



DokumentID  
1602640, (1.0 Godkänt)  
Reg nr

Sekretess  
Öppen  
Dokumenttyp  
Promemoria (PM)

Sida  
1(11)

Författare  
2017-08-30 Jan Sarnet, Lars Holst

Kvalitetssäkring  
2017-09-04 Allan Hedin (TS)  
2017-09-04 Helene Åhsberg (Godkänd)

# Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

## Innehåll

<b>1</b>	<b>Sammanfattning</b>	<b>2</b>
<b>2</b>	<b>Kunskapsläge</b>	<b>2</b>
<b>3</b>	<b>Tillgängliga mätningar för SKB:s segjärn</b>	<b>5</b>
3.1	Eventuell kylåldring	5
3.2	Dragprovning för SKB:s segjärn i rumstemperatur	8
3.3	Dragprovning SKB:s segjärn vid 125 °C	9
<b>4</b>	<b>Slutsatser</b>	<b>9</b>

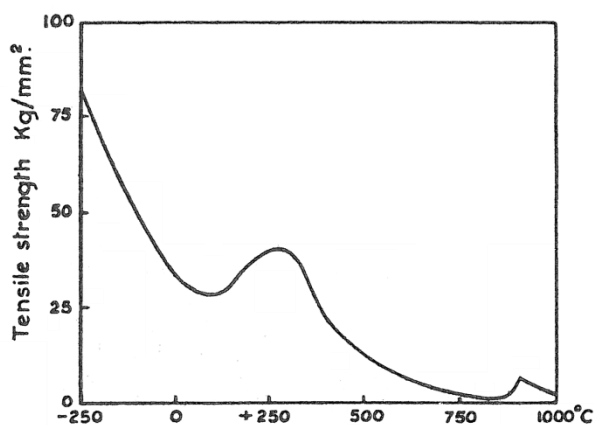
Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

## 1 Sammanfattning

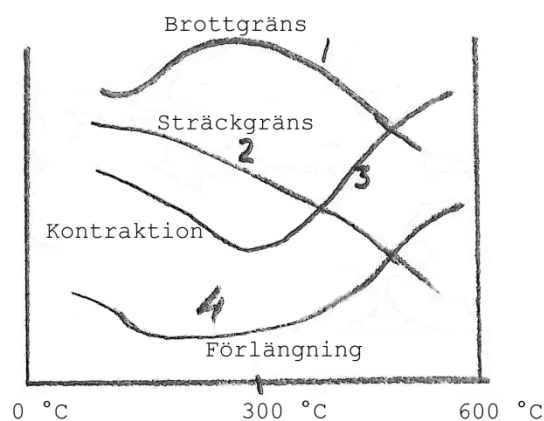
Järn och stål kan bli hårdare och sprödare vid lagring efter avkylning eller deformation. Dessa åldringsfenomen kallas kylåldring respektive deformationsåldring. Deformationsåldringen kan ske efter deformationen (statiskt) eller under deformationen (dynamiskt). Principen för deformationsåldring upptäcktes och patenterades för att öka ståls hållfasthet under slutet av 1800-talet. Sambanden mellan sprödhet och materialets sammansättning är inte fullständigt klarlagda, men under 1900-talet minskades ståls åldringsbenägenhet genom forskning och praktisk utveckling. Traditionella gjutjärn försprödas genom deformationsåldring vid 300 °C. Mätningar av mekaniska egenskaper vid deformationsåldringsområdet 200–500 °C har inte utförts av SKB. Det finns dock litteratur som visar på en försprödning för segjärn vid 400 °C. Aktuella dragprovningmätningar på SKB:s segjärn antyder en svag kylåldring som avtar med tiden mellan mättillfällena (överåldring). Effekten av den övergående kylåldringen efter gjutning är svagt positiv eftersom material blir mindre sprött.

## 2 Kunskapsläge

Järn och stål kan bli hårdare och sprödare vid lagring efter avkylning från omvandlingstemperaturen (768 °C) eller deformation och dessa åldringsfenomen kallas kylåldring respektive deformationsåldring. Åldring kan visa sig som markerad sträckgräns, blåsprödhet och Portevin-LeChatelier-effekten. Blåsprödhet utforskades för ett sekel sedan av forskare som Martens, Charpy, och Fettweis. Mars (1922) ger en översikt över dåtidens kunskap och nämner Charpys konstaterande att åldringen och försprödningen minskar med föroreningshalten. Även Desch (1944) lyfter fram detta. De mekaniska egenskaperna som kan mätas vid dragprovning är (1) brottgräns, (2) sträckgräns, (3) kontraktion och (4) förlängning. Fettweis (1919) och Hultgren (1940) skriver att kombinationen av deformation och upphettning kan framkalla en åldringseffekt dynamiskt under dragprovning, som visar sig som en puckel i brottgränsvärderna i figurerna 2-1 och 2-2. Vidare skriver Hultgren att ett stål som är åldringssäkert inte ska visa en ökning i kurvan för brottgränsen (1) eller minskning av brottförlängningen som funktion av temperaturen. Upptäckten och forskningen om järns och ståls åldring har tidigare sammanfattats av Stenberg (1940) och Hultgren (1946, 1966).



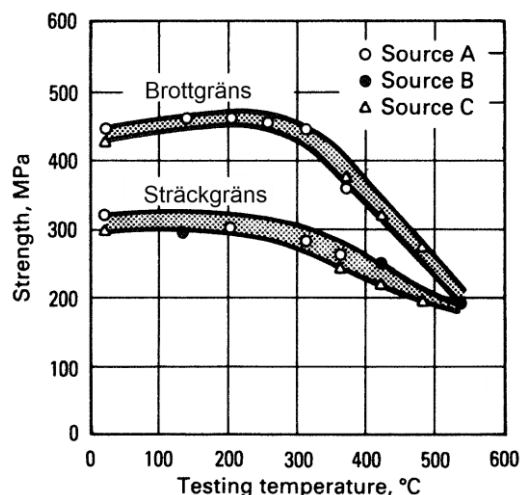
Figur 2-1. Brottgränsens variation med temperaturen för ett lågkolhaltigt järn (Desch 1944).



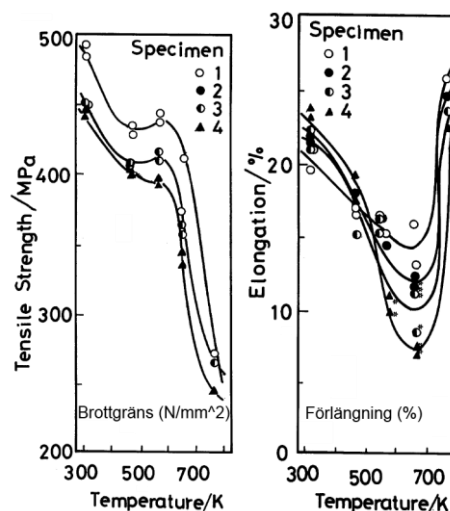
Figur 2-2. Mekaniska egenskapers variation med temperaturen för ett [åldringskänsligt] stål (Hultgren 1940)

En liknande figur för segjärns brottgräns och sträckgräns finns i modern referenslitteratur (Davis 1996), och i figur 2-3 framgår att puckeln för brottgränsen är beskedlig för segjärn motsvarande SKB:s. En tidigare undersökning av segjärn har visat en tydlig blåsprödhet vid dragprovning vid 400 °C (Yanagisawa och Lui 1983). Blåsprödheten beror dock på deformationshastigheten och är störst för hastigheter omkring  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (Keh och Nakada 1968), som motsvarar en tid för deformationen på ungefär en minut.

Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

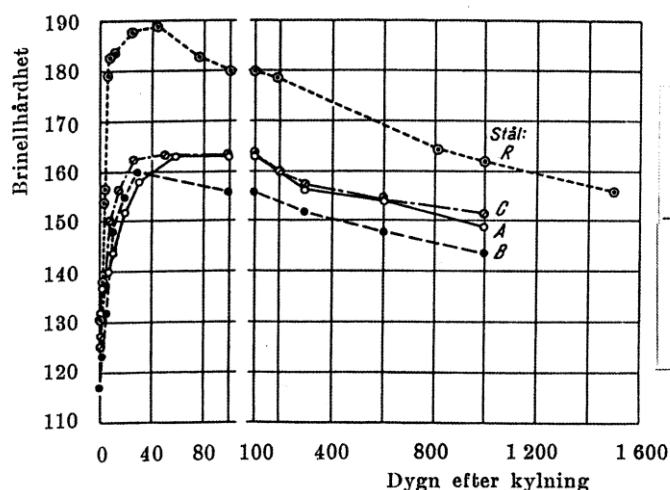


Figur 2-3. Mekaniska egenskapernas variation med temperaturen för segjärn (Davis 1996).



Figur 2-4. Mekaniska egenskapernas variation med temperaturen för segjärn (Yanagisawa och Lui 1983). Dragprovning vid 20, 200, 300, 400, 500 °C.

Vid svalning efter till exempel valsning av grovplåt kan metallen kylåldras och av figur 2-5 framgår ett typiskt åldringsförlopp. Hårdheten når ett maximum en viss tid efter kylningen och därefter avtar hårdheten.



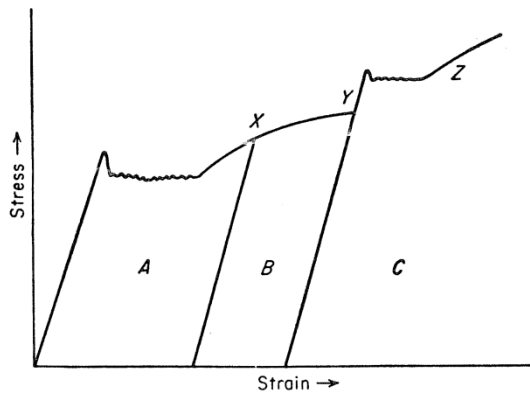
Figur 2-5. Hårdheten (~brottgräns) som funktion av tiden för kylåldrade stål (Wilhelm och Reschka, 1939/40).

Charge nr	C	Mn	P	S	Cu	N <sub>2</sub>
A . .	0.22	0.38	0.015	0.040	0.26	0.0068 : 0.0074
B . .	0.04	0.40	0.020	0.030	0.25	0.0057 : 0.0057
C . .	0.085	0.41	0.030	0.038	0.25	0.0075 : 0.0068
R . .	0.05	0.50	0.020	0.033	0.16	0.0053 : 0.0060

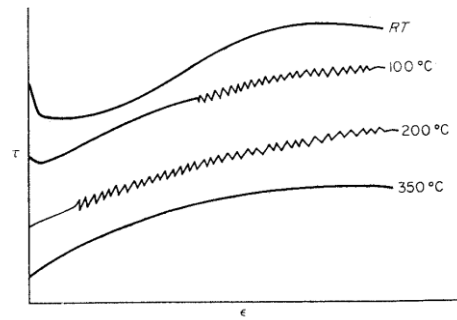
Statisk deformationsåldring har undersökts för stål med hög och låg åldringsbenägenhet (Edwards m fl 1940). Författarna visar att statiskt åldringsbenägna material karakteriseras av en ökning av brottgränsen efter deformation. Efter en deformation på 6 % ökade bara brottgränsen för de stål som har hög åldringsbenägenhet. Edwards m fl visar också att de åldringsbenägna materialen har en ökad markerad sträckgräns efter åldring.

Deformationsåldring (strain aging) beskrivs i detalj av Honeycombe (1968) och Dieter (1988); en ökning av sträckgränsen vid en pålastning efter avlastning visar sig i en markerad sträckgräns och är en statisk effekt på sträckgränsen. Dessutom kan en dynamisk åldring uppkomma vid dragprovning vid förhöjd temperatur och den identifieras som taggar i dragprovskurvan (Figurer 2-6 till 2-9) och kallas Portevin-LeChatelier-effekten (Portevin och Le Chatelier, 1923). Förenklat kan taggarna hänföras till att inlösta ämnen som interagerar med den fortgående deformationen av metallens kristallkorn och både ämnas diffusion och deformationen är temperaturaktiverade.

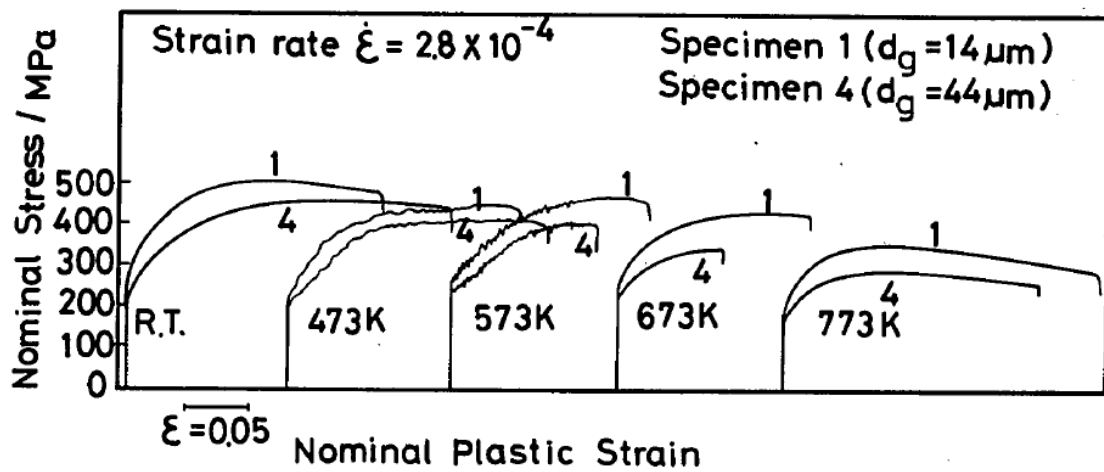
Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn



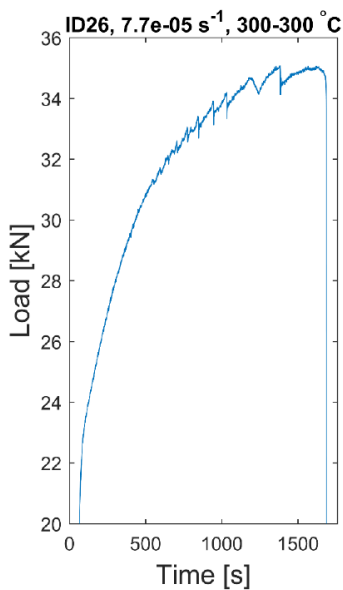
Figur 2-6. Spänningen som funktion av deformationen (Dieter 1988).



Figur 2-7. Spänningen som funktion av deformationen (Honeycombe 1968).



Figur 2-8. Dragprovningmätningar för segjärn.



Figur 2-9. Portevin-LeChatelier-effekten för segjärn (Pihlajamäki 2017).

Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

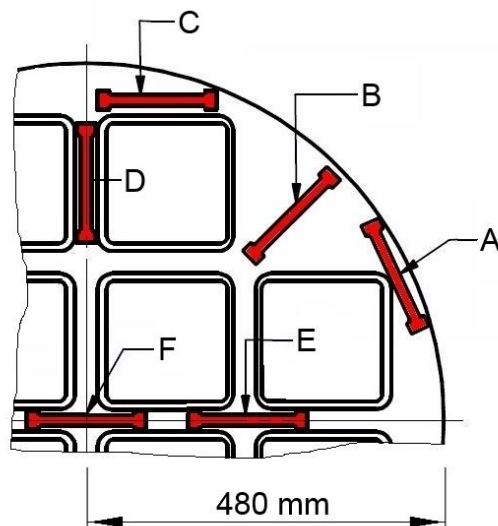
Pihlajamäki refererar i sitt examensarbete (2017) till Lui och Chao (1989) där man observerar en minskning av brottförlängningen vid dragprovning av segjärn vid förhöjd temperatur. Från de mätningar på segjärn som redovisas kan man se en mätbar minskning av brottförlängningen om temperaturen ökar till 200 °C. Pihlajamäki har inte redovisat mätningar av brottförlängningen (elongation) eller kontraktionen som funktion av temperaturen.

Motsvarande mätningar saknas för SKB:s segjärn men det finns mätningar, redovisade i nästa avsnitt, som ger underlag till bedömningar. Höjd i insatsen, anrikning av legeringsämnen och föroreningsämnen (segringar) och svalningsförloppet vid gjutning påverkar brottförlängningen och det kan finnas samvariation mellan dessa faktorer och provningstemperatur.

### 3 Tillgängliga mätningar för SKB:s segjärn

#### 3.1 Eventuell kylåldring

För att kunna undersöka ett eventuellt samspel mellan höjd i segjärnsinsatsen och provläge för de mekaniska egenskaperna togs extra provskivor ut från BWR-segjärnsinsatsen i76 på höjderna 1,1 m och 2,2 m. Därigenom gavs möjligheten att studera inverkan av förfluten tid mellan mätningarna. De extra ordinarie provskivorna (SKBdoc 1567932, 1567959) togs ut 531 dagar efter gjutning i tillägg till ordinarie skivor (SKBdoc 1526911, 1532285) uttagna 174 dagar efter gjutning.



Figur 3-1. Provlägen för dragprovning.

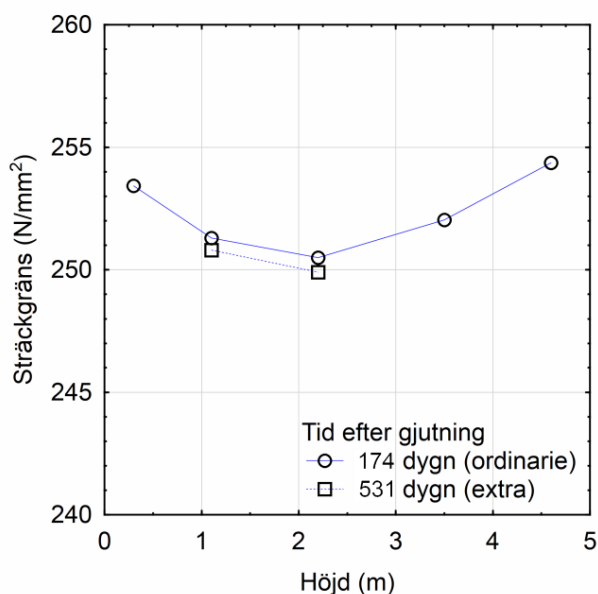
Sträckgränsen varierar lite mellan och inom provskivorna men ur tabell 3-1 framgår att variationerna är systematiska.

Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

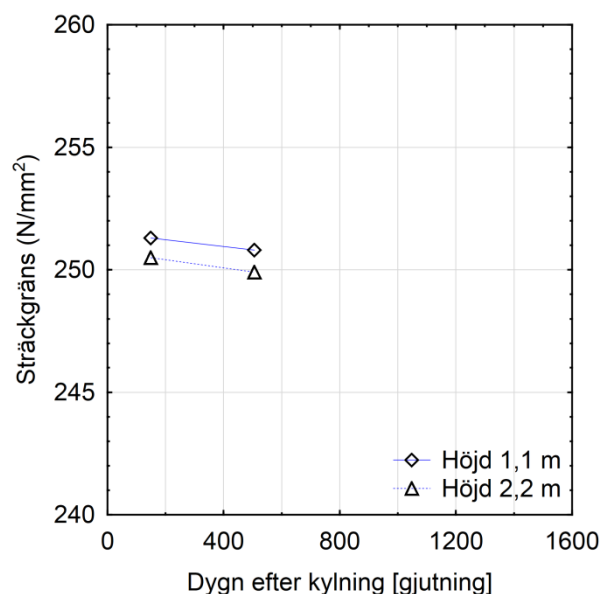
**Tabell 3-1. Sträckgränsmätningar för insats i76.**

		A				B				C				D		E		F	Medel
1,1 m		1	6	10	15	2	5	11	14	3	4	12	13	7	16	9	17	8	Medel
1070 mm	Ordinarie	255,0	254,1	252,4	252,5	251,6	251,9	252,1	252,7	252,8	253,1	251,7	251,1	249,9	248,3	247,8	249,9	245,5	251,3
1118 mm	Extra	252,8	253,1	252,6	251,4	251,7	251,5	251,3	251,0	252,7	252,7	250,8	250,8	249,2	248,1	248,3	249,1	246,2	250,8
Medel		253,0				251,7				252,0				248,9		248,8		245,9	251,0
2,2 m		1	6	10	15	2	5	11	14	3	4	12	13	7	16	9	17	8	Medel
2160 mm	Ordinarie	252,0	252,2	253,1	251,0	251,7	251,4	250,9	250,8	252,3	252,4	251,9	250,4	248,5	#	247,0	246,4	246,0	250,5
2112 mm	Extra	251,8	251,8	251,9	250,8	250,9	251,0	251,0	251,2	251,0	251,9	250,7	250,1	245,0	249,3	248,7	248,7	241,9	249,9
Medel		251,8				251,1				251,3				247,6		247,7		244,0	250,2

Sträckgränsen är lägst i centrum och på halva höjden vilket kan förklaras av en långsammare kylningshastighet och förmodad anlöpning av segjärnet, Figur 3-2a.



**Figur 3-2 a.** Sträckgränsens medelvärden för olika höjder för i76.



**Figur 3-2 b.** Sträckgränsens förändring mellan olika tider efter gjutning för höjderna 1,1 m och 2,2 m för i76.

**Tabell 3-2. Variansanalyschema för sträckgränser i höjderna 1,1 m och 2,2 m.**

Faktor	Kvadratsumma	Frihetsgrader	Medelkvadratsumma	F-kvot	p-värde	Kommentar
Provläge	290,29	5	58,06	70,29	0,000	(***) signifikant
Höjd	15,05	1	15,05	18,22	0,000	(***) signifikant
Mätning (ordinare/extra)	4,32	1	4,32	5,23	0,027	(*) signifikant
Provläge*höjd	1,95	5	0,39	0,47	0,795	inte signifikant
Provläge*mätning	6,04	5	1,21	1,46	0,222	inte signifikant
Höjd*mätning	0,00	1	0,00	0,01	0,940	inte signifikant
Provläge*höjd*mätning	8,96	5	1,79	2,17	0,075	nästan signifikant
Rest	35,52	43	0,83	-		$\sqrt{0,83} = 0,91$
Total	362,13	66	5,49	-		$\sqrt{5,49} = 2,34$

Analysen visar systematiska skillnader mellan provlägen, höjder och ordinarie/extra mätning. Kantprovlägena A, B, C har högre sträckgränser än övriga, som framgår ur Tabell 3-1.

Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

**Tabell 3-3. Variansanalysschema för sträckgränser i höjderna 1,1 m och 2,2 m för provlägen A, B, C**

Faktor	Kvadrat-summa	Frihets-grader	Medelkvadrat-summa	F-kvot	p-värde	Kommentar
Provläge	8,63	2	4,31	7,28	0,002	(**) signifikant
Höjd	7,87	1	7,87	13,28	0,001	(***) signifikant
Mätning (ordinarie/extra)	4,42	1	4,42	7,45	0,001	(**) signifikant
Provläge*höjd	0,76	2	0,38	0,64	0,533	inte signifikant
Provläge*mätning	0,24	2	0,12	0,21	0,814	inte signifikant
Höjd*mätning	0,13	1	0,13	0,22	0,639	inte signifikant
Provläge*höjd*mätning	0,49	2	0,25	0,42	0,663	inte signifikant
Rest	21,33	36	0,59	-		$\sqrt{0,59} = 0,77$
Total	43,87	47	0,93	-		$\sqrt{0,93} = 0,97$

För kantprovlägena A, B, C visar analysen systematiska skillnader mellan provlägen, höjder och ordinarie/extra mätning, tabellerna 3-2 och 3-3. Som framgår av Tabell 3-1 är dock skillnaderna små. Lägsta mätvärdet är 250,1 N/mm<sup>2</sup> och högsta 255,0 N/mm<sup>2</sup>.

För att ta hänsyn till att provpositionerna inom provlägena på intilliggande skivor kan vara mer lika än inom provläget A, B eller C, kan man lämpligen studera mätningarnas differens mellan samma provposition och höjd. Dessa differenser har bildats i tabell 3-4 med två decimalers noggrannhet från originaldata.

**Tabell 3-4. Differenser för sträckgränser för höjderna 1,1 m och 2,2 m i provlägen A, B, C**

Differens	A				B				C				Medel
	1	6	10	15	2	5	11	14	3	4	12	13	
1,1 m	2,12	0,98	-0,24	1,15	-0,08	0,38	0,79	1,68	0,13	0,39	0,89	0,34	0,712
2,2 m	0,26	0,40	1,25	0,27	0,77	0,38	-0,08	-0,43	1,23	0,48	1,18	0,30	0,502
Medel	0,776				0,426				0,618				0,607

Skillnaden i genomsnitt mellan ordinarie och extra mätning är 0,607 N/mm<sup>2</sup>, som framgår av Tabell 3-4.

**Tabell 3-5 Variansanalysschema för differenserna av sträckgränserna på höjderna 1,1 m och 2,2 m för provlägen A, B, C.**

Faktor	Kvadrat-summa	Frihets-grader	Medelkvadrat-summa	F-kvot	p-värde	Kommentar
Höjd (1,1 m, 2,2 m)	0,265	1	0,265	0,684	0,419	inte signifikant
Provläge (A, B, C)	0,490	2	0,245	0,632	0,543	inte signifikant
Höjd*Provläge	0,985	2	0,492	1,271	0,305	inte signifikant
Rest	6,973	18	0,387	-		$\sqrt{0,387} = 0,622$
Total	8,712	23	0,379	-		$\sqrt{0,379} = 0,615$

Ur variansanalysschemat, tabell 3-5, framgår att ingen skillnad kan påvisas mellan differenser av ordinarie och extra mätning för höjderna 1,1 m och 2,2 m eller kantprovlägena A, B, C. Ett 90 % konfidensintervall för medeldifferensen mellan ordinarie och extra mätningar blir

$$0,607 \pm 1,71 \cdot \frac{0,615}{\sqrt{24}} = 0,607 \pm 0,215$$

där faktorn 1,71 kommer från t-fördelningen med 23 frihetsgrader. För ett 99,9 % konfidensintervall ersätts faktorn 1,71 med 3,77 och 0,215 med 0,474. Medeldifferensen är större än noll med statistisk \*\*\*-signifikans.

Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

Motsvarande beräkning för brottgränsernas ger att ett 90 % konfidensintervall för medeldifferensen mellan ordinarie och extra mätningar blir

$$1,28 \pm 1,71 \cdot \frac{2,51}{\sqrt{24}} = 1,28 \pm 0,88$$

Medeldifferensen för brottgränsen är statistiskt signifikant större än noll.

Motsvarande beräkning för brottförlängning ger att ett 90 % konfidensintervall för medeldifferensen mellan ordinarie och extra mätningar blir

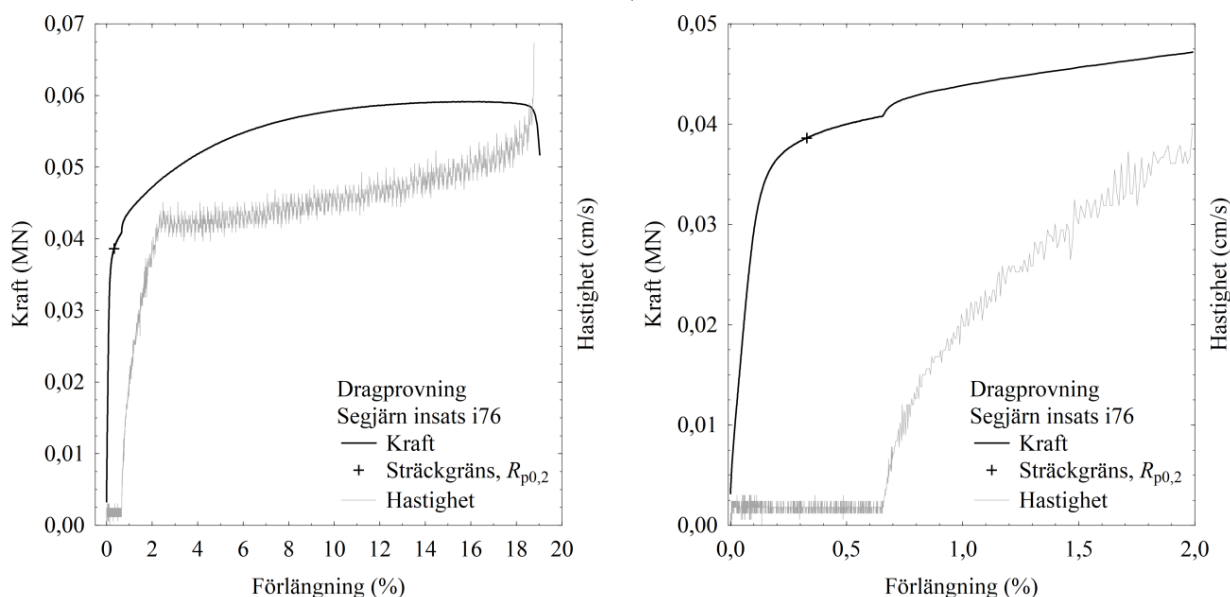
$$0,18 \pm 1,71 \cdot \frac{4,16}{\sqrt{24}} = 0,18 \pm 1,45$$

Ingen systematisk skillnad mellan ordinarie och extra mätning kan säkerställas för brottförlängningen.

Att medeldifferenserna för sträckgräns och brottgräns är skilda från noll kan möjligen bero på att kalibreringen av dragprovningssmaskinen har ändrats eller att segjärnets kylåldringshärdning avtog under det år som förflutit mellan mätningarna (överåldring), Figur 3-2b.

### 3.2 Dragprovning för SKB:s segjärn i rumstemperatur

Dragprovning vid rumstemperatur utförs för varje provtillverkad segjärnsinsats. I figuren 3-3 visas opublicerad originaldata från ackrediterad dragprovning av prov D1 från segjärnsinsats i76 och sträckgränsen  $R_{p0,2}$  är indikerad med ett kryss (SKBdoc 1526911). En diskontinuitet i kraftkurvan syns och beror på att draghastigheten ökas från 0,002 cm/s till 0,04 cm/s efter att sträckgränsen passerats enligt praxis. Ingen markerad övre och undre sträckgräns som enligt Edwards m fl (1940, 1943) är besläktad med statisk deformationsåldring kan identifieras i dragprovkurvan.



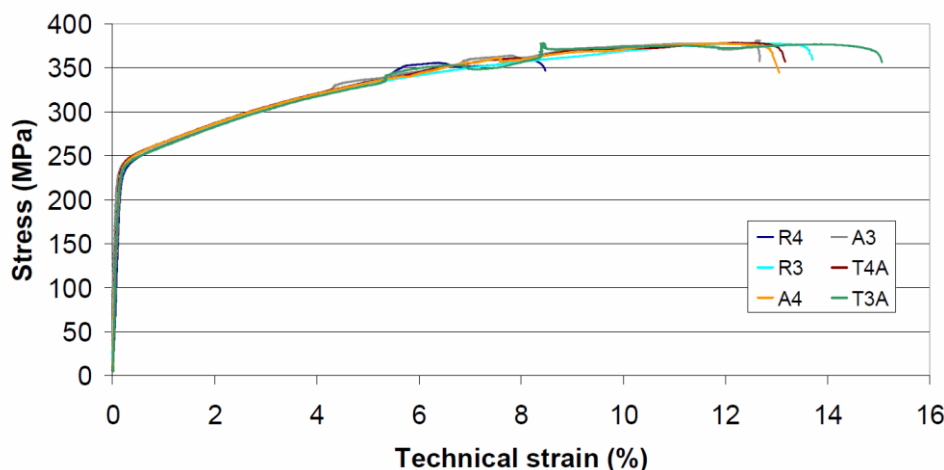
Figur 3-3. Kraft- och deformationshastighetskurva som funktion av förlängningen (tekniska töjningen).



Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

### 3.3 Dragprovning SKB:s segjärn vid 125 °C

Dragprovning av segjärn vid förhöjd temperatur har tidigare utförts (SKBdoc 1196833) som redovisas i figur 3-4 nedan. För höga töjningar kan en viss ojämnhet i kraftkurvan noteras. Det kan inte uteslutas att det är en dynamisk deformationsåldringseffekt enligt Portevin och Le Chatelier (1923) som Pihlajamäki observerat, figur 2-9 i detta dokument.



Figur 3-4. Varmdragprov vid 125 °C från provskiva i toppskivan på höjden 4,6 m för segjärnsinsats i55 (SKBdoc 1196833).

Däremot är minskningen i brottförlängning liten som kan ses i tabell 3-6 (SKBdoc 1078594, 1196833). I ett blåsprött område skulle brottgränsen öka som i figurerna 2-1 och 2-2 men för segjärnet minskar den från rumstemperatur till 125 °C som ses i tabell 3-6 och är i överrensstämmelse med resultaten i artikeln av Yanagisawa och Lui (1983) redovisade ovan i figuren 2-4.

Tabell 3-6. Mekaniska egenskaper för SKB:s segjärn från insats i55 vid 20 °C och 125 °C.

Temperatur	Sträckgräns, Rp0,2		Medel	Brottgräns, Rm		Medel	Brottförlängning (%)		
20 °C	273	277	275,0	397	401	399,0	14,7	16,3	15,50
125 °C	244	247	245,5	378	379	378,5	13,5	13	13,25
Medel	260,3			388,8			14,38		

## 4 Slutsatser

Dragprovning av SKB:s segjärn vid rumstemperatur visar inte på någon markerad sträckgräns som skulle varit ett utslag av åldringsbenägenhet. Det finns litteratur som visat att dynamisk deformationsåldring uppträder för segjärn vid temperaturer över 200 °C och effekten är markant vid 400 °C. Striationer i flytspänningskurvan kan möjligen påvisas vid maximal temperatur för segjärnet i slutförvaret och töjningar som är större än de som uppkommer vid statiska belastningar. Dessa striationer ger inte någon drastisk minskningen av brottförlängningen (materialets duktilitet) som kan kallas försprödning. Eftersom statisk deformationsåldring bara sker för material och temperaturer som uppvisar karakteristiska tecken på åldring, som till exempel markerad ökad sträckgräns eller striationer i dragprovkurvan, bedöms inte statisk deformationsåldring förekomma på segjärnet om plasticering inträffar vid temperaturer under 125 °C. En svag kylåldringseffekt (överåldring) indikeras av en minskning i sträckgräns på 0,6 N/mm<sup>2</sup> för 350 dagar år två efter gjutning. Slutligen bör påpekas att segjärn är det gjutjärn som har den högsta åldringsbeständigheten mot andra åldringsfenomen som blåsprödhet.

Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

## Referenser

**Charpy G, 1914.** Comptes rendus de l'Académie des sciences, 311.

**Davis JR (red), 1996.** Cast irons. Materials Park, Ohio: ASM International.

**Desch CH, 1944.** Metallography. 6. ed. London: Longmans, Green and co.

**Dieter GE, 1988.** Mechanical metallurgy. London: McGraw-Hill.

**Edwards CA, Phillips DL, Jones HN, 1940.** Influence of some special elements upon strain-ageing and yield-point characteristics of low-carbon steels, Journal of Iron & Steel Institute, 142, 199–222.

**Edwards CA, Phillips DL, Liu YH, 1943.** The yield point in steel. Journal of Iron & Steel Institute, 147, 145–167.

**Honeycombe RWK, 1968.** The plastic deformation of metals. London: Edward Arnold.

**Honeycombe RWK, Bhadeshia HKDH, 1995.** Steels: Microstructure and Properties. London: Edward Arnold.

**Hultgren A, 1946.** Ståls åldring. Jernkontorets Annaler, 130, 575–592.

**Hultgren A, 1966.** Metallografins utveckling i Sverige under åren 1817–1966. Jernkontorets Annaler, 150, 1966, 942–990.

**Keh AS, Nakada Y, Leslie WC, 1968.** Dynamic strain aging in iron and steel. Dislocation dynamics: [Proceedings of the 2nd] Battelle institute materials science colloquia, Seattle, Wash., U.S.A. and Harrison, British Columbia, Canada, May 1-6, 1967. New York: McGraw-Hill, 381–408.

**Lui TS, Chao CG, 1989.** High-temperature properties of ferritic spheroidal graphite cast iron. Journal of Material Science, 24, 2503–2507.

**Mars G, 1922.** Die Spezialstähle. Ihre Geschichte, Eigenschaften, Behandlung und Herstellung. Stuttgart: Ferdinand Enke.

**Portevin A, Le Chatelier F, 1923.** Comptes rendus de l'Académie des sciences, 176, 507.

**Steenberg B, 1940.** Åldring av olegerat järn och stål. Jernkontorets Annaler, 124, 41–75

**Wilhelm H, Reschka J, 1939/40.** Archiv für Eisenhüttenwesen, 14, 273–275.

**Yanagisawa O, Lui TS, 1983.** Influence of the structure on the 673 K embrittlement of ferritic spheroidal graphite cast iron. Transactions of the Japan Institute of Metals (JIM), 24, 858–867.

### *Opublicerade dokument*

**Hultgren A, 1940.** Metallografi med materialprovning [kompendium efter föreläsningar av bergsing. Axel Hultgren].

**Pihlajamäki T, 2017.** Characterization of strain aging with full-field strain measurements. Examensarbete. Aalto Universitet, Helsingfors.

**SKBdoc 1078594, ver 1.0.** Materialprovning av segjärnsinsats I 55. Svensk Kärnbränslehantering AB.

**SKBdoc 1196833, ver 1.0.** Hot tensile testing of cast iron. Svensk Kärnbränslehantering AB.

**SKBdoc 1532285, ver 1.0.** Materials testing of nodular cast iron insert I76-25, axial position 1070mm from bottom. Svensk Kärnbränslehantering AB.

**SKBdoc 1567932, ver 1.0.** Materials testing of nodular cast iron insert I76-X25, axial position 1118mm from bottom. Svensk Kärnbränslehantering AB.

Åldring, deformationsåldring, blåsprödhet av segjärn

**SKBdoc 1567959, ver 1.0.** Materials testing of nodular cast iron insert I76-XM, axial position 2112mm from bottom. Svensk Kärnbränslehantering AB.

**SKBdoc 1526911, ver 1.0.** Materials testing of nodular cast iron insert I76M, axial position 2160mm from bottom. Svensk Kärnbränslehantering AB.