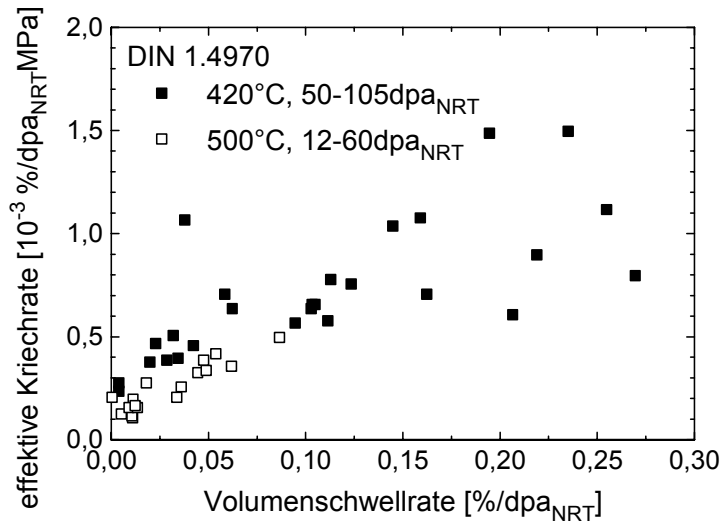


Abbildung 14: Vergleich der effektiven Kriechraten $\dot{\epsilon} / \bar{\sigma}$ als Funktion der Volumenschwellrate \dot{S} für 420°C und 500°C.

3.3.3 Beschreibung des Kriechens bei 600°C

Im folgenden Bild ist die Durchmesseränderung der druckbeaufschlagten Proben bei 600°C dargestellt. Da bei dieser Temperatur kein Schwellen auftritt ist diese gleich dem scheinbaren Kriechen bzw. dem wahren Kriechen. Man erkennt schon bei dieser Darstellung, daß das Kriechen weder proportional zur Bestrahlungsdosis, noch proportional zur Spannung ist. Alle vier Chargen zeigen das gleiche Verhalten. Eine genauere Analyse ist aufgrund der geringen Datenmenge nicht möglich. Insbesondere kann anhand zweier Umfangsspannungen keine Spannungsabhängigkeit bestimmt werden.

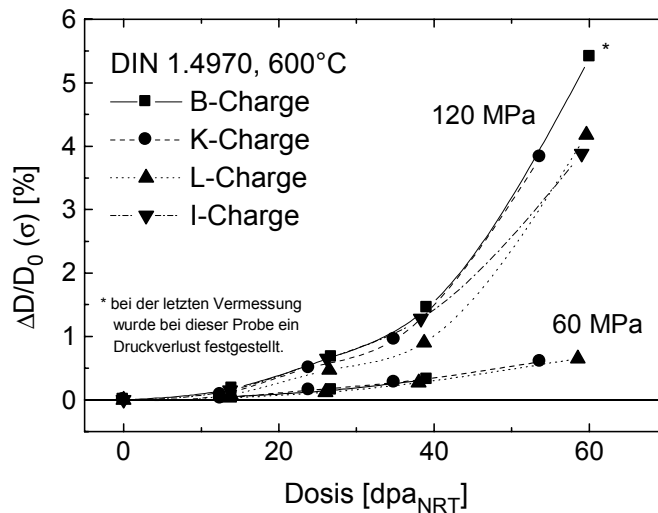


Abbildung 15: Durchmesseränderung der druckbeaufschlagten Proben bei 600°C als Funktion der Dosis

4 Ergebnisse der Untersuchungen mit dem Transmissionselektronenmikroskop

Mit Hilfe des Transmissionselektronenmikroskops (TEM) wurden die Porenstruktur und die Ausscheidungen der bestrahlten Proben untersucht.

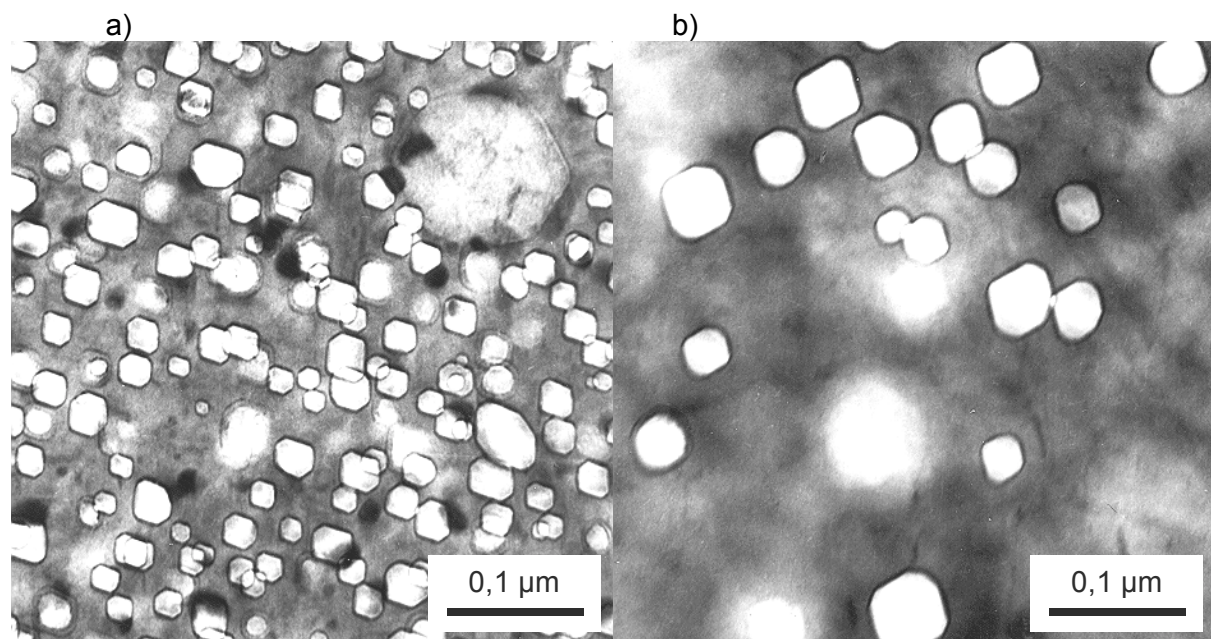
4.1 Porenstruktur der drucklosen Proben

In Tabelle 5 sind die Ergebnisse der TEM-Analyse der Porenstruktur für die drucklosen Proben zusammengefaßt. Außerdem ist das aus diesen Daten abgeleitete Volumenschwellen $\Delta V/V$ angegeben. Zum Vergleich sind auch die Ergebnisse der Dichtemessungen und der Durchmesserbestimmungen für das Schwellen angeführt. Unter der Annahme, daß das lineare Schwellen 1/3 des Volumenschwellen beträgt, stimmen die mit verschiedenen Verfahren bestimmten Schwellwerte gut überein.

Tabelle 5: Ergebnisse der Porenauswertung und Dichtemessung für drucklose Proben ($\sigma=0$)

Probe	B15	B31	B46	I14	K23	K80
Temperatur [°C]	420	500	600	420	420	420
Dosis ϕt [dpa _{NRT}]	74	81	60	106	105	36
Mittlerer Porendurchmesser d [nm]	25,6	49,8	---	24,9	27,2	16,1
d_{\min} [nm]	8	21	---	8	8	8
d_{\max} [nm]	76	116	---	67	64	33
Porenkonzentration c [10^{15} cm^{-3}]	7,9	0,29	---	5,6	5,8	0,26
$\Delta V/V$ [%]	8,0	2,2	---	5,6	7,7	0,1
$\Delta \rho/\rho_0$ [%]	8,1	2,0	-0,3	5,9	9,4	-0,3
$3 \Delta D/D_0$ ($\sigma = 0$) [%]	8,8	2,4	-0,1	5,6	8,5	0,0

Zur Bestimmung des Temperatureinflusses wurden drei Proben der B-Charge untersucht, die bei den drei Bestrahlungstemperaturen mit vergleichbaren Dosen bestrahlt wurden. Die Abnahme des Schwellens mit zunehmender Temperatur wird durch die drastische Abnahme der Porenkonzentration verursacht, während der mittlere Porendurchmesser von 420°C zu 500°C zunimmt. Bei 600°C sind keine Poren, jedoch einzelne He-Blasen zu beobachten (Abbildung 16). Die räumliche Porenverteilung ist für die 420°C-Probe sehr homogen, wohingegen die Poren in der 500°C-Probe ungleichmäßig verteilt sind.



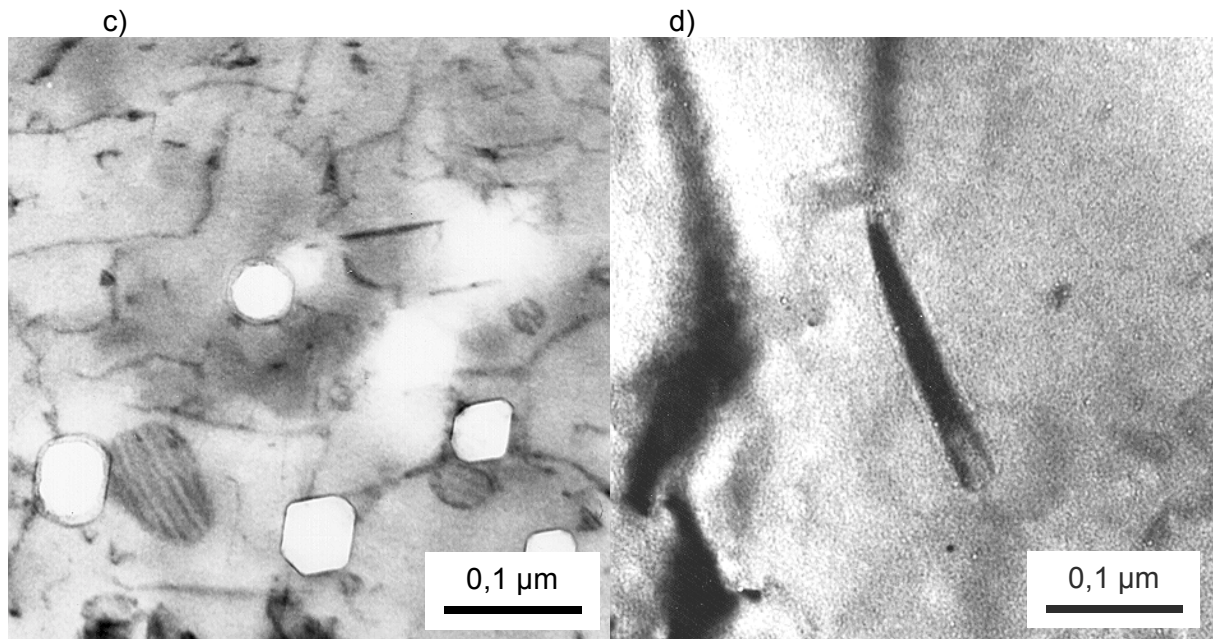


Abbildung 16: Temperatureinfluß auf die Porenstruktur der B-Charge a) 420°C, 74 dpa_{NRT}. Die Poren sind mit kleinen M₂₃C₆-Ausscheidungen assoziiert. Rechts oben ist eine primäre TiC-Ausscheidung zu erkennen. b) 500°C, 81 dpa_{NRT} hohe Porendichte ($\sim 0,6 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$). c) 500°C, 81 dpa_{NRT}, niedrige Porendichte ($\sim 0,18 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$) und Versetzungsloops. d) 600°C, 60 dpa_{NRT}, He-Blasen an sekundären TiC-Ausscheidungen.

Der Vergleich der unterschiedlichen Chargen bei 420°C wird durch die niedrige Dosis der Probe B15 erschwert. In Abbildung 17 ist die Porenkonzentration der drei Chargen als Funktion des Porendurchmessers dargestellt. Der Vergleich von K- und I-Charge zeigt, daß das höhere Schwellen der K-Charge durch einen größeren Porendurchmesser verursacht wird, wohingegen die Porenkonzentrationen nahezu gleich sind. Vergleicht man die Proben B15 und K23, die einen ähnlichen Schwellbetrag aufweisen, so zeigt B15 einen kleineren Porendurchmesser bei deutlich erhöhter Porenkonzentration. Vergleicht man dieses Ergebnis mit Abbildung 4 a), so zeigt sich, daß die Probe mit der niedrigsten Inkubationsdosis (B15) die höchste Porenkonzentration aufweist, während die Proben mit ähnlicher Inkubationsdosis (K23, I14) auch ähnliche Porenkonzentrationen zeigen. Von diesen Proben wiederum weist die Probe mit der höheren Schwellrate den größeren Porendurchmesser auf.

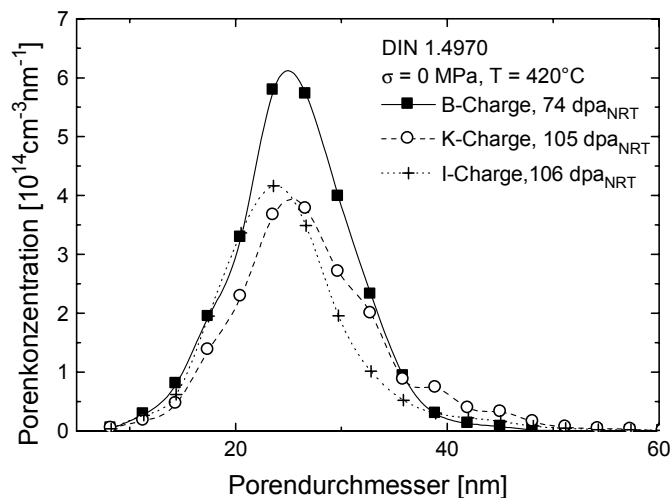


Abbildung 17: Porenkonzentration pro 3 nm Klassenbreite als Funktion des Porendurchmessers für drei Chargen des DIN 1.4970 bei 420°C.

Zur Bestimmung der Entwicklung der Porenstruktur während der Bestrahlung wurde eine Probe der K-Charge mit 36 dpa_{NRT} (K80) untersucht. Obwohl die Probe kein Schwellen zeigt, finden sich bereits Poren. Der mittlere Porendurchmesser beträgt bei 36 dpa_{NRT} bereits die Hälfte des Wertes bei 105 dpa_{NRT}, während die Porenkonzentration erst 1/20 des entsprechenden Wertes erreicht hat.

4.2 Porenstruktur der druckbeaufschlagten Proben

Der Einfluß der Spannung auf die Porenstruktur wurde für Proben der I- und K- Charge anhand der Proben mit Maximaldosis untersucht. Die Ergebnisse sind in Tabelle 6 zusammengestellt. Zum Vergleich sind auch die Ergebnisse der Dichtemessungen angegeben.

Tabelle 6: Ergebnisse der Porenauswertung und Dichtemessung für 420°C-Proben der I- und K-Charge. Zur Bestimmung des mittleren Porendurchmessers wurden mindestens 2000 Poren ausgewertet.

Probe	I14	I08	I04	K23	K10	K04
Umfangsspannung σ [MPa]	0	60	120	0	60	120
Dosis ϕt [dpa _{NRT}]	106	106	105	105	106	105
Mittlerer Porendurchmesser d [nm]	24,9	27,2	27,0	27,2	28,0	28,9
d_{\min} [nm]	8	8	8	8	8	8
d_{\max} [nm]	67	79	82	64	76	79
Porenkonzentration c [10^{15} cm^{-3}]	5,6	4,7	5,5	5,8	6,3	6,2
$\Delta V/V$ [%]	5,6	6,2	7,1	7,7	9,2	10,5
$\Delta \rho/\rho_0$ [%]	5,9	6,7	6,9	9,4	10,0	11,3

Für beide Charge ergibt sich eine Zunahme des Volumenschwellens $\Delta V/V$ mit zunehmender Umfangsspannung. Die Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Dichtemessung sind gut. Ein Einfluß der mechanischen Spannung auf die Porenkonzentration kann nicht festgestellt werden. Der mittlere Porendurchmesser nimmt bei beiden Chargen mit zunehmender Spannung zu. Dieser Einfluß der Spannung auf den Porendurchmesser wird auch durch den größten beobachtbaren Porendurchmesser d_{\max} deutlich, der ebenfalls mit der Spannung zunimmt. Da jedoch Proben mit kleinere Dosen und unterschiedlichen Spannungen fehlen, kann keine Aussage über die Inkubationsdosis bzw. die Porenwachstumsgeschwindigkeit gemacht werden.

4.3 Ergebnisse der Ausscheidungsbestimmung

In Tabelle 7 sind die, in verschiedenen Chargen des DIN 1.4970 gefundenen Ausscheidungen mit ihrem Kristallsystem und ihren experimentell bestimmten Gitterkonstanten zusammengestellt. Außerdem sind die, in der Literatur für diese Ausscheidungen angegebenen Gitterkonstanten angeführt.

Allen Proben gemeinsam ist die Existenz von primären TiC-Ausscheidungen. Diese sind kugelförmig mit einem Durchmesser von 100 - 300 nm.

Tabelle 7: Zusammenstellung der kristallographischen Daten der beobachteten Ausscheidungen.

Ausscheidung	Kristallsystem	Gitterkonstante [Å] gemessen	Gitterkonstante [Å] Literatur
M(Ti)C	Fm3m	4,3 ± 0,02	4,33 [Lee80], 4,3 [Yan87]
M ₂₃ C ₆	Fm3m	10,65 ± 0,1	10,6 [Lee80], 10,7 [Yan87]
γ' (Ni ₃ Si)	Pm3m	3,54 ± 0,02	3,5 [Lee80]
G-Phase (Ni ₁₆ Si ₇ Ti ₆)	Fm3m	11,25 ± 0,09	11,2 [Lee80, Yan87]

Die Temperaturabhängigkeit der Ausscheidungsbildung wurde anhand der drucklosen Proben der B-Charge untersucht (Tabelle 5, Abbildung 16). Nach der Bestrahlung bei 420°C findet man eine hohe Konzentration von kleinen, intragranularen M₂₃C₆-Ausscheidungen. Die meisten von ihnen sind mit Poren assoziiert. Bei 500°C findet man nur noch wenige in-

traganulare $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen. Sie sind ähnlich wie die Poren gegenüber der 420°C Probe vergrößert und ebenfalls teilweise mit den Poren assoziiert. Bei 600°C findet man keine $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen mehr. Statt dessen findet man viele sekundäre MC-Ausscheidungen. Sie treten in zwei unterschiedlichen Morphologien auf. Einige sind oval mit einer Größe von ca. 70 x 150 - 200 nm. Die anderen sind stabförmig mit einer Größe von 30 x 200 nm. Kleine He-Blasen finden sich auf der Grenzfläche Matrix-Ausscheidung. Ähnliche Ausscheidungen wurden in lösungsgeglühtem und ausgelagertem DIN 1.4970 gefunden [Schn86]. Die ungewöhnliche Form dieser Ausscheidungen erklärt sich in beiden Fällen aus der erschwerten Keimbildung aufgrund der niedrigen Versetzungsdichte. Diese nimmt mit zunehmender Bestrahlungstemperatur ab. Bei 420°C beträgt die Versetzungsdichte $(10 \pm 2) \times 10^{10} \text{cm}^{-2}$, bei 500°C $(1,0 \pm 0,3) \times 10^{10} \text{cm}^{-2}$ und bei 600°C nur noch $(0,8 \pm 0,3) \times 10^{10} \text{cm}^{-2}$. Bei 500°C finden sich außerdem große Versetzungsloop mit Stapelfehlerkontrast (Abbildung 16 c) Bei 600°C sind nur Stapelfehlertetraeder als bestrahlungsinduzierte Defekte zu beobachten (Abbildung 18 c).

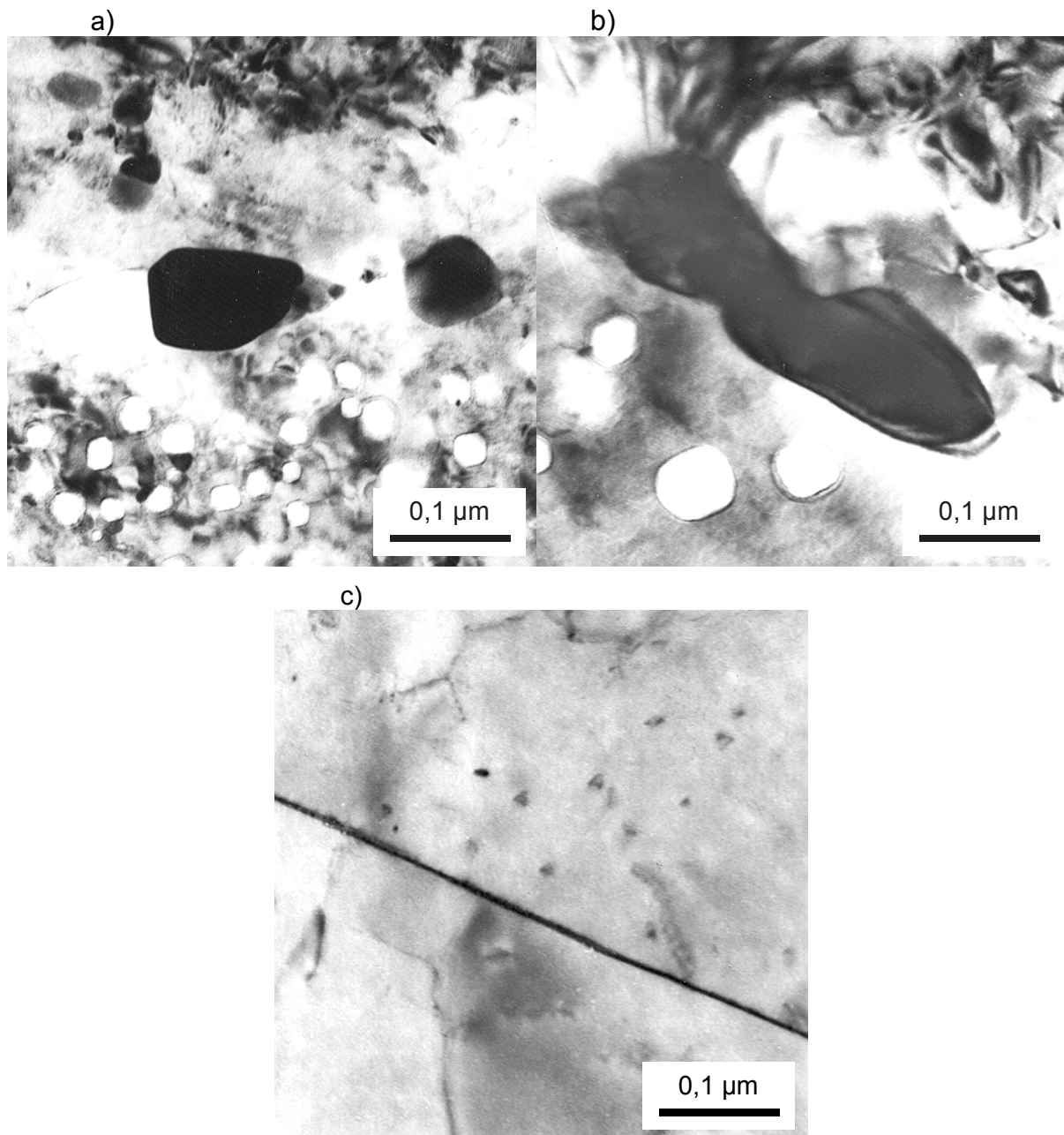


Abbildung 18: Temperatureinfluß auf die Korngrenzen a) 420°C, 74 dpa_{NRT} , b) 500°C, 81 dpa_{NRT} , c) 600°C, 60 dpa_{NRT}

Auf den Korngrenzen findet man nur $M_{23}C_6$, wobei die Belegung mit zunehmender Temperatur abnimmt. Bei 420°C findet man sehr viele Ausscheidungen auf den Korngrenzen, während bei 600°C die Korngrenzen sehr gerade und praktisch ausscheidungsfrei sind. Bei 500°C ist die Korngrenzenbelegung sehr inhomogen, die beobachteten Ausscheidungen sind jedoch wesentlich größer als bei 420°C .

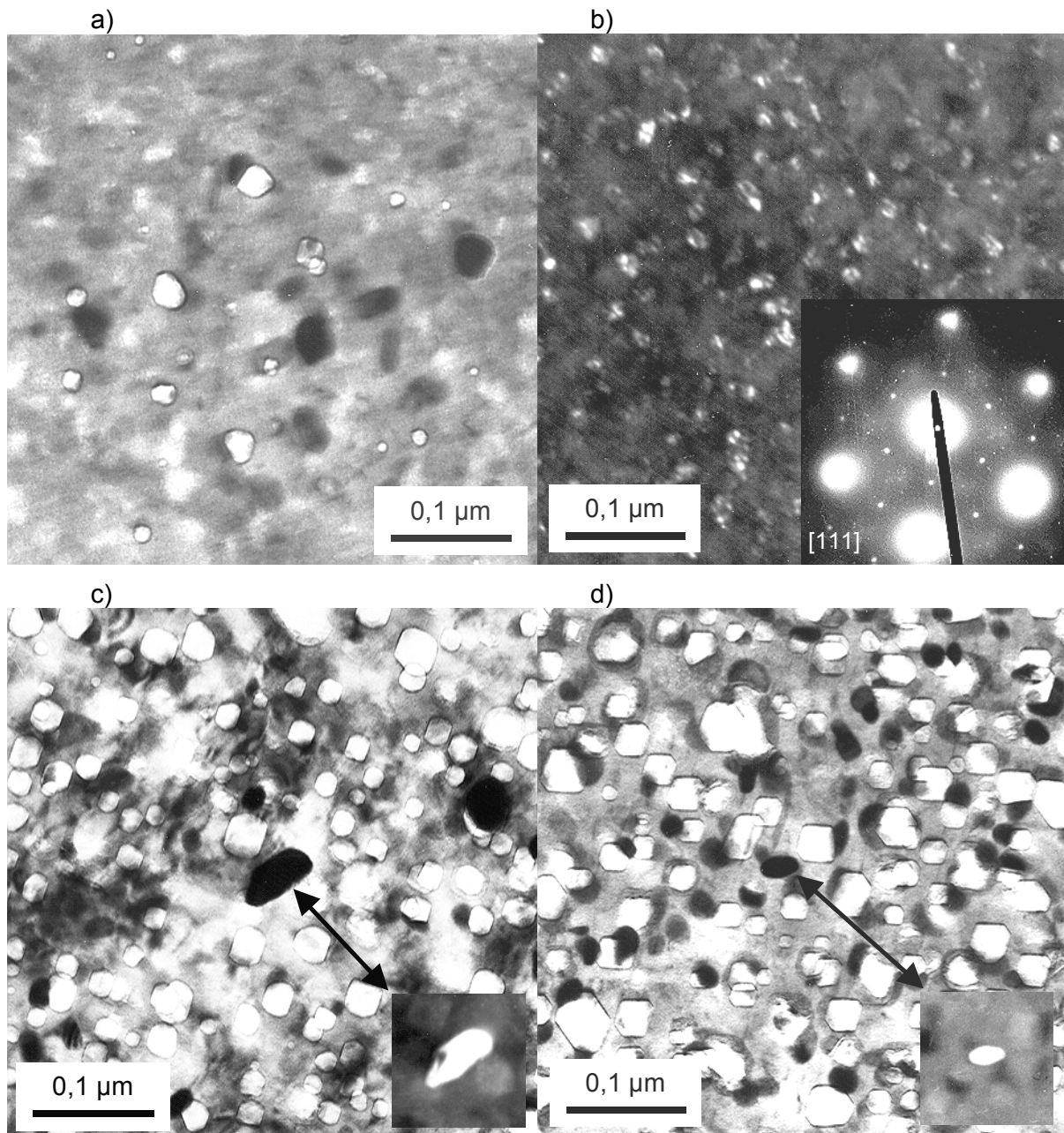


Abbildung 19: Entwicklung der Ausscheidungen der K-Charge mit zunehmender Dosis bei 420°C a) $36 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$, Poren mit $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen, b) $36 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$, γ' -Ausscheidungen in der Dunkelfeldabbildung, c) $106 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$, Poren mit $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen, d) $106 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$, Poren mit G-Phase Ausscheidungen.

Die Entwicklung der Ausscheidungen bei 420°C mit fortschreitender Bestrahlung wurden anhand der Proben der K-Charge untersucht. Bei $36 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$ finden sich schon einige intragranulare $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen mit einem Durchmesser von $20 - 30 \text{ nm}$. Einige sind mit Poren assoziiert. Außerdem findet man sehr feine, kohärente γ' -Ausscheidungen mit einem Durchmesser von $10 - 20 \text{ nm}$ in einer hohen Dichte. Bei $55 \text{ dpa}_{\text{NRT}}$ finden sich ebenfalls $M_{23}C_6$ - und γ' -Ausscheidungen. Allerdings ist die räumliche Verteilung der $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen inhomogen. Dies kann damit zusammenhängen, daß die Probe nicht drucklos war,

sondern während der Bestrahlung eine Umfangsspannung von 120 MPa wirkte. Bei 105 dpa_{NRT} ändert sich die Situation jedoch signifikant. Man findet keine γ' -Ausscheidungen mehr. Die Dichte der $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen ist deutlich höher als bei 36 bzw. 55 dpa_{NRT}. Außerdem findet man kleinere intragranulare Ausscheidungen, die als G-Phase identifiziert wurden.

Auf den Korngrenzen der K-Charge Proben findet man bei allen Proben hohe Konzentrationen von $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen, die mit zunehmender Dosis größer werden (Abbildung 20). Bei 105 dpa_{NRT} treten außerdem noch Ausscheidungen der G-Phase auf den Korngrenzen auf.

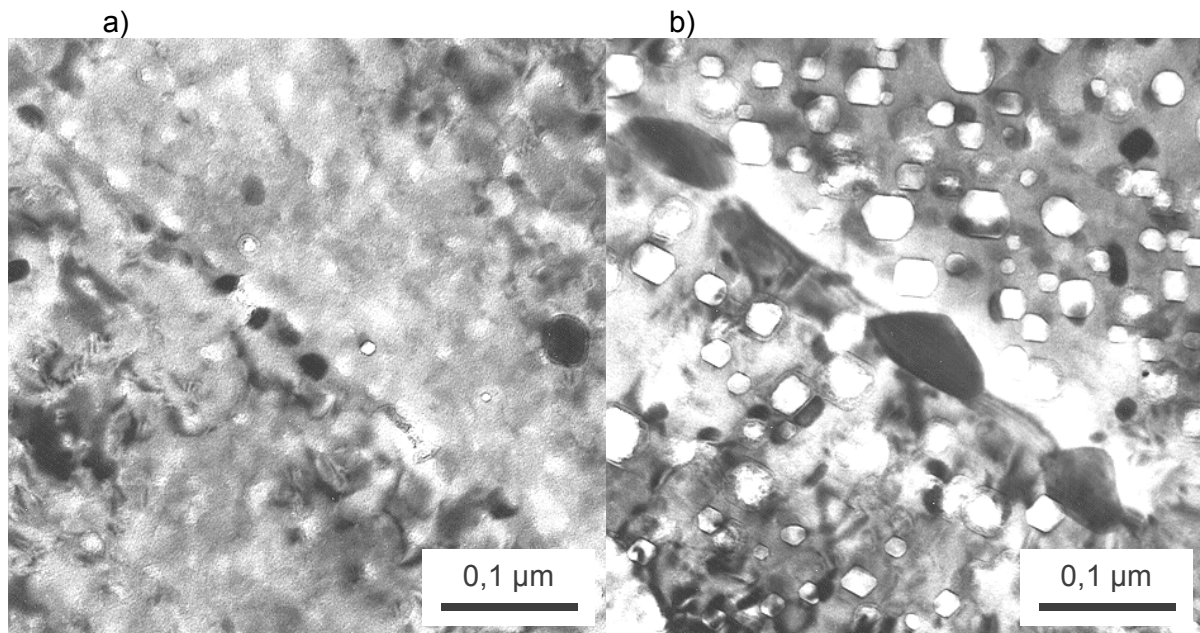


Abbildung 20: Einfluß der Dosis auf die Struktur der Korngrenzen der K-Charge bei 420°C. a) 36 dpa_{NRT}, $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen, b) 106 dpa_{NRT}, $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen.

Der Vergleich der drei Chargen anhand der Proben mit der höchsten Dosis zeigt, daß die B- und die K-Charge eine hohe Dichte an intragranularen $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen aufweisen, die häufig auch mit Poren assoziiert sind. Die K-Charge zeigt außerdem noch kleinere Ausscheidungen der G-Phase, die sich möglicherweise aus den γ' -Ausscheidungen gebildet haben können. Die I-Charge zeigt ebenfalls eine hohe Dichte von $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen (Abbildung 21). Außerdem findet man auch noch schwache Reflexe von kohärenten γ' -Ausscheidungen in den Beugungsbildern. Ausscheidungen der G-Phase konnten nicht gefunden werden. Bei allen drei Chargen sind die Korngrenzen stark mit $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen belegt (Abbildungen 18a, 20b und 21b)

Die Häufigkeit der beobachteten intragranularen Ausscheidungen ist in Tabelle 8 zusammengestellt.

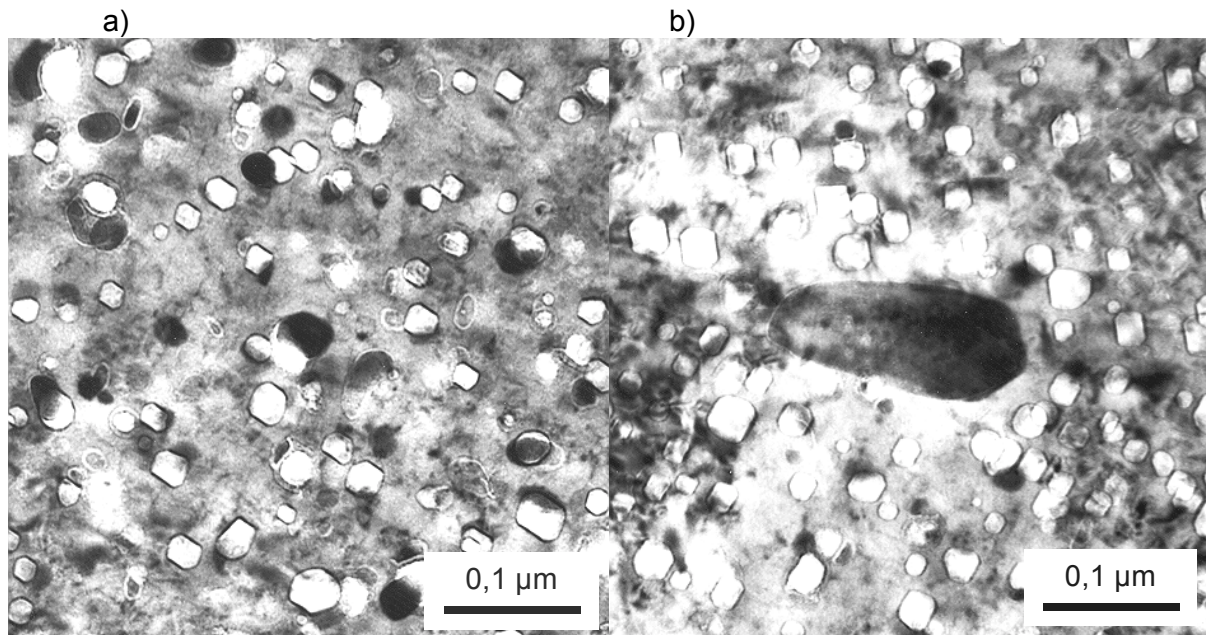


Abbildung 21: Mikrostruktur der I-Charge bei 420°C und 106 dpa_{NRT} a) Poren mit M₂₃C₆-Ausscheidungen b) M₂₃C₆-Ausscheidung auf einer Korngrenze

Tabelle 8: Häufigkeit der beobachteten intragranularen Ausscheidungen (●: selten, ●●: häufig, ●●●: sehr häufig)

Probe	B15	B31	B46	K80	K84	K23	I14
Bestr.-Temp. [°C]	420	500	600	420	420	420	420
φt [dpa _{NRT}]	74	81	60	36	55	105	106
σ [MPa]	0	0	0	0	120	0	0
primäre TiC	●●	●●	●●	●●	●●	●●	●●
sekundäre TiC			●●●				
M ₂₃ C ₆	●●●	●		●●	●● / ●●●	●●●	●●●
γ'				●●●	●●●		●●
G-Phase						●●●	

5 Ergebnisse der Ringzugversuche

Die mechanischen Eigenschaften wurden bestimmt mit Hilfe von sog. Ringzugversuchen, die im Kapitel „Experimentelle Durchführung“ beschrieben werden.

Es wurden nur Versuche an Proben der B- und K-Charge durchgeführt. Für den Vergleich der Ringzugfestigkeiten wurden außerdem Ergebnisse aus dem Charlemagne-Experiment an Hüllrohren aus DIN 1.4970 herangezogen [Schn87, Schn89]. Die dort betrachtete Charge D4 entspricht in der chemischen Zusammensetzung und der Vorbehandlung der K-Charge.

Um den Einfluß der Bestrahlung auf die Zugfestigkeit ohne Einfluß durch eine Kriechverformung zu bestimmen, wurden die Ergebnisse der Proben ohne Umfangsspannung in Abbildung 22 dargestellt. Man erkennt, daß der Einfluß der Bestrahlung stark von der Bestrahlungstemperatur abhängig ist. Für die K-Charge gilt, daß bei 420°C mit zunehmender Dosis auch die Festigkeit zunimmt, wohingegen sie bei 500°C bis 80 dpa_{NRT} nahezu konstant bleibt. Bei 600°C schließlich nimmt die Festigkeit mit zunehmender Dosis ab. Die B-Charge zeigt eine andere Temperaturabhängigkeit als die K-Charge. Geht man von den unbestrahlten Festigkeiten der K-Charge aus, so ergibt sich für keine Temperatur eine Festigkeitserhöhung. Insbesondere gilt für alle Temperaturen, daß mit zunehmender Dosis die Zugfestigkeit monoton abnimmt. Dabei ist die Festigkeitsreduktion bei 500°C am geringsten, während die Werte der 420 und 600°C Proben ein ähnliches Niveau erreichen.

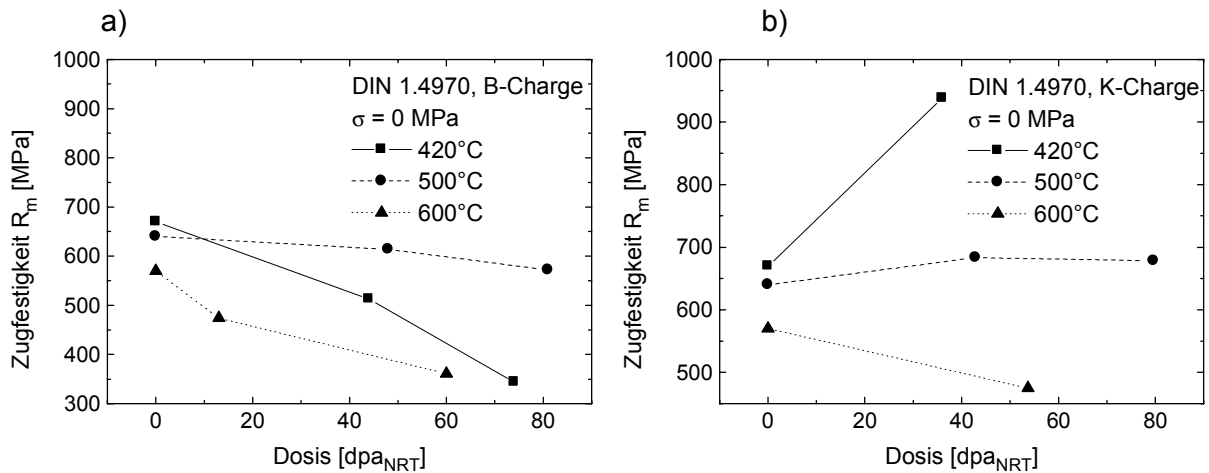


Abbildung 22: Dosisabhängigkeit der Zugfestigkeit R_m der Proben ohne Innendruck
a) B-Charge b) K-Charge

Aufgrund des Porenschwellens und Kriechens ändert sich der Durchmesser der Proben mit zunehmender Bestrahlungsdosis. In Abbildung 23 ist die Zugfestigkeit als Funktion der Durchmesseränderung dargestellt. Diese Durchmesseränderung wird für die drucklosen Proben nur durch das Porenschwellen verursacht. Bei den Proben mit Umfangsspannung setzt sie sich aus dem Porenschwellen und der Kriechdehnung zusammen. Die Abbildung zeigt, daß die Zugfestigkeiten für beide Legierungen mit zunehmender Umfangsdehnung abnimmt. Für die K-Charge ist diese Abnahme sehr klein. Für die 500°C- und die 600°C-Proben ergibt sich eine Festigkeitsreduktion bezogen auf die Umfangsdehnung von ca. 25 MPa/%. Bei 420°C kann aufgrund der geringen Umfangsdehnung keine signifikante Festigkeitsreduktion festgestellt werden. Der bestimmende Faktor für die Festigkeit ist aber die Bestrahlungstemperatur. Für die B-Charge tritt eine Festigkeitsreduktion auf, die bei allen Temperaturen in derselben Größenordnung liegt. Sie ist mit 50 MPa/% größer als bei der K-Charge.

Am Beispiel der 420°C-Proben der B-Charge ist der unterschiedliche Einfluß von Schwell- und Kriechdehnung erkennbar. Die drucklose Probe mit 74 dpa_{NRT} und die 120 MPa Probe mit 42 dpa_{NRT} weisen die gleiche Durchmesseränderung auf (ca. 2,5%). Jedoch besitzt die 120 MPa Probe eine höhere Festigkeit (ca. 475 MPa) als die Probe deren Durchmesseränderung allein durch Schwellen hervorgerufen wird (ca. 350 MPa). Der Vergleich von 500°C-Proben mit gleicher Durchmesseränderung zeigt im Gegensatz dazu weder bei der B- noch bei der K-Charge einen signifikanten Unterschied. Allerdings ist bei diesen Proben die Durchmesseränderung auch deutlich kleiner (<1 %).

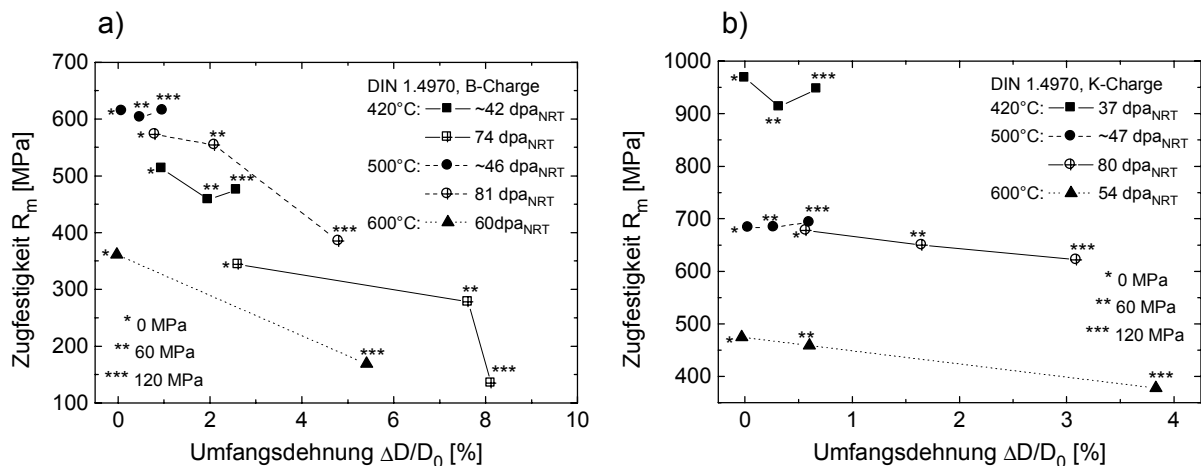


Abbildung 23: Zugfestigkeit R_m als Funktion der Umfangsdehnung $\Delta D/D_0$. a) B-Charge
b) K-Charge

6 Diskussion

6.1 Spannungsfreies Schwellen

Der Ausgangspunkt für dieses Bestrahlungsprojekt war die Fragestellung, wie das bestrahlungsinduzierte Schwellen durch geeignete Legierungswahl verringert werden kann. Damit Schwellen überhaupt auftritt, müssen zwei Bedingungen gleichzeitig erfüllt sein [Ven76]:

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

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

Eine Möglichkeit den Temperaturbereich, in dem Schwellen auftritt zu verkleinern, ist es, Elemente mit stark unterschiedlichen Diffusionskoeffizienten zu kombinieren. In diesem Fall besteht das Gitter aus langsam diffundierenden Matrixatomen, welche die Porenbildung aufgrund ihrer geringen Beweglichkeit verhindern und schnell diffundierenden Substitutionselementen, welche die Leerstellen-Beweglichkeit erhöhen, und so die Leerstellen-Übersättigung reduzieren. Durch die geringere Leerstellen-Übersättigung wird die Porenbildungsrate reduziert [Gar81.1]. Würde man die Beweglichkeit aller Atome erhöhen, so ergebe sich nur eine Verschiebung des Schwellens zu niedrigeren Temperaturen. Mögliche Legierungselemente mit hoher Beweglichkeit sind Silizium und Molybdän [Ven76].

Eine weitere Möglichkeit zur Schwellreduktion könnte über die Bindung von Leerstellen an gelösten C-Atomen führen. Durch die Bindung ("trapping") wird die Leerstellen-Übersättigung reduziert, was wiederum die Porenbildung reduziert [Die77]. Der Gehalt an gelöstem Kohlenstoff wird in stabilisiertem austenitischem Stahl im wesentlichen durch den Gehalt der Karbidbildner (in diesem Falle Titan) bestimmt.

Ausgehend von diesen Überlegungen wurde der Einfluß minorer Elemente auf das Schwellverhalten in Simulationsexperimenten durch Bestrahlung von quaternären Modellegierungen (Fe, 15% Cr, 15% Ni, 0,04 – 0,1% C) und DIN 1.4970-Varianten mit 46 MeV Ni-Ionen bei 575°C untersucht. Dabei zeigte sich die schwellreduzierende Wirkung von Silizium sowohl bei 15Cr15Ni-Modellegierungen [Ehr82], als auch beim DIN 1.4970 [Vai82, Gul83]. Während das Schwellen monoton mit zunehmendem Si-Gehalt abnimmt, ist der Einfluß des Ti-Gehaltes komplexer. In einer 15Cr15Ni-Modellegierung ergibt sich für einen C-Gehalt von 0,1% ein Schwellminimum für 0,25% Titan [Ehr82]. Dagegen hat die Variation des Ti-Gehaltes (0,3% - 0,5% bei 0,085% C) im DIN 1.4970 keinen signifikanten Einfluß auf das Schwellverhalten [Vai82]. Außer den Simulationsexperimenten wurden auch Untersuchungen nach der Bestrahlung in Schnellen Reaktoren durchgeführt [Ehr78]. Im Experiment CHARLEMAGNE, in dem das Hüllrohrverhalten nach Bestrahlung im französischen Phénix-Reaktor untersucht wurde, konnte gezeigt werden, daß die Erhöhung des Si-Gehaltes von 0,4 auf 1,0% zu einer starken Reduktion der Hüllrohraufweitung im Bereich des Schwellmaximums zwischen 400 und 500°C führt [Schn87]. Gleichzeitig bleibt das gute Schwellverhalten bei höheren Temperaturen erhalten.

Nach diesen Voruntersuchungen wurde ein detailliertes Bestrahlungsexperiment mit Druckröhrchen entworfen, in dem der Werkstoff DIN 1.4970 so modifiziert wurde, daß in einem ersten Schritt der Si-Gehalt von 0,4 auf 1,0 % erhöht wurde (B-Charge \leftrightarrow K-Charge) und in einem zweiten Schritt der Ti-Gehalt von 0,5 auf 0,3 % reduziert wurde (K-Charge \leftrightarrow I-Charge), so daß in der I-Charge nicht der gesamte Kohlenstoff in TiC-Ausscheidungen gebunden ist. Diesen Zustand bezeichnet man als Unterstabilisierung.

In der Zwischenzeit wurde die Reduktion des Schwellens durch Variation der minoren Legierungselemente auch in anderen Legierungen nachgewiesen. Es zeigte sich, daß die Stabilisierung mit Titan das Schwellen in austenitischen Stählen gegenüber den unstabilisierten Varianten reduziert [Gar85.2, Ser90, Sek91].

Auch der positive Einfluß des Siliziums auf das Schwellen ist mittlerweile für viele Austenite im gesamten Temperaturbereich, in dem Schwellen auftritt nachgewiesen worden [Ser92, Mai93, Gar93.3]. Der Einfluß des Si-Gehaltes ist allerdings auf die Verlängerung der Inkubationsdosis beschränkt. Wenn das Schwellen begonnen hat, ist die Gleichgewichtsschwellrate unabhängig vom Si-Gehalt [Gar94]. Der Beginn des Schwellens ist häufig von der Bildung von Si-haltigen Ausscheidungen wie γ' (Ni_3Si) [Bra78] und G-Phase ($\text{Ni}_{16}\text{Si}_7\text{Ti}_6$) [Maz89] begleitet. Diese Ausscheidungen bilden sich in austenitischen Stählen nur unter Bestrahlung. Man spricht daher von bestrahlungsinduzierten Ausscheidungen.

Die Entwicklung dieser Ausscheidungen an Punktdefektsenken lassen sich durch den inversen Kirkendall-Effekt (Aufgrund der Unterschiede in den Diffusionskoeffizienten der Hauptlegierungselemente Fe, Cr und Ni bei der Diffusion über den Leerstellenmechanismus kommt es zu einer Verarmung der schneller diffundierenden Elemente Cr und Fe bzw. zu einer Anreicherung des langsamer diffundierenden Elements Ni in der Umgebung von Leerstellen [Gar94]) und durch die Diffusion von kleineren Atomen wie Silizium über Zwischengitterplätze an diese Senken erklären [Maz89]. Durch die Ausscheidungsbildung reduziert sich der Gehalt an gelösten Silizium in der Matrix und der positive Einfluß auf die Leerstellen-Übersättigung geht verloren. Daher wird die Bildung dieser Ausscheidungen oft als nachteilig für das Schwellverhalten angesehen.

Andererseits wirken kohärente Ausscheidungen als Rekombinationszentren für die Punktdefekte. Brailsford und Bullough [Bra72] beschreiben in ihrer Arbeit den Einfluß, den verschiedene Senkenarten auf das Schwellen besitzen. Sie unterscheiden drei Arten von Senken:

- 1) Senken mit unterschiedlicher Anziehung (sog. "bias") für Leerstellen und Zwischengitteratome: Hierbei handelt es sich im allgemeinen um Versetzungen, die aufgrund der größeren Gitterverzerrungen mit den Zwischengitteratomen stärker wechselwirken als mit Leerstellen.
- 2) Neutrale Senken, die mit beiden Punktdefekten gleich stark wechselwirken. Hierbei handelt es sich um Poren bzw. Blasen und inkohärente Ausscheidungen.
- 3) Senken mit variablem bias für Punktdefekte. Hierbei handelt es sich um kohärente Ausscheidungen, deren Grenzfläche nur eine bestimmte Anzahl von Punktdefekten einer Sorte zugleich aufnehmen kann. Ist die Grenzfläche bereits mit Punktdefekten einer Sorte belegt, so wird die Grenzfläche im weiteren Verlauf bevorzugt Punktdefekte der anderen Sorte aufnehmen, die dann mit den bereits vorhandenen Punktdefekten rekombinieren. Durch diesen Effekt bewirken die kohärenten Ausscheidungen eine erhöhte Punktdefektrekombinationsrate.

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

$$\frac{d}{d\phi t} \left(\frac{\Delta V}{V_0} \right) \cong \frac{(Z_i - Z_v) \rho_d 4\pi r_s C_s}{(\rho_d + 4\pi r_s C_s)(\rho_d + 4\pi r_s C_s + 4\pi r_p C_p)} \quad \text{Gl. 14}$$

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

ρ_d : Versetzungsdichte

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

r_p, C_p : Radius und Konzentration der kohärenten Ausscheidungen.

Anhand dieser Formel ist zu erkennen, daß außer der Leerstellen-Übersättigung und der Leerstellenbeweglichkeit noch weitere Bedingungen erfüllt sein müssen, damit Schwellen auftritt.

- Es müssen Senken existieren, die mit Leerstellen und Zwischengitteratomen unterschiedlich wechselwirken.
- Es müssen außerdem noch neutrale Senken vorhanden sein.

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

Anhand dieser Ausführungen ist deutlich geworden, daß der Einfluß der minoren Elemente auf das Schwellverhalten nicht allein durch den Einfluß der gelösten Atome bestimmt wird, sondern auch durch den Zeitpunkt und die Art der Ausscheidungsbildung. Im Folgenden wird das Schwellverhalten des DIN 1.4970 mit Hilfe der obigen Überlegungen erklärt.

6.1.1 Temperaturabhängigkeit

Bei allen vier Chargen nimmt das Schwellen mit zunehmender Temperatur ab. Bei 600°C ist bis 60 dpa_{NRT} kein Schwellen festzustellen. Die TEM-Untersuchungen der drucklosen Proben der B-Charge ergab, daß die Porenkonzentration mit zunehmender Temperatur abnimmt. Bei 600°C sind nur noch kleine He-Blasen aber keine Poren mehr zu beobachten. Gleichzeitig nimmt der Porendurchmesser von 420°C auf 500°C zu. Dies ist in Übereinstimmung mit dem oben dargestellten Modell von Venker et al. [Ven76]. Mit zunehmender Temperatur nimmt die Beweglichkeit der Punktdefekte zu. Damit nimmt die Leerstellen-Übersättigung ab, so daß die Porenbildung erschwert wird und die Porenkonzentration abnimmt.

6.1.2 Einfluß der minoren Elemente

Bei 420°C unterscheiden sich die vier Chargen deutlich in ihrem Schwellverhalten. Die Ausgangscharge B beginnt zwischen 20 und 40 dpa_{NRT} zu schwellen und erreicht eine maximale lineare Schwellrate von 0,07 %/dpa_{NRT}. Die Erhöhung des Siliziumgehalts auf 1 % bei der K-Charge führt zu einer größeren Inkubationsdosis von ca. 40 dpa_{NRT}, hat aber keinen Einfluß auf die maximale Schwellrate. Bei 36 dpa_{NRT}, wenn bereits erste Poren im TEM zu beobachten sind, findet man eine hohe Dichte von kohärenten γ -Ausscheidungen, die jedoch bei 105 dpa_{NRT} nicht mehr gefunden werden. Statt dessen findet man inkohärente Ausscheidungen der G-Phase, die eine ähnliche Morphologie besitzen wie die M₂₃C₆-Ausscheidungen der B-Charge bei 74 dpa_{NRT}. Die Reduktion des Titangehaltes von 0,5 auf 0,3 % bei der I-Charge hat keinen Einfluß auf die Inkubationsdosis, führt jedoch zu einer kleineren maximalen Schwellrate (0,04 %/dpa_{NRT}). Bei dieser Probe können auch bei 105 dpa_{NRT} noch γ '-Ausscheidungen nachgewiesen werden. Berechnet man die Schwellraten nach Gleichung 14 mit den in Tabelle 9 angegebenen Werten, so ergibt sich, daß die Schwellrate der Probe der I-Charge um den Faktor 0,9 kleiner als die der Probe der K-Charge sein sollte. Tatsächlich ist die Schwellrate jedoch um den Faktor 0,6 kleiner.

Diese Ergebnisse lassen sich so interpretieren, daß in der Matrix gelöstes Silizium die Porenbildung unterdrückt, bis der Gehalt an gelöstem Silizium durch die Bildung von Ausscheidungen unter einen bestimmten Wert sinkt und die Porenbildung beginnt. Durch die Erhöhung des Si-Gehaltes wird das Unterschreiten des für die Porenbildung kritischen Si-Gehaltes hinausgeschoben. Dies resultiert in einer erhöhten Inkubationsdosis. Nachdem das Schwellen begonnen hat, wird das Porenwachstum durch die Morphologie und die Menge der Ausscheidungen bestimmt. Dabei ergibt sich eine geringere Schwellrate, wenn kohärente Ausscheidungen gebildet werden, die über eine erhöhte Punktdefektrekombinationsrate die Leerstellen-Übersättigung reduzieren. Die Diskrepanz zwischen dem berechnetem

und dem experimentell bestimmten Schwellratenverhältnis läßt sich auf mehrere Arten erklären. Brailsford und Bullough nehmen unter anderem eine lineare Dosisabhängigkeit für das Schwellen an. Betrachtet man Abbildung 3, so ist dies zumindest für die Probe der I-Charge noch nicht erfüllt, so daß die Gültigkeit des Modells fraglich ist. Außerdem sind die in die Berechnung eingehenden Konzentrationen nur mit großer Unsicherheit im TEM bestimmbar, so daß sich auch eine große Unsicherheit für die berechneten Schwellraten ergibt. Daher kann das berechnete Schwellverhältnis durchaus kleiner aber auch größer als 0,9 sein. Andererseits könnte auch noch ein weiterer Mechanismus die Schwellrate reduzieren, z.B. der bereits diskutierte Effekt des Leerstellen-"trappings" durch gelöste C-Atomen. Allerdings gibt es hierfür keine experimentellen Indizien.

Tabelle 9: Zusammenstellung der mikrostrukturellen Daten für die Bestimmung der Schwellrate, wie sie mit dem TEM bestimmt wurden. Beide Proben wurden bei 420°C und $\sigma = 0$ MPa bis ca. 105 dpa_{NRT} bestrahlt.

Probe	Poren		inkohärente Ausscheidungen		kohärente Ausscheidungen		Versetzungen [10 ¹⁰ cm ⁻²]
	r _v [nm]	C _v [10 ¹⁵ cm ⁻³]	r _{ip} [nm]	C _{ip} [10 ¹⁵ cm ⁻³]	r _p [nm]	C _p [10 ¹⁵ cm ⁻³]	
I14	12,5	5,6	11	1,3	10	1	8
K23	13,6	5,8	12,5	1,9	---	---	10

6.1.3 Einfluß des Neutronenflusses

Der Effekt, daß Proben, die mit einem kleinerem Neutronenfluß bestrahlt wurden, bei gleicher Dosis stärker schwellen, wurde für kaltverformten AISI 316 bei 400°C [Por80], für lösungsgeglühten AISI 316 bei 600°C [LeN82] und für lösungsgeglühten AISI 304 L bei 385°C [Por80] beobachtet. Bei den hier untersuchten Proben tritt dieser Effekt nur für die B-Charge bei 420°C auf. Dagegen kann kein signifikanter Einfluß für die B-Charge bei 500°C und für die K-Charge bei 420 und 500°C festgestellt werden.

Mansur untersucht in [Man94] die Frage, wie sich der Fluß ändern muß, damit bei einer gegebenen Dosisänderung die gleiche Zahl von Defekten an Senken absorbiert wird. Er geht dabei davon aus, daß die Zahl der absorbierten Defekte ein ungefähres Maß für die bestrahlungsinduzierte Änderung der Mikrostruktur darstellt. Das Ergebnis der Analyse ist, daß der Quotient aus Dosis und Wurzel des Flusses gleich sein muß.

$$\frac{\phi t_1}{\sqrt{\phi_1}} = \frac{\phi t_2}{\sqrt{\phi_2}} \quad \text{Gl. 15}$$

Die Werte dieses Quotienten für die B-Charge bei 420°C sind in Tabelle 10 zusammengestellt. Er wurde aus der Dosis berechnet, die für eine Umfangsdehnung $\Delta D/D_0 = 0,75$ % notwendig ist.

Tabelle 10: Einfluß der Flußrate auf das Schwellen der B-Charge bei 420°C.

ϕ/ϕ_{\max} [%]	100	59	55	32
$\phi t/\sqrt{\phi}$ [10 ⁻⁷ dpa/ $\sqrt{n/m^2 s}$]	5,7	6,6	6,8	7,2

Berücksichtigt man die Unsicherheit bei der Bestimmung der Dosis bei kleinen Flußraten, so lassen sich die Ergebnisse mit dieser Formel beschreiben.

Allerdings gibt es keine Erklärung, warum dieser Effekt nur für die B-Charge bei 420°C auftritt.

6.2 Spannungsgetriebenes Schwellen

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

Für die makroskopische Beschreibung des spannungsgetriebenen Schwellens existieren zwei Ansätze [Gar81.2]. In einem Fall führt die angelegte Spannung zu einer reduzierten Inkubationsdosis bei ansonsten unverändertem Schwellverhalten. Insbesondere hat die Spannung in diesem Fall keinen Einfluß auf die Schwellrate. Im anderen Fall bleibt die Inkubationsdosis unverändert und die Schwellrate nimmt bei angelegter Spannung zu (Abbildung 9). Auf der mikrostrukturellen Ebene erklärt sich eine reduzierte Inkubationsdosis durch eine erleichterte bzw. beschleunigte Porenbildung, während die erhöhte Schwellrate von einem beschleunigten Porenwachstum verursacht wird. Die Analyse der Porenstruktur mit dem TEM liefert eine Aussage, ob das erhöhte Schwellen durch mehr Poren, d.h. durch eine erhöhte Porenkonzentration oder durch größere Poren verursacht wird. Wenn allerdings nur Proben mit einer Dosis vorliegen, gibt es nur eine bedingte Korrelation zwischen den Ergebnissen der TEM-Analyse und dem zugrundeliegenden Mechanismus. So kann ein vergrößerter Porendurchmesser sowohl durch ein beschleunigtes Porenwachstum bei gleicher Inkubationsdosis als auch durch eine verlängerte Wachstumsphase bei reduzierter Inkubationsdosis verursacht werden. Erst wenn zu jeder Spannung mehrere Proben mit unterschiedlichen Dosen vorliegen, kann eine Aussage zur Wachstumsgeschwindigkeit gemacht werden. Nur im Falle einer erhöhten Porenkonzentration ist eindeutig auf eine erleichterte Porenbildung zu schließen. In der Literatur wird sowohl über einen vergrößerten Porendurchmesser als auch über eine erhöhte Porenkonzentration berichtet. Ein vergrößerter Porendurchmesser wurde in DIN 1.4981 mit 14 % Kaltverformung bei 480°C [Her81], in AISI 316 mit 10 % Kaltverformung bei 550°C [Por83] und in AISI 316 mit 20 % Kaltverformung bei 440°C [Lau87] gefunden. Eine erhöhte Porenkonzentration findet sich in lösungsgeglühtem AISI 316 bei 500°C [Bra77.3], in AISI 316 mit 10 % Kaltverformung bei 400°C [Por83], in AISI 316 mit 20 % Kaltverformung bei 440°C [Lau87] und in einem lösungsgeglühten russischen Stahl (16 % Cr, 15 % Ni, 3 % Mo, 0,7 % Nb) bei 450°C [Sha90]. Dabei ist auffällig, daß beide Effekte bei identischen Legierungen im gleichen Experiment auftreten [Por83, Lau87], wobei sich die Bestrahlungsbedingungen Temperatur und Spannung zum Teil nur geringfügig unterscheiden. Da in diesen Experimenten keine zwei Proben mit identischen Bestrahlungsbedingungen untersucht wurden, kann nicht festgestellt werden, ob die Unterschiede tatsächlich durch die unterschiedlichen Bestrahlungsbedingungen verursacht wurden, oder ob eventuell unbeobachtete Parameter eine Rolle spielen.

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

In dem hier vorgestellten Experiment wurde das spannungsgetriebene Schwellen sowohl während der Bestrahlung durch die Längenänderung als auch nach der Bestrahlung durch die Dichteänderung und die TEM-Analyse der Porenstruktur bestimmt. Dabei stimmen die Werte, die mit diesen Methoden bestimmt wurden innerhalb der Meßfehler überein. Es ergibt sich bei 420°C und ca. 100 dpa_{NRT} ein spannungsgetriebenes lineares Schwellen von 0,3 - 0,8 % bei einer Umfangsspannung von 120 MPa. Die Unterschiede zwischen den Chargen sind nicht so deutlich wie beim spannungsfreien Schwellen, jedoch bleibt die Reihenfolge erhalten, d.h. die Proben der B-Charge weisen das stärkste spannungsgetriebene Schwellen auf, während die Proben der I-Charge das geringste spannungsgetriebene Schwellen zeigen. Die Proben der K- und L-Charge liegen wie beim spannungsfreien Schwellen dazwi-

schen, allerdings weisen die Proben im Unterschied zum spannungsfreien Schwellen ein unterschiedliches spannungsgetriebenes Schwellverhalten auf.

Eine Entscheidung, ob die mechanische Spannung zu einer reduzierten Inkubationsdosis oder zu einer erhöhten Schwellrate führt, kann durch die mathematische Analyse nicht getroffen werden, da die Daten mit beiden Formeln gleich gut beschrieben werden können. Die Ergebnisse für die Konstanten A und B der Gleichungen 8 und 9 liegen in derselben Größenordnung, wie sie auch für andere Austenite gefunden wurden [Ehr81, Her81]. Die Analyse der Porenstruktur ergibt für die K- und I-Charge bei 420°C und 105 dpa_{NRT} einen vergrößerten Porendurchmesser. Bei 120 MPa ist der Durchmesser um 5 - 10 % erhöht. Die Ergebnisse für die Porenkonzentration sind aufgrund der Unsicherheit bei der Bestimmung der Probendicke mit einem großen Meßfehler behaftet. Im Rahmen dieses Meßfehlers ist kein Einfluß der Spannung auf die Porenkonzentration festzustellen. Es ist daher nicht möglich eine Aussage über die Ursachen des spannungsgetriebenen Schwellens zu machen.

6.3 Bestrahlungsinduziertes Kriechen

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

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

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

Wird die Bestrahlung bei höheren Temperaturen durchgeführt kommt es bei $T \approx \frac{1}{2} T_m$ zu zusätzlichen Kriechbeiträgen durch thermisches Kriechen. Da es jedoch zu Wechselwirkungen zwischen dem bestrahlungsinduzierten Kriechen und dem thermischen Kriechen kommt, können diese beiden Effekte nicht unabhängig voneinander betrachtet werden. Wassilew [Was89] untersuchte das Kriechverhalten verschiedener Austenite für $T \geq \frac{1}{2} T_m$. Dabei beobachtete er eine starke Abhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit von der Spannung. Bei Überschreiten einer sog. Übergangsspannung kommt es zu einer sprunghaften Änderung der Spannungsabhängigkeit. Unterhalb der Übergangsspannung gilt $\dot{\epsilon} \propto \sigma$, während oberhalb der Übergangsspannung $\dot{\epsilon} \propto \sigma^n$ ($n \geq 1$) gilt. Für eine Charge des DIN 1.4970 beobachtete Wassilew eine Übergangsspannung bei 615°C von ca. 230 MPa (Umfangsspannung).

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

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

In Kapitel 3.3 wurde gezeigt, daß sich die Messungen bei 420 und 500°C gut mit diesen beiden Kriechanteilen beschreiben lassen. Der ursprünglich beobachtete Spannungsexponent $n = 1,5$ für das schwellabhängige Kriechen scheint ein Artefakt der ersten Analyse gewesen zu sein, die nur auf den Ergebnissen bei einer Bestrahlungsdosis und zwei Umfangsspannungen beruhte. Bei 420°C nimmt der Wert des Kriech-Schwell-Korrelationskoeffizienten D mit zunehmender Schwellrate ab. Dieser Effekt wurde auch schon in der Literatur beschrieben [Tol99] und deutet auf ein Ende des Kriechens (creep cessation) bei höheren Dosen hin, wie es bei AISI 316 schon bei ca. 60 dpa beobachtet wurde [Gar87.2]. Dieser Effekt kann nur beobachtet werden, wenn das spannungsgetriebene Schwellen bei der Analyse mit berücksichtigt wird. Bei 500°C ist dieser Effekt nicht zu beobachten, wobei der untersuchte Bereich der Schwellrate bei 500°C kleiner ist als bei 420°C. Bei 600°C hingegen ist das Kriechen weder proportional zur Spannung noch zur Dosis. Man kann daher davon ausgehen, daß hier bereits durch Bestrahlung beschleunigtes thermisches Kriechen vorliegt.

In Tabelle 11 werden die Ergebnisse der Kriechanalysen bei 420 und 500°C mit Ergebnissen aus der Literatur verglichen. Damit die Daten direkt miteinander verglichen werden können, mußten die Werte aus der Literatur zum Teil umgerechnet werden. Es wurde wie in Gleichung 13 immer die Korrelation zwischen von Mises Vergleichsdehnung, von Mises Vergleichsspannung und dem Volumenschwellen betrachtet.

Tabelle 11: Vergleich der Kriechanalysen des DIN 1.4970 nach Gleichung 13 mit Ergebnissen aus der Literatur für verschiedene austenitische Legierungen.

Zitat	Werkstoff	Temperatur [°C]	B_0 [1/MPa dpa]	D [1/MPa]
---	DIN 1.4970, 20 % KV	420	$2,3 \times 10^{-6}$	$2 - 10 \times 10^{-3}$
---	DIN 1.4970, 20 % KV	500	1×10^{-6}	$2 - 8 \times 10^{-3}$
Her81	DIN 1.4981, 14 % KV	400 - 500	$1,9 \times 10^{-6}$	$3,6 \times 10^{-3}$
Mai93	316Ti 25 % KV, 1515Ti 20 % KV	400 - 450	$1,5 - 2,5 \times 10^{-6}$	2×10^{-3}
Neu93	16Cr15Ni3Mo0,5Nb, LG	350	1×10^{-6}	$6 - 12 \times 10^{-3}$
Neu93	16Cr15Ni3Mo0,5Nb, LG	420	1×10^{-6}	6×10^{-3}
Por88	AISI 316, 20 % KV	400	1×10^{-6}	6×10^{-3}
Shi93	PNC 316, 20 % KV	400 - 500	$0,7 \pm 0,3 \times 10^{-6}$	$5 \pm 3 \times 10^{-3}$
Tol94	PCA, 20 % KV	380 - 430	2×10^{-6}	6×10^{-3}
Tol99	316Ti, 20 % KV	400	$2,2 \pm 0,3 \times 10^{-6}$	$2 - 12 \times 10^{-3}$

KV: Kaltverformung, LG: Lösungsgeglüht

Der Vergleich zeigt, daß die Werte innerhalb der in der Literatur für Austenite beobachteten Bereiche liegen, wobei der Wert des SIPA-Kriechanteils B_0 bei 420°C an der oberen Grenze und bei 500°C an der unteren Grenze liegen. Die Kriech-Schwell-Korrelationskoeffizienten D weisen eine große Bandbreite auf. Bei 420°C wird dies durch die Abnahme von D mit zunehmender Schwellrate verursacht. Bei 500°C hingegen sind die Schwellrate sehr klein, so daß sich Meßfehler bei der Durchmesseränderung sehr stark bemerkbar machen. Man erkennt in Abbildung 12 b), daß die Streuung mit zunehmender Schwellrate abnimmt und sich auf einen Mittelwert von D (500°C) $\cong 5 \times 10^{-3}$ 1/MPa einpendelt.

6.4 Mechanische Eigenschaften

Durch die bestrahlungsinduzierte Änderung der Mikrostruktur ändern sich auch die mechanischen Eigenschaften von austenitischen Stählen während der Bestrahlung [Gar94]. Für kaltverformte Werkstoffe bewirkt die erhöhte Versetzungsdichte und die bestrahlungsinduzierten Ausscheidungen bei Bestrahlungstemperaturen unterhalb ca. 450°C eine erhöhte Festigkeit und reduzierte Duktilität. Aufgrund der reduzierten Duktilität nimmt die Fähigkeit zur plastischen Verformung ab und der Unterschied zwischen der Zugfestigkeit und der 0,2 %-Dehngrenze verringert sich. Bei höheren Temperaturen oberhalb ca. 550°C nimmt dagegen die Festigkeit nach der Bestrahlung gegenüber dem unbestrahlten Zustand ab. Zum einen ist die Versetzungsdichte bei diesen Temperaturen geringer als im unbestrahlten Zustand und zum anderen entwickeln sich Ausscheidungen bei diesen Temperaturen langsamer. Die Änderung der mechanischen Eigenschaften ist zu Beginn der Bestrahlung am stärksten und erreicht nach ca. 10 – 20 dpa_{NRT} eine Sättigung. Nach Grossbeck et al. [Gro90.2] zeigen nicht nur alle austenitischen Stähle dieses Verhalten, sondern auch die beobachteten Festigkeiten sind für alle austenitischen Stähle sehr ähnlich und unabhängig vom Ausgangszustand (Abbildung 24).

Außer der Bestrahlungstemperatur und der Dosis hat auch das bestrahlungsinduzierte Schwellen einen Einfluß auf die Festigkeit. Dabei nehmen die Gleichmaßdehnung und die Bruchdehnung kontinuierlich mit zunehmenden Schwellen ab [Fis90, Neu92]. Die Zugfestigkeit hingegen bleibt bis zum Erreichen eines kritischen Schwellbetrages konstant, um dann sehr stark abzunehmen [Neu92]. Neustroyev et al. fanden für einen russischen 16Cr-15Ni-3Mo-Nb Stahl, der bei 480 – 530°C bestrahlt wurde, einen kritischen Schwellbetrag von ca. 5 % Volumenschwellen. Die Ursache für diese Festigkeitsreduktion liegt in der Spannungsüberhöhung zwischen den Poren und Ausscheidungen [Gar94]. Diese Spannungsüberhöhung nimmt abrupt zu, wenn der mittlere Durchmesser der mikrostrukturellen Komponenten 40% des mittleren Abstandes überschreitet. Dies führt dazu, daß die Dehngrenze auf mikroskopischer Ebene zwischen den Poren bereits überschritten wird, lange bevor die Dehngrenze auf makroskopischer Ebene erreicht wird. Da auch Ausscheidungen zu Spannungsüberhöhungen führen ist der kritische Schwellbetrag abhängig von der Ausscheidungsbildung, und damit für jede Legierung unterschiedlich.

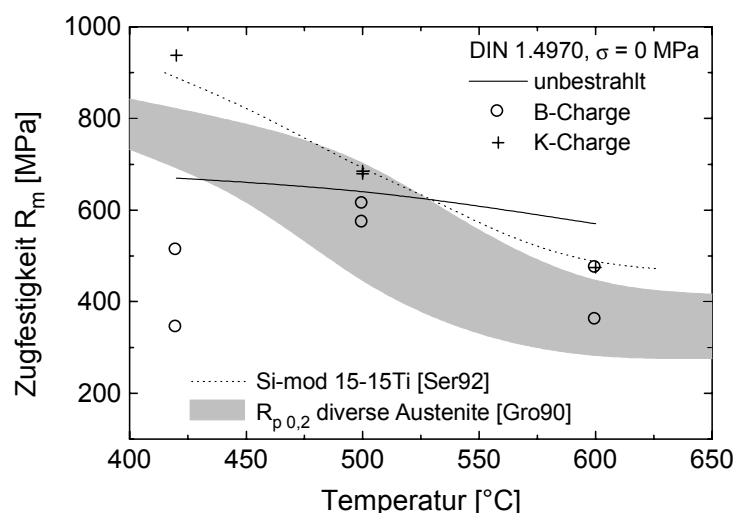


Abbildung 24: Temperaturabhängigkeit der im Ringzugversuch bestimmten Zugfestigkeit R_m (Bestrahlungstemperatur = Prüftemperatur). Zum Vergleich ist außerdem die Sättigungsdehngrenze verschiedener Austenite (u.a. 1.4970, 1.4988, AISI 316, AISI 304) angegeben.

In Abbildung 24 ist die Zugfestigkeit der B- und K-Charge als Funktion der Bestrahlungstemperatur aufgetragen. Zum Vergleich sind neben dem $R_{p0,2}$ -Streuband verschiedener austenitischer Stähle [Gro90.2] auch die Ergebnisse einer Untersuchung an einem Hüllrohr aus CW Si-mod. 15-15Ti angegeben, das im französischen Reaktor Phénix eingesetzt wurde [Ser92].

Die Legierungszusammensetzung (14,9 % Cr, 14,8 % Ni, 1,46 % Mo, 1,5 % Mn, 0,95 % Si, 0,5 % Ti, 0,085 % C) und die thermomechanische Behandlung (23 % Kaltverformung) sind den hier untersuchten DIN 1.4970-Chargen sehr ähnlich. Die Bestrahlungsdosis betrug ca. 40 - 80 dpa. Die Kennwerte wurden in einem modifizierten Ringzugversuch bestimmt. Betrachtet man nun die Ergebnisse der beiden untersuchten Chargen so zeigt Abbildung 24, daß die K-Charge das typische Verhalten von kaltverformten austenitischen Stählen unter Bestrahlung aufweist. Bei 420°C nimmt die Festigkeit zu, während sie bei 600°C abnimmt. Bei 500°C nimmt die Festigkeit nur geringfügig zu. Im Gegensatz dazu ergibt sich bei der B-Charge bei keiner Temperatur eine Festigkeitszunahme. Bei 500 und 600°C liegen die Festigkeiten der B-Charge im Bereich der K-Charge. Bei 420°C jedoch tritt für die B-Charge eine starke Festigkeitsreduktion auf, so daß die Festigkeiten bei 420°C geringer sind als bei 500°C. Eine Ursache für die Festigkeitsreduktion der B-Charge bei 420°C kann das Volumenschwellen sein. Es beträgt für die beiden untersuchten drucklosen Proben der B-Charge 2,9 bzw. 8,8 %. Für die drucklose Probe der K-Charge wurde bei 420°C kein Volumenschwellen beobachtet (Abbildung 23). Da die Reduktion des tragenden Querschnitts durch das Porenschwellen genauso groß ist wie das Volumenschwellen, kann dieser Effekt allein nicht für die Festigkeitsabnahme verantwortlich sein. Betrachtet man jedoch die Mikrostruktur der Proben (Tabelle 5) so ergibt sich aus dem Volumenanteil der Poren und ihrem mittleren Durchmesser für die Probe der B-Charge (B15) ein mittlerer Abstand von 70 nm bei einem mittleren Durchmesser von 25 nm [Exn86]. Für die Probe der K-Charge (K80) liegt der mittlere Abstand bei 190 nm bei einem mittleren Durchmesser von 16 nm. Man muß daher davon ausgehen, daß die Spannungsüberhöhung zwischen den Poren für die Abnahme der Festigkeit bei der B-Charge verantwortlich ist und dieser Effekt bereits bei 2,9% Volumenschwellen auftritt. Aus Abbildung 23 folgt ebenfalls, daß die Festigkeit mit zunehmender Kriechdehnung $\Delta D/D_0$ ($\sigma \neq 0$) abnimmt. In diesem Zusammenhang muß jedoch darauf hingewiesen werden, daß die Ringzugversuche eingerichtet sind für Proben mit dem Innendurchmesser der unbestrahlten Proben. Verändert sich der Innendurchmesser durch die Bestrahlung, kommt es zu einer Fehlanpassung der Probe an die Krafeinleitung und damit zu zusätzlichen Deformationen. Diese Fehlanpassung wirkt sich um so stärker aus, je mehr das Material bestrahlungsbedingt versprödet ist. Daher kann mit dieser Versuchsanordnung der Einfluß der Umfangsdehnung nicht eindeutig bestimmt werden.

7 Zusammenfassung

Im Bestrahlungsexperiment PFR-M2 wurden vier Chargen des Werkstoffes DIN 1.4970 bei nominell 420, 500 und 600°C im Prototype Fast Reactor in Dounreay, Schottland bis zu einer maximalen Dosis von 106, 81 bzw. 62 dpa_{NRT} bestrahlt. Die vier Chargen unterscheiden sich in ihrem Gehalt an Silizium und Titan, sowie der Lösungsglühtemperatur. Die Proben wurden in Form von Druckkapseln bestrahlt. Durch die Bestimmung der Durchmesser- und Längenänderung konnte das spannungsfreie und das spannungsgetriebene Schwellen, sowie das bestrahlungsinduzierte Kriechen bestimmt werden. Nach Abschluß der nichtzerstörenden Untersuchungen wurde ein Teil der Proben in den Heißen Zellen des Forschungszentrums Karlsruhe zerlegt und für die zerstörenden Nachuntersuchungen vorbereitet. Es wurden die Dichte und durch einen Ringzugversuch die mechanischen Eigenschaften bestimmt. Außerdem wurde die Mikrostruktur mit Hilfe des Transmissionselektronenmikroskops (TEM) untersucht.

Das spannungsfreie Schwellen ist für alle Chargen bei 420°C am größten. Bei 600°C ist bis zur maximalen Dosis von 62 dpa_{NRT} kein Schwellen nachzuweisen. Verantwortlich für die Abnahme des Schwellens mit zunehmender Temperatur ist die abnehmende Porenkonzentration. Sowohl bei 420°C als auch bei 500°C weist die Charge mit dem niedrigsten Si-Gehalt das stärkste Schwellen auf. Die Erhöhung des Si-Gehaltes von 0,4 auf 1,0 % führt bei 420°C zu einer Verlängerung der Inkubationsdosis von 20 auf 40 dpa_{NRT}, hat jedoch keinen Einfluß auf die Schwellrate. Die zusätzliche Erhöhung der Lösungsglühtemperatur von 1100°C auf 1120°C hat keinen Einfluß auf das Schwellen. Wird nicht nur der Si-Gehalt erhöht, sondern auch der Ti-Gehalt von 0,5 auf 0,3 % reduziert, so verlängert sich nicht nur die Inkubationsdosis, sondern auch die Schwellrate nimmt ab. Bei 500°C führt sowohl die Erhöhung des Si-

Gehaltes als auch die Reduktion des Ti-Gehaltes zu eine Abnahme der Schwellrate bei unveränderter Inkubationsdosis. Somit wird das beste Schwellverhalten durch einen hohen Si-Gehalt und einen niedrigen Ti-Gehalt, der zu einer Unterstabilisierung führt, erreicht. Die Wirkung der minoren Legierungselemente auf mikrostruktureller Ebene wurde durch die TEM-Analyse aufgeklärt. Die Erhöhung des Si-Gehaltes bewirkt eine erhöhte Leerstellenbeweglichkeit und reduziert damit die Porenbildungsrate. Dies führt zu der beobachteten verlängerten Inkubationsdosis. Um diese Wirkung jedoch entfalten zu können, muß das Silizium in der Matrix gelöst sein. Sinkt der Gehalt an gelösten Silizium in der Matrix unter einen bestimmten Wert beginnt das Schwellen. Bei den Chargen mit hohem Si-Gehalt (1 %) bilden sich im Laufe der Bestrahlung Si-haltige γ' -Ausscheidungen (Ni_3Si), die den Gehalt an gelöstem Silizium in der Matrix reduzieren. Während diese Ausscheidungen bei niedrigem Ti-Gehalt (0,3 %) auch noch bei 106 dpa_{NRT} nachgewiesen werden können, sind sie bei höheren Ti-Gehalt (0,5 %) nicht stabil und es bilden sich statt dessen Ausscheidungen der G-Phase ($\text{Ni}_{16}\text{Si}_7\text{Ti}_6$). Während die γ' -Ausscheidungen kohärent zur Matrix sind, bilden sich die Ausscheidungen der G-Phase inkohärent zur Matrix. Aufgrund der besonderen Eigenschaften der Matrix-Ausscheidungs-Grenzflächen wird die Punktdefektrekombinationsrate durch kohärente Ausscheidungen erhöht, während inkohärente Ausscheidungen als neutrale Punktdefektssenken wirken. Dies führt zu einem reduzierten Leerstellenfluß zu den Poren und damit zu einer kleineren Schwellrate, wenn kohärente γ' -Ausscheidungen vorhanden sind, d.h. wenn der Ti-Gehalt reduziert wird.

Das spannungsgetriebene Schwellen konnte sowohl durch die Dichtemessungen als auch durch die TEM-Analyse der Porenstruktur bei 420°C nachgewiesen werden. Beide Methoden bestätigen damit die Ergebnisse der Längenmessungen zur Bestimmung des spannungsgetriebenen Schwellens. Es ergibt sich daraus eine lineare Spannungsabhängigkeit. Das spannungsgetriebene Schwellen ist wie das spannungsfreie Schwellen am größten bei niedrigem Si-Gehalt und hohem Ti-Gehalt und am niedrigsten bei hohem Si-Gehalt und niedrigem Ti-Gehalt. Allerdings sind die Unterschiede zwischen den Chargen nicht so groß wie beim spannungsfreien Schwellen. Die Ergebnisse der mathematischen Analyse und der TEM-Untersuchung lassen keine Aussage zu, ob die angelegte Spannung zu einer früheren Porenbildung oder zu einem beschleunigten Porenwachstum führt.

Das bestrahlungsinduzierte Kriechen der 1.4970-Chargen bei 420 und 500°C besteht aus einem schwellunabhängigen Anteil, der mit dem SIPA-Mechanismus beschrieben werden kann und einem schwellabhängigen Anteil, der dem I-creep Modell von Gittus entspricht. Beide Anteile sind proportional zur Spannung. Der ursprünglich beobachtete Spannungsexponent $n = 1,5$ für das schwellabhängige Kriechen scheint ein Artefakt der ersten Analyse gewesen zu sein, die nur auf den Ergebnissen bei einer Bestrahlungsdosis und zwei Umfangspannungen beruhte. Durch die Analyse der Kriech- und Schwellraten kann der Einfluß der Verdichtung zu Beginn der Bestrahlung weitgehend eliminiert werden. Während der schwellunabhängige SIPA-Kriechanteil bei 500°C um den Faktor $\frac{1}{2}$ kleiner ist als bei 420°C, stimmen die Werte des Kriech-Schwellkorrelationskoeffizienten überein. Bei 600°C ist das Kriechen weder proportional zur Spannung, noch zur Dosis. Bei dieser Temperatur tritt bereits durch Bestrahlung beschleunigtes thermisches Kriechen auf.

Die mechanischen Eigenschaften der untersuchten Legierungen zeigen im wesentlichen das auch bei anderen kaltverformten austenitischen Stählen beobachtete Verhalten. Bei 420°C nimmt die Festigkeit durch die Bestrahlung zu und bei 600°C ab. Bei 500°C ist kein Einfluß der Bestrahlung auf die Festigkeit feststellbar. Für die stark schwellende Charge mit niedrigem Si-Gehalt und hohem Ti-Gehalt ist der kritische Schwellwert, der zu einer starken Festigkeitsreduktion führt kleiner als 2,9 % Volumenschwellen.

8 Literaturverzeichnis

- [Bra72] A. D. Brailsford, R. Bullough, „The Rate Theory of Swelling due to Void Growth in Irradiated Metals“, *Journal of Nuclear Materials*, 44 (1972) 121 - 135
- [Bra77.3] H. R. Brager, F. A. Garner, G. L. Guthrie, „The Effect of Stress on the Microstructure of Neutron Irradiated Type 316 Stainless Steel“, *Journal of Nuclear Materials*, 66 (1977) 301 - 321
- [Bra78] H. R. Brager, F. A. Garner, „Swelling as a Consequence of Gamma Prime (γ') and $M_{23}(C, Si)_6$ Formation in Neutron Irradiated 316 Stainless Steel“, *Journal of Nuclear Materials*, 73 (1978) 9 - 19
- [Die77] W. Dietz, K. Ehrlich, J. J. Huet, „Research and Development Programme in the DeBeNe - Area for Fast Breeder Material Development“, *Proc. Int. Conf. on Radiation Effects in Breeder Reactor Structural Materials*, Scottsdale, Arizona, June 19 - 23 1977, 13 - 25
- [Ehr78] K. Ehrlich, W. Schneider, „Elektronenmikroskopische Beobachtungen zum Porenschwellen des Stahles 1.4970 im RAPSODIE-Bündelexperiment.“, *Reaktortagung*, Hannover, 1978, 617-19
- [Ehr81] K. Ehrlich, „Irradiation Creep and Interrelation with Swelling in Austenitic Stainless Steels“, *Journal of Nuclear Materials*, 100 (1981) 149 - 166
- [Ehr82] K. Ehrlich, W. V. Vaidya, „Porenbildung in Sonderlegierungen auf der Basis von Fe-15%Cr-15%Ni“, *Jahrestagung Kerntechnik*, Mannheim 1982, 465 - 468
- [Exn86] H. E. Exner, H. P. Hougardy, „Einführung in die Quantitative Gefügeanalyse“, *DGM Informationsgesellschaft Verlag*, Oberursel, 1986
- [Fis90] A. Fissolo, R. Cauvin, J.-P. Hugot, V. Levy, „Influence of Swelling on Irradiated CW Titanium Modified 316 Embrittlement“, *Effects of Radiation on Materials: 14th International Symposium (Vol. II) ASTM STP 1046*, N. H. Packan, R. E. Stoller, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1990, 700 - 713
- [Gar81.1] F. A. Garner, W. G. Wolfer, „The Effect of Solute Additions on Void Nucleation“, *Journal of Nuclear Materials*, 102 (1981) 143 - 150
- [Gar81.2] F. A. Garner, E. R. Gilbert, D. L. Porter, „Stress-Enhanced Swelling of Metals during Irradiation“, *Effects of Radiation on Materials: 10th Conference, ASTM STP 725*, D. Kramer, H. R. Brager, and J. S. Perrin, Eds., American Society for Testing and Materials, 1981, 680 - 697
- [Gar85.2] F. A. Garner, H. R. Brager, R. J. Puigh, „Swelling Behavior of Titanium-Modified Alloys in EBR-II“, *Journal of Nuclear Materials*, 133 & 134 (1985) 535 - 539
- [Gar87.2] F. A. Garner, D. L. Porter, B. J. Makenas, „A Third Stage of Irradiation Creep involving its Cessation at High Neutron Exposures“, *Journal of Nuclear Materials*, 148 (1987) 279 - 287
- [Gar93.3] F. A. Garner, T. Lauritzen, M. A. Mitchell, „The Complex Action of Major Solutes on Radiation-Induced Swelling of Fe-Cr-Ni Austenitic Alloys“, *Effects of Radiation on Materials, 16th International Symposium, ASTM STP 1175*, A. S. Kumar, D. S. Gelles, R. K. Nanstad, and E. A. Little, Eds., American Society for Testing and Materials, 1993, 803 - 815
- [Gar94] F. A. Garner, „Irradiation Performance of Cladding and Structural Steels in Liquid Metal Reactors“, *Nuclear Materials, Materials Science and Technology: A Comprehensive Treatment, Vol 10a*, B. R. T. Frost, Ed., VCH, Weinheim, 1994, 419 - 543

- [Git72] J. H. Gittus, „Theory of Dislocation-Creep due to the Frenkel Defects or Interstitialcies produced by the Bombardment with Energetic Particles“, *Philos. Mag*, 25 (1972) 345
- [Gro90.2] M. L. Grossbeck, K. Ehrlich, C. Wassilew, „An Assessment of Tensile, Irradiation Creep, Creep Rupture and Fatigue Behavior in Austenitic Stainless Steels with Emphasis on Spectral Effects“, *Journal of Nuclear Materials*, 174 (1990) 264 - 281
- [Gul83] D. Gulden, G. Knoblauch, „Void Swelling in Cold Worked Commercial Alloys with Ni-contents between 15% and 44% after Heavy Ion Irradiation“, *Dimensional Stability and Mechanical Behaviour of Irradiated Metals and Alloys (Proc. BNES Conf. Brighton, 1983) Vol. 1, British Nuclear Energy Society, London (1983) 17*
- [Has92] M. H. Hassan, J. P. Blanchard, G. L. Kulcinski, „Stress-Enhanced Swelling Mechanisms and Implications for Fusion Reactors“, *University of Wisconsin Fusion Technology Report UWFD-901, May 1992, Madison WI*
- [Hea74.1] P. T. Heald, M. V. Speight, „Steady-State Irradiation Creep“, *Philos. Mag*, 29 (1975) 1075
- [Hei70] M.v. Heimendahl, *Einführung in die Elektronenmikroskopie*, Vieweg, Braunschweig, 1970
- [Her81] K. Herschbach, W. Schneider, K. Ehrlich, „Bestrahlungsinduziertes Kriechen und Schwellen des austenitischen Werkstoffes Nr. 1.4981 zwischen 400 und 500°C (RIPCEX I)“, *Journal of Nuclear Materials*, 101 (1981) 326 - 335
- [Her90.1] K. Herschbach; W. Schneider; H.-J. Bergmann, „Swelling and In-Pile Creep Behaviour of some 15Cr15NiTi Stainless Steels in the Temperature Range 400 – 600°C“, *Effects of Radiation on Materials: 14th International Symposium (Vol. II) ASTM STP 1046, N. H. Packan, R. E. Stoller, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1990, 570 - 587*
- [Her93.1] K. Herschbach; W. Schneider; K. Ehrlich, „Effects of Minor Alloying Elements upon Swelling and In-Pile Creep in Model Plain Fe-15Cr-15Ni Stainless Steels and in Commercial DIN 1.4970“, *Journal of Nuclear Materials*, 203 (1993) 233-248
- [Hüb97.1] R. Hübner, unveröffentlichter Bericht Januar 1997
- [Hüb97.2] R. Hübner, K. Ehrlich, „Swelling and In-Pile Creep of Neutron Irradiated 15Cr15NiTi Austenitic Steels in the Temperature Range of 400 to 600°C“, *Influence of High Dose Irradiation on Core Structural and Fuel Materials in Advanced Reactors, Proceedings of a Technical Committee Meeting, Obninsk, Russian Federation, 16. - 19. Juni 1997, 223 - 230*
- [Hüb98] R. Hübner, unveröffentlichter Bericht September 1998
- [Lau87] T. Lauritzen, S. Vaidyanathan, W. L. Bell, W. J. S. Yang, „Irradiation-Induced Swelling in AISI 316 Steel: Effect of Tensile and Compressive Stress“, *Radiation-Induced Changes in Microstructure, 13th International Symposium (Part I) ASTM STP 955, F. A. Garner, N. H. Packan, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1987, 101 – 113*
- [Lee80] E. H. Lee, P. J. Maziasz, A. F. Rowcliffe, „The Structure and Composition of Phases occurring in Austenitic Stainless Steels in Thermal and Irradiation Environments“, *Phase Stability during Irradiation, J. R. Holland, L. K. Mansur, D. I. Potter, Eds., The Metallurgical Society of AIME, Pittsburgh, 1980, 191 – 218*

- [LeN82] L. LeNaour, N. Vouillon, V. Levy, „Influence of Dose and Doserate on the Microstructure of Solution Annealed 316 Steel Irradiated around 600°C“, Effects of Radiation on Materials, 11th Conference, ASTM STP 782, H. R. Brager and J. S. Perrin, Eds., American Society for Testing and Materials, 1982, 310 - 324
- [Mai93] A. Maillard, H. Touron, J. L. Seran, A. Chalony, „Swelling and Irradiation Creep of Neutron Irradiated 316Ti and 15-15Ti Steels“, Effects of Radiation on Materials, 16th International Symposium, ASTM STP 1175, A. S. Kumar, D. S. Gelles, R. K. Nanstad, and E. A. Little, Eds., American Society for Testing and Materials, 1993, 824 - 837
- [Man94] L. K. Mansur, „Theory and Experimental Background on Dimensional Changes in Irradiated Alloys“, Journal of Nuclear Materials, 216 (1994) 97 - 123
- [Mat88] J. R. Matthews, M. W. Finnis, „Irradiation Creep Models – An Overview“, Journal of Nuclear Materials, 159 (1988) 257 - 285
- [Maz89] P. J. Maziasz, „Formation and Stability of Radiation-Induced Phases of Neutron-Irradiated Austenitic and Ferritic Steels“, Journal of Nuclear Materials, 169 (1989) 95 - 115
- [Neu92] V. S. Neustroyev, V. K. Shamardin, A. V. Povstyanko, V. N. Golovanov, N. M. Mitrofanova, „Effect of Microalloying with Boron and Rare-Earth Metals on Swelling and Mechanical Properties of Fe-16Cr-15Ni Steels“, Effects of Radiation on Materials, 15th International Symposium, ASTM STP 1125, R. E. Stoller, A. S. Kumar, and D. S. Gelles, Eds., American Society for Testing and Materials, 1992, 1122 – 1131
- [Neu93] V. S. Neustroyev, V. K. Shamardin, „Radiation Creep and Swelling of Austenitic 16Cr15Ni3MoNb Steels Irradiated in the Reactor Bor-60 at 350 and 420°C“, Effects of Radiation on Materials, 16th International Symposium, ASTM STP 1175, A. S. Kumar, D. S. Gelles, R. K. Nanstad, and E. A. Little, Eds., American Society for Testing and Materials, 1993, 816 - 823
- [Por80] D. L. Porter, G. D. Hudman, „The Apparent Dose Rate Dependence of Swelling in Austenitic Stainless Steels“, Trans. ANS 34 (1980) 230 - 231
- [Por83] D. L. Porter, M. L. Takata, E. L. Wood, „Direct Evidence for Stress-Enhanced Swelling in Type 316 Stainless Steel“, Journal of Nuclear Materials, 116 (1983) 272 – 276
- [Por88] D. L. Porter, F. A. Garner, „Irradiation Creep and Embrittlement Behavior of AISI 316 Stainless Steel at very high Neutron Fluences“, Journal of Nuclear Materials, 159 (1988) 114 - 121
- [Sah85] H. K. Sahu, P. Jung, „Void Swelling and Irradiation Creep in Stainless Steel under Compressive and Tensile Stress“, Journal of Nuclear Materials, 136 (1985) 154 - 158
- [Schn86] W. Schneider, C. Wassilew, K. Ehrlich, „Beeinflussung der bestrahlungsinduzierten Heliumverteilung durch thermo-mechanische Vorbehandlung und ihre Auswirkungen auf das Versprödungsverhalten in titanstabilisiertem austenitischen Stahl“ Zeitschrift für Metallkunde, 77 (1986) 611 - 619
- [Schn87] W. Schneider, T. Stober, unveröffentlichter Bericht, Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1987
- [Schn89] W. Schneider, O. Romer, unveröffentlichter Bericht, Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1989
- [Sek91] N. S. Sekimura, S. Ishino, „The Effect of Titanium Addition on Microstructural Evolution in Austenitic Steel Irradiated with Fast Neutrons in FFTF“, Journal of Nuclear Materials, 179 - 181 (1991) 542 – 545

- [Ser90] J. L. Seran, H. Touron, A. Maillard, P. Dubuisson, J P. Hugot, E. LeBoulbin, P. Blanchard, M. Pelletier, „The Swelling Behavior of Titanium-Stabilized Austenitic Steels Used as Structural Materials of Fissile Subassemblies in Phénix“, Effects of Radiation on Materials: 14th International Symposium (Vol. II) ASTM STP 1046, N. H. Packan, R. E. Stoller, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1990, 739 - 752
- [Ser92] J. L. Seran, V. Lévy, P. Dubuisson, D. Gilbon., A. Maillard, A. Fissolo, H. Touron, R. Cauvin, A. Chalony, E. LeBoulbin, „Behavior under Neutron Irradiation of the 1515Ti and EM10 Steels Used as Standard Materials of Phénix Fuel Subassembly“, Effects of Radiation on Materials, 15th International Symposium, ASTM STP 1125, R. E. Stoller, A. S. Kumar, and D. S. Gelles, Eds., American Society for Testing and Materials, 1992, 1209 – 1233
- [Sha90] V. K. Shamardin, V. N. Golovanov, A. V. Povstyanko, V. S. Neustroev, Y. K. Bibilashvili, I. S. Golovnin, G. V. Kalashnik, V. V. Romaneev, „Irradiation Creep and Swelling of OX16H15M3B Steel and Its Modification OX16H15M3BP Steel“, Effects of Radiation on Materials: 14th International Symposium (Vol. II) ASTM STP 1046, N. H. Packan, R. E. Stoller, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1990, 753 - 765
- [Shi93] I. Shibahara, S. Ukai, S. Onose, S. Shikakura, „Irradiation Performance of Modified 316 Stainless Steel for Monju Fuel“, Journal of Nuclear Materials, 204 (1993) 131 - 140
- [Sod41] C. R. Soderberg; „Interpretation of Creep Tests on Tubes“, Transactions of the American Society for Mechanical Engineers, 63 (1941) 737-748
- [Tol94] M. B. Toloczko, F. A. Garner, „Relationship between Swelling and Irradiation Creep in Cold-Worked PCA Stainless Steel Irradiated to ~178 dpa at 400°C“, Journal of Nuclear Materials, 212 - 215 (1994) 509 - 513
- [Tol99] M. B. Toloczko, F. A. Garner, „Reanalysis of Swelling and Irradiation Creep Data on 316 Type Stainless Steels Irradiated in the FFTF and Phénix Fast Reactors“, to be published in Effects of Radiation on Materials: 19th International Symposium ASTM STP 1366, M. L. Hamilton, A. S. Kumar, S. T. Rosinski, M. L. Grossbeck, Eds., American Society for Testing and Materials, 1999
- [Vai82] W.V. Vaidya, G. Knoblauch, K. Ehrlich, „Void swelling and phase stability in different heats of cold-drawn type 1.4970 SS after heavy ion irradiation.“, Effects of Radiation on Materials. 11th Conference, ASTM STP 782, H. R. Brager and J. S. Perrin, Eds., American Society for Testing and Materials, 1982, 824 - 840
- [Ven76] H. Venker, K. Ehrlich, „Relation between Partial Diffusion Coefficients in Alloys and their Swelling Behaviour under Fast Neutron Irradiation“, Journal of Nuclear Materials, 60 (1976) 347 - 349
- [Was89] C: Wassilew, „Bestrahlungsinduziertes Kriechen und Schwellen Experimentelle Ergebnisse, phänomenologische Modelle und Modellgleichungen für Metalle -“, KfK 4668, November 1989
- [Woo84] C. H. Woo, „Irradiation Creep due to Elastodiffusion“, Journal of Nuclear Materials, 120 (1984) 55 - 64
- [Yan87] W. J. S. Yang, „Precipitate Evolution in Type 316 Stainless Steel Irradiated in EBR-II“, Radiation-Induced Changes in Microstructure, 13th International Symposium (Part I) ASTM STP 955, F. A. Garner, N. H. Packan, and A. S. Kumar, Eds., American Society for Testing and Materials, 1987, 628 - 646