Bruchmechanische Untersuchungen an Werkstoffen für Dampfkraftwerke mit Frischdampftemperaturen von 500 bis 650°C

Von der Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen zur Erlangung des akademischen Grades einer Doktorin der Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Lenka Mikulová

aus

Michalovce, Slowakei

Berichter: apl. Prof. Dr. rer. nat. Florian Schubert Univ.-Prof. Dr.-Ing. Lorenz Singheiser

Tag der mündlichen Prüfung: 1. Februar 2005

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Hochschulbibliothek online verfügbar.

Fracture-mechanics investigations at materials for steam power plants with live steam temperatures from 500 to 650°C

by

Lenka Mikulová

Abstract

The higher steam temperatures and pressures in advanced supercritical steam turbines require the use of steels with improved creep rupture strength. The tempered martensitic steel P92 is a creep resistant material used for the production of components for live steam with operating temperature 550-630°C. For the application of these steels is essentially necessary to know the impact of different test atmospheres and temperatures on the crack growth rate.

In the present work, the influence of atmosphere (air, vacuum, simulated live steam), prooftemperature, hold time, thermal exposure on the crack growth has been studied at temperatures between 500 and 600°C. The influence of proof-temperature and atmosphere has been reflected on micrographs of fracture surface. SEM-micrographs of the principal crack and also optical micrographs coming from the cross sections perpendicular to the plane of a crack propagation (secondary cracks) show changes in the character of a crack propagation dependent of the loading cycle and temperature.

By fatigue crack growth tests has been enhancement of crack growth due to the aggressive atmosphere (air) noted. The fatigue crack growth rates in air are at least one order of magnitude faster than those in vacuum (inert atmosphere). The effects of air, vacuum, simulated live steam on creep crack growth of P92 was also studied. A hold time leads to a higher crack growth rate compared with pure creep crack growth tests. The results from crack growth tests demonstrated, that steam oxidation plays a important role among the three factor, creep crack growth, fatigue crack growth and oxidation, in crack growth of these steel in superheated steam. In this work was also effect of side-grooves on the local stress and crack growth rate experimentally examined.

Bruchmechanische Untersuchungen an Werkstoffen für Dampfkraftwerke mit Frischdampftemperaturen von 500 bis 650°C

von

Lenka Mikulová

Kurzfassung

Die höheren Dampftemperaturen und -drucke in überkritischen Dampfturbinen erfordern die Anwendung der Stähle mit verbesserter Zeitstandfestigkeit. Der temperierte martensitische Stahl P92 ist ein kriechbeständiger Werkstoff, in modernen Dampfkraftwerke soll dieser Stahl hauptsächlich für Bauteile der Frischdampfleitungen mit Betriebstemperatur 550-630°C benutzt werden. Für die Anwendung dieser Stahle ist notwendig die Einflüsse der unterschiedlichen Prüfatmosphären und -temperaturen auf das Risswachstum zu kennen.

In dieser Arbeit ist der Einfluss der Atmosphäre (Luft, Vakuum, simulierter Frischdampf), Prüftemperatur, Haltezeit und Einfluss der thermischen Auslagerung auf das Risswachstum bei den Temperaturen zwischen 500 und 600°C untersucht worden. Der Einfluss der Prüftemperatur und der Prüfatmosphäre wurde mit lichtmikroskopischen Aufnahmen der Bruchoberflächen erörtert. Die REM-Aufnahmen des Hauptrisses und auch die lichtmikroskopische Untersuchungen, die an Längsschliffen senkrecht zur Bruchoberfläche gemacht wurden (Nebenrisse), machen eine Änderungen im Verlauf der Nebenrissen in Abhängigkeit von der Temperatur und der Beanspruchungsart deutlich.

Bei den ERW-Versuchen wurde im aggressiven Prüfmedium (Luft) die Beschleunigung des Risswachstums beobachtet. Die Risswachstumsgeschwindigkeit in Luft ist mindestens um eine Größenordnung schneller als die im Vakuum (inerte Atmosphäre). Der Einfluss der Prüfatmosphären auf das Risswachstum wurde auch unter reiner statischen Belastung (KRW-Versuch) studiert. Die Haltezeit führt zu einer Erhöhung der Risswachstumsgeschwindigkeit über das Maß des reinen Kriechrisswachstums hinaus. Die Ergebnisse von den Risswachstumsversuche zeigten, dass die Dampfoxidation eine wichtige Rolle für Kriechrisswachstum, Ermüdungsrisswachstum und Oxidation spielt. In dieser Arbeit wurde der Effekt der Seitenkerben auf der lokalen Spannung und der Risswachstumsgeschwindigkeit experimentell untersucht.

Danksagung

Ich möchte mich bei Prof. Dr. F. Schubert und Prof. L. Singheiser für die gute Unterstützung und die Möglichkeit bedanken, diese Arbeit zu erstellen.

Für die gute Zusammenarbeit gilt mein Dank allen Kollegen der Arbeitsgruppe "Neue Halle, insbesondere Herrn B. Werner und Herrn H. Reiners. Weiterhin gilt mein Dank Frau M. Offermann für Ihre Hilfe und Diskussionen bei der Computer-Auswertung.

Für die intensive Zusammenarbeit gilt mein Dank an Dr. Wessel, ohne dessen Wissen und Unterstützung die Durchführung der rasterelektronmikroskopischen Aufnahmen nicht möglich gewesen wäre. Des weiteren gilt mein Dank den Mitarbeitern der Metallographie.

Allen Angehörigen des Instituts für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik IWV-2 sei für ihre Hilfsbereitschaft herzlich gedankt.

Mein Dank gilt auch meiner Familie und meinem Verlobten Tomáš für die Unterstützung und ihr Verständnis während der Anfertigung dieser Arbeit.

INHALTSVERZEICHNIS

1		EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG DER ARBEIT	1
2		AUSWERTUNG DES SCHRIFTTUMS	5
	2.1	Werkstoffe für Dampfkraftwerke	5
	2.2	Die Bruchmechanik und ihre Bedeutung	10
	2.2.1	Linear-elastische Bruchmechanik	10
	2.2.2	Elastisch-plastische Bruchmechanik	15
	2.3	Ermüdungsrisswachstum	
	2.4	Kriechrisswachstum	21
	2.5	Kriech-Ermüdungsverhalten	25
	2.6	Einflussgrößen auf das Risswachstum	
		- Einfluss des umgebenden Mediums	
		- Einfluss der Temperatur	
		- Einfluss der Haltezeit (bzw. Frequenz)	
		- Einfluss der Mikrostrukturänderungen	
		- Einfluss der Kerben	42
3		EXPERIMENTELLE ARBEITEN	45
	3.1	Versuchswerkstoffe und Probengeometrien	45
		- Werkstoff P92 (NF616)	45
		- Werkstoff X22CrMoV12 1 (X22)	46
		- Werkstoff Inconel 706	48
		- Probengeometrien und ihre Vorbereitung	49
	3.2	Prüfmaschinen	53
	3.3	Beheizung	57
		- Induktionsheizung	

		- Widerstandsofen	
	3.4	Aufweitungsmessung	
	3.5	Versuchsdurchführung	60
	3.5.1	Warmzugversuch	60
	3.5.2	Ermüdungsrisswachstumsversuch	60
	3.5.3	Kriechrisswachstumsversuch	61
	3.5.4	Kriechermüdungsrisswachstumsversuch	62
	3.5.5	Constant Extention Rate (CER) Versuch	
	3.6	Verfahren zur Risslängenmessung	64
	3.6.1	Potentialsondenverfahren	64
	3.6.2	Optische Rissvermessung	65
	3.7	Verwendete Methoden zur Untersuchung des Gefüges	66
	3.7.1	Lichtmikroskopie	66
	3.7.2	Rasterelektronmikroskopie (REM)	66
		- Elektron Back Scattered Diffraction (EBSD)	66
		- elektrochemische Methode zur Entfernung der Oxidschicht	67
	3.7.3	Röntgendiffraktometrie (XRD)	67
	3.8	Betrachtungen zum Anschwingsverhalten der Proben	69
4	V	VERSUCHSERGEBNISSE UND DISKUSSION	73
	4.1	Warmzugversuch	73
	4.2	Versuchswerkstoff P92	76
	4.2.1	Ermüdungsrisswachstumsversuche	76
	4.2.2	Kriechrisswachstumsversuche	80
	4.2.3	Ermüdungsrisswachstumsversuche mit Haltezeit	87
	4.2.4	CER-Versuche	99
	4.2.5	Einfluss des umgebenden Mediums	102

	4.2.6	Einfluss der Prüftemperatur	105
	4.2.7	Einfluss der Haltezeit	108
	4.2.8	Einfluss der Auslagerung	112
	4.2.9	Einfluss der Kerben	115
	4.3	Ergebnisse an den Proben aus dem Vergleichswerkstoff (X22CrMoV12 1)117
	4.3.1	ERW-Versuche mit Haltezeit	117
	4.3.2	CER-Versuche	120
	4.4	Vergleichswerkstoff (Inconel 706)	122
	4.4.1	. ERW-Versuche mit Haltezeit	122
5	5 Z	USAMMENFASSUNG	127
(6 L	ITERATURVERZEICHNIS	131
7	7 A	NHANG	141
	I.	Abkürzungsverzeichnis und verwendete Formelzeichen	141
	II.	Fehlerabschätzung	143
	III.	Verwendete Gleichungen und Tabelle der durchgeführten Versuche	146

1. EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG DER ARBEIT

Die Errichtung und der Betrieb von Dampf- und Gaskraftwerken ist immer mit der Frage nach einer langzeitigen und hinreichenden Verfügbarkeit der jeweiligen Rohrstoffe verknüpft. Unter den fossilen Brennstoffen zur Wandlung in elektrische Energie wird auch in dem begonnenen Jahrhundert die Kohle an erster Stelle bleiben [1.1]; dies gilt gleichermaßen für die Schwellenländer in Asien, wie auch für die Industrienation USA und für einige Nationen in Europa. Kohlebefeuerte Dampfkraftwerke werden auch in den nächsten Dekaden das am meisten genutzte Wandlungssystem sein.

Die Anteile der wichtigen Quelle für die Produktion von elektrischer Energie sind in Abbildung 1.1 schematisch dargestellt. [1.1]



Abbildung 1.1: Produktion der Elektrizität in der EU im Jahre 2000 [1.1]

Das Ziel zur Weiterentwicklung von Dampf- und Gasturbinen ist zum einen die Senkung des Brennstoffverbrauches und zum anderen die Verbesserung der Umweltverträglichkeit. Mit einer Steigerung des Wirkungsgrads ist dies zur erreichen. Wesentlich dabei ist es, die Prozessparameter wie Temperatur und Druck anzuheben. Eine Anhebung der Wirkungsgrade hilft ferner die Betriebskosten zu senken was auch zur Senkung des CO₂-Ausstoßes, bezogen auf die produzierte kWh, hilft. [1.2]

Das COST (Co-operation of 501 in the field Science and Technology) Werkstoffforschungsprogramm, das in den frühen achtziger Jahren begonnen wurde, hat für die Industrie die Voraussetzungen geschaffen, Dampfkraftwerke (Abb.1.2) mit einer Dampfeintrittstemperatur von max. 620°C und damit zur einer Wirkungsgradverbesserung von ca. 8% gegenüber dem derzeitigen europäischen Standartkraftwerk mit den Dampfparameter von 535°C und 185 bar zu realisieren. Diese Wirkungsgradverbesserung erlaubt eine CO₂-Verminderung von ca.20%, d.h. bis zum Jahr 2005 den CO₂-Austoß um ca.-25-30% zu reduzieren. Das Programm COST 501 hat sich auf solche Werkstoffe konzentriert, die für die Herstellung von Rotoren, Gusskomponenten, dick- und dünnwandigen Rohren geeignet sein sollten. Zusätzlich wurden die Möglichkeiten zur Herstellung von Schweißverbindungen untersucht. Das Ziel des Programms war die Weiterentwicklung der ferritisch-martensitischen 9 bis 12% CrMoV(Nb,N)-Stähle zu verbesserten mechanischen Eigenschaften, insbesonders der Zeitstandfestigkeiten [1.3]. Mit dem Folgeprogramm COST 522 sollten zusätzlich die Herstellbarkeit, die Oxidationsbeständigkeit, die Bruchzähigkeit, die Dehnungswechselfestigkeit verbessert werden.



Abbildung 1.2: Schnitt durch eine Dampfturbine [1.4]

Bild.1.3 illustriert die Abhängigkeit des thermischen Wirkungsgrades von den Dampfparametern bei einfacher und doppelter Zwischenüberhitzung, ausgehend von dem europäischen Standardkraftwerk, das eine einfache Zwischenüberhitzung und die Dampfparameter 535°C und 185 bar aufweist. Mit der Zielsetzung von 650°C und 300 bar wäre ein Zugewinn von ca. 10% gemäß dieser Darstellung zu erreichen [1.3]



Abbildung 1.3: Verbesserung des Wirkungsgrades bei einfacher und doppelter Zwischenüberhitzung [1.3]

In kombinierten Gas- und Dampfturbinenkraftwerken (die Gasturbine wird durch Gas-, Ölbzw. Kohlegas befeuert) wurden in den letzten Jahren große Fortschritte bei der Erhöhung des Wirkungsgrades erreicht. Der Gesamtwirkungsgrad von kombinierten Gas- und Dampfturbinenprozessen mit den neuen Werkstoffen kann auf etwa 58% gesteigert werden. [1.5], [1.6].

Durch die mechanischen und thermischen Belastungen bei der Nutzung von Kraftwerken muss ein Verlust der betrieblichen Verfügbarkeit in Kraft genommen werden. Dabei führen Schädigungsprozesse, wie das Kriechen, die thermische Alterung, die Ermüdung und die Korrosion zur Schwächung der Bauteile. Die Bildung und das Wachstum von Defekten (z. B. Risse) in den Komponenten wird in vielen Fällen durch Wechsellasten während des Betriebes verursacht. Risse können beispielsweise durch die Bildung von Poren aufgrund einer Kriechbeanspruchung entstehen, die sich zu Mikrorissen zusammenschließen, woraus später wiederum Makrorisse entstehen können. Diese Vorgänge werden durch konstruktionsbedingt nicht vermeidbare Kerben und durch nicht erkennbare Herstellungsfehler mit rissartigem Charakter gefördert. Für die Absicherung eines zuverlässigen und sicheren Betriebes von dickwandigen Hochtemperaturbauteilen in Kraftwerken und thermischen Anlagen ist eine Kenntnis des Verhaltens Rissen unter zuverlässige von den erwarteten Belastungsbedingungen erforderlich.

In den folgenden Abschnitten der Arbeit werden die Grundlagen der ferritischen Werkstoffe für Dampfkraftwerke vorgestellt. Mit den zu bearbeitenden bruchmechanischen Grundlagen soll das Verhalten dieser Werkstoffe mit Defekten bei zyklischer und statischer Belastung beschrieben werden. In einem weiteren Abschnitt werden die Einflüsse auf das Risswachstum geklärt. Vor dem Hintergrund dieser Grundlagen werden die eigenen Versuchsergebnisse diskutiert.

In der vorliegenden Arbeit sollen Aussagen über die Effekte von Betriebstemperaturen, von Haltezeiten und Prüfatmosphären auf das Risswachstum in dem neuen Werkstoff für Dampfturbinenbauteile, z. B. P92 erarbeitet werden. Ausgehend von Arbeitstemperaturen der Werkstoffe $(T_{arbeit} > 500^{\circ}C)$ werden die Ergebnisse nur aus reinem Ermüdungsrisswachstumsversuch oder aus reinem Kriechrisswachstumsversuch verglichen mit solchen aus Ermüdungsrisswachstumsversuchen mit Haltezeiten. Die Bedeutung von an CT-Probe für das Risswachstum von Werkstoffen mit guter Führungskerben Verformbarkeit bei Prüftemperatur muss erörtert werden. Es wird also nicht nur das Ermüdungsrisswachstum und das Kriechrisswachstum, sondern auch über das Wachstum bei Kriechermüdungsbelastung berichtet werden. Ferner wird der Einfluss des umgehenden Mediums auf das Risswachstum durch Versuchsführungen in Vakuum, Luft und Wasserdampf untersucht. Die Untersuchung des Werkstoffsverhaltens im Vakuum sollte Auskunft über die möglicherweise ablaufenden Prozesse innerhalb einer Komponente, also ohne Luftzutritt und ohne Zutritt vom Wasserdampf Auskunft geben. Ziel dieser Arbeit ist es, das Risswachstumsverhalten des martensitischen Stahls P92 zu untersuchen und zum Vergleich das Verhalten des herkömmlichen 12% Cr-Stahls X22CrMoV121 und einer Ni-Legierung Inconel 706 zu betrachten. Die durchgeführten Versuche mit Proben aus drei Werkstoffen sollen unterschiedliche Empfindlichkeiten auf die Prüfatmosphären aufzeigen. Die Untersuchungen werden ergänzt mit Untersuchungen an Proben aus P92 zum Einfluss von Auslagerungen bei 650 und 700°C vor dem betrieblichen Einsatz.

Aus den fraktographischen Untersuchungen der Bruchflächen sollten sich wesentliche Hinweise für das Bruchverhalten der betrachteten Werkstoffe ableiten lassen.

2. AUSWERTUNG DES SCHRIFTUMS

2.1. Werkstoffe für Dampfkraftwerke

Das Dampfkraftwerk ist zur Zeit weltweit das "Arbeitspferd" der Stromerzeugung. Für die weitere Steigerung des Wirkungsgrades existieren verschiedene Ansätze und zwar:

- Steigerung der Frischdampfparameter (Temperatur und Druck vor der Turbine können nach Entwicklung neuer hochtemperaturbeständiger Werkstoffe erhöht werden)
- Steigerung des Dampfturbinenwirkungsgrades (durch strömungstechnische Maßnahmen und besondere Schaufelgeometrien kann der innere Wirkungsgrad von Dampfturbinen weiter verbessert werden)
- Steigerung des Dampferzeugerwirkungsgrades (durch Verbesserung des Verbrennungsablaufes können der Luftüberschuss in der Feuerung reduziert und die Abgastemperatur verringert werden)
- Reduzierung des Eigenbedarfs im Kraftwerk
- Verbesserung von Komponenten und verfahrenstechnischen Maßnahmen (d.h., zusätzliche Vorwärmung und Zwischenüberhitzung, zusätzliche Abgaswärmenutzung) [2.1], [2.2]

Die modernen Hochtemperaturwerkstoffe sind in 3 Bereiche aufgeteilt:

Ferritisch-martensitische Stähle	für Einsatz bis 650°C	
Austenitische Stähle	für Einsatz bis 700°C	
Nickel Superlegierungen	für Einsatz bis 750°C	[2.3]

Höhere Dampfdrucke und Dampftemperaturen bedeuten höhere thermische und mechanische Beanspruchungen für die zur Anwendung vorgesehenen Werkstoffe oder für neu zu entwickelnde Werkstoffe.



Abbildung 2.1: Zielgrößen für die Entwicklung der 9-12%Cr Stähle, 10⁵ Std. Zeitstandfestigkeit bei 600°C [2.4], [2.5]

In Abbildung 2.1 ist die Entwicklung 9 bis 12% Cr der Stähle für den Einsatz als Röhrenmaterial für höhere Temperaturen in Kessel- und Dampfleitungskomponente und in Sammlern dargestellt [2.4], [2.5].

Zur Fortentwicklung der 9 bis 12%Cr Stähle wurden die Möglichkeiten von Legierungsmaßnahmen genutzt. Die Hinzufügung von wenigen Prozenten an Mo (bzw. Mo+W) und V (Nb und V) erbrachte eine beträchtliche Zunahme an Zeitstandfestigkeit der Werkstoffe, Abbildung.2.2 [2.6]



Abbildung 2.2: 100 000h Zeitstandfestigkeit von Röhrenstählen [2.6]

Die 100 000 h Zeitstandfestigkeit neuer Entwicklungen wird in Abbildung 2.2 im Vergleich zu den bisher verwendeten Röhrenstählen illustriert. Als Orientierungsgröße zur Beurteilung der Stähle dient eine für die Auslegung der Bauteile maßgebliche 10⁵ Zeitstandfestigkeit von 100MPa. Diese Zeitstandfestigkeit wird von den neuen ferritisch-martensitischen Stählen im Bereich von 590-625°C erreicht, d.h. man erzielt mit ihnen einen Gewinn an Einsatztemperatur in der Größenordung von 25-50°C gegenüber den bisher eingesetzten Stählen. Tabelle 2.1 enthält die chemische Zusammensetzung dieser Werkstoffe. [2.6]

Stahl	С	Cr	Mo	W	V	Nb	Ν	В
10CrMo910	0.1	2.5	1.0	-	-	-	-	-
X20CrMoV121	0.2	12	1.0	-	0.3	-	-	-
P91	0.1	9.0	1.0	-	0.2	0.05	0.05	-
NF 616 (P92)	0.1	9.0	0.45	1.8	0.2	0.06	0.05	0.002
E911	0.1	9.0	1.0	1.0	0.2	0.05	0.07	-

Tabelle 2.1: Chemische Zusammensetzung der Röhrenstähle in Gew.% [1.3], [2.6]

Der erste martensitische Stahl, der im Dampfkesselaufbau benutzt wurde, war der Stahl X20CrMoV12 1. Mit einer Zunahme der Dampfparameter, wurden die Einsatzgrenzen dieses Stahls X20CrMoV12 1 schnell erreicht. Das führte zur Anwendung des Materials X10CrMoVNb9 1 (P91). Abbildung 2.3 zeigt einen Vergleich zwischen der Zeitstandfestigkeit des Stahls X20CrMoV121(X20) und der von X10CrMoVNb9 1 (P91). In dem betrachteten Temperaturbereich liegen die extrapolierten 10⁵-h-Zeitstandfestigkeitswerte für den P91 über denen des X20. Prozentual nehmen die Unterschiede mit steigender

Temperatur zu. Im Kurzzeitversuch ist der X20 der festere Werkstoff, so dass es zu Überschneidungen der Isothermen im Bereich zwischen 10^2 und 10^3 Versuchsstunden kommt [2.7].



Abbildung 2.3: Vergleich der Zeitstandfestigkeit von P91 und X20CrMoV121 [2.7]

P91 wird heute weltweit als Röhrenstahl verwendet. Mittlerweile wird sowohl E911 (in Europa entwickelte Variante) als auch P92 (in Japan entwickelte Version P91) aus Werkstoffen für Komponenten neuer Kraftwerke eingeplant, bzw. diese Werkstoffe ersetzen in älteren Kraftwerkblöcken den Werkstoff X20. Bei Verwendung dieser neuen Rohrleitungen kann eine deutliche Verringerung der Wanddicke (Kosteneinsparung) erfolgen, Abbildung 2.4



Abbildung 2.4: Verringerung der Wanddicken mit zunehmender Zeitstandfestigkeit [2.8]

Der Werkstoff X22CrMoV12 1 ist von großer Bedeutung als Schmiedewerkstoff für Turbinenwellen und Formstücke. Die Gussvariante G-X22CrMoV12 1 dient zur Herstellung von gegossenen Turbinen- und Ventilgehäusen.

Die ferritisch-martensitischen Stähle werden wegen ihrer höheren Wärmeleitfähigkeit, niedrigeren Wärmeausdehnungskoeffizienten und niedrigeren Legierungskosten im Vergleich zu austenitischen Werkstoffen für die Anwendung in Dampfkraftwerken (z. B Röhren für Über- und Zwischenüberhitzung) gegenüber diesen austenitischen Stählen bevorzugt [1.1], [2.4].

Ein Hauptproblem der 9%Cr Stähle ist ihre Oxidationsbeständigkeit in simuliertem Wasserdampf bei Temperaturen oberhalb 600°C.



Abbildung 2.5: Massenänderung als Funktion der Zeit während der Auslagerung verschiedener Stähle bei 650°C in Ar+50%H₂0 bis 3500 Stunden [2.9]

Die Abbildung 2.5 vergleicht die Massenänderungen im Wasserdampf der neuen 9%Cr-Stähle in Vergleich zu einem 12% Cr-Stahl und einem austenitischen Stahl (AISI 316 LN) [2.10], [2.11].

In den 50er und Anfang der 60er Jahre gingen eine Anzahl von Hochtemperatur-Kraftwerken mit Dampftemperaturen bis 650°C in Deutschland, Großbritannien und den USA in Betrieb. Diese Anlagen, oft errichtet in chemischen Fabriken, dienten vorwiegend der Versorgung mit Prozessdampf. Diese Anlagen wurden meist im Dauerbetrieb gefahren. Eine größere Anzahl von Bauteilen des Überhitzers sowie in allen dickwandigen Hochtemperaturkomponenten wurden austenitische Stähle verwendet. Die Nachteile aller austenitischen Stähle, wie die hohen Kosten, die niedrige Wärmeleitfähigkeit, der hohe Wärmeausdehnungskoeffizient konnten für den Dauerbetrieb vertreten werden. Doch in der Praxis zeigte sich, dass in diesen dickwandigen Komponenten die thermischen Spannungen dennoch aufgebaut wurden, was thermische Ermüdungsschäden zur Folge hatte.

Ein weiterer Typus eines Hochtemperatur-Kraftwerk-Werkstoffes sind die Nickellegierungen, die zurzeit nur in Gasturbinen verwendet werden. Mit der Entwicklung der überkritischen Dampfkessels mit typischen Dampftemperaturen von rund 700°C muss an den Einsatzmöglichkeiten von Nickelbasislegierungen gearbeitet werden. Wenn die Sammlers und Dampfröhren in Dampfkraftwerken bis 750°C arbeiten sollen, sind solche Betriebstemperaturen weit über der Grenze der Anwendung von ferritisch-martensitischen Stählen [2.12].

Die Nickel-Basis Legierungen zeigen deutlich höhere Werte für die 10^5 Stunden Zeitstandfestigkeit (Abbildung 2.6) als die ferritisch-martensitischen Stähle (Abbildung 2.2). Ihre begrenzte Einführung in Dampfkraftwerken als Material für Kessel, Frischdampfröhren, Sammler wäre technisch möglich, ist aber wirtschaftlich unzulässig. Der Grund ist der Preis der Nickel-Basis Legierungen. Ein Halbzeug aus einer typischen Nickel-Basis Legierung wie Inconel 617 ist zehnmal so teuer wie aus einem austenitischen Stahl und gar hundertmal teurer als aus hochfestem C-Mn Stahl [2.3].



Abbildung 2.6: Zeitstandfestigkeit von einigen Nickel-Basis Legierungen im Vergleich zu P92 und X20 [2.13]

Deswegen bleiben weiter die ferritisch-martensitische Stähle (P91, P92, E911, P122-11Cr0.4Mo2WNbCu) die Werkstoffe für Frischdampfrohre und für andere Wärmeübertragungskomponente in Einsatztemperatur bei 620 bis 650°C.

2.2 Die Bruchmechanik und ihre Bedeutung

Das Auftreten eines Bruches an einer technischen Komponente (Brücke, Schiffrumpf, Gasund Dampfturbinenkomponenten, Kessel und Rohre in Heizkraftwerken usw.) ist stets verknüpft mit der Gefahr eines spontanen Versagens der Komponente und kann im ungünstigen Fall mit dem Verlust von Menschenleben verknüpft sein. Deshalb ist es wichtig, die Eigenschaften und das Verhalten des fehlerbehafteten Werkstückes abschätzen zu können. Zunächst müssen die bruchmechanischen Zusammenhänge verstanden werden. Mit diesen Kenntnissen kann danach abgeschätzt werden, welchen Betriebsbelastungen die fehlerbehafteten Komponenten für welchen Zeitraum noch ausgesetzt werden dürfen.

Mit den Gesetzmäßigkeiten der Bruchmechanik ist es möglich, ausgehend von einem Fehler (Riss im Werkstück) und die makroskopischstabile und -instabile Ausbreitung unter äußeren Spannungen zu beschreiben. Mit diesen Gesetzmäßigkeiten kann die Integrität einer Komponente abgeschätzt werden [2.14].

Im Allgemeinen kann man die Bruchmechanik nach dem Werkstoffverhalten (Abb. 2.7) in zwei Bereiche aufteilen [2.15]:

- Linear-elastische Bruchmechanik
- Fließbruchmechanik



Abbildung 2.7: Abhängigkeit der Rissverlängerung vom Werkstoffverhalten [2.16]

2. 2. 1 Linear-elastische Bruchmechanik (LEBM)

Das LEBM-Konzept ermöglicht die quantitative Vorhersage des Versagens eines angerissenen Bauteiles als Folge von instabiler Rissausbreitung. Zunächst wird das Spannungsfeld um einen Riss betrachtet, dabei wird angenommen, dass das Spannungsfeld auf eine elastische Verzerrung zurückgeführt werden kann, dies ist nur möglich, wenn die am Körper anliegende Spannung gleichmäßig verteilt und der Körper um den Riss homogen und isotrop ist. Der Riss hat die Länge 2a (Abb. 2.8) [2.15].

Die Spannungsverteilung an der Rissspitze wird in folgender Form beschrieben:

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{(2\pi r)^{1/2}} \cdot f_{ij}(\Theta)$$
(2.1)

wobei

 $σ_{ij}$ - der Spannungstensor, r − Polarkoordinate, Θ der Winkel zu einem festgelegten Volumenelement vor der Rissspitze sind. Die Funktion f_{ij} ist dimensionslos und nur von Θ abhängig. Der Winkel Θ dreht um die Rissfront und wird von der Rissebene aus gezählt. Die Funktion f_{ij} (Θ) wird 1 für Θ=0, also für alle Punkte in der Rissebene. Es wird hierbei vereinfachend angenommen, dass die Spannungen über der Probendicke konstant sind, es sich also um ein ebenes Problem handelt. Es liegt dann entweder ein ebener Spannungszustand ($σ_z$ =0) oder ein ebener Dehnungszustand ($ε_z$ =0) vor. Gleichung 2.1 sagt an der Rissspitze (r = 0) eine Singularität der Spannung ($σ_{ij} \rightarrow ∞$) voraus. Eine solche Singularität tritt in einer realen Probe nicht auf. Sobald die Spannung vor der Rissspitze die Fließgrenze erreicht, wird sich dort eine plastische Zone ausbilden, die mit zunehmender Belastung größer wird. Durch die Ausbildung einer plastischen Spannungsfeldes baut sich ab, nach Irwin wird dies durch den Spannungsintensitätsfaktor K beschrieben. Er ist von der Bauteilbelastung und der Lage, Form und Größe des Risses abhängig und wird in der Einheit MPa√m angegeben.[2.15]



Abbildung 2.8 b: Volumenelement mit Spannungskomponenten an der Rissspitze [2.15]

Das Konzept der Spannungsintensität ermöglicht die quantitative Erfassung der das Risswachstum treibenden Kräfte unter Annahme eines überwiegend linear-elastischen Verformungsverhalten des Werkstoffes. Der Spannungsintensitätsfaktor K_I ist eine Funktion der äußeren Spannung σ , der Risslänge a und der Probengeometrie f.

$$K_I = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot f \qquad (2.2)$$

f ist eine dimensionslose Funktion, die nur von der Geometrie der Komponente (bzw. Probe) und der Risslänge abhängt.

Nach den unterschiedlichen Rissöffnungsmoden (Abb.2.9) sind die Spannungsintensitätsfaktoren K_{I} , K_{II} , und K_{III} zu unterscheiden. In der Praxis bei Bauteilen mit Innen- bzw. Oberflächenrissen, die auf Zug oder Biegung beansprucht werden, tritt meistens der Modus I auf. Die Moden II und Mode III werden bei Scher- und Torsionsbeanspruchungen beobachtet. [2.15]

Im Falle einer Mode I-Belastung wird der Spannungsverlauf in der Nähe der Rissspitze durch die Williams-Irwin-Gleichungen wiedergegeben:

$$\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = \frac{K_I}{(2\pi r)^{\frac{1}{2}}} \cdot \cos\frac{\Theta}{2} \begin{vmatrix} 1 - \sin\frac{\Theta}{2}\sin\frac{3}{2}\Theta \\ 1 + \sin\frac{\Theta}{2}\sin\frac{3}{2}\Theta \\ \sin\frac{\Theta}{2}\cos\frac{3}{2}\Theta \end{vmatrix}$$
(2.3)



Mode I Normalspannung

Mode II Längsscherung

Mode III Querscherung

Abbildung 2.9: Rissöffnungsmoden [2.15]

Die Vorstellung für die Ausbildung einer plastischen Zone an der Rissspitze ist in Abbildung 2.10 dargestellt [2.17]



Abbildung 2.10: Vorstellung der plastischen Zone an der Rissspitze [2.17]

Zur Entstehung einer plastischen Zone kommt es, wenn die Spannung σ_y den Wert der Streckgrenze $R_{p0,2}$ überschreitet. Die Größe dieser Zone hängt von dem Verhältnis $\sigma_y/R_{p0,2}$ ab. Die plastische Zone der hochfesten Werkstoffe ist sehr klein. Bei den Werkstoffen mit dem niedrigeren Wert der Streckgrenze oder bei höheren Temperaturen kann die plastische Zone so ein Ausmaß erreichen, dass der Riss sich nicht mehr elastisch ausbreiten kann. [2.18].

Bild 2.11. stellt die plastische Zone für den Zustand der ebenen Spannung (ESZ) und der ebenen Dehnung (EDZ) dar. [2.15]



Abbildung 2.11: Ausbildung der plastischen Zone [2.15]

Zur Abschätzung der Größe der plastischen Zone nimmt man das Fließkriterium von TRESCA, Gleichung (2.4) [2.17]:

$$\sigma_{y} = R_{p0,2} = \frac{K_{I}}{\left(2\pi r_{pl}\right)^{1/2}}$$
(2.4)

Für den ebenen Spannungszustand folgt daraus:

$$r_{pl} = \frac{1}{2\pi} \cdot \frac{K_I^2}{R_{p0,2}^2}$$
(2.5)

Für den ebenen Dehnungszustand erhält man:

$$r_{pl} = \frac{1}{2\pi} \cdot \frac{K_I^2}{R_{p0,2}^2} \cdot (1 - 2 \cdot \nu)^2 \qquad (2.6)$$

Beim Vergleich von Gleichung (2.5) und (2.6) kann gefolgert werden, dass die plastische Zone für den Zustand der ebenen Spannung (ESZ) deutlich größer ist als die der ebenen Dehnung (EDZ). Die maximale Spannung in der plastischen Zone für den ebenen Dehnungszustand kann bis zu dreimal so hoch sein (v=1/3). Deswegen darf die Bestimmung der Dimension der plastischen Zone für die Praxis nach Irwin geschrieben worden [2.19] :

$$r_{pl} = \frac{1}{6\pi} \cdot \frac{K_I^2}{(R_{p0,2})^2}$$
(2.7)

Nach der ASTM-Vorschrift E 399 muss für die getestete Probe folgende Bedingungen erfüllt sein, soll die LEBM angewendet werden [2.20]:

1. Rate der Intensitätszunahme innerhalb 0,55....2,75 MPa√m/s

2.
$$a, B \ge 2.5 \cdot \left(\frac{K_{lc}}{R_{p0,2}}\right)^2$$
 (2.8)

Um die Gleichung (2.8) zu erfüllen, ist es notwendig, dass für die große Risszähigkeiten K_{Ic} und die kleinen Werten der 0,2%- Dehngrenze sehr große Proben zu prüfen sind.

Da bei Stählen mit zunehmender Temperatur die Risszähigkeit K_{Ic} ansteigt, die Dehngrenze $R_{p0,2}$ abfällt und keine beliebig große Proben geprüft werden können, ist die Anwendung der linear-elastischen Bruchmechanik auf niedrige Temperaturen beschränkt. Das gilt für viele ferritische Stähle. Bei höheren Temperaturen sollten dann die Parameter der elastischen Plastischen Bruchmechanik (J, CTOD) verwendet werden.

2. 2. 2 Elastisch-plastische Bruchmechanik (EPBM)

Wenn das Werkstoffverhalten nicht mehr elastisch ist, d. h. vor der Rissspitze, kommt es zur plastischen Verformung, verliert das Konzept der LEBM seine Gültigkeit, und es gelten dann die Konzepte der Fließbruchmechanik, das CTOD- und J-Integral-Konzept.

Das CTOD-Kriterium

Mit Hilfe Rissspitzenaufweitung CTOD (Crack Tip Opening Displacement) ist es möglich, die Verschiebung der Rissflanken im Bereich der Rissspitzen zu beschreiben [2.17]. CTOD kann als Maß für die Fähigkeit eines Werkstoffes betrachtet werden, Spannungsspitzen an der Rissspitze durch Fließen abzubauen. Eine Schädigung wird dann beobachtet, wenn CTOD den kritischen Wert erreicht. Dieser Wert charakterisiert die Verformung oder die Spannung vor der Rissspitze, die zur Initiierung des Bruchfortschrittes notwendig ist.

Die Verschiebung im Bereich der Rissspitze ist geprägt:

$$\delta = \frac{K_I^2}{\sigma_v E'} \qquad (2.9)$$

E' ist Elastizitätsmodul, E'=E für ESZ, E'=E/ $(1-v^2)$ für EDZ, v ist Querkontraktionszahl

Nach dem Dugdale Modell (Abb.2.12) ergibt sich :

$$\delta = \frac{8a\overline{\sigma}}{\pi \cdot E'} \cdot \ln \sec\left(\frac{\pi \cdot \sigma}{2\overline{\sigma}}\right) \qquad (2.10)$$

Dieses Modell ist anwendbar für den Zustand der ebenen Spannung. Die Spannung in der plastischen Zone ist gleichmäßig, konstant und entspricht $\overline{\sigma}$ (Nennspannung).

Für den Moment der Rissinstabilität: $\delta = \delta_c \ a \ \sigma = \sigma_f$

 $\sigma_{\rm f}$ – die Fließspannung, entspricht entweder der Streckgrenze R_e oder dem Wert $\frac{R_e + R_m}{2}$



Abbildung 2.12: Schematische Darstellung des Dugdale Rißmodells [2.21]

Im Gültigkeitsbereich der LEBM gilt folgende Gleichung :

$$\delta = \delta_c = \frac{K_c^2}{m \cdot \overline{\sigma} \cdot E'} \quad (2.11)$$

die dimensionslose Größe "m" ist abhängig von der Geometrie und von dem dreiachsigen Spannungszustand [2.22].

Das J-Integral

Für ebene Verformungsfelder wurde von Cherepanov [2.23] und Rice [2.24] das J-Integral definiert.

Das J- Integral ist das Linienintegral mit geschlossenem Integrationsweg um die Rissspitze:

$$J = \int_{\Gamma} \left(W \cdot dy - \vec{T} \cdot \frac{\partial \vec{u}}{\partial x} \cdot ds \right) \quad (2.12)$$

wobei Γ ein beliebiger Integrationsweg um die Rissspitze ist, n der nach außen gerichtete Normalenvektor auf Γ darstellt, W der Verformungsenergiedichte entspricht und T der Spannungsvektor ist. Es sind \vec{u} der entsprechende Verschiebungsvektor und $d\vec{s}$ als Bogenelement des Integrationsweges.(Abb.2.13) [2.25]



Abb.2.13: Definition des J-Integrals, nach [2.25]

$$W = \int_{0}^{\varepsilon} \sigma_{ij} \cdot d\varepsilon_{ij} \qquad (2.13)$$

 $\sigma_{ij} = Spannungstensor \\ \epsilon_{ij} = Dehnungstensor$

Durch Differentiation erhält man dann die Funktion [2.26, 2.27]:

$$J = -\frac{1}{B} \cdot \frac{\partial W}{\partial a} \tag{2.14}$$

Die Bestimmung des J-Integrals kann sowohl experimentell als auch numerisch erfolgen. Bei realen Werkstoffen, die sich nach den Gesetzen der elastisch-plastischen Bruchmechanik

realen Werkstoffen, die sich nach den Gesetzen der elastisch-plastischen Bruchmechanik richten, ist die numerische Bestimmung des J-Integrals sehr kompliziert. Mit der Methode des J-Integrals kann der elastisch-plastische Bruchzähigkeitswert J_{IC} ermittelt werden. Dies ist ein Belastungsbereich, bei dem der "K_{IC}"-Wert seine Gültigkeit bereits verloren hat.

2.3 Ermüdungsrisswachstum

Bauteile aus technischen Werkstoffen enthalten stets Defekte [2.28]. Mit der Bruchmechanik kann geprüft werden, unter welchen Belastungen aus diesem Defekt ein Anriss gebildet werden kann und ob dieser Anriss wachstumsfähig ist.

Unter wechselnder Belastung (Ermüdung) können die Bereiche der Rissbildung, der stabilen Rissausbreitung und des Restbruchs beobachtet werden. Der Entstehungsort für Ermüdungsrisse ist abhängig vom Gefügeaufbau, von der Höhe der Beanspruchung und dem Umgebungsmedium. In den meisten Fällen geht der Riss von der Oberfläche des Bauteils oder der Versuchsprobe aus. Die Rissausbreitung bei Ermüdungsbelastung enthält zwei Stadien der Ausbreitung. Ausgehend von einem Risskeim, breitet sich der Riss im Stadium I etwa unter einem Winkel von 45° zur Beanspruchungsrichtung aus. Sind mehrere Risskeime vorhanden, so wachsen sie, bis sich ein Hauptriss gebildet hat. Das Stadium I ist beendet, wenn sich die Rissausbreitungsrichtung soweit verändert hat, dass der Riss senkrecht zur Belastungsrichtung weiterwächst. Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit in diesem Bereich ist etwa 10⁻⁶ mm je Schwingspiel. Die Rissausbreitung in zweitem Stadium erfolgt zunächst angenähert in einer Fläche senkrecht zur Normalspannungsrichtung. Bei den Untersuchungen der Bruchoberfläche ist eine Faserung, auch als Bruchriefen oder Bruchlamellen bezeichnet, zu beobachten. Der Riefenabstand bzw. die Riefenhöhe ist von dem Ausmaß der Beanspruchung und dem Verformungsverhalten des Werkstoffes abhängig. Jede Bruchriefe wird während eines Schwingspiels erzeugt [2.29, 2.30]. In Abbildung 2.14 [2.31] ist das Rissausbreitungsmodell nach Laird dargestellt. 90% aller Hauptrisse bei Ermüdungsbelastung verlaufen transkristallin.



Ausgangzustand der Risslänge

Bei Belastung; plastische Verformung auf maximaler Schubebene; Rissabstumpfung

Rissabrundung

Neue Form der Rissspitze, Änderung der Belastungsrichtung: von Zug auf Druck

Entstehung einer neuen Riefe

Abbildung 2.14: Rissausbreitungsmodell für das zweite Stadium der Ausbreitung nach Laird [2.18, 2.31]

Wegen des bereits initiierten Anrisses (Anschwingen bei RT) an einer CT-Probe kann man den Prozess der Rissbildung und der Rissausbreitung im ersten Stadium nicht beobachten. Diese zwei Prozesse verlaufen nicht an dieser Probenform.

Bei der Untersuchung der Ausbreitung von Ermüdungsrissen wird die Risslänge "a" als Funktion der Lastspielzahl "N" ermittelt und die Risswachstumsgeschwindigkeit "da/dN"

bestimmt. Dieses Ergebnis wird graphisch als Zusammenhang von da/dN mit ΔK dargestellt, Abbildung 2.15 [2.32, 2.33]. Zur Beschreibung des Rissfortschritts bei einer zyklischen Beanspruchung wird der zyklische Spannungsintensitätsfaktor ΔK_I eingeführt:

$$\Delta K_{I} = K_{I_{\text{max}}} - K_{I_{\text{min}}} \qquad (2.15)$$
$$K_{I_{\text{max}}} = K_{I}(\sigma = \sigma_{\text{max}})$$
$$K_{I_{\text{min}}} = K_{I}(\sigma = \sigma_{\text{min}})$$



Abbildung 2.15: Schematische Darstellung einer da/dN= $f(\Delta K)$ -Kurve (nach Ritchie) [2.33]

Die Kurve kann in drei Bereiche eingeteilt werden:

- Bereich I: Ausgehend von einem unteren Grenzwert ΔK_{th} (Schwellwert), unterhalb dessen kein Risswachstum auftritt, nimmt die Rissgeschwindigkeit mit zunehmendem ΔK zu. Der untere Grenzwert und die Rissgeschwindigkeit sind stark von der Mikrostruktur des Werkstoffes, von der Mittelspannung und vom umgebenden Medium abhängig.
- **Bereich II:** Dieser Bereich kann im allgemeinen durch diese Beziehung beschrieben werden:

$$\frac{da}{dN} = C \cdot \Delta K_I^{\ n} \quad (2.16) \qquad [2.34, 2.35]$$

Er ist weniger von der Mikrostruktur, von der Mittelspannung als Bereich I abhängig. Der Wert des Paris Exponents n kann 2-4 (für duktile Werkstoffe) und 4,5-40 (für intermetallische Werkstoffe und Nickel-Basis Superlegierungen) sein [2.36, 2.37, 2.38, 2.39]. Die Konstanten n und C sind nur vom Werkstoff abhängig [2.40]. • **Bereich III:** Im Bereich III kommt es zu einer Annäherung an das statische Bruchverhalten. Beim Annähern an den kritischen Spannungsintensitätswert K_{Ic} geht die Rissausbreitungsgeschwindigkeit gegen ∞, und es folgt spontanes Versagen [2.41].

Ein sehr wichtige Erkenntnis für die Beschreibung des Rissausbreitungsverhaltens war die Rissschließung [2.42, 2.43]. Bei Ermüdungsversuch R>0 bleiben hinter der Rissspitze plastische Verformungen zurück. Beim Entlasten können sich die Rissufer ab einer kritischen Spannung berühren (oder gar verschweißen) bis es zu einer erneuten Belastung zum wiederholten Öffnen des Risses kommt [2.44]. Der Rissschließungseffekt hat großen Einfluss auf den Wert ΔK_{th} . Die Rissschließungsmechanismen sind in [2.29] detaillierter beschrieben.

2.4 Kriechrisswachstum

Unter Kriechrisswachstum wird das Wachstum makroskopischer Risse bei statischer oder quasistatischer Belastung bei erhöhten Temperaturen verstanden. Je nach Werkstoff stellen sich dabei unterschiedliche Spannungs-Dehnungsfelder vor der Rissspitze ein, die das Kriechrisswachstum steuern [2.45].

Das Werkstoffverhalten vor einer Rissspitze unter einer konstanten Last bei hohen Temperaturen kann in vier aufeinander folgende Vorgänge gegliedert werden [2.46]:

- Spannungsrelaxation infolge Spannungsumlagerung
- lokale Schädigung durch inelastische Verformungen,
- makroskopisches Kriechrisswachstum durch Vereinigung lokaler Schädigungen,
- Bruch

Bei Werkstoffen mit einem zeitabhängigen Materialverhalten lässt sich das Verformungsverhalten einer defektbehafteten Probe in der Regel mit dem Norton'schen Kriechgesetz beschreiben [2.25, 2.47]:

 $\dot{\varepsilon} = B\sigma^n \qquad (2.17)$

- $\dot{\varepsilon}$ Dehnrate
- σ Spannung
- B,n Werkstoff-typische Konstanten

Nach einigen Autoren lassen sich die Werkstoffe als "kriechfreundliche" und "kriechbeständige" Werkstoffe einteilen [2.48].

Die Werkstoffe, die als "kriechfreundlich" zu bezeichnen sind, haben die Fähigkeit große Risslänge bis zum Bruch zu ertragen. Der Rissfortschritt in diesen Werkstoffen wird von einer großen Kriechverformung an der Rissspitze begleitet. Die Schädigung in den "kriechfreundlichen" Werkstoffen bei hohen Temperaturen ist normalerweise von der Bildung von Kriechporen und "Kriechvoids" an den Korngrenzen begleitet. Die Aufweitungen können kugelförmig (genannt R-Art) oder zylinderförmig (genannt W-Art) sein. Die zylinderförmige "Kriechvoids" können sich an den Punkten bilden, an denen drei Korngrenzen zusammen stoßen. Die Poren führen zur Initiierung von Defekten an den Korngrenzen. Die Keimbildung und das Wachstum der Poren führt zu Koaleszenz der Voids, zu etwaiger Rissbildung und zu seinem Wachstum, was der primäre Mechanismus des Kriechrisswachstums ist. Typische "kriechfreundliche" Werkstoffe sind Cr-Mo Stähle, Cr-Mo-V Stähle und Edelstähle [2.49].

Die andere Klasse der Hochtemperaturstrukturwerkstoffe bekannt als "kriechbeständige" Werkstoffe, schließt z. B. Hochtemperatur-Titanlegierungen, Nickel-Basis Superlegierungen, Legierungen der intermetallischen und keramischen Phasen ein. Das Kriechrisswachstum in diesen Werkstoffen ist normalerweise von einer kleinen Kriechzone an der Rissspitze begleitet. In den "kriechbeständigen" Werkstoffen ist die Akkumulation der Kriechdehnung vor der Rissspitze behindert. Wenn die Versuchsprobe bei erhöhter Temperatur belastet wird, fängt das zeitabhängige Risswachstum nicht sofort an, weil es vor der Rissspitze zunächst nicht zu Kriechschädigungen kommt. Die Zeit bis zur Initiierung eines Rissfortschrittes wird die Inkubationsperiode genannt. Die Inkubationsperiode kann fast 90% von der Gesamtversuchszeit des Kriechrisswachstums sein. Die Inkubationsperiode wird mehr in den "kriechbeständigen" Werkstoffen als in den "kriechfreundlichen" Werkstoffen gefunden [2.50, 2.51].

Um das Kriechrisswachstum beschreiben zu können, haben sich verschiedene Ansätze durchgesetzt.

Neben der Methode des K_I-Konzeptes wird das Kriechrisswachstum auch mit anderen Konzepten der elastisch-plastischen Bruchmechanik korreliert. Während das Konzept der Referenzspannung σ_{ref} (=R_{p0.2}*{F/F_L}) hauptsächlich für Werkstoffe mit hohen Verformungen, die durch Versagen des Rissligamentes reagieren, beschränkt ist, gibt es für etwas kriechfestere Werkstoffe hauptsächlich die Konzepte des C*-Integrals [2.52], [2.53], [2.54], [2.55], [2.56].

$$C^* = \int_{\Gamma} \left(W^* dy - \vec{t}_i \, \frac{\delta \vec{u}}{\delta x} \, ds \right) \quad (2.18)$$

mit

$$W^* = \int_{0}^{\dot{\varepsilon}_{\min}} \sigma_{ij} \cdot d\dot{\varepsilon}_{ij} \qquad (2.19)$$

Das C*-Integral kann als zeitliche Ableitung eines J-Integrals verstanden werden [2.55].

Für die Berechnung der C*-Werte an CT-Proben wurden verschiedene Näherungsgleichungen vorgeschlagen [2.46], [2.57]:

$$C_1^* = \dot{\mathbf{v}} \sigma_{lig} g_2 \left(\frac{a}{W}, n\right)$$
(2.20)

$$C_3^* = \frac{\dot{\mathbf{v}}^{\frac{n+1}{n}}}{(aB)^{\frac{1}{n}}} g_3(\frac{a}{W}, n)$$
 (2.21)

$$C_4^* = aB\sigma_{lig}^{n+1}g_1\left(\frac{a}{W}, n\right) \qquad (2.22)$$

mit den Funktionen g_1 , g_2 , g_3 , σ_{lig} usw., die in Anhang III beschrieben sind.

Der Bereich der Gültigkeit einer Anwendung des Parameters C* ist vom Bereich der Gültigkeit des Parameters K₁ abgegrenzt, Abbildung 2.16 [2.25]



Abbildung 2.16: Anwendungsbereich der verschiedenen Bruchmechanikparameter, schematisch, nach [2.25]

K_I - Spannungsintensitätsfaktor (Gl. 2.2)

J - Bereich der starken Plastifizierung der Probe im Moment der Lastaufbringung

C* - Energierateintegral (Gl. 2.18)

Ch*- Ansatz, der das primäre Kriechen und Dehnverfestigungen beschreibt

- t₁ charakteristische Zeit (2.23)
- t₂ Übergangszeit (Gl.2.24), starke Plastifizierung im Moment der Lastaufbringung
- t_f Zeit bis zum Bruch =(entspricht etwa der Zeitstandfestigkeit von gekerbten Proben)

Inwieweit vorwiegend zeitunabhängiges (Kleinbereichsfließen) bzw. zeitabhängiges (großflächige Kriechverformungen) Werkstoffverhalten vorliegt, kann über die charakteristische Zeit t_1 (nach Riedel und Rice) abgeschätzt werden:

$$t_1 = \frac{K_I^2 (1 - v^2)}{(n+1)C^* E} \qquad (2.23)$$

Für Einsatzzeiten t«t₁ befindet sich das Bauteil im K_I-kontrollierten Bereich, für t»t₁ sollte das Kriechrisswachstum durch C* beschrieben werden. Eine Abgrenzung zwischen den Parametern J und C* erfolgt mit der Übergangszeit nach [2.15, 2.25]:

$$t_2 = \frac{J}{C^*(n+1)}$$
 (2.24)

Für Zeiten t<t₂ ist das Risswachstum J-bzw. K-kontrolliert, für t>t₂ C* -kontrolliert.

Bei verformungsarmem Werkstoffverhalten wie für die Legierung Inconel 706 bei Temperatur<600°C sollte die Auswertung nach dem K_I-Konzept erfolgen. Das K_I-Konzept kann auch bei Cr-Mo Stahl P92 bei 500°C verwendet werden.

Bei den höheren Prüftemperaturen 550 und 600°C sollten die Proben mit einem (bei diesen Temperaturen) für verformungsreiches Werkstoffverhalten C*-Konzepten ausgewertet werden. Dies gilt bei den vorliegenden Untersuchungen für die ferritisch-martensitische Stähle P92 und X22CrMoV121.

2.5 Kriech-Ermüdungsverhalten

Für Kraftwerke, die im Mittel- und Spitzenlastbereich benutzt werden, ist Kriech-Ermüdung die dominierende Belastungsart im Hochtemperaturbereich. Das Zusammenwirken von Kriechen und Ermüdung kann eine drastische Wirkung auf die zulässigen Betriebsdauer der jeweiligen Kraftwerkskomponenten haben [2.58].

Es gibt mehrere Arten diesen Belastungsfall (Kriech-Ermüdung) zu simulieren. Im Allgemeinen wird unter dem Begriff "Wechselwirkung von Kriech-Ermüdung" die Hintereinanderschaltung von statischen (KRW) und zyklischen (ERW) Belastungsperioden verstanden. Auch die Durchführung von Ermüdungsversuchen mit Haltezeiten kann diese Belastungsart simulieren. Im Schriftum [2.59, 2.60, 2.61] werden verschiedene Variationen zur Ermittlung der Wechselwirkung beschrieben. (Abb.2.17).



Abbildung 2.17: Beispiele für die Belastungen zur Ermittlung der Wechselwirkung von Kriech- und Ermüdungsrisswachstum

Beim Vergleich des Kriech-Ermüdungsversuches mit reinem Kriechen kann es bei genannten Arten der Wechselwirkung von Kriechen und Ermüdung zu Verkürzung oder sogar zu Verlängerung der Zeit bis zum Bruch kommen. Zyklische Entfestigung, Heilung der Versetzungsstruktur nach Spannungsreduzierung, Spannungsrelaxation das alles können Faktoren sein, die für die Senkung der Lebensdauer verantwortlich sind. Im Gegenteil, die Faktoren, die die Lebensdauer erhöhen, sind zyklische Verfestigung, Heilung der anelastischen Verformung nach Spannungsreduzierung, Sinterung bzw. Ausheilung der Kriechschäden während der Haltezeiten. Die bekannteste und am häufigsten angewendete Gleichung mit der die Lebensdauer einer Komponente, die diesen Betriebsbedingungen unterworfen ist, errechnet werden kann, ist die lineare Schadensakkumulation [2.62, 2.63]. Die Gleichung 2.25, erörtert in [2.63], wurde modifiziert, um genauere Vorhersagen zu enthalten :

$$\Sigma \frac{t}{t_f} + \Sigma \frac{N}{N_f} = 1 \quad (2.25)$$
(bzw.<1)
$$t_f - Zeit zum Bruch;$$

$$N_f - Zyklenzahl bis zum Bruch;$$

$$t - Zeit unter statischer Belastung;$$

$$N - Zyklenzahl$$

 $\Sigma \frac{t}{t_f}$ ist die Kriecherschöpfung, $\Sigma \frac{N}{N_f}$ ist die Ermüdungserschöpfung.

Die Erschöpfung kann zweierlei Ursachen haben. Einerseits können nur zeitabhängige Vorgänge der Verformung dominieren, andererseits können die zyklisch geregelten Vorgänge Das alles hängt von der Bildungsgeschwindigkeit der "Kriech voids" im dominieren. Vergleich Ermüdungsrisswachstumsgeschwindigkeit Wenn zur ab. die Bildungsgeschwindigkeit der Kriechschäden weitaus schneller ist als die Ermüdungrisswachstumsgeschwindigkeit (überwiegend interkristalliner Verlauf des Hauptrisses), sollte die Schädigung vorwiegend durch das Kriechen bestimmt sein. Wenn die Bildungsgeschwindigkeit Kriechschäden der langsamer ist die als Ermüdungrisswachstumsgeschwindigkeit (überwiegend transkristalliner Verlauf des Hauptrisses), sollte die Schädigung vorwiegend durch die Ermüdung bestimmt sein. Die schematische Darstellung der drei möglichen Arten einer Schädigung ist in Abb.2.18 gezeigt.





Abbildung 2.18: Charakters des Rissverlaufs

Weil es keine genormte Konzepte der Bruchmechanik für die Auswertung der Kriech-Ermüdungsversuche gibt, werden diese Versuche mittels der LEBM- und FBM Konzepte ausgewertet. In dem Fall, dass das Risswachstum vorwiegend zeitunabhängig ist, wird das Risswachstum durch Spannungsintensitätsfaktor ΔK beschrieben. Wenn die Kriechprozesse dominieren, sind die Konzepte der Fließbruchmechanik C* gefordert [2.64].

Ein wesentlicher Parameter des Kriechermüdungsrissfortschritts ist die Zughaltezeit t_h und die Frequenz f. Dabei errechnet sich die Frequenz aus der Zykluszeit t_{zyk} ($t_h < t_{zyklus}$)

$$f = \frac{1}{t_{zyk}} \qquad (2.26)$$

Abnehmende Frequenz bzw. zunehmende Haltezeit bewirkt eine Zunahme der Rissfortschrittsrate da/dN über einen weiten Bereich der Rissfortschrittkurve. Die Rissfortschrittsrate da/dN wird im Vergleich zu reiner zyklischen Ermüdungsbelastung mit zunehmender Haltezeit größer [2.61].
Der Versuch mit Haltezeit kann als Kriechrisswachstumsversuch bei konstanter Last F_{max} mit zyklischen Entlastungen auf das Lastminimum F_{min} , aber auch als Ermüdungsrisswachstumsversuch mit Schwingbreite ΔF und Haltezeit der Länge t_h im Lastmaximum betrachtet werden. Es ist zulässig, einerseits eine Auswertung über ΔK_I und andererseits über K_I bzw. C* durchzuführen und die Ergebnisse mit denen aus reinen KRW-und reinen ERW-Versuchen zu vergleichen.

Während der Haltezeit t_h beginnt die Ausbildung einer Kriechzone. Ist t_h sehr klein, bleibt die Kriechzone ebenfalls klein, und es wird noch kein Einfluss auf das ERW sichtbar. Erreicht dagegen t_h eine kritische Größe t_c , wird das Kriechen relevant, was sich in einer Zunahme der Risswachstumsgeschwindigkeit äußert [2.59].

2.6 Einflussgrößen für das Risswachstum

Die Einflussgrößen für das Risswachstum werden allgemein eingeteilt in [2.16]:

Mechanische Größen:

- Verhältnis von Rißgeometrie zu Bauteilabmessungen (inklusive Schärfe des Anrisses)
- Art des Spannungszustandes (ESZ oder EDZ)
- Belastungsfrequenz f
- maximale Spannung σ_{max}
- Spannungsintensitätsfaktor K_{max}
- Spannungsschwingbreite $\Delta \sigma$
- Schwingbreite der Spannungsintensität ΔK_I
- Spannungsverhältnis R
- Form der Belastungswelle

Metallurgische Größen:

- Chemische Zusammensetzung des Werkstoffes
- Wärmebehandlung und damit auch Gefüge

Sonstige Größen:

- Art der Umgebung und ihre Zusammensetzung (Prüfmedium, Arbeitsfluid)
- Temperatur
- Oberflächenqualität

Einfluss des umgebenden Mediums

In der Praxis sind die metallischen Komponenten Arbeitsmedien ausgesetzt, die das Verhalten der Werkstoffe, ausgehend von der Oberfläche, stets beeinflussen können. Deshalb müssen nicht nur die Spannungszustände, die Prüftemperaturen, die Werkstoffart betrachtet werden sondern auch die Art des umgebenden Mediums, in welchem die Werkstoffe eingesetzt werden.

Der Einfluss des umgebenden Mediums läßt sich meinstens mit der Duchführung von Standardversuchen in inertem Prüfmedium erarbeiten durch den Vergleich von Versuchen in einem oxidierten Medium.

Zu den Mechanismen, die für die Beschleunigung der Risswachstumsgeschwindigkeit durch das Prüfmedium verantwortlich sind, gehören:

- Korrosion des Werkstoffes an der Rissspitze
- Adsorption von Gasen aus dem Arbeitsmedium
- Chemische Reaktionen im Werkstoff vor der Rissspitze
- Bildung von Oxidfilmen

In Abbildung 2.19 ist ein schematisches Diagramm der unterschiedlichen Teilprozesse dargestellt [2.65]:



Abbildung 2.19: Darstellung der Wasserstoffversprödung in ferritischen Werkstoffen, als Beispiel für den Einfluss eines Arbeitsmediums

Die Abbildung 2.19 zeigt sieben unterschiedliche Arten der beobachteten Prozesse, jeder von ihnen kann eine Einflussgröße sein, die die Risswachstumsgeschwindigkeit beinflusst:

- 1. Wanderung des Umgebungsmediums zur Rissspitze
- 2. Oberflächenadsorption an und in der Nähe der Rissspitze
- 3. Oberflächendiffusion zur Rissspitze
- 4. Chemische Oberflächenreaktionen
- 5. Volumendiffusion vor der Rissspitze
- 6. Versprödungsreaktionen im Volumen des Materials
- 7. mechanisch bestimmter Bruch

Typische Rissausbreitungskurve bei Spannungsrisskorrosion sind in Abbildung 2.20 dargestellt. Der erste Typ des Werkstoffverhaltens ist typisch für Al-Werkstoffe in reinem Wasser (hier wird keine Spannungsrisskorrosion beobachtet). Der zweite Typ zeigt einen Rissausbreitungsverlauf, der durch Spannungsrisskorrosion verursacht wurde. Dieses Verhalten ist typisch für den Stahl AISI 4340 im flüssigen Prüfmedium. Der dritte Typ ist eine Kombination der vorherigen Typen, er wird in der Praxis am meisten beobachtet [2.65].



Abbildung 2.20: 3 Arten der Rissausbreitung bei Spannungsrisskorrosion [2.65]

Der Einfluss eines umgebenden Mediums auf das Risswachstum in ferritischen Stählen wurde von H. Nakamura [2.66] untersucht. Der Vergleich der Ermüdungskurven bei 538°C in Luft und im Vakuum an 9%Cr- Stählen ist auf Abbildung 2.21 dargestellt.



Abbildung 2.21: Ermüdungsrisswachstumsgeschwindigkeit als Funktion von ΔK für einen modifizierten 9Cr-1Mo Stahl in Luft und im Vakuum bei 538°C.

Es wurden zwei Phänomene beobachtet:

- der Schwellwert ΔK_{10} ist in Luft höher als im Vakuum.
- die Risswachstumsgeschwindigkeit in Luft war im Vergleich zu Vakuum etwas höher.

Die Schwellwerterhöhung in Luft kann durch Rissschließung erklärt werden. Die Zunahme der Risswachstumsgeschwindigkeit kann bedeuten, dass das Brechen der Oxide an der Rissspitze eine Rolle bei der Bestimmung der Rissausbreitung spielen kann [2.66].

Etwas anders sind die Ergebnisse aus dem austenitischen Stahl 30NCD16 zu bewerten, Abbildung 2.22 [2.67].



Abbildung 2.22: Vergleich der Ermüdungsrisswachstumsgeschwindigkeiten in Luft und im Vakuum in hochfestigem Stahl bei RT [2.67]

Eine physikalische Erklärung dieses Phänomens wird nicht gegeben. Die Rolle der unterschiedlichen Einflussgrößen beim Risswachstum sollte genau unterschieden werden. Zum Beispiel im Bereich des Schwellwerts kann das umgebende Medium und die Rissschließung den Beginn des Risswachstums stark beeinflussen.

Die Rissausbreitung, die durch das Prüfmedium unterstützt wird, kann mathematisch durch das Superpositionsmodell von Wie und von Landes ausgedrückt werden [2.68]:

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{E} - \left(\frac{da}{dN}\right)_{R} = \left(\frac{da}{dN}\right)_{\Delta E} \quad (2.30)$$

 $\left(\frac{da}{dN}\right)_{E}$ gemessene Risswachstumsgeschwindigkeit im aggressiven Prüfmedium

 $\left(\frac{aa}{dN}\right)_{R}$ gemessene Risswachstumsgeschwindigkeit im inerten Prüfmedium

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{\Delta E}$$
 Beitrag des aggressiven Prüfmediums zum Risswachstum

Dieses Modell nimmt an, dass diese zwei Effekte (Mediumseffekt und mechanische Ermüdungsschädigung) unabhängig voneinander sind.

S. Floreen hat in seinem Beitrag [2.69] die aggressiven Medien nach ihrem Einfluss auf das Risswachstum an den Nickel-Basis Legierungen in 3 Gruppen eingeteilt:

Sehr aggressiv	Leicht aggressiv	Nicht aggressiv				
H ₂ S	CH ₄	N ₂				
SO ₂	H ₂	He				
O ₂	CO ₂					
H ₂ O						

 Tabelle 2.2: Einfluss der unterschiedlichen Pr

 fin Superlegierungen [2.69]

Die Risswachstumsgeschwindigkeit an der Legierung Inconel 718 ist in Luft wesentlich höher als im Vakuum, Abbildung 2.23 [2.70].



Abbildung 2.23: Ermüdungsrisswachstumskurven an Legierung Inconel 718 in Luft und im Vakuum bei 538°C [2.70]

Die Superlegierungen: Inconel 718, Inconel 706 sind für ihre Empfindlichkeit auf SAGBO bekannt [2.70]. Unter dem Begriff SAGBO (Stress Accelerated Grain Boundary Oxidation) versteht man die Wirkung von Sauerstoff bei hohen Temperaturen, bei der es zur Schädigung des Werkstoffes an den Korngrenzen kommt. Danach werden wichtige Eigenschaften wie die Zeitstandfestigkeit, Kerbempfindlichkeit, die Ermüdungs- und Kriechrissgeschwindigkeit der Hochtemperaturwerkstoffe durch Oxidationsvorgänge an den Korngrenzen negativ beeinflusst [2.71].

Dies wird nur beobachtet, wenn eine typische, werkstoffabhängige Belastungsfrequenz Es findet dann ein Übergang von unterschritten wird. einer mechanischen Ermüdungsschädigung Materials zu einer zusätzlichen des Versprödung durch Umgebungseinfluss statt. Die Einführung von Kriechhaltezeiten in ein zyklisches Belastungsprofil steigert die Risswachstumsgeschwindigkeit an Luft. Die Ermüdungsversuche und Kriechversuche unter Vakuum zeigen in diesem Fall eine deutlich kleinere Rissgeschwindigkeit (=höhere Lebensdauer) als Versuche an Luft. Der Bruch erfolgt bei überlagertem Umgebungseinfluss vollständig interkristallin. Im Gegensatz dazu ist bei nicht zeitabhängigem Ermüdungsrisswachstum meist ein transkristalliner Bruch festzustellen. Es gibt ein Zusammenhang zwischen der Streckgrenze der Werkstoffe und der Umgebungsanfälligkeit. Je höher die Festigkeit des Werkstoffes ist, desto empfindlicher ist er für eine umgebungsbedingte Versprödung [2.72, 2.73].

Die Ergebnisse aus Risswachstumsversuchen unter Kriechbeanspruchungen an Proben aus der Legierung Inconel 718 bei 700°C zeigen, dass die Risswachstumsgeschwindigkeit in Luft gleiches Niveau annimmt wie in der Atmosphäre des feuchten Argons, aber deutlich höher ist als in der Atmosphäre des reinen Argons [2.74].



Abbildung 2.24: Einfluss des Sauerstoffs und Feuchtigkeit an Legierung Inconel 718 [2.74]

Im Schriftum werden über die Rolle des Wasserstoffs in Superlegierungen unterschiedliche Meinungen geäußert, den Autoren ist bei dieser Beobachtung nicht klar, ob das dieser Effekt von H₂O-Dampf oder von dem Sauerstoff im Wasserdampf herrührt [2.74], [2.75].

Sehr interessante Ergebnisse über das Werkstoffverhalten (Versuchswerkstoff - NF 616) in Wasserdampf wurden von M. Inui [2.76] publiziert. Das Ziel seiner Arbeit war, den Einfluss des Wasserdampfs auf das Risswachstum zu untersuchen, um die erhaltenen Ergebnisse nachher mit den Ergebnissen in inerter Umgebung zu vergleichen. Bei diesen Untersuchungen wurden drei unterschiedliche Experimente durchgeführt:



Die Prüftemperatur war 600°C. Im Experiment A kam das Risswachstum zum Stillstand. Diese Tatsache zeigt an, dass die statische Kriechbelastung nicht für ein Risswachstum ausreicht. Bei den Experimenten B und C waren die Risswachstumsgeschwindigkeiten ca. um drei Größenordnungen höher als im Vergleich zu der Atmosphäre reines Argon.

Diese Ergebnisse zeigen, dass Dampfoxidation bei zyklischem Risswachstum eine wesentliche Rolle zukommt, im Vergleich zur reinen mechanischen Belastung und zur Oxidation an Luft.

Lichtmikroskopische Untersuchungen an Proben aus Experiment A ergaben, dass das Rissinnere mit dicken Oxidschichten bedeckt war. Die Wachstumsfront der Oxidation bewegt sich zur Rissspitze hin. Das Oxid, das vor der Rissspitze gebildet wurde, bewirkt die Ausbildung eines Druckspannungsfeldes im Bereich der Rissspitze. Wenn diese Spannungen groß genug werden, um die wirkende Spannung im Rissspitzeoxid auf ein Niveau unterhalb der Bruchfestigkeit des Oxids zu bringen, kann das Risswachstum gestoppt werden.

Die Oxidation in der Rissspitze konnte also zwei konkurrierende Effekte bewirken: die Risswachstumsbeschleunigung oder die Verlangsamung des Risswachstums. Die resultierende Risswachstumsgeschwindigkeit würde davon abhängig sein, ob die Oxidschicht bricht oder nicht [2.76].

Einfluss der Temperatur

Alle Werkstoffeigenschaften (wie Dauerfestigkeit, Streckgrenze, Kerbschlagzähigkeit usw.) sind von der Prüftemperatur abhängig. Eine Erhöhung der Temperaturen verursacht bei metallischen Werkstoffen eine Erhöhung der Kerbschlagzähigkeit und vermindert die Wahrscheinlichkeit eines Risswachstums. Die Bauteile sind häufig neben wiederholten mechanischen Belastungen auch unterschiedlich hohen Temperaturen ausgesetzt. Mit fallender Temperatur steigen im allgemeinen die statischen Festigkeitswerte und die Ermüdungsfestigkeit. Durch die erhöhten Temperaturen laufen die thermisch aktivierbaren Prozesse beschleunigt ab. Mit steigender Temperatur fällt die Streckgrenze des Werkstoffs meist ab, d.h. die plastische Zone vor der Rissspitze wird größer.



Abbildung 2.25: Kriechrisswachstumsversuche bei verschiedenen Temperaturen an Proben aus P92 [2.77]

Bei den graphischen Darstellungen des Risswachstums bei Ermüdungsbelastung (da/dN vs. ΔK_I) und bei Kriechbeanspruchung (da/dt vs. K_I) kann in einigen Fällen mit zunehmender Temperatur eine leichte Zunahme der Risswachstumsgeschwindigkeit mit abnehmender Steigung im Paris-Bereich beobachtet werden [2.14, 2.30].

Der Einfluss der Temperatur für die Proben von ferritisch-martensitischen Stählen im Temperaturbereich von 600°C bis 650°C ist in Abbildung 2.25 dargestellt. Mit steigender Temperatur verschiebt sich die Kriechrisswachstumskurven zu den niedrigeren C*₁ Werten, die Risswachstumsgeschwindigkeiten jedoch nimmt leicht zu [2.77].

Die Streuungen der Risswachstumskurven bei unterschiedlichen Temperaturen von duktilen Werkstoffen sind im Vergleich zu denen spröde Werkstoffe meist nicht so ausgeprägt.

Die Risswachstumsgeschwindigkeit von Proben aus Inconel 718 steigt deutlich mit der Erhöhung der Prüftemperatur von 425°C bis zu 650°C. Mit niedrigeren Werten K_I bei 760°C wurden Schwierigkeiten mit der Erzeugung eines Rissfortschrittes beobachtet. Für diese Rissfortschrittsretardation (Verlangsamung des Risswachstums) ist wahrscheinlich die Erhöhung der Duktilität, die reduzierte Streckgrenze, verantwortlich. Die rapide Rissausbreitung bei 650°C und die unter 650°C kann auf die Wirkung der Prüfmediums- und der Kriecheffekte zurückgeführt werden, Abbildung 2.26 [2.78,2.79,2.80, 2.81].

Der starke Einfluss der Prüftemperatur an Proben aus Inconel 718 wurden in allen Prüfmedien (auch in Wasserdampf) beobachtet, Abbildung 2.27. Inconel 718 als sehr kriechbeständiger Werkstoff in Temperatur unter 600°C scheint sehr sensitiv auf das Prüfmedium zu reagieren. Die Risswachstumsgeschwindigkeit in Nickel-Basis Superlegierungen ist sehr abhängig von der Temperatur. In mehreren Fällen wurde an Proben aus Inconel X-750 die Erhöhung der Risswachstumsgeschwindigkeit um knapp drei Größenordnungen (bei Steigerung der Prüftemperatur von 540°C auf 650°C) beobachtet, Abbildung.2.28 [2.82,2.83].



Abbildung 2.28: Kriechrisswachstum in Inconel X-750 [2.83]

Einfluss der Haltezeit (bzw. Frequenz)

Bei Versuchen unter zyklischer Belastung stellt man einen Einfluss des Belastungsprofils auf die Rissgeschwindigkeit fest. Zusätzlich zu diesen Beobachtungen zeigen Variationen der Belastungsform, dass offensichtlich der Teil des Belastungszyklus, bei dem die Spannung ansteigt, eine wesentliche Schädigung verursacht [2.84]. In verschiedenen Schrifttumsarbeiten [2.79, 2.80, 2.85] wurde festgestellt, dass eine Einführung einer Haltezeit bei Prüfung von Proben aus Ni-Basis Superlegierungen der Grund für eine drastische Erhöhung der Risswachstumsgeschwindigkeiten ist, Abb.2.29 [2.85]. Mit längeren Haltezeiten verschiebt sich die Ermüdungsrisswachstumskurven zu höheren Risswachstumsgeschwindigkeiten, Abbildung 2.29.

Auch bei der statischen Belastung während der Haltezeit fand das Risswachstum statt. Diese rapide Erhöhung in Risswachstumsgeschwindigkeiten scheint stets einherzugehen mit dem Auftreten von Anteilen an interkristallinem Rissfortschritt.

Bei mikroskopischen Untersuchungen wurde entdeckt, dass die Morphologie der Bruchoberfläche eine Funktion der Risswachstumsgeschwindigkeit pro Zyklus war. Mit höheren Risswachstumsgeschwindigkeiten pro Zyklus wurden größer transkristallinen Rissanteil beobachtet. Von Pédron und Pineau [2.85] wurde bei der Betrachtung der dargestellten Ergebnisse in Abb.2.30 der Schluss gezogen, dass der Einfluss von der Haltezeit auf das Risswachstum mit der Kriechbeständigkeit des Versuchswerkstoffes eng verbunden ist.





Abnehmende Frequenz, bzw. zunehmende Haltezeit bewirkt in einem weiten Bereich eine Zunahme des Rissfortschrittes da/dN, wie in Bild 2.31 für den Werkstoff Inconel 718 zu sehen ist. In Abb. 2.31 [2.86] erkennt man weiterhin, dass sich mit zunehmender Temperatur der Übergang von interkristallinem zu transkristallinem Rissfortschritt zu höheren Frequenzen verschiebt. Die Rissfortschrittrate da/dN wird im Vergleich zu reiner Ermüdung mit

zunehmender Haltezeit größer. Die Rissfortschrittsgeschwindigkeit da/dt nähert sich mit zunehmender Haltezeit dem Kriechrissverhalten. Dieses Verhalten ist schematisch in Abbildung 2.32 dargestellt [2.61].

Die Kriechermüdungsversuche an Proben aus dem martensitischen Stahl X10CrMoVNb91 (P91), Abbildung 2.33, zeigten einen Einfluss der Haltezeit: bei kurzen Haltezeiten wird die Rissfortschrittsgeschwindigkeit erhöht und der Ermüdungseffekt wird deutlich. Bei Versuchen mit $t_h=0,1h$ (6 Minuten) wurde hauptsächlich ein transkristalliner Riss beobachtet. Erst bei Versuchen mit längeren Haltezeiten ($t_h>0,1h$) wurden deutliche interkristalline Anteile beobachtet [2.61].



Abbildung 2.31: Kriechermüdungsrissrate in Abhängigkeit der Frequenz für Inconel 718 bei 550 und 650°C [2.86]



Abbildung 2.32: Abhängigkeit der Rissfortschrittrate von der Haltezeit und Frequenz für ferritische Werkstoffe [2.61]



a)



Abbildung 2.33: ERW-Versuche mit Haltezeiten bei 600°C ausgewertet, a) als ERW-Versuch, b) als KRW-Versuch [2.61]

Einfluss der Mikrostrukturänderungen

Die Gebrauchseigenschaften von Werkstoffen werden im Wesentlichen durch ihre Mikrostruktur bestimmt, die Wirkung der Mikrostrukturstabilität für das Risswachstum von 9 bis 12% Cr-Stähle ist nicht bekannt. Der Einfluss der Alterung soll hier am Beispiel des Ermüdungsverhaltens erörtert werden.

Die Stabilität der Mikrostruktur beeinflusst in hohem Maß das Ermüdungsverhalten. Die Stabilität oder Instabilität der Werkstoffstruktur führt bei rein martensitischen Werkstoffen zur zyklischen Verfestigung, während es bei vergüteten Werkstoffen wie die 9-12%Cr Stähle es zu einer Entfestigung kommt [2.87, 2.88]. Der Einfluss der mechanischen Vorbehandlung auf die Mikrostruktur und damit auf das Ermüdungsverhalten wurde von G. Ebi et al in totaldehnungskontrollierten Wechselverformungsversuchen an Proben aus modifiziertem 9Cr1Mo bei der Temperatur von 538°C untersucht [2.89]. Diese Ergebnisse werden von Choudhary et al. diskutiert: die anfängliche zyklische Verfestigung des 9Cr1Mo wird mit einer Behinderung von Versetzungsbewegungen durch die Wechselwirkung von Versetzungen sowohl untereinander, als auch mit Carbiden erklärt [2.90]. Von W.B. Jones in [2.91] konnte an modifiziertem 9Cr1Mo mit Beginn der zyklischen Entfestigung ein beschleunigtes Carbidwachstum nachgewiesen werden. Ebi et al. diskutieren ebenfalls eine Vergröberung von Ausscheidungen als mögliche Ursache für die starke anfängliche zyklische Entfestigung. Durch Vergröberung der Ausscheidungen wird ihre gefügestabilisierende Wirkung vermindert und ein Wachstum der Subkornstruktur begünstigt. Durch Modifikation von 9Cr1Mo wird eine deutliche Zunahme der Stabilität der Mikrostruktur mit einer entsprechend verbesserten Zeitstandfestigkeit erreicht.

In dem für einen betrieblichen Einsatz üblichen wärmebehandelten Zustand ist NF 616 durch Ausscheidungen von $M_{23}C_6$ an den vorherigen austenitischen Korngrenzen und an den Subkorngrenzen (martensite Lattengrenzen) und durch die Bildung von fein disperser, nadelartiger Morphologie der Carbide von der Art MX gekennzeichnet. Ein typisches Mikrogefüge ist in der Abbildung 2.34 dargestellt.



Abbildung 2.34: Typische Mikrostruktur von NF 616/P92 (hohe Versetzungsdichte, Ausscheidung der Carbide) [2.92, 2.93, 2.94]

Nach langzeitiger thermischer Auslagerung bildet sich immer als wichtigste Verfestigungsphase $M_{23}C_6$, Tabelle 2.3 [2.92, 2.95, 2.96].

Temperatur	Auslagerungszeit [Std.]										
[°C]	1	10	10 ²	10 ³	3x10 ³	10 ⁴					
550	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆ , M ₆ C	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆ , M ₆ C	-								
600	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆ , M ₆ C	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆ , M ₆ C Laves Phasen	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆ , M ₆ C Laves Phasen	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆ , M ₆ C Laves Phasen					
650	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆ , M ₆ C Laves Phasen	Nb(C,N) M ₂₃ C ₆ , M ₆ C Laves Phasen	$\begin{array}{c} Nb(C,N)\\ M_{23}C_6,\\ M_6C\\ Laves\\ Phasen \end{array}$					

Tabelle 2.3: Typen der Ausscheidungen nach unterschiedlichen Temperaturenund Auslagerungszeiten, Werkstoff P92 [2.92, 2.95, 2.96]

Die Bildung von M_6C und von intermetallischer Laves Phase ist ein zeit- und temperaturabhängiger Prozess [2.97].



Abbildung 2.35: Morphologie der Laves Phase-(Fe,Cr)₂(W,Mo) [2.92]

Die Ausscheidung von Laves Phase erfolgt mit steigenden Temperaturen bei kürzeren Zeiten als bei niedrigeren Temperaturen. Die Laves Phasen sind oberhalb 700°C nicht mehr stabil.

Ein wichtiger Einfluss der thermischen Auslagerung ist die Reduzierung der Kerbschlagzähigkeit. (Reduzierung für gealterte Proben war ungefähr 80% von dem Wert der nicht ausgelagerten Proben). Mit der Messung der Härte [2.92] konnte gezeigt werden, dass Stahl "weicher" wird.

Einige Versuche, die an Proben der Nickel-Basis Superlegierung durchgeführt wurden, um den Einfluss der Auslagerung auf das Risswachstum zu ermitteln, zeigen, dass die vorherigen Auslagerungen die Risswachstumsgeschwindigkeit erhöhen und den Wert der Spannungsintensitätsfaktoren mindern. Es gab keinen Unterschied bezüglich des Verhaltens zwischen den Proben, die in der Luft oder im Vakuum geprüft worden waren. Die beiden Experimente zeigen, dass vorherige Auslagerung einen schädlichen Effekt auf die Eigenschaften der Werkstoffe haben [2.98, 2.99, 2.100].

Einfluss der Kerben

Die Ermüdungsbrüche beginnen vorwiegend an Spannungskonzentrationsstellen, z. B.: Gewinden, Bohrungen und plötzlichen Querschnittsübergängen. Kerben an technischen Bauteilen sind "Schwachstellen". Im Kerbgrund tritt die maximale Spannung auf. In rein statisch beanspruchten gekerbten Bauteilen kommt es bei Überschreiten der Fließgrenze im Bereich des Kerbgrundes zu einer durch Teilplastisierung veränderten Spannungsverteilung, so dass größere Werkstoffbereiche in der unmittelbaren Nachbarschaft der Kerbe zum verstärkten Mittragen herangezogen werden. Bei einer (gleichen) zyklischen Beanspruchung gehen gekerbte Bauteile früher zu Bruch als gleichartige Bauteile ohne Kerben. Will man mit gekerbten Bauteilen die gleichen Lebensdauerwerte wie mit ungekerbten erreichen, dann muss die zyklische Beanspruchung für die gekerbten Bauteile reduziert werden [2.30]. Bei Kriechrisswachstumsversuchen an den verformungsbeständigen Werkstoffen, wie es z. B. die Nickel-Basis Legierungen sind, ist der Kerb ein sogenannter "Beschleuniger des Risswachstums". Der Führungskerb spielt aber bei Kriechrisswachstumsversuchen an duktilen Werkstoffen eine sehr wichtige Rolle, und zwar verhindert die große plastische Verformung an den Seiten der Proben und zwingt das Risswachstum in der Ebene der Bruchfläche zu bleiben.

Der Einfluss der Seitenkerben auf die elastische Compliance wird in Abbildung 2.36 [2.101] durch die unterschiedliche Steigungen im linearen Teil der Kurve dargestellt. Das unterschiedliche Lastlimit für große plastische Verformung entspricht dem Übergang von dem ebenen Dehnungszustand zu dem ebenen Spannungszustand, da die Dicke der Probe verringert wird.



Abbildung 2.36: Zusammenhang zwischen dem J-Integral und δ-Aufweitung für CT-Proben, a/W≥0.55 [2.101]

An den Proben, die mit Seitenkerben geprüft wurden, stellte sich ein flacher Bruch ein. In Abbildung 2.37 kann deutlich erkannt werden, dass die Steigungen der J-Integral Kurven einhergehen mit der Probendicke, was mit der Bildung von großen Scherlippen (eng. Shear Lips, Abbildung 2.38) in den Proben ohne Seitenkerben verbunden sein kann [2.101]. Eine interessante Entdeckung war, dass die Bruchoberflächen der Proben mit den 50% und 25% Seitenkerben keine seitliche Kontraktion am Rand der Bruchflächen aufzeigen, obwohl mit 12% Seitenkerben eine geringfügige seitliche Kontraktion beobachtet wurde [2.102].

Das Ausmaß der Kerbwirkung wird nicht nur von der Kerbgeometrie, sondern vor allem auch vom Gefügezustand, den Herstellungsbedingungen, dem Eigenspannungszustand, der Beanspruchungsart, der Beanspruchungshöhe, dem umgebenden Medium sowie von der Temperatur bestimmt [2.30]



Abbildung 2.37: Einfluss der Seitenkerben und Probendicke auf das Risswachstum [2.102]



Abbildung 2.38: Schematische Darstellung der Bildung von "Shear Lip" an der CT- Probe ohne Seitenkerben

3. EXPERIMENTELLE ARBEITEN

3.1 Versuchswerkstoffe und Probengeometrien

Werkstoff P92 (NF 616)

Der Schwerpunkt der bruchmechanischen Untersuchungen in dieser Arbeit wurde mit Proben des ferritischen Stahls mit der Markenbezeichnung P92 durchgeführt. Der Stahl P92 (9Cr-0.5Mo-1.8W-Nb) ist sehr kriechbeständig, er soll in zukünftigen Kraftwerken als Material für Frischdampfrohre benutzt werden.

Hersteller des Versuchswerkstoffes: Nippon Steel Corporation, Japan (Bereitstellung des Versuchsmaterials durch die Firma VEW) FZJ- Internbezeichnung: CQM Herstellungsmethode der Rohre: Strangguss, warm umgeformt Abmessungen (Durchmesser, Dicke, Länge) : 300 x 40 mm x 0.5m

Die Versuchsstücke wurden in austenisiertem (1070°C/2h) und angelassenem (775°C/2h) Zustand ausgeliefert (Abbildung 3.1) [2.92]. Der Stahl P92 weist ein angelassenes Martensitegefüge auf. Für eine gute Kriechbeständigkeit und ausreichende Zähigkeit darf kein Delta-Ferrit im Gefüge sein. 1070°C/2h

Eigenschaften von P92 bei 20°C: (minimale Werte) $R_m = 620 \text{ MPa}$ $R_{p_{0.2}} = 440 \text{ MPa}$ Kerbschlagzähigkeit = 80 – 170 J $HV_{0.1} = max. 220$



Abbildung 3.1: Die Wärmebehandlung von P92 [2.92]

In Abbildung 3.2 ist das typische Mikrogefüge von P92 dargestellt. Bei den Untersuchungen wurden martensitische Latten in ursprünglichem austenitischem Korn gefunden. Das austenitische Korn hat nach ASTM Korngröße 10. Es wurde kein Unterschied im Mikrogefüge bzw. in der Korngröße in den unterschiedlichen Richtungen (ebene 100, ebene 010, ebene 001 zu CT-Probe) gefunden.



Abbildung 3.2: Gefüge von P92



Abbildung 3.3: Zeit-Temperatur-Umwandlung Diagramm für P92 [2.8]

Werkstoff X22CrMoV12 1 (X22)

Das Verhalten von P92 unter der statisch-zyklischen Beanspruchung wird mit dem Verhalten des Werkstoffes X22 verglichen. Dieser Werkstoff gehört zu der Gruppe der warmfesten martensitischen 9-12% Cr-Stähle für Betriebstemperaturen zwischen 550-650°C und zählt zu den wichtigsten im Dampfturbinenbau. Aufgrund seiner mechanischen und mikrostrukturellen Eigenschaften setzte sich der X22 im Kraftwerksbau als Werkstoff für Turbinenwellen und Formstücke durch.





Abbildung 3.5: Mikrostruktur von X22

Die Wärmebehandlung (Abbildung 3.4) besteht aus einer Austenitisierung bei 980°C und einer Abkühlung in Öl und dann aus einer Anlassbehandlung mit Luftabkühlung im Temperaturintervall von 680 bis 700°C. Die primären austenitischen Körner weisen Korngröße ASTM 11 auf (Abb.3.5).



Abbildung 3.6: Zeit-Temperatur-Umwandlung Diagramm für 12Cr-1MoV Stähle [3.1]

Werkstoff Inconel 706

Als weiterer Versuchswerkstoff für die Kriechermüdungsrisswachstumsversuche wurde die Nickelbasislegierung "Inconel 706" verwendet, die in zukünftigen Dampfturbinen als Rotorwellen eingesetzt werden soll (in Gasturbinen als Turbinenscheiben). Die betrieblich durchgeführte Wärmebehandlung an dem Schmiedestück aus Inconel 706 ist in Abbildung 3.7 dargestellt.



Abbildung.3.7: Die Wärmebehandlung von Inconel 706

Eigenschaften von Inconel 706 bei 20°C: (minimale Werte) $R_m=1 240 \text{ MPa}$ $Rp_{0.2}=1 080 \text{ MPa}$ Kerbschlagzähigkeit= 75-77 J $HV_{10}=430$

Diese Variante der Wärmebehandlung ist für zugbelasteten Komponenten für den Einsatz bei Raum und leicht erhöhten Temperaturen bestimmt. In dem rein austenitischen Ausgangsgefüge der Matrix befinden sich die γ° und γ° -Phase als Verfestigungsausscheidungen und einige Carbide (Abbildung 3.8).



Abbildung 3.8: γ-Matrix mit einige MC-Carbide



Abbildung 3.9: ZTA Diagramm von Inconel 706 [3.2]

Die mittlere chemische Zusammensetzung der verwendeten Werkstoffe ist wie folgt:

Werkstoff	с	Si	Mn	Ρ	s	Cr	Мо	w	v	Nb	в	N	Ni	AI	Ti
P92	0.115	0.028	0.46	n.b	0.006	8.85	0.42	1.85	0.2	0.065	0.008	0.042	0.068	0.02	-
X22CrMoV12 1	0.24	0.38	0.53	0.031	0.008	12.0	1.21	-	0.31	-	<0.02	0.034	0.63	0.006	-
Inconel 706	0.014	< 0.02	< 0.02	< 0.02	< 0.02	16.0	-	-	-	3.1	< 0.02	0.0014	43.0	0.18	1.69

Tabelle 3.1: Mittlere chemische Zusammensetzungen der untersuchten Werkstoffe

Probengeometrien und ihre Vorbereitung

Die Warmzugversuche wurden an genormten Proben Z17, (Abbildung 3.10 die Werkstoffe P92, X22CrMoV12 1) und Schulterkopfproben (Abbildung 3.11 aus dem Werkstoff Inconel 706) durchgeführt. Die Richtlinien zur Dimensionierung von Zugproben sind in DIN EN 10 002 [3.3] festgelegt.



Abbildung 3.10: Fertigungszeichnung für die Vollproben (Z17) der dehnratenkontrollierten Zugversuche (Werkstoffe: P92, X22)



Abbildung 3.11: Fertigungszeichnung der Schulterkopfprobe für die dehnratenkontrollierten Zugversuche (Werkstoff: Inconel 706)

Die Proben für die Risswachstumsversuche (Ermüdungsrisswachstumsversuch, Kriech-Ermüdungsrisswachstumsversuch, Kriechrisswachstumsversuch) waren CT1/2"-Proben (Abbildung 3.11) in Anlehnung an die ASTM E 399 [2.20].



Abbildung 3.12: Fertigungszeichnung der CT1/2"-Probe mit Seitenkerben für Risswachstumsversuche

Zur besseren Rissführung in der Rissebene wurde die Probe für die Risswachstumsversuche zusätzlich mit je 10% Seitenkerben (45° Öffnungswinkel, Kerbradius 0.1 mm) pro Seite versehen. Die Probenentnahme entspricht der Lage T-L nach ASTM E 399 [2.20], d. h. Rissausbreitung in Walzrichtung.

Die Proben wurden auf einer Resonanzmaschine (INSTRON, TYP 1603) mit einer Frequenz im Intervall zwischen 85-90 Hz und einem Spannungsverhältnis R=0.1 bei Raumtemperatur angeschwungen (Erzeugung eines scharfen Anrisses). Die Kontrolle des Rissfortschrittes während des Anschwingens erfolgte seitlich durch ein verschiebbares Mikroskop. Die Bedingung [2.20, 3.4], dass der maximale Spannungsintensitätsfaktor K_{Imax} beim Anschwingen kleiner als der maximale Spannungsintensitätsfaktor im Experiment bei hohen Temperaturen sein soll, konnte nicht erfüllt werden, da das Risswachstum bei den hohen Temperaturen bei deutlich geringeren Belastungen abläuft als bei Raumtemperatur.

Für die Durchführung der Constant Extension Rate-Versuche (CER) nach der Norm ASTM G 129-00 "Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking" [3.5] sollten die gekerbten Rundproben Z17 verwendet werden, Probenabmessungen entsprechend DIN EN 10 002.



Abbildung 3.13: Fertigungszeichnung der gekerbten Z17-Probe für die CER-Versuche

3.2 Prüfmaschinen

Für die bruchmechanischen Untersuchungen und für die Prüfung des Festigkeits-und Verformungsverhaltens standen Prüfmaschinen verschiedenen Typen zur Verfügung:

- Typ I: Elektromechanische Prüfmaschine (INSTRON, Typ 1362, Zug/Druck 100kN) für statische und zügige Belastungen bei Ermüdungsexperimenten mit Haltezeiten und Kriechrisswachstumsexperimenten an den 1/2" CT-Proben; induktives Beheizungssystem;
- Typ II: Servohydraulische Prüfmaschine (INSTRON, Typ 1343, Zug/Druck 100kN) für zyklische Belastungen bei Ermüdungsrisswachstumsexperimenten an den 1/2" CT Proben; induktives Beheizungssystem;
- Typ III: Elektromechanische Prüfmaschine (INSTRON, Zug/Druck 30-100kN) für statische und zügige Belastungen bei Ermüdungsexperimenten mit Haltezeiten und Kriechrisswachstumsexperimenten; 3 Zonen Widerstandbeheizungssystem.
- Typ IV: Elektromechanische Prüfmaschine (INSTRON Typ 8862) für Zug- Druck- und Kriechversuche an Zugproben; Beheizung: 3 Zonen Widerstandbeheizungssystem.

Risswachstumsversuche (an CT-Proben)

Alle Maschinen wurden im Closed Loop-Betrieb gefahren. Die Messung der Last erfolgte mit einer Kraftmessdose der Klasse 0.1.



Abbildung 3.14: Versuchsaufbau für Experimente an CT-Proben in Prüfatmosphäre Vakuum und Luft (Typ I und Typ II-Prüfmaschinen)

Die Prüfmaschine für die Risswachstumsversuche an Luft und im Vakuum ist in Abbildung 3.14 dargestellt.



54

Bei der Prüfung in simuliertem Wasserdampf (Abbildung 3.15) wurde ein Probenbehälter (Rezipient) aus IN 617 verwendet, bei dem die Abschlussdeckel oben und unten mit Öl gekühlt, bzw. temperiert wurden, um eine Kondensatbildung innerhalb des Rezipienten zu vermeiden. Im 81°C heißen Ölbad befindet sich ein mit vollentsalztem Wasser gefüllter Glasbehälter, durch den Argon geleitet wurde, welches sich dabei zu 50%vol. mit Wasserdampf sättigte. Der Verbindungsschlauch vom Glasbehälter zum Rezipienten wurde mit einer Heizmanschette über 81°C aufgeheizt, damit kein Wasser im Schlauch kondensiert. Nach Einbau der Probe und Einhängen des Rezipienten in den Ofen (Abbildung 3.16), wurde die Argonleitung mit Ventilen so geschaltet, dass erst reines Argon in den kalten Rezipienten geleitet wurde. Nach 24 Stunden Spülzeit mit einem Volumenstrom von 10 l/Std. konnte davon ausgegangen werden, dass sich eine reine Argonatmosphäre aufgebaut hatte. Danach wurde der Strom zur Messung der elektrischen Spannung vor der Rissspitze eingeschaltet, bei den 1/2" CT-Probe waren das 15A. Die Probentemperatur stabilisiert sich danach bei ca. 160°C. Das Ölbad wurde auf 81°C aufgeheizt, womit die Deckel des Rezipenten temperiert wurden. Als letzter Schritt der Vorbereitung des Versuches wurde der Ofen (und damit der gesamte Rezipient) auf Prüftemperatur aufgeheizt.





Warmzugversuche (an Zugproben Z17)

Die Zugversuche wurden an einer elektro-mechanischen Universalprüfmaschine der Firma Instron Limited durchgeführt. Hierfür stehen Lastmessdosen von 30 bis 100 kN zur Verfügung, wodurch eine Prüfung unterschiedlicher Geometrien möglich ist. Durch einen um die Versuchsanordnung angebrachten Widerstand beheizten Rohrofen kann die Prüftemperatur zwischen Raumtemperatur und 1200°C variiert werden. In Abbildung 3.17 ist der Versuchsaufbau zur Durchführung von Warmzugproben dargestellt.



- 1 Verfahrbares Querhaupt
- 2 Spindel
- 3 Einspannvorrichtung
- 4 Maschinenrahmen
- 5 Kraftmeßeinrichtung
- 6 Antrieb der Spindel
- 7 drehbare Muttern f
 ür die Bewegung des Querhauptes
- L_v Versuchslänge der
 - Zugprobe

Abbildung 3.17: Schematischer Aufbau zur Durchführung von Zugversuchen [2.17]

CER-Versuche

Für die Durchführung der CER-Versuche wurden die gleichen Prüfmaschinen wie für die Risswachstumsversuche verwendet. Nur die Einspannungsvorrichtungen mussten wegen der anderen Probenform (Zugproben:Z17 und Schulterkopfproben) geändert werden.

3.3 Beheizung

Zur Beheizung der Proben wurden zwei unterschiedliche Heizsysteme benutzt:

- Induktionsbeheizung
- Ofen mit Widerstandsbeheizung.

Induktionsheizung

Die Beheizung der CT-Normproben erfolgte durch ein Induktionsheizsystem mit einer Frequenz von 30kHz. Die Anordnung von Induktor, Probe und Einspannklauern ist in Abb.3.18 dargestellt. Der Induktor besteht aus Kupferwindungen mit rechteckigem Hohlprofil, durch das Wasser zur Kühlung geleitet wird. Für die Beheizung der 1/2"CT-Probe wurde der gleiche Induktor wie für die 1" CT-Probe verwendet. Zur Einstellung einer homogenen Prüftemperatur über die gesamte CT-Probe, insbesondere aber vor der Rissspitze, war es notwendig, die Spulen so auszulegen, dass auch die Einspanngestänge in der Proben nähe mit beheizt wurden. Nur so konnte der Wärmeabfluss aus der CT-Probe in das Einspanngestänge vermieden werden. Die Temperaturverteilung vor der Rissspitze entspricht dann den einschlägigen Prüfnormen.



Abbildung 3.18: Induktionsbeheizung

Widerstandsofen

Die Beheizung der Proben in der Maschine Typ III und IV erfolgte durch einen vertikal stehenden, aufklappbaren Rohrofen mit 7 Heizzonen (Abbildung 3.19). Bei einer Gesamtlänge des Ofens von 1400 mm ist die temperaturkonstante Zone mindestens 700 mm lang.



Abbildung 3.19: Widerstandsofen

Die Temperaturmessung an CT-Normproben erfolgte mit "nackten" Thermoelementen vom Typ S (PtRh-Pt, Drahtdurchmesser 0,5 mm), die in eine Bohrung mit einem Durchmesser von 0,5-1 mm an der kerbfreien Stirnseite der CT-Probe eingeführt worden waren. Die Thermoelemente Typ S an Proben für die Zugversuche und für die CER-Versuche wurden auf die Messlängen aufgeschweißt (Punktschweißung).

3.4 Aufweitungsmessung

Für die Ermittlung des KRW-Vesuches ist es erforderlich in der Lasteinleitungslinie die Aufweitung des Kerbes zu messen, mit der gemessenen Größe dv/dt wird dann nach Gleichung 2.20, 2.21 (Kapitel 2 - Kriechrisswachstum) die für den Rissfortschritt benötigte Energie ermittelt. In den Maschinen vom Typ III wurde ein Extensometer eingesetzt, mit dem die Aufweitung zwischen den Kerbflanken unmittelbar in der Lasteinleitungslinie bestimmt werden kann. Die Genauigkeit wird mit 1% des Vollausschlages angegeben. Der effektive messbare Aufweitungsbereich beträgt ± 3 mm.

Die Messung der Kerbaufweitung über den Kolbenhub der Prüfmaschine, der mit Hilfe eines LVDT (linear variable differential transducer) außerhalb der beheizten Zone gemessen wird, zeigt im Vergleich zu den Messungen mit dem Hochtemperaturextensometer für kleine Versuchszeiten (wenig Aufweitung) im Kriechrisswachstumsversuch deutliche Unterschiede (>30%) [2.46]. In Maschine Typ II und in einer Maschine Typ III (Maschine 10 – Versuche im Wasserdampf) war die Aufweitungsmessung nur über den Kolbenhub der Maschine möglich.

3.5 Versuchsdurchführung

3.5.1 Warmzugversuch

Die Warmzugversuche wurden gemäß der Norm DIN EN 10 002 [3.6] Teil 5 "Prüfverfahren bei erhöhter Temperatur" durchgeführt. Die Zugversuche erfolgten nur mit einer konstanten Dehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-5}$ /s bei konstanter Prüftemperatur (T_{prüf} = 600°C). Das Prüfmedium war Luft. Die Proben wurden auf die gewünschte Prüftemperatur vorgewärmt und mindestens 10 Minuten bei dieser Prüftemperatur vor Lastaufbringung gehalten. Somit wird eine optimale Temperaturkonstanz gesichert. Der Versuch wurde bis zum Bruch der Probe oder bei den sehr duktilen Werkstoffen bis zu einer kritischen Dehnung der Probe von 10 mm geführt. Die verwendeten Gleichungen zur Auswertung der Kraftweg- Diagramme sind im Anhang III aufgelistet.

3.5.2 Ermüdungsrisswachstumsversuch (ERW-Versuch)

Um den Effekt der umgebenden Medien auf das Risswachstum zu zeigen, wurden die Ermüdungsrisswachstumsversuche bei drei Prüftemperaturen (500°C, 550°C, 600°C) und in zwei unterschiedlichen Prüfmedien (Vakuum $2x10^{-5}$ mbar, Luft), durchgeführt. Die Belastung bei den Ermüdungsrisswachstumsversuchen erfolgte "sinusformig" mit Verhältnis F_{min}/F_{max}=0.1 und Versuchsfrequenz f=5Hz (Abbildung 3.20).





Die Auswertung der Experimente zum Ermüdungsrisswachstum erfolgte mit einem im Forschungszentrum Jülich erstellten Rechnerprogramm (CRACKER) [3.7]. Der zyklische Spannungsintensitätsfaktor ΔK_I für die CT-Probe wurde nach ASTM E647-00 [3.4] ermittelt.

$$\Delta K_{I} = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \cdot \frac{(2+\alpha)}{(1-\alpha)^{\frac{3}{2}}} \cdot \left(0,886+4,64\alpha-13,32\alpha^{2}+14,72\alpha^{3}-5,6\alpha^{4}\right) \quad (3.1)$$

wo $\alpha = a/W$ (Anhang I)

Die Berechnung der zyklischen Risswachstumsgeschwindigkeit da/dN erfolgte mit drei verschiedenen Arten:

- Differenzenverfahren
- bei dieser Methode werden aus aufeinander folgenden Messpunkten die Differenzquotienten gebildet
- Polynommethode (in Anlehnung an ASTM E 647-00)

- eine bestimmte Anzahl von aufeinander folgenden Messpunkten (häufig 7 bis 9) wird mit Hilfe der Methode der kleinsten Fehlerquadrate durch ein Polynom zweiter Ordnung approximiert. Die analytische Differentiation des Polynoms ergibt dann die Geschwindigkeit.

• Polynommethode (Legendre Polynome)

– die gesamte Messkurve wird mit Hilfe der Methode der kleinsten Fehlerquadrate durch eine Legendre-Polynomfunktion beliebiger Ordnung approximiert. Diese schon relativ komplizierten Polynomfunktionen lassen sich analytisch differenzieren, so dass damit die Geschwindigkeit zu jedem Zeitpunkt t ermittelbar ist.

3. 5. 3 Kriechrisswachstumsversuch (KRW-Versuch)

Die Kriechrisswachstumsversuche wurden mit konstanter Belastung der Probe bei Prüftemperaturen von 500 und 550° gefahren. Bei 550°C erfolgte die Prüfung in Vakuum, Luft und Wasserdampf (Ar+ 50%Vol.H₂O), Abbildung 3.21.



Abbildung 3.21: Schematische Darstellung der verwendeten Belastungsform bei KRW-Versuch

Mit Hilfe eines FORTRAN-Programmes erfolgte die Auswertung nach drei bruchmechanischen Konzepten:

- 1. Spannungsintensitätskonzept KI
- 2. Energieratenintegralkonzept C*
- 3. Nettospannungskonzept σ_{net}

Die Risswachstumsgeschwindigkeit da/dt konnte, wie schon in Kap. 3.5.2 an Hand der Risswachstumsgeschwindigkeit da/dN im Ermüdungsrisswachstumsversuch gezeigt, auf drei verschiedene Arten aus der Messkurve Risslänge über Versuchszeit berechnet werden.

Die Auswertung der Kriechrisswachstumsexperimente erfolgte mit einem im Forschungszentrum Jülich erstellten Rechnerprogramm - CREEPER [3.8] nach der Norm E 1457-00 [3.9] "Standard Test Method for Measurement of Creep Crack Growth Rates in Metals".

3. 5. 4 Kriechermüdungsrisswachstumsversuch (KERW)

Unter zyklisch-statischer Belastung wurden die Versuche in drei Prüfmedien (Luft, Vakuum, Wasserdampf) und bei drei Prüftemperaturen (500°C, 550°C, 600°C) durchgeführt.





Bei den KERW-Versuchen ist das Verhältnis zwischen minimaler und maximaler Last wie bei ERW-Versuchen R=0.1 geblieben.

Die Versuche mit Haltezeit wurden einerseits als Kriechrisswachstumsexperiment und andererseits als Ermüdungsrisswachstumsexperiment ausgewertet. Bei einer Auswertung als KRW-Versuch ergibt sich die Risswachstumsgeschwindigkeit da/dt aus dem Gesamtrisszuwachs während der reinen Haltezeit im Lastmaximum innerhalb eines Belastungszyklus (Abb. 3.22). Die Be-und Entlastungsphasen (Anstieg der Lastrampe 1s und Abfall der Lastrampe 1s in Abbildung 3.22) tragen somit nicht zum KRW bei. Wegen der kurzen Be- und Entlastungszeiten sollte in dieser kurzen Zeit (3 sec.) reines ERW vorliegen.
Bei der Auswertung als ERW-Versuch errechnet sich die Risswachstumsgeschwindigkeit da/dN aus dem Gesamtrisszuwachs pro ertragenem Zyklus.

3. 5. 5 Constant Extension Rate (CER)Versuch

Diese Art der Versuchsführung wird angewendet für eine Vielzahl von verschiedenen Werkstoffen, um die Werkstoffreaktion im Kerbgrund einer Probe auf ein Arbeitsmedium zu studieren. Die üblichen SSR (Slow Strain Rate) Versuche [3.5] sind mit konstanter Dehngeschwindigkeit im Intervall zwischen 2,54 10⁻³ und 2,54 10⁻⁶ mm/s (bei Probenform Z17 ist die umgerechnete Dehnrate $\dot{\varepsilon}$ zwischen 5,08 10⁻⁵ und 5,08 10⁻⁸) gefahren. In dieser Arbeit mit Proben aus P92 und X22 erfolgte die Prüfung bei einer Prüftemperatur von 550°C in Luft, im Vakuum und im Wasserdampf mit einer Dehngeschwindigkeit von 5 10⁻⁵ mm/s (das entspricht der Dehnrate $\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-6}$ /s). Während des Versuches wurde die Dehnung der Probe, die Änderung der Prüflast und die Versuchszeit bis zum Bruch der Probe gemessen. Die Ergebnisse aus diesen Versuchen wurden nach der Norm G129-00 [3.5] ausgewertet.

3.6 Verfahren zur Risslängenmessung

3. 6. 1 Potentialsondenverfahren

Das Potentialsondenverfahren zur Ermittlung der Risslänge ist mit jedem Material, das eine elektrische Leitfähigkeit aufweist, möglich. Zur Messung der Risslängenänderung wurde die Gleichstrompotentialmethode eingesetzt. Dabei wird die Probe mit einem konstanten elektrischen Strom beaufschlagt. Bei einer Rissverlängerung erhöht sich aufgrund der Verringerung des Ouerschnittes der Probe der Ohm'sche Widerstand des Restligaments. Aus dem Ohm'schen Gesetz folgt bei konstantem elektrischen Strom I eine Vergrößerung des elektrischen Widerstandes, was in einer Erhöhung der elektrischen Spannung über der Probe abgespiegelt wird. Vor dem Einsatz des Potentialsondenverfahrens müssen Eichkurven erstellt werden, die den Zusammenhang zwischen der an der Probe abfallenden elektrischen Spannung und der Risslänge wiedergeben. Eichkurven können experimentell oder aus theoretischen Ansätzen heraus ermittelt werden. Die analytische Ermittlung von Eichkurven ist aber nur bei einfachen Probengeometrien anwendbar. Bei experimenteller Erstellung der Eichkurven werden in einer Probe mit den geometrischen Abmessungen, wie sie für die Versuche eingesetzt werden sollen, Risse verschiedener Länge durch Funkenerosionsschnitte eingebracht und die über der Probe anstehenden Spannungen gemessen. Hierbei sollten versuchsähnliche Bedingungen vorliegen, um Fehlerquellen zu minimieren. Die Erstellung der Eichkurven kann an metallischen Werkstoffen erfolgen, der Verlauf des Zusammenhangs zwischen Risslänge und elektrischem Potential ist grundsätzlich werkstoffunabhängig. Die absoluten Messwerte sind jedoch vom spezifischen elektrischen Widerstand abhängig.

Für die Anwendung der Gleichstrompotentialmethode für ERW-Versuche und ERW-Versuche mit Haltezeit, KRW-Versuche wurden zwei Arten der Kontaktierung der CT-Probe verwendet (Abbildung 3.23)



Abbildung 3.23: Verschiedene Anordnungen von Stromeinleitungs- und des Potentialabgriffes [2.59]

Die Potentialabgriffsleitungen sind mit einem Punktschweißgerät auf die Probe aufgepunktet. Im Fall der Ermüdungsrisswachstumsuntersuchungen lagen die Kontakte der Stromzuführungen und der Spannungsabgriffe an der Stirnseite der Probe. Diese Variante der Potentialmethode liefert einen hohen Signalpegel und hat damit einen großen Störspannungsabstand, was insbesondere bei der Verwendung einer Induktionsheizung von Vorteil ist. Der Nachteil dieser Variante ist die große Empfindlichkeit gegen plastische Verformungen in den Schenkeln der Probe. Solche Verformungen werden fälschlicherweise als Rissfortschritt interpretiert. Deshalb wurden bei solchen Versuchen, bei denen mit einer großen Verformung während des Versuches zu rechnen war (ERW-Versuch mit Haltezeit und KRW-Versuche), eine andere Form der DC-Potentialmethode eingesetzt. Hier erfolgt die Stromzuführung und die Potentialmessung in der Nähe der Rissspitze, so dass plastische Verformungen in den Schenkeln nicht mehr ins Gewicht fallen. In den Versuchen erfolgte zusätzlich in periodischen Zeitabständen eine Abschaltung des Stroms, um die verbleibende Potentialdifferenz (Thermospannung) zu messen. Die Werte des gemessenen Potentials wurden anschließend um diese Größe korrigiert.

3. 6. 2 Optische Rissvermessung

Nach Versuchsende wurden die Proben bei Raumtemperatur durchgeschwungen und anschließend die Anfangs- bzw. Endrisslängen mit dem Mikroskop nach der 5-Punkte Methode für ERW-Versuche bzw. 9-Punkte Methode für ERW-Versuche mit Haltezeit und KRW-Versuche in Anlehnung an die ASTM E 647-00 [3.4] vermessen.

Nach Gleichsetzen des Anfangs- und Endpotentials mit der Anfangs- bzw. Endrisslänge geht aus den Messspannungen durch lineare Interpolation für jedes Potential die jeweilige Risslänge hervor. Eine lineare Interpolation ist zulässig, da sich der Spannungsabfall in dem zu untersuchenden Risslängenbereich $(0,5 \le a/w \ge 0,7)$ nahezu linear mit der Risslänge ändert [2.46].

3.7 Verwendete Methoden zur Untersuchung des Gefüges

3.7.1 Lichtmikroskopie

Für die Untersuchungen von Längs- und Querschliffen mit dem Lichtmikroskop wurden die Proben unter Druck heiß eingebettet. Um einen besseren Kontrast unter dem Mikroskop zu erreichen und um die Abplatzung der Oxidschicht zu vermeiden, wurden die Proben vor der Einbettung mit Gold bedampft und elektrolytisch vernickelt. Der Elektrolyt besteht aus H₂O -2000/750ml, NiSO₄ - 240/90g, KCl - 17/6,4g, (NH₄)₂SO₄ - 42/15,8g. Die Temperatur des Elektrolyten muss in Intervall von 55 bis 60°C sein. Damit wird eine haftfeste Ni-Schicht schnell erreicht. Für die Untersuchung der Rissspitze mussten die getesteten, nicht durchgebrochenen Proben kalt eingebettet werden. Für die kalte Einbettung wurde eine transparente, kalthärtende Einbettmasse angewendet, die aus einem bestimmten Verhältnis Araldite D und Hardner NY 951 (5:1) besteht. Anschließend wurden die Proben mit SiC-Papier der Körnung 120 bis 1200 geschliffen und mit Diamantpaste 6 µm bis 1µm poliert. Die Feinpolitur erfolgte mit einer SiC-Suspension (Final- 0,6µm). Die Ätzung der eingebetteten Proben erfolgte dann mit verschiedenen Ätzmitteln: mit 4%iger alkoholischer HNO3, VA-Beize (100ml destilliertes Wasser, 100ml Salzsäure 32%ig, 10ml Salpetersäure 65%ig, 0,3ml Vogels Sparbeize) und mit Pikrinsäureätzmittel (100ml destilliertes Wasser, 4g Pikrinsäure).

Die Bestimmung der Korngröße wurde nach der deutschen Norm DIN 50 601 [3.10] durchgeführt. Die Härteprüfung nach Vickers erfolgte nach der deutschen Norm DIN EN ISO 6507-1 [3.11].

3. 7. 2 Rasterelektronmikroskopie (REM)

Die Untersuchungen der Bruchoberfläche an den getesteten Proben wurde mittels eines Rasterelektronmikroskop LEO 440 durchgeführt. Die Untersuchungen erfolgten im Sekundärelektronen Modus (SE) bei einer Beschleunigungsspannung von 20kV. Mittels der EDX-Analyse wurde die chemische Zusammensetzung der Oxidschicht untersucht. An den Bruchflächen erfolgten REM-Untersuchungen ohne besondere Präparation, die Proben wurden mit Platin bedampft, um den Kontrast für anschließende REM-Untersuchungen zu erhöhen. Für die EDX-Analyse zur Bestimmung der Oxidschichten an den getesteten Proben wurden Längsschliffe vorbereitet, die danach auch mit Platin bedampft wurden.

Um den Verlauf des Hauptrisses während der Versuche zu bestimmen, wurden unterschiedliche Methoden angewendet. Eine davon war das Verfahren **Elektron Back-Scattered Diffraction** (EBSD). Dies ist eine Technik, mit deren Hilfe Informationen zur Kristallstruktur und -orientierung im Mikrogefüge von Probenkörpern im Rasterelektronenmikroskop (REM) erhalten werden können. Das Ergebnis aus den EBSD-Untersuchungen ist ein Orientierungsmapping von drei unterschiedlichen Richtungen (Abbildung 3.24).

Das erste Bild zeigt die Kornorientierung aus einer normalen, das zweite Bild aus einer tangentialen Richtung und das dritte Bild aus der Walzrichtung.

Die für diese Untersuchung benutzte Probe wurde aus dem Querschliff der mechanisch geprüften Probe entnommen. Die Probe wurde geschliffen, fein poliert und danach geätzt. Die Bruchoberfläche sollte mit einem Wachs geschützt werden, damit das Ätzmittel die Bruchoberfläche nicht beschädigen kann. Das Wachs musste nach dem Ätzen entfernt werden.



Abbildung 3.24: Schema der EBSD Prozedur [3.12]

Die zweite Methode, um den Verlauf des Hauptrisses zu sehen, war eine elektrochemische Behandlung zur Entfernung von Oxidschichten. Bei einer Mischung aus Schwefelsäure (0,3%) und Kaliumpermanganat (3g/l) bei einer Temperatur von 45° C und unter elektrischem Strom $(5mA/cm^2)$ wurde nach ca. 90 Minuten die Oxidschicht durch Auflösungen entfernt. Die noch anhaftenenden Schichten mussten mit einem Schwamm entfernt werden.

3.7.3 Röntgendiffraktometie (XRD)

Die Röntgendiffraktometrie wurde zu Untersuchungen über Walztexturen verwendet. Die Beschreibung der Textur mit Worten ist schwierig und häufig sogar unmöglich. Durch das Polfigurenverfahren nach Wever [3.13] hat man die Möglichkeit, die vorhandenen Kristallorientierungen darzustellen [3.14]. Die gemessenen Polfiguren wurden bezüglich des Untergrundes und der durch die Verkippung um den Winkel ψ verursachten Defokussierung des Primärstrahles korrigiert. Alle Messungen sind bei Raumtemperatur durchgeführt. Zur Untersuchung wurde Diffraktometer Phillips X'Pert, MRD, Cu-K Strahlung (40kV/45mA), Ni-K β Filter, Polykapillat Halblinse, Kreuzschlitzkollimator 1mmx2mm, Parallelplattenkollimator 0,27° verwendet. Die Proben wurden zentrisch auf den Probenteller der Eulerwiege aufgeklebt bzw. mit Drahtbügeln aufgespannt.

3.8 Betrachtungen zum Anschwingsverhalten der Proben

Während der Risswachstumsversuche wurden die Schwierigkeiten eine glatte Rissfront zu erzeugen und den Rissfortschritt zu initiieren, beobachtet. Die typischen Aufnahmen solcher Proben sind in den nächsten zwei Abbildungen dargestellt. Damit soll gezeigt werden, dass der Anriss an der Stirnseite und der Rückseite einer Probe unterschiedlich heraus verläuft.





Abbildung 3.25: Probe aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit bei 550°C, P92



Stirnseite

Rückseite

Abbildung 3.26: die Probe aus INCONEL 706 für die KRW-Versuch bei 500°C vorgesehen war

Nach Norm E 647:



Abbildung 3.27: Schema der zulässige Ablenkung des Risses nach ASTM E 647 [3.4]

Die technische Norm E 647 [3.4] gibt strikte Bedingungen zum Anschwingen des Risses bei Raumtemperatur. Die zulässige Ablenkung darf nicht mehr als 10° sein, Abbildung 3.27. Im Fall, dass diese Ablenkung größer als 10° ist, können die Daten aus dem Versuch verfälscht werden und dürfen nicht verwendet werden.

Diese Ablenkung des angeschwungenen Risses wurde an beiden Seiten der Probe gefunden. Vor dem Einbau der Probe in die Prüfmaschine war diese Ablenkung wegen schon vorbereiteten Seitenkerben an den Proben (der angeschwundene Riss bei Raumtemperatur wurde mit den Seitenkerben bedeckt) nicht sichtbar. Diese Ablenkung (bei Raumtemperatur) des angeschwungenen Risses wurde bei jedem von diesen untersuchten Werkstoffen (in dieser Arbeit) ermittelt.

Die Proben mit diesen Defekten wurden zuerst mittels Rastelektronmikroskopie in den Bereichen untersucht, wo es zu diesen Ablenkungen gekommen war. Es wurden unterschiedliche optische Vergrößerungen angewendet, um Gefügeinhomogenitäten vor der Rissspitze zu finden. Die REM -Untersuchungen gaben aber keine Erklärungsmöglichkeiten.

Die Anwesenheit der Walztexturen an diesen Proben, was ein Grund für die Ablenkung hätte sein können, wurden zwei noch nicht getestete Proben (Werkstoff - P92, Werkstoff - Inconel 706) mittels Röntgendiffraktometrie untersucht.

Aufgrund der geringen Intensitätsunterschiede in den Polfiguren kann man nicht von einer Texturorientierung im Untersuchungsgebiet sprechen. Eine sehr schwach ausgeprägte (110)-Vorzugsorientierung besteht bei Probe allenfalls um eine Richtung senkrecht zum Kerb mit einer Öffnung in φ -Richtung um $\pm 40^{\circ}$.

Noch schwächer als in Probe aus P92 ist eine eventuelle (111)-Vorzugsorientierung in der Umgebung der Rissspitze von Probe aus Inconel 706A, Abbildung 3.29. Der starke Abfall der Untergrundintensität bei hohen Kippwinkeln ψ außerhalb der φ -Richtung 0° und 180° wird durch die Abschattung des Messfeldes verursacht, die die Drahtbügel zum Aufspannen der Probe auf den Goniometertisch bewirken.



Abbildung 3.28: Korrigierte (110)-Polfiguren der Probe aus P92 in Umgebung der Rissspitze; Kerb in Position φ=90°



Abbildung 3.29: Korrigierte (110)-Polfiguren der Probe aus Inconel 706 in Umgebung der Rissspitze; Kerb in Position φ=90°, starke Untergrundabsenkung infolge Abschattung durch Spanndrähte

Zusammenfassend aus der Röntgendiffraktometrie wurde festgestellt, dass die beobachtete Ablenkung der Ermüdungsrisse in beiden Proben nicht durch Vorzugsorientierung im Gefüge der Proben erklärt werden kann.

Bei den ERW-Versuchen kam der abgelenkte Riss während des Zyklierens in der Ebene der Seitenkerben zurück. Die Auswirkung der Ablenkung macht sich nur in der Erhöhung der Anfangslast d. h. höherer Wert von ΔK_I , bemerkbar. Trotzdem ist die Steigung der Ermüdungsrisswachstumskurve im Vergleich mit den andere Ermüdungsrisswachstumskurve kurven gleich geblieben.

Die größeren Schwierigkeiten ergaben sich bei den KERW- und KRW-Versuchen. Die Ablenkung des angeschwungenen Risses machte ein mehrfaches Anschwingen der Probe mit der Frequenz 5Hz bei erhöhter (Versuchs-)Temperatur erforderlich, bis der Riss zurück zur Ebene der Seitenkerben gekommen war. Bei einigen Proben musste die Versuchsbelastung erhöht werden, und die Proben mussten wieder angeschwungen (bei erhöhter Temperatur) werden. Bei einigen Proben wurde dann eine Verfestigung an der Rissspitze beobachtet und gemessen (Härtemessung).

Um diese Probleme mit der Ablenkung in Zukunft zu vermeiden, wurde die Prozedur der Probenvorbereitung geändert. Gemäß der ASTM E 647 [3.4] sollten zuerst die Proben bei RT angeschwungen werden (Erzeugung des Anrisses), und erst danach sind die Proben an beiden Seiten gekerbt (10% Seitenkerben an beiden Seiten).

Die neuen gelieferten Segmentstücke wurden zuerst an beiden Proben gekerbt und dann (ausgehend von der Voraussetzung, dass der Riss während des Anschwingens in der Ebene der Seitenkerben bleiben muss) wurden die Proben angeschwungen. Diese neue Methode der Probenvorbereitung zeigte nach ersten Experimenten positive Ergebnisse.

Alle diese Proben, die hier in diesem Kapitel präsentiert wurden, wurden zwar ausgewertet, aber nicht in die Ergebnisse dieser Arbeit aufgenommen. Die Proben, an denen diese Ablenkung vor dem Versuch gefunden wurde, sind nicht getestet. Diese Ablenkungen bei Raumtemperatur wurden als reine mechanische Defekte verstanden.

4. VERSUCHSERGEBNISSE UND DISKUSSION

Das Spannungs-Dehnungs-Verhalten der Versuchswerkstoffe ist zwar bekannt, dennoch sollen nachfolgend einige Versuche dargestellt werden, die im Rahmen dieser Arbeit zur Charakterisierung der Versuchswerkstoffe durchgeführt wurden.

Danach werden geordnet nach Versuchswerkstoffen die Ergebnisse aus den bruchmechanischen Untersuchungen und die gewonnenen Erkenntnisse aus den Bruchflächenanalysen dargestellt.

4.1 Warmzugversuch

Die an den Werkstoffen durchgeführten dehnratenkontrollierten Zugversuche bei 600°C sind in den Abbildungen 4.1 bis 4.3 dargestellt. Die Proben der beiden ferritischen Werkstoffe (P92 und X22) wurden nach Erreichen einer Dehnung von 10mm (etwa 8 bis 20%) ausgebaut. Der Warmzugversuch an Probe aus Inconel 706 wurde bis zum Bruch der Probe gefahren.



Abbildung 4.1: Zugversuch bei 600°C in Luft an einer Probe aus P92



Abbildung 4.2: Zugversuch bei 600°C in Luft an einer Probe aus X22



Abbildung 4.3: Zugversuch bei 600°C in Luft an einer Probe aus Inconel 706

Die mit diesen drei Versuchen ermittelten Streckgrenzen $R_{p0,2}$ und Zugfestigkeiten R_m sind in Tabelle 4.1 zur ergänzenden Charakterisierung der Versuchswerkstoffe zusammengestellt.

Versuchswerkstoff	P92	X22CrMoV12 1	Inconel 706
Streckgrenze R _{p0,2} [MPa]	235	226	900
Zugfestigkeit R _m [MPa]	252	246	971

Tabelle 4.1: Streckgrenzen und Bruchgrenzen der geprüften Werkstoffe bei 600°C

Das Verhalten der beiden ferritschen Stähle ist sehr ähnlich, deutlich unterschiedlich ist das Verhalten der Nickellegierung "Inconel 706", Abbildung 4.4.



Abbildung 4.4: Zugversuch bei 600°C an Proben aus verschiedenen Werkstoffen

4.2 Versuchswerkstoff P92

4.2.1 Ermüdungsrisswachstumsversuche

Die bruchmechanischen Untersuchungen zum Werkstoffsverhalten unter reiner zyklischer Belastung wurden nur an den Proben aus P92 durchgeführt, Abbildung 4.5.



ERW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.5: Ermüdungsrisswachstumskurven bei 550°C in Luft und im Vakuum an Proben aus P92

Die Ermüdungsrisswachstumskurven weisen zwei Stadien des Risswachstums auf. Das zweite Stadium kann in Sinne der Paris-Erdogan Gleichung ausgewertet werden. Der berechnete Exponent n ist für Luft n=2,4 und für Vakuum n=4. Bei nahezu gleichen Schwellwerten für ΔK_I in Luft und im Vakuum (ΔK_{I0} von 11,3 bis 11,9 MPa \sqrt{m}), zeigen die Ermüdungsrisswachstumskurven, dass die Risswachstumsgeschwindigkeit in Luft höher ist als in Vakuum. Die erreichte Versuchszeit in Luft war im Vergleich zu der in Vakuum deutlich kürzer (Faktor 7-8).

REM-Untersuchungen ergaben für beide Prüfatmosphären einen transkristallinen Verlauf des Hauptrisses, Abbildung 4.6.

Richtung der Rissausbreitung



a)



b)

Abbildung 4.6: Bruchoberfläche (REM-Aufnahmen) der getesteten Proben, a) Vakuum, b) Luft

Die Bruchoberfläche der Probe, die an Luft geprüft worden war, hatte eine schwache Oxidschicht, deren chemische Zusammensetzung mit EDX-Analyse bestimmt wurde, Abbildung 4.7. Die Oxidschicht (ca. 5µm dick) besteht aus einer äußeren Schicht, die eisenreicher ist, und aus einer inneren Schicht, die mehr Cr enthält.



Abbildung 4.7: Mapping von Oxidschicht nach Prüfung an Luft

Diese Oxidschicht besteht aus einem komplexaufgebauten Oxid auf der Basis Fe und Cr, Mangan- (Fe, Cr)₂O₃ und (Fe,Cr,Mn)₃O₄ [1.2, 2.9].

Im Vergleich zu der Probe, die im Vakuum geprüft worden war, wurde an den in Luft geprüften Proben durch lichtmikroskopische Untersuchungen eine größere Anzahl von tiefgehenden Nebenrissen beobachtet, Abbildung 4.8, 4.9.



Abbildung 4.8: Bereich des Rissfortschrittes an der im Vakuum geprüfte Probe, senkrecht zur Bruchoberfläche, 550°C



Abbildung 4.9: Bereich des Rissfortschrittes an der in Luft geprüfte Probe, senkrecht zur Bruchoberfläche, 550°C

Die Nebenrisse in Luft waren 40 bis 100µm lang und 20 bis 40µm tief. Es ergaben sich erwartungsgemäß eine etwas stärkere Oxidbelegung der Bruchfläche der in Luft geprüften Probe und eine etwas höhere Anzahl von Nebenrissen. Mit diesen Beobachtungen lässt sich vermuten, dass die Oxidation zur Erhöhung der Anzahl von Nebenrissen beiträgt.

4.2.2 Kriechrisswachstumsversuche

Die Kriechrisswachstumsversuche bei 550°C an Proben aus P92 wurden unter Anfangslast $F_0=7kN$ und $F_0=6,5kN$ durchgeführt. Zur Darstellung der Ergebnisse der KRW-Versuche an Proben aus P92 oder X22, sollte nach der charakteristischen Zeit t₁ (Gleichung 2.23, Kapitel 2.6) das Energieratenintegral C* angewendet werden. Doch macht die Darstellung der Versuchsergebnisse über K_I die Unterschiede in den Risswachstumsgeschwindigkeiten im Gegensatz zur Auftragung über C* deutlicher. Eine Übereinstimmung mit den Ergebnissen der C*-Auswertung ist hier auch nicht zu finden. Die schlechte Übereinstimmung von C*₁ und C*₄ (Anhang III) ist durch die Unsicherheit in den Norton'schen Konstanten B und n zu suchen, wie schon in der Arbeit von M. Pfaffelhuber, für den Werkstoff Alloy 800H [2.59] gezeigt wurde.

Nach 90 Stunden der Rissausbreitung im Vakuum (Kurve ganz links) wurden aus noch nicht bekanntem Grund nicht korrekte Werte der elektrischen Spannung gespeichert (Abbildung 4.10). Diese Werte mussten dann bei Auswertung des Versuches weggelassen werden. Trotz den wenigen Punkten kann erkannt werden, dass es einen Unterschied zwischen den Kurvenverlauf im Vakuum und in Luft gibt. Der KRW-Versuch im Vakuum wurde noch einmal wiederholt. Das Anfangsverhältnis a_0/W war bei jeder Probe unterschiedlich, deswegen weisen auch die Kriechrisswachstumskurven unterschiedlichen Wert K₁₀ auf. Ein Nachteil der CT-Proben mit Seitenkerben ist die Tatsache, dass man nicht genau genug vor dem Versuch feststellen kann, welche Anfangsrisslänge in der Probe vorliegt, der Kerbgrund erschwert diese Feststellung erheblich.



KRW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.10: KRW-Versuch an P92 bei 550°C in Luft, ausgewertet als da/dt über Funktion K_I



Abbildung 4.11: KRW-Versuch an P92 bei 550°C in Luft, ausgewertet als Funktion von C* 1



KRW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.12: KRW-Versuch an P92 bei 550°C in Luft, ausgewertet als Funktion von C* ₄

In dem Fall, dass alle Proben bei gleicher Prüflast auch das gleiche Verhältnis a_0/W haben, d. h. einen gleichen Wert für K_I oder C*₄ haben, werden die Kriechrisswachstumskurven etwa ein Verhalten wie in Abbildung 4.13 schematisch dargestellt, haben.



log K_I oder (log C*₄)

Abbildung 4.13: Schematische Darstellung zum Einfluss der Prüfatmosphäre auf das Kriechrisswachstum "da/dt" bei 550°C für Proben aus P92

Der KRW-Versuch mit $F_0=7kN$ als Anfangslast im Wasserdampf wurde mehrmals, aber erfolglos, d. h. ohne messbaren Rissfortschritt, durchgeführt. Die Proben im Wasserdampf wurden mehrmals bei Prüftemperatur angeschwungen, um Risswachstum zu initiieren, aber doch selbst nach 45 Tagen wurde immer noch kein Rissfortschritt beobachtet. Bei den KRW-Versuchen im Wasserdampf wurden nur die Änderungen in der Aufweitung der Proben notiert, was auf eine große plastische Verformung an der Rissspitze hinweisen könnte. Die lichtmikroskopische Aufnahme (Abbildung 4.14) dokumentiert, wie stark oxidiert die Rissspitze im Wasserdampf ist, der Riss ist vollständig mit Oxid zugewachsen.

Erfolgreich waren die KRW-Versuche im Wasserdampf bei 550°C mit 6,5kN als Anfangslast. Unter dieser Belastung wurden nur die Proben im Wasserdampf und in Luft geprüft. Eine Prüfung im Vakuum liegt nicht vor. Der Riss in der an Luft geprüften Probe hat sich mit höhere Risswachstumsgeschwindigkeiten ausgebreitet als der Riss im Wasserdampf, Abbildung 4.15, 4.16.

Für diesen ferritischen Stahl scheinen die Oxidationsvorgänge bei 550°C das Risswachstum bei statischer Belastung zu verzögern.



Abbildung 4.14: Lichtmikroskopische Aufnahme der Rissspitze in der Probe bei 550°C, F₀=7kN im Wasserdampf, die während 45 Tage kein Rissfortschritt gezeigt hatte

Es ist zu vermuten, dass der größte Teil des Oxidwachstums bei der Ofenabkühlung der Probe nach der Prüfung erfolgt ist. Die Probe wurde entlastet abgekühlt, Abbildung 4.14.



KRW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.15: KRW-Versuch an P92 bei 550°C, ausgewertet als Funktion da/dt über K_I



KRW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.16: KRW-Versuch an P92 bei 550°C, ausgewertet als Funktion da/dt über C* ₄



Abbildung 4.17: KRW-Versuch, 550°C, Luft, die Nebenrisse zeigen interkristallinen Verlauf



Abbildung 4.18: Interkristalliner Verlauf der Nebenrisse, KRW-Versuch, 550°C, Wasserdampf; die Nebenrisse sind nach Prüfung tiefer als die in Luft geprüften Proben.

Mittels Lichtmikroskopie wurden an den getesteten Proben die interkristalline Verläufe der Nebenrissen (Abbildung 4.17, 4.18) beobachtet.

Um den Einfluss der Oxidationsvorgängen an der Rissspitze zu untersuchen, wurden zwei CT-Proben aus P92 für 48 Stunden in simuliertem Wasserdampf und im Vakuum unter reiner statischer Belastung eingesetzt. Nach zwei Tagen mit einem kaum messbaren Rissfortschritt in simuliertem Wasserdampf und mit deutlich gemessenem Rissfortschritt im Vakuum wurden die beiden Proben unter Prüflast abgekühlt, um ein Zuwachs an der Rissspitze (Abbildung 4.14) zu vermeiden. Abbildung 4.19 und 4.20 stellt die untersuchten Rissspitzen dar.

Die lichtmikroskopische Aufnahme der Probe nach der Prüfung in Vakuum-Atmosphäre weist eine höhere Anzahl von "Kriechvoids" vor der Rissspitze auf, im Vergleich zu der Aufnahme nach der Prüfung in simuliertem Wasserdampf.

Die lichtmikroskopische Aufnahme der im Vakuum getesteten Probe zeigt deutlich die Rissspitzeabstumpfung mit weiterer Risseinleitung. Eine Risseinleitung an der in simuliertem Wasserdampf getesteten Probe wurde auch nach mehreren metallographischen Untersuchungen an Schliffen mit unterschiedlicher Tiefe nicht beobachtet.

An der im Vakuum getesteten Probe konnten die interkristallinen Nebenrisse gefunden werden.



Abbildung 4.19: Lichtmikroskopische Aufnahme der Rissspitze an der im Vakuum bei 550°C, F₀=7kN getesteten Probe, messbarer Rissfortschritt



Abbildung 4.20: Lichtmikroskopische Aufnahme der Rissspitze an der in simuliertem Wasserdampf bei 550°C, F₀=7kN getesteten Probe, kein messbarer Rissfortschritt

4.2.3 Ermüdungsrisswachstumsversuche mit Haltezeit

Die Ermüdungsrisswachstumsversuche mit Haltezeiten können einerseits als KRW-Versuche bei konstanter Last (F_{max}) mit zyklischen Entlastungen auf das Lastminimum (F_{min}), andererseits auch als ERW-Versuch mit der Lastschwingbreite ΔF und Haltezeiten der Länge t_h im Lastmaximum betrachtet werden.

Die ERW-Versuche mit Haltezeit wurden bei drei verschiedenen Prüftemperaturen (500°C, 550°C, 600°C) und in den Prüfatmosphären (Luft, Vakuum, simulierter Wasserdampf) durchgeführt.

Das Ergebnis aus den ERW-Versuchen mit Haltezeit $t_h=5$ Minuten bei 500°C ist in Abbildung 4.21 dargestellt.



Abbildung 4.21: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min. bei 500°C, ausgewertet als ERW- Versuch, Werkstoff P92

Bei der Prüftemperatur 500°C wurden mehrere Proben getestet, um die Reproduzierbarkeit der Versuchsergebnisse zu belegen. Die Kriechermüdungsrisswachstumskurven in allen drei Prüfmedien zeigen den gleichen Kurvenverlauf. Der berechnete Exponent n, aus dem zweiten Bereich der Rissausbreitung, war für das Vakuum n=6,6, für den Wasserdampf n=6,7-7,8, und für die Luft n=9. Die Darstellung des KERW-Versuches ausgewertet als KRW-Versuch, Abbildung 4.22, (da/dt als Funktion von K_I) zeigt ebenfalls keinen messbaren Einfluss der Prüfatmosphären.



Abbildung 4.22: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min. bei 500°C, ausgewertet als KRW- Versuch, Werkstoff P92



Abbildung 4.23: REM-Aufnahme der Probe aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit t_h =5Min. bei 500°C, im Vakuum, Werkstoff P92



Abbildung 4.24: REM-Aufnahme der Probe aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit t_h =5Min. bei 500°C, in Luft, Werkstoff P92



Abbildung 4.25: REM-Aufnahme der Probe aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit t_h =5Min. bei 500°C, im Wasserdampf, Werkstoff P92

In Abbildung 4.23 sind deutlich die "duktilen Streifen" auf der Bruchoberfläche zu erkennen. Die Bruchoberflächen der an Luft und in simuliertem Wasserdampf geprüfte Probe waren mit sehr dicken Oxidschichten bedeckt. Die REM Untersuchungen dieser Bruchflächen und die Klärung des Verlaufes des Hauptrisses war nicht möglich (Abbildung 4.24, 4.25). Nur aus der REM-Aufnahme an der Probe, die im Vakuum geprüft worden war, konnte ein transkristalliner Verlauf des Hauptrisses festgestellt werden, (Abbildung 4.23).

Die Dicken der Oxidschichten der in Luft und in simuliertem Wasserdampf geprüften Proben waren unterschiedlich. Es sei nur der Bereich des Rissforschrittes bei Prüftemperatur betrachtet. Die Oxidschichtdicke der an Luft geprüften Proben lag bei 3 bis 13 μ m, während die in simuliertem Wasserdampf geprüfte Probe 9 bis 32 μ m betrug. Die großen Unterschiede in Oxidationsgeschwindigkeit im Wasserdampf und in Luft an dem Werkstoff P92 wurden schon früher in [1.2] erörtert.



Abbildung 4.26: Mapping einer Oxidschicht nach Prüfung in simuliertem Wasserdampf

Die Oxidschicht der im Wasserdampf geprüften Probe ist deutlich unterschiedlich zu der Probe, die an Luft geprüft wurde. Die äußere Schicht besteht aus Magnetit und die innere Schicht aus Magnetit plus einem komplexen Oxid auf der Basis Fe, Cr und Mangan [1.2, 2.9].

Die Nebenrisse an den geprüften Proben weisen einen transkristallinen Charakter der Rissausbreitung im Bereich des Rissfortschrittes auf. Die tiefgehensten Nebenrisse wurden nach Prüfung im Wasserdampf ($85\mu m$) gefunden, und die flachsten Nebenrisse traten nach Prüfung im Vakuum ($40\mu m$) auf.



Abbildung 4.27: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min, bei 550°C, ausgewertet als ERW-Versuch, Werkstoff P92



Abbildung 4.28: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min, bei 550°C, ausgewertet als KRW-Versuch, Werkstoff P92

Die Abbildung 4.27 zeigt die Ergebnisse aus den ERW-Versuchen mit Haltezeit bei 550°C in Luft, Vakuum und im Wasserdampf. Hier wurden keine bedeutenden Unterschiede im zweiten Bereich der Rissausbreitung (bei Darstellung da/dN als Funktion ΔK_I oder da/dt als Funktion C*₄) Abbildung 4.28, gefunden. Unterschiede konnten nur für den ersten und den dritten Bereich des Risswachstums beobachtet werden. Interessant war, dass bei der Prüfung in simuliertem Wasserdampf eine höhere Belastung erforderlich war, um das Risswachstum zu starten, als bei Prüfung in den beiden anderen Prüfatmosphären (Luft, Vakuum).

Deshalb wurde noch ein ERW-Versuch mit Haltezeit t_h =5Min. bei 550°C in Luft unter der gleichen Belastung wie bei der Probe im Wasserdampf durchgeführt. Das Ergebnis aus diesem Versuch stellt die Abbildung 4.29 dar.



Abbildung 4.29: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min, bei 550°C, ausgewertet als ERW-Versuch, Werkstoff P92

Wiederum startet der Riss der in Luft geprüften Probe früher als der Riss der in simuliertem Wasserdampf geprüften Probe. Auch bei diesen durchgeführten Kriechermüdungsrisswachstumsversuchen scheint die Oxidation im Wasserdampf die Rissinitiierung und das Risswachstum zu behindern.

Bei Beginn der Untersuchungen zum Rissfortschritt wird häufig eine "scheinbare" Rissabnahme bei nahezu konstanter Spannungskonzentration vor der Rissspitze gemessen. Diese Beobachtung wird mit einer möglichen Rissabstumpfung an der Rissspitze, mit Oxidationsvorgängen an der Rissspitze oder einfach mit den Mängeln des DC Potentialsonden Verfahren erklärt [2.82, 3.14, 3.15]. (Dieses Verhalten bei Beginn der Risswachstumskurven wurde bei jedem Versuch beobachtet.)



200 µm

Abbildung 4.30: Lichtmikroskopische Aufnahme aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min, bei 550°C, im Vakuum, Werkstoff P92



Abbildung 4.31: Lichtmikroskopische Aufnahme aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min, bei 550°C, in Luft, Werkstoff P92



200 µm

Abbildung 4.32: Lichtmikroskopische Aufnahme aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min, bei 550°C, im Wasserdampf, Werkstoff P92

REM-Untersuchungen der Bruchflächen waren zunächst nur an der im Vakuum geprüften Probe möglich. Die lichtmikroskopischen Gefügeuntersuchungen senkrecht zur Bruchoberfläche ergaben deutliche Unterschiede im Aussehen der Nebenrisse, (Abbildung 4.30, 4.31, 4.32) die in der Reihenfolge der Prüfmedien: Vakuum, Luft, Wasserdampf tiefer und breiter ausgeprägt waren. (Die Nebenrisse sind mit dicker Oxidschicht so breit geworden, dass manchmal die Breite der Nebenrisse wie zwei ehemalige austenitische Körner festgestellt wurde).

Nach den REM-Aufnahmen der Bruchflächen der im Vakuum getesteten Proben ergab sich ein überwiegend transkristalliner Verlauf des Hauptrisses. Um den Hauptrissverlauf auch an den Proben nach der Prüfung in Luft und in simuliertem Wasserdampf ermitteln zu können, wurden die Oxidschichten elektrochemisch (Kapitel 3.7.2) entfernt.

Auf den Bruchoberflächen der vom Oxid befreiten Proben können deutlich die ehemaligen Korngrenzen des Austenit gesehen werden, Abbildung 4.33, 4.34. Die Bruchoberflächen der Proben aus ERW-Versuch mit Haltezeit (in Luft und im Wasserdampf), sind sehr flach (kleine Aufnahmen links oben, niedrigere Vergrößerung) und zeigen einen überwiegend transkristallinen Verlauf des Hauptrisses im Vergleich mit der Probe aus dem reinen KRW-Versuch, deren die Bruchoberfläche deutlich mehr zerklüftet war.



Abbildung 4.33: REM Aufnahme aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min, bei 550°C, in Luft, nach der Entfernung der Oxidschicht



Abbildung 4.34: REM Aufnahme aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min, bei 550°C, im Wasserdampf, nach der Entfernung der Oxidschicht



Abbildung 4.35: REM-Aufnahmen und EBSD-Mapping an der Probe aus P92, ERW-Versuch mit Haltezeit bei 550°C in Luft

Der transkristalline Verlauf des Hauptrisses wurde auch mittels EBSD-Analyse an einer in Luft geprüften Probe beobachtet, Abbildung 4.35. Der Riss in der Probe hat sich deutlich durch die Körner ausgebreitet (transkristalliner Verlauf des Hauptrisses).

Die Kriechermüdungsrisswachstumskurven aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit t_h =5Min. bei 600°C in den drei Prüfatmosphären (Vakuum, Luft, Wasserdampf) zeigen keine wesentlichen Unterschiede, Abbildung 4.36, 4.37. Schwache Unterschiede deuten sich in dem dritten Bereich des Rissfortschrittes (vor Ende des Versuches) an. Die Steigungen der Kriechermüdungsrisswachstumskurven sind für die verschiedenen Prüfatmosphären unterschiedlich: mit n=12 nach Prüfung im Vakuum am steilsten, mit n=5,8-7,5 nach der Prüfung in simuliertem Wasserdampf am flachsten.



ERW-Versuch mit Haltezeit bei 600°C ausgewertet als ERW-Versuch

Abbildung 4.36: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min. bei 600°C, ausgewertet als ERW-Versuch, Werkstoff P92



Abbildung 4.37: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min. bei 600°C, ausgewertet als KRW-Versuch, Werkstoff P92




Abbildung 4.38: CER-Versuch bei 550°C an Proben aus P92

Um den Einfluss der Prüfatmosphäre besser zu verstehen, wurden CER-Versuche an gekerbten Rundproben (Z17, Kapitel 3.1) durchgeführt.

Die Abbildung 4.38 stellt die Ergebnisse aus dem Versuch mit konstanter Dehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-5} \text{mms}^{-1}$ bei 550°C in den drei Prüfatmosphären dar. Die Versuche an Luft und in simuliertem Wasserdampf konnten an der gleichen Prüfmaschine durchgeführt werden, die Versuche im Vakuum erfolgten an einer anderen Prüfmaschine. Die Dehnungsmessung erfolgte außerhalb des Vakuumbehälters und musste korrigiert werden.

Die Versuchsergebnisse wurden nach der Norm G 129 [3.5] ausgewertet und in Tabelle 4.2 zusammengestellt.

Prüfmedium	Vakuum	Luft	Wasserdampf
Zeit bis zum Bruch [Std.]	27.16	31.716	31.03
RTTF	1	1.3887	1.142
RE	1	1.186	1.149

 Tabelle 4.2: Ergebnisse aus den CER-Versuchen

RTTF- Verhältnis der Zeiten bis zum Bruch; (eng. RATIO TIME TO FAILURE)

RTTF=TTF_t/TTF_c (4.1)

 TTF_t - Verhältnis der Zeiten bis zum Bruch im Prüfmedium; (eng. in TEST ENVIRONMENT)

 TTF_c - Verhältnis der Zeiten bis zum Bruch im Vergleichsmedium (eng. in CONTROL ENVIRONMENT)

RE- Verhältnis der plastischen Dehnungen; (eng. PLASTIC ELONGATION RATIO)

 $RE=E_t/E_c \qquad (4.2)$

E_t= plastische Dehnung im Prüfmedium; (eng. in TEST ENVIRONMENT)

E_c= plastische Dehnung im Vergleichsmedium; (eng. in CONTROL ENVIRONMENT)



Abbildung 4.39: Makroskopische Aufnahme der Bruchoberflächen

Die Probe, die im Vakuum geprüft wurde, erbrachte die kürzeste Versuchszeit bis zum Bruch, Tabelle 4.2. Die erreichte Versuchszeit bis zum Bruch im Wasserdampf und in Luft waren nahezu gleich. Die beiden Kurven (in simuliertem Wasserdampf und in Luft) weisen höhere Spannungswerte auf, was mit der Bildung von Oxidschichten an der Fläche der getesteten Proben verbunden werden konnte.

Diese Art der Versuchsführung kommt einem Kriechrisswachstumsversuch nahe. Doch beim CER-Versuch wurden keine Probleme (z. B Verhinderung des Risswachstums im Wasserdampf wie beim KRW-Versuch) während des Versuches beobachtet.

Nach diesem Versuch kann eine Reihenfolge (Abbildung 4.40) für den Einfluss der Prüfmedien auf die erreichte Versuchszeit unter reiner statischer Dehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-5}$ mms⁻¹ bei 550°C an Proben aus P92 festgestellt werden.



Abbildung 4.40: Schema zum Einfluss der Prüfmedien beim CER-Versuch

4.2.5 Einfluss des umgebenden Mediums

Um den Einfluss des umgebenden Mediums auf das Risswachstum in dieser Arbeit zu zeigen, wurden die ERW-; KERW- und KRW-Versuche bei 550°C in verschiedenen Atmosphären (Kapitel 3.5) untersucht.

Die Ergebnisse aus den ERW-Versuchen (Abbildung 4.41) machen das schnellere Risswachstum in Luft im Vergleich zum Vakuum, (um ca. eine Größenordnung) deutlich.



ERW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.41: Ermüdungsrisswachstumskurven bei 550°C in Luft und im Vakuum an Proben aus P92

Diese Begünstigung des Risswachstums durch die Prüfatmosphäre Luft wurde aber nicht beim ERW-Versuch mit Haltezeit gefunden, Abbildung 4.42, im Wasserdampf wurde ein noch langsamerer Rissfortschritt als in Luft (Abbildung 4.27, Kapitel 4.2.3) beobachtet.

Noch deutlicher wird der das Risswachstum verzögernde Einfluss der Wasserdampfatmosphäre beim KRW-Versuch, Abbildung 4.44. Unter rein statischer Belastung (Abbildungen 4.43 und 4.44) an Proben aus P92 konnte folgende Reihenfolge für die Rissausbreitung in unterschiedlichen Prüfatmosphären beobachtet werden: (Vakuum höchste, Luft, Wasserdampf - niedrigste Risswachstumsgeschwindigkeiten).



Abbildung 4.42: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min, bei 550°C, ausgewertet als ERW-Versuch, Werkstoff P92



KRW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.43: KRW-Versuch bei 550°C in Luft, ausgewertet als da/dt über K_I, $F_0=7kN$, Werkstoff P92



Abbildung 4.44: KRW-Versuch bei 550°C, ausgewertet als da/dt Funktion von K_I , $F_0=6,5kN$, Werkstoff P92

Im Wasserdampf wurde mit mehreren Proben das Kriechrisswachstum geprüft, und in vielen Fällen konnte kein Rissfortschritt gemessen werden, obwohl die Proben mehrmals bei Prüftemperatur angeschwungen wurden, um eine Rissausbreitung zu initiieren.

Die Ergebnisse aus den verschiedenen Versuchsarten an dem ferritischen Stahl P92 machen deutlich, dass unter rein zyklischer Belastung (ERW-Versuch) das Prüfmedium Luft das Risswachstum beschleunigen kann. Bei rein statischer Belastung (KRW-Versuch) aber bewirken die Prüfmedien (Luft, Wasserdampf) eine Verzögerung im Risswachstum.

Es bleibt nur eine Erklärung, warum kein Einfluss des umgebenden Mediums auf das Risswachstum beim ERW-Versuch mit Haltezeit gefunden wurde: bei dieser Versuchsführung laufen der Einfluss der Oxidation und der des mechanisch bedingten Kriechens entgegen. Der ERW-Versuch mit Haltezeit besteht aus 1s Anstieg der Lastrampe, 300 Sekunden Haltezeit, 1 Sekunde Abfall der Lastrampe und während dieses Versuchszykluses konnte es passieren, dass die Beschleunigung des Risswachstums durch die Oxidation während zyklischer Periode mit der Verhinderung des Risswachstums durch Oxidation und Kriechen während statischer Periode (Haltezeit) entgegengesetzt waren.

Anhand der Beobachtungen bei den Kriechermüdungsrisswachstums- und Kriechrisswachstumsversuchen in allen drei Prüfatmosphären darf die Schlussfolgerung gezogen werden, dass an dem ferritischen Stahl (P92) bei 550 und 600°C kein SAGBO-Effekt gefunden wurde.

4.2.6 Einfluss der Prüftemperatur

In Kapitel 2.6 wurde der Einfluss der Prüftemperatur bereits beschrieben. In den meisten Fällen kann eine leichte Zunahme der Risswachstumsgeschwindigkeit bei abnehmender Steigung im Paris-Bereich mit der Temperatur beobachtet werden. Der Einfluss der Prüftemperatur wurde in allen Prüfmedien und bei allen Versuchsarten untersucht.



Abbildung 4.45: ERW-Versuch bei 550°C und 600°C im Vakuum, Werkstoff P92

Diese Abhängigkeiten von der Prüftemperatur sind auch bei den ERW-Versuchen bei 550°C und bei 600°C im Vakuum zu beobachten, Abbildung 4.45. Der Einfluss der Prüftemperatur kann auch in der Steigung der Kurven gesehen werden. Der berechnete Exponent n bei 550°C ist n=4, bei 600°C ist die Steigung der Kurve gesunken, n=3.

Die Wirkung der Prüftemperatur auf das Risswachstum bei ERW-Versuch mit Haltezeit ist in Abbildung 4.46 dargestellt. Mit Erhöhung der Prüftemperatur ist eine Erhöhung der Risswachstumsgeschwindigkeiten und eine Absenkung der ΔK_I -Werte zu verzeichnen.

Die höhere Temperatur bewirkt sowohl eine höhere Anzahl von Nebenrissen als auch Änderung in der Rissausbreitungsrichtung dieser Nebenrissen – vom typischen Ausbreitungswinkel bis zur Richtung senkrecht zum Hauptriss (Abbildung 4.47).

Deutliche Unterschiede in K_I-Werten wurden auch beim KRW-Versuch in Luft bei 500 und 550°C gefunden. Obwohl für diesen Werkstoff die Darstellung der KRW-Versuche als Funktion von K_I-Faktor nach der Gleichung 2.23 (Kapitel 2.4) nicht mehr gültig sein sollte, wurde das Verhalten der Kriechrisswachstumskurven bei 500 und 550°C so dargestellt, um den Einfluss der Prüftemperatur zu zeigen.



Abbildung 4.46: ERW-Versuch bei 500, 550°C und 600°C im Wasserdampf, Werkstoff P92



Abbildung 4.47: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Nebenrisse an Proben aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit bei 500, 550 und 600°C in Wasserdampf, Werkstoff P92



Abbildung 4.48: KRW-Versuch bei 500°C und 550°C in Luft, Werkstoff P92

Die entsprechende Versuchsparameter sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst.

Versuchsart	Prüftemperatur [°C]	a ₀ /W	a _e /W	ΔK ₁₀ / K ₁₀	ΔK _{IC} / K _{IC}	*Zeit [Std.]
ERW	550	0.52	0.83	11.883	53.492	64
ERW	600	0.52	0.78	12.194	40.67	25
KERW	500	0.53	0.647	39.435	54.719	397
KERW	550	0.51	0.646	31.613	47.984	331
KERW	600	0.5	0.64	28.233	44.836	233
KRW	500	0.57	0.648	64.8	83	761
KRW	550	0.51	0.64	50.2	72.5	637

 Tabelle 4.3: Versuchsparameter aus den durchgeführten Versuchen an Proben aus dem Werkstoff P92

*Zeit – erreichte Versuchszeit





Vergleich des ERW-Versuches mit dem ERW-Versuch mit Haltezeit

Abbildung 4.49: Ergebnis des KERW-Versuches verglichen mit dem ERW-Versuch bei 550°C in Luft, Werkstoff P92

Die Haltezeitversuche ferritisch-martensitischen Stahl P92 zeigen größere am Vergleich Risswachstumszunahmen pro Zyklus im zu den reinen Ermüdungsrisswachstumsversuchen, Abbildung 4.49. Bei gleicher zyklischer Belastung aber mit Haltezeiten erfordert es deutlich größere ΔK_I -Werte, um einen Rissfortschritt des Risses zu initiieren. Aufgrund dieser Ergebnisse kann der Schluss gezogen werden, dass die Haltezeitperiode (im Lastmaximum) das Risswachstum im Vergleich zur rein zyklischen Belastung verlangsamt.

Die Ergebnisse der Haltezeitversuche als Kriechrisswachstumsversuch ausgewertet, sind in Abbildung 4.50 und in Abbildung 4.51 dargestellt. In diesen Abbildungen wurden die Versuche (KERW-Versuch und KRW-Versuch) mit gleicher erreichter Versuchszeit verglichen, Tabelle 4.4.

Bei beiden Versuchsarten wurden die gleichen Risswachstumsgeschwindigkeiten beobachtet, trotz unterschiedlichen Werten für K_I , was darauf deutet, dass die Haltezeit aufgrund des großen zyklischen Anteils zu großem Risswachstum pro Zeitabschnitt - pro Sekunde führt (im Vergleich mit KRW-Versuchen). Es zeigte sich, dass die Beschleunigung des Risswachstums (bei ERW-Versuchen mit Haltezeit) zu reinen Kriechrisswachstumsversuchen zu verzeichnen ist.



Vergleich des KERW-Versuches mit dem KRW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.50: Ergebnis des KRW-Versuches im Vergleich mit dem KERW-Versuch bei 550°C in Luft, Werkstoff P92



Vergleich des KERW-Versuches mit dem KRW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.51: Ergebnis des KRW-Versuches im Vergleich mit dem KERW-Versuch bei 550°C in Luft, Werkstoff P92



ERW-Versuch





ERW-Versuch mit Haltezeit



KRW-Versuch



Abbildung 4.52 stellt die typischen Bruchoberflächen der getesteten Proben nach dem Versuchsende (durchgeschwungene Proben) dar.

Die Bruchoberfläche aus dem ERW-Versuch weist eine flache Bruchoberfläche auf, hier sind keine Spuren einer plastischen Verformung zu erkennen. Diese wurden aber schon bei den Proben nach Prüfung der ERW-Versuche mit Haltezeit gefunden: kleine Einschnürung an dem Rand der Probe, die Bruchoberfläche ist mehr zerklüftet, Auftreten der Poren usw. Diese Merkmale sind dann bei der Probe aus dem KRW-Versuch noch deutlicher geworden.

Versuchsart	Prüfkraft [kN]	a ₀ /W	a _e /W	*Zyklenzahl [N]	*Zeit [Std.]
ERW	2	0.51	0.74	221 550	12
KERW	5	0.5	0.64	9 457	780
KRW	7	0.51	0.64	-	637

Tabelle 4.4: Versuchsparameter aus den durchgeführten Versuchen an Proben aus dem Werkstoff P92

*Zyklenzahl – erreichte Zyklenzahl

*Zeit-erreichte Versuchszeit

4.2.8 Einfluss der Auslagerung

Eine thermische Auslagerung bewirkt eine mikrostrukturelle Änderung wie z. B: Reduzierung der Versetzungsdichte, Reduzierung der W und Mo-Anteile in Lösung usw. Der Einfluss der thermischen Auslagerung auf das Risswachstum wurde mittels ERW-Versuch und ERW-Versuch mit Haltezeit untersucht. Für den Werkstoff P92 wurden zwei unterschiedliche Auslagerungen durchgeführt:

- a) 650°C/3000 Std.
- b) 700°C/3000 Std.

Die Ergebnisse aus dem ERW-Versuch bei 550°C in Luft sind in Abbildungen 4.53 und 4.54 dargestellt.



ERW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.53: Vergleich des ERW-Versuches bei 550°C in Luft an nichtund an ausgelagerten Proben, Werkstoff P92

Nach den Ergebnissen in [2.92] war ein wesentlicher Einfluss der Auslagerung auf das Risswachstum erwartet worden. An den ermittelten Ermüdungsrisswachstumskurven nach der thermischen Auslagerung ist eine kleine Beschleunigung für die Initiierung des Risswachstums im ersten Stadium der Rissausbreitung zu erkennen. Im Paris Bereich liegen alle Ermüdungsrisswachstumskurven, trotz unterschiedlicher Anfangslast und unterschiedlicher Auslagerung, auf einer Kurve. Die Übereinstimmung des Verlaufes von Ermüdungsrisswachstumskurven im zweiten Bereich der Rissausbreitung ist deutlich. Die Steigung der Ermüdungsrisswachstumskurven ist nahezu identisch, die getesteten Proben im Anlieferungszustand weisen die Steigung n=2,4 und die getesteten ausgelagerten Proben eine von n=2,5 auf.



ERW-Versuch bei 550°C

Abbildung 4.54: Vergleich des ERW-Versuches bei 550°C in Luft an nichtund an ausgelagerten Proben, Werkstoff P92



Abbildung 4.55: Vergleich des ERW-Versuches mit Haltezeit bei 550°C in Luft an nicht- und an ausgelagerten Proben, Werkstoff P92



Abbildung 4.56: Ergebnisse aus den Härtemessungen an den Proben aus P92 (nach Wärmebehandlung und nach Auslagerungen 650;700°C/3000Std.)

Abbildung 4.55 zeigt die Ergebnisse aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit bei 550°C in Luft. Beim ERW-Versuch ist wiederum eine Beschleunigung der Rissfortschrittsinitiierung zu beobachten. Trotz diese Unterschiede ist ein Unterschied im Verhalten von nicht ausgelagerter und einer ausgelagerten Probe bei 650°C/3000 Stunden sehr gering. Anders verhält sich die bei 700°C/3000 Stunden ausgelagerte Probe beim KERW-Versuch. Die Kriechermüdungsrisswachstumskurve der bei 700°C ausgelagerten Probe wurde zu höheren Risswachstumsgeschwindigkeiten (pro Zyklus) verschoben. Die Ergebnisse aus den Härtemessungen (Abbildung 4.56) an den ausgelagerten und nicht ausgelagerten Proben dokumentieren eine leichte Senkung in den Härten des getesteten Werkstoffes (von $HV_{0.1}$ =216 bis $HV_{0.1}$ =185), durch die während der Auslagerung ablaufende Gefügeänderung wird der Werkstoff P92 etwas "weicher".

Ob die präsentierten Ermüdungsrisswachstumskurven und Kriechermüdungsrisswachstumskurven einen Einfluss der Auslagerung auf das Risswachstum zeigen können, ist nicht ganz klar. Das Verhalten der Kurven im ersten Bereich der Rissausbreitung konnte mit der Oxidation an der Rissspitze (die Versuche waren in Luft gefahren worden) beeinflusst werden, aber es kann auch ein Zeichen für die Entfestigung der Rissspitze wegen einer Mikrostrukturänderung (Bildung der Laves Phasen an den ehemaligen austenitischen Korngrenzen oder an den Subkörnern, Vergröberung der Carbiden usw.) sein.

4.2.9 Einfluss der Kerben

Wie schon in Kapitel 2.6 beschrieben wurde, spielen die Kerben (Seitenkerben) bei Kriechrisswachstumsversuchen und Kriechermüdungsrisswachstumsversuchen an diesen duktilen Werkstoffen eine wichtige Rolle für die Verhinderung großer plastischer Verformung an den Proben während der Prüfung.



ERW-Versuch mit Haltezeit bei 500°C

Abbildung 4.57: ERW-Versuch mit Haltezeit bei 500°C in Luft an Proben ohne und mit Seitenkerben, Werkstoff P92

Die Abbildung 4.57 zeigt die Ergebnisse aus ERW-Versuchen mit Haltezeit bei 500°C in Luft an den Proben mit und ohne Seitenkerben. Die beiden Kriechermüdungsrisswachstumskurven liegen aufeinander, einen kleinen Unterschied konnte man nur kurz vor Ende des Versuches, im dritten Stadium der Rissausbreitung, erkennen. Um ein Risswachstum an der nicht gekerbten Probe zu erzeugen, musste eine höhere Last angewendet werden, aber bei gleicher Spannung σ_{net} (Anhang III). Damit ergab sich die gleiche Versuchszeit bis zum Versuchsende wie mit der gekerbten Probe.

In Kapitel 3.8 sind die Probleme mit der Ablenkung des bei Raumtemperatur angeschwungenen Risses bereits dargestellt worden. Eine andere Form des Führungskerbes an der CT-Probe wurde vorbereitet und das Verhalten der CT-Proben mit dem flachen Kerb während des ERW-Versuches mit Haltezeit bei 600°C in Luft geprüft. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.58 dargestellt. Die beiden Proben (mit Chevron's Kerb und mit flachem Kerb) weisen den gleichen Kurvenverlauf auf. Die Kriechermüdungsrisswachstumskurven sind identisch. Nach Versuchende wurde an der Probe mit flachem Kerb eine sichtbare Einschnürung an dem Rand der getesteten Probe beobachtet. Diese plastische Verformung entspricht der rote Markierung in dem Graph (Abbildung 4.58).



ERW-Versuch mit Haltezeit bei 600°C ausgewertet als ERW-Versuch

Abbildung 4.58: ERW-Versuch mit Haltezeit bei 600°C in Luft an der Probe mit Chevron's Führungskerb und an der Probe mit flachem Kerb, Werkstoff P92

Mit diesen Ergebnissen ist festzustellen: die Einführung von Seitenkerben (bei Prüftemperatur T=500°C) und die Änderung der Form des Führungskerbes (bei Prüftemperatur T=600°C) hat keinen Einfluss auf den Paris-Bereich.

Die Einführung der Seitenkerben ist sehr hilfreich, für die Prüfung der Proben aus dem ferritisch-martensitischen Stahl P92 bei Prüftemperatur oberhalb 500°C. Bei diesen Temperaturen ist das Auftreten der großen plastischen Verformungen vor der Rissspitze an den getesteten Proben zu erwarten. Die Ergebnisse aus den ERW-Versuchen mit Haltezeit bei 500°C zeigten, dass bei dieser Prüftemperatur die Seitenkerben an der CT-Proben nicht notwendig sind.

Beim Auftreten einer großen plastischen Verformung vor der Rissspitze kann es passieren, dass bei der Messung der Risslänge mittels Potentialsondenverfahren die plastische Verformung wie eine Änderung in der Risslänge (=Rissfortschritt) interpretiert wird, was die Versuchsergebnisse verfälschen kann. Bei der Prüftemperatur 550 und 600°C wurden deshalb nur gekerbte (mit 10% Seitenkerben an jeder Seite) CT-Proben angewendet.

4.3 Ergebnisse an den Proben aus dem Vergleichswerkstoff (X22CrMoV12 1)

4.3.1 ERW-Versuche mit Haltezeit

Die Ergebnisse aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit bei 600°C an Proben aus dem Vergleichswerkstoff X22CrMoV12 1 stellt die Abbildung 4.59 und Abbildung 4.60 dar. Das C*₄-Integral wurde mit den Kriechkonstanten n, B aus [4.1] berechnet. Bei dieser Versuchsart wurden keine deutlichen Unterschiede zwischen dem Verhalten der Proben in simuliertem Wasserdampf, in Luft und im Vakuum gefunden. Alle Versuchsproben haben eine gleiche Versuchszeit erreicht, Tabelle in Anhang III. Der Versuchswerkstoff X22 weist ähnliches Verhalten bei ERW-Versuch mit Haltezeit bei 600°C im Wasserdampf und in Luft auf wie der Werkstoff P92. Interessant war, dass an der Probe aus X22 im Wasserdampf, ähnlich wie beim Werkstoff P92, ein scheinbar "mehrmals initiierter Rissfortschritt" am Anfang der Kriechermüdungsrisswachstumskurve gefunden wurde. Das könnte ein Hinweis auf die Rissverzweigung und/oder Rissabstumpfung beim Beginn des Risswachstums in simuliertem Wasserdampf sein.

Die lichtmikroskopischen Untersuchungen deuten auf einen überwiegend transkristallinen Charakter der Rissausbreitung während des KERW-Versuches bei 600°C an Proben aus X22 (Abbildung 4.61, Abbildung 4.62) hin.







ERW-Versuch mit Haltezeit bei 600°C

Abbildung 4.60: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min. bei 600°C an Proben aus X22CrMoV12 1



Abbildung 4.61: Lichtmikroskopische Aufnahme der in Luft getesteten Probe, aus X22, T=600°C



Abbildung 4.62: Lichtmikroskopische Aufnahme der in simuliertem Wasserdampf getesteten Probe aus X22, T=600°C

Die Nebenrisse, in Abbildung 4.62 dokumentiert, sind wie früher in Kapitel 4. 2. 3 (ERW-Versuch mit Haltezeit –Werkstoff P92) beschrieben, in simuliertem Wasserdampf breiter geworden.



ERW-Versuch mit Haltezeit im Wasserdampf bei 600°C

Abbildung 4.63: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h =5Min. bei 600°C an Probe aus X22CrMoV12 1 und an Probe aus P92

Beim Vergleich der Kriechermüdungsrisswachstumskurven aus Werkstoff X22 mit KERW-Kurve für P92 (Abbildung 4.63) wurde beobachtet, dass bei gleicher Belastung sich der Riss in der Probe aus X22 schneller ausbreitete als der Riss im Werkstoff P92. An der Probe aus X22 wurde nach einigen Stunden (33 Std.) eine starke Einschnürung an dem Rand der Probe sichtbar.

4.3.2 CER-Versuche



Constant Extension Rate Testing bei 550°C

Abbildung 4.64: CER-Versuch bei 550°C an Proben aus X22CrMoV12 1

Prüfmedium	Vakuum	Luft	Wasserdampf
Zeit bis zum Bruch [Std.]	30	32.98	30.36
RTTF	1	1.099	1.012
RE	1	1.1075	1.015

Tabelle 4.5: Ergebnisse aus dem CER-Versuch

Der Vergleich der erreichten Versuchszeiten (bis zum Bruch) im Wasserdampf und in Luft ergab einen Unterschied (von 2.5 Std.). Wie beim Werkstoff P92 weist auch der Werkstoff X22 in simulierter Wasserdampf-Atmosphäre eine leicht kürzere Versuchsdauer (im Vergleich zur Luft) auf, (Abbildung 4.64). Nach einer 2%-igen plastischen Dehnung der Probe bis zu 9% zeigt die Probe im Wasserdampf leicht höhere Spannungswerte auf als die in Luft geprüfte Probe.

Die Unterschiede in den Versuchszeiten zwischen Luft und Vakuum sind deutlich. Im Gegensatz zu dem Werkstoff P92 sind die ermittelten Unterschiede für X22 etwas anders.



Abbildung 4.65: Makroskopische Aufnahme der Bruchoberflächen an den Proben aus X22

4.4 Vergleichswerkstoff (Inconel 706)

4.4.1 ERW-Versuche mit Haltezeit

1.00E-11

10



Abbildung 4.66: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min. bei 600°C, ausgewertet als ERW-Versuch, Werkstoff Inconel 706



ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min. bei 600°C

Abbildung 4.67: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min. bei 600°C, ausgewertet als KRW-Versuch, Werkstoff Inconel 706

K_I[MPa√m]

100

Die Abbildungen 4.66 und 4.67 stellen die Ergebnisse aus den ERW-Versuchen mit Haltezeit $t_h=5$ Min. bei 600°C dar. Es ist eine deutliche Zunahme der Risswachstumsgeschwindigkeit an der in Luft getesteten Probe zu erkennen. Diese höhere Risswachstumsgeschwindigkeit (im Vergleich zu Vakuum) deutet auf eine Sauerstoffversprödung der Korngrenze, den SAGBO-Effekt hin, der das Risswachstum in Luft beschleunigt hat. Die REM-Aufnahmen (Abbildung 4.68, Abbildung 4.69) zeigen in beiden Prüfmedien (Luft, Vakuum) einen reinen interkristallinen Verlauf des Hauptrisses. Aufgrund der schädigenden Wirkung der Haltezeit im Zusammenhang mit hoher Prüftemperatur erfolgte die Rissausbreitung in beiden Prüfmedien ausschließlich interkristallin und verformungsfrei, dabei waren keinerlei Anzeichen für duktile Verformungsvorgänge in den Bruchflächen zu finden. Die erreichte Versuchszeit (bis zum Bruch) war bei der in Luft getesteten Probe deutlich kürzer als im Vakuum

Vakuum.



Abbildung 4.67: Interkristalliner Verlauf des Hauptrisses; ERW-Versuch mit Haltezeit, 600°C in Luft



Abbildung 4.68: Interkristalliner Verlauf des Hauptrisses; ERW-Versuch mit Haltezeit, 600°C im Vakuum

Ein interessantes Verhalten dieses Werkstoffes (Nickelsuperlegierung Inconel 706) wurde beim ERW-Versuch mit Haltezeit bei 600°C in simuliertem Wasserdampf gefunden. Nach 200 Zyklen (ca. 17 Stunden) wurde zwar ein Absinken des Messwertes für die elektrische Spannung beobachtet, Abbildung 4.69, die jedoch nicht einem Risswachstum zugeordnet werden darf. Dieser Versuch wurde nach 14 Tagen abgebrochen, um die Mechanismen des Rissgeschehens an der Rissspitze mikroskopisch untersuchen zu können. Die lichtmikroskopischen Untersuchungen an der nicht durchgebrochenen im Wasserdampf geprüfte Versuchsprobe machte eine Verzweigung des sich ausbreitenden Anrisses deutlich. Einige Nebenrisse in Abbildung 4.70 verlaufen entlang der Korngrenze, die Nebenrisse an der Rissspitze (ganz rechts) weisen einen transkristallinen Verlauf auf, was auch während der Abkühlung der Probe passieren konnte. Eine Rissverzweigung (eng. crack branching) wurde auch im Schrifttum [2.99, 2.100] an Proben aus Inconel 718 bei ERW-Versuchen mit Haltezeiten 260s in Luft beobachtet. Die Rissverzweigung war der Grund für die Reduzierung des elektrischen Potentials, ein echtes Risswachstum eines Hauptrisses fand jedoch nicht statt.

Verlauf der elektrischen Spannung ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5 Min., T_{prüf}=600°C, Wasserdampf



Abbildung 4.69: Verlauf der gemessenen elektrischen Spannung der in simuliertem Wasserdampf geprüften Probe bei 600°C



Abbildung 4.70: Rissverzweigung an der in simuliertem Wasserdampf getesteten Probe

Die Ergebnisse aus den KERW-Versuchen bei 600°C an Probe aus Inconel 706 (Abbildung 4.71) dokumentieren beim Vergleich mit den Ergebnissen an Probe aus P92 höhere Werte der Risswachstumsgeschwindigkeiten und damit die kürzere erreichte Zeit (-bis zum Bruch) der Versuchsprobe aus Inconel 706. Bei dieser Prüftemperatur ist der Werkstoff P92 kriechbeständiger als der Werkstoff Inconel 706 mit der gewählten Wärmebehandlung. Aus anderen Untersuchungen ist bekannt, dass die angewandte Wärmebehandlung zwar zu hoher Festigkeit, aber auch zu schwächerer Kriechbeständigkeit bei Temperaturen oberhalb 600°C führt.



ERW-Versuch mit Haltezeit th=5 Minuten bei 600°C in Luft ausgewertet als ERW-Versuch

Abbildung 4.71: ERW-Versuch mit Haltezeit t_h=5Min. bei 600°C in Luft an Proben aus Inconel 706 und P92

Die Umgebungsatmosphäre eines sich ausbreitenden Risses hat einen entscheidenden Einfluss auf dessen Geschwindigkeit. Der Übergang von Luft- zu Vakuumbedingungen ist mit einer Reduzierung der Rissgeschwindigkeit verbunden. Kriechermüdungsrisswachstumsversuche unter Vakuum zeigen die kleineren Risswachstumsgeschwindigkeiten (und damit höhere Lebensdauer) als die Versuche an Luft.

Bei der Aktivierung des Stress Accelerated Grain Boundary Oxidation (SAGBO) – Effektes spielt die Prüftemperatur eine große Rolle. Einige Autoren [4.2] haben bei KRW-Versuchen an Proben aus Legierung Inconel 718 zwischen Luft und Vakuum bei 540°C jedoch keine Unterschiede gefunden. Das würde die Vermutung von [4.3] bestätigen, dass der SAGBO-Effekt erst bei Temperaturen oberhalb 550°C beobachtet werden kann.

5. ZUSAMMENFASSUNG

In dieser Arbeit wurden verschiedene Werkstoffe untersucht, die in Dampfkraftwerke zur Anwendung gelangen oder gelangen sollten. Der Großteil der Untersuchungen wurde mit dem Werkstoff 9Cr-0.5Mo-1.8W-Nb (P92) durchgeführt, P92 ist also der Hauptversuchswerkstoff, mit Proben des Werkstoffes X22CrMoV12 1 (X22) und des Werkstoffes Inconel 706 wurden stichprobenartige Untersuchungen durchgeführt.

Das Ziel dieser Arbeit war es, die Einflüsse von unterschiedlichen Randbedingungen, mit denen diese Werkstoffe im Kontakt kommen könnten, mit Hilfe der Bruchmechanik zu untersuchen. Die Arbeit soll Erkenntnisse über den Effekt von Haltezeiten, Prüfatmosphären und unterschiedlichen Temperaturen auf die Initiierung des Risswachstums und das Risswachstum bringen. Dafür wurde ausgehend vom Ermüdungsrisswachstum, das Risswachstum unter Kriechermüdungsbelastung und Kriechbelastung untersucht. Die Untersuchungen erfolgten im Vakuum, in Luft und in simuliertem Wasserdampf.

Die ermittelten Ermüdungsrisswachstumskurven bei 550°C weisen im wesentlichen zwei Stadien des Risswachstums auf. Das zweite Stadium konnte als stationärer Bereich des Risswachstum mit der Paris-Erdogan Gleichung ausgewertet werden. Für 550°C ergibt sich für das Wachstum in Luft der berechnete Exponent n=2,4 und für Vakuum n=4. Das Risswachstum in Luft ist bezüglich von absoluten Werte schneller als im Vakuum, obwohl die Anfangswerte (bzw. Schwellwerte) von ΔK_I in Luft und im Vakuum nahezu gleich waren. Die fraktographischen Untersuchungen ergaben für den Prüftemperaturbereich (Bereich des Rissfortschrittes) einen transkristallinen Verlauf des Hauptrisses. In Luft wurde eine höhere Anzahl von tiefgehenden Nebenrissen im Vergleich zum Vakuum beobachtet. In Luft, wohl unterstützt durch die Oxidation, waren die Nebenrisse breiteren.

Beim rein statischen Risswachstum (KRW-Versuche) zeigen die Proben aus P92 eingänzlich anderes Verhalten: das Risswachstum im Vakuum war am schnellsten, in Luft langsamer und in simuliertem Wasserdampf am langsamsten. Bei den Kriechrisswachstumsversuchen verzögert die Oxidation an der Rissspitze das Wachstum des Risses. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen dokumentieren einen reinen interkristallinen Verlauf des Hauptrisses und der Nebenrisse. Nicht alle KRW-Versuche waren erfolgreich, bei einigen Versuchen, meistens im Wasserdampf, trat noch nach 1000 Stunden kein Rissfortschritt auf. Der Grund war starke Oxidation der Rissspitze. Der Prozess des Risswachstums hängt im großen Maß von der Tatsache ab, ob die Oxidschicht vor der Rissspitze bricht oder nicht.

Sehr erstaunlich war, dass bei den ERW-Versuchen mit Haltezeit an Proben aus P92 kein Einfluss des umgebenden Mediums auf das Risswachstum beobachtet werden konnte. Um das Verhalten dieser Kriechermüdungsrisswachstumskurven zu erklären, ist zu vermuten, dass sich die Einflussgrößen aus ERW-Periode und KRW-Periode in dieser Beanspruchungsart gegenseitig aufheben. Und zwar, dass die Beschleunigung des Risswachstums durch die Oxidation während zyklischer Periode mit der Verzögerung des Risswachstums durch Oxidation und Kriechen während statischer Periode (Haltezeit) aufeinander entgegen wirken.

Der Verlauf vom Hauptriss beim ERW-Versuch mit Haltezeit an Proben aus P92 wurde mittels Rasterelektronmikroskopie und EBSD-Analyse als überwiegend transkristalliner festgestellt.

Um den Effekt des unterschiedlichen Prüfmediums auf das Werkstoffverhalten zu zeigen, wurden auch CER-Versuche durchgeführt. Die kürzeste Versuchszeit bis zum spontanen Bruch der Probe weist die im Vakuum geprüften Probe auf , dann im Wasserdampf geprüfte Probe. Die Probe in Luft zeigt die längste erreichte Versuchszeit. Die höheren Werte von Spannung und längeren Versuchszeiten in simuliertem Wasserdampf und in Luft verglichen mit denen im Vakuum können mit den Oxidationsprozessen auf der Bruchoberfläche der getesteten Proben erklärt werden. Die Unterschiede in den erreichten Versuchzeiten zwischen der Luft und dem Wasserdampf waren nicht bedeutend groß. Im Prinzip bestätigen CER-Versuche die Erkenntnisse aus KRW-Versuche.

Der Einfluss der Prüftemperatur auf das Risswachstum wurde in allen Prüfmedien und bei Versuchsarten untersucht. Die Ergebnisse allen zeigen eine Zunahme der Risswachstumsgeschwindigkeit bei abnehmender Steigung im Paris-Bereich mit der Zunahme der Temperatur. Beim ERW-Versuch im Wasserdampf wurde ein interessantes Verhalten beobachtet. Die höhere Temperatur (in diesem Fall T=600°C) weist eine höhere Anzahl von Nebenrissen auf. Auch scheint sich eine Änderung in der Rissausbreitungsrichtung von diesen Nebenrissen – vom typischen Winkel der Ausbreitung zur Richtung senkrecht zum Hauptriss zu ergeben.

Der Einfluss der Haltezeit auf das Risswachstum sollte sich aus dem Vergleich mit dem Risswachstum bei reiner Ermüdungsbelastung und reiner Kriechbelastung ergeben. Die Beobachtungen des Kriechermüdungsrisswachstums (KERW) zeigen, dass sich das Risswachstum im Vergleich zu rein zyklischer Belastung (ERW-Versuch) verlangsamt hat und verschobt zu höheren ΔK_{I} -Werten. Im Gegensatz zu diesen Beobachtungen im Vergleich zu reinen KRW-Versuchen ergab sich bei den KERW-Versuchen ein schnellerer Rissfortschritt.

Mit Vorauslagerungen (650°C/3000Std., 700°C/3000Std.) an Proben aus P92 wurde vorgesehen, die Einflussgrößen auf das Risswachstumsgeschehen zu untersuchen. Der Einfluss der thermischen Auslagerungen zeigte sich als eine Entfestigung des Gefüges in Härtemessungen (siehe Kapitel 4.2.8). An den dargestellten Ermüdungsrisswachstumskurven nach der thermischen Auslagerung ist eine Beschleunigung des Risswachstums im ersten Stadium der Rissausbreitung zu sehen. Im zweiten Stadium der Rissausbreitung (Paris-Bereich) liegen alle Ermüdungsrisswachstumskurven (ausgelagerte und nicht ausgelagerte Proben) sehr eng zusammen. Die Steigung der Ermüdungsrisswachstumskurven ist identisch. Die Ergebnisse aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit zeigen an der Probe ausgelagerte, bei 700°C/3000Std. deutlich höhere Risswachstumsgeschwindigkeiten zu den nicht ausgelagerten Proben.

Der Einfluss der Seitenkerben und der Führungskerben (z. B.: Chevron's Kerb, andere Formen der Führungskerben sind in ASTM E 647-00 auf Seite 4 präsentiert) wurde in dieser Arbeit untersucht und erklärt. Die Ergebnisse aus dem ERW-Versuch mit Haltezeit an der Probe mit dem flachem Kerb und an der Probe mit dem Chevron's Führungskerb zeigen keine Unterschiede im Verlauf der Kriechermüdungsrisswachstumskurven auf. Um ein Risswachstum an der nicht gekerbten Probe zu erzeugen, musste höhere Last (d.h. die gleiche Spannung σ_{net}) angewendet werden. Damit wurde die gleiche Versuchszeit mit der gekerbten Probe bis zum Versuchsende erreicht. Es wurde festgestellt, dass bei einer Prüftemperatur bis 550°C die Einführung der Seitenkerben nicht erforderlich ist.



Abbildung 5.1: Schematische Übersicht der wichtigen Parameter für das Risswachstum in ferritisch-martensitischem Stahl P92 bei 500 bis 600°C

Der Versuchswerkstoff X22 weist ein sehr ähnliches Verhalten bei ERW-Versuchen mit Haltezeit bei 600°C wie der Werkstoff P92 auf. Interessant war, dass an der Probe aus P92 im Wasserdampf auch beim Werkstoff X22 ein "mehrmals initiierter Rissfortschritt" am Anfang der Kriechermüdungsrisswachstumskurve zu beobachten war.

Die CER-Versuche an Proben aus X22 beweisen das gleiche Verhalten in diesen Prüfatmosphären wie die Proben aus P92 (bei konstanter Dehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon} = 1.10^{-5} \text{ mms}^{-1}$ bei Prüftemperatur T=550°C).

Bei der Durchführung des Risswachstumsversuches an Proben aus dem ferritischmartensitischen Stahl P92 und X22 wurde festgestellt, dass an diesen ferritischmartensitischen Stählen im Temperaturintervall 500-600°C keine Beschleunigung des Risswachstums aufgrund des SAGBO-Effektes gefunden wurde. Der SAGBO-Effekt ist als Beschleunigung des Kriech- (bzw. Kriech-ermüdungs) risswachstums in nicht inerten Prüfmedien (Luft, Wasserdampf usw.) wegen der Oxidationsvorgänge an den Korngrenzen (interkristalliner Verlauf des Hauptrisses) zu verstehen.

Die Ergebnisse aus ERW-Versuchen mit Haltezeit t_h =5Min. an Proben aus der Nickelbasislegierung Inconel 706 bei 600°C in Luft und im Vakuum zeigen deutliche Merkmale nach einer Sauerstoffversprödung der Korngrenzen (SAGBO-Effekt). In der Luft wurden höhere Risswachstumsgeschwindigkeiten als im Vakuum beobachtet. Aufgrund der schädigenden Wirkung der Haltezeit im Zusammenhang mit hoher Prüftemperatur erfolgt die Rissausbreitung in beiden Prüfmedien ausschließlich interkristallin. In simulierter Wasserdampf-Atmosphäre wurde während des ERW-Versuches mit Haltezeit t_h =5Min. bei 600°C eine starke Rissverzweigung gefunden, die das Wachstum eines Hauptrisses in simuliertem Wasserdampf verhindert.

6. LITERATURVERZEICHNIS

- [1.1] R. Blum, J. Hald; Benefit of advanced steam power plants, Materials for Advanced Power Engineering 2002, Proceedings of the 7th Liège Conference, Part II, Volume 21, p.1009-1018.
- [1.2] J. Ehlers, W.J. Quadakkers; Oxidation of Ferritic 9-12% Cr Steels in Steam, Containing Atmospheres at 550 to 650°C, doctoral thesis (in German), Report of the Forschungszentrum Jülich Jül-3883, June 2001, ISSN 0944-2952
- [1.3] K. H. Mayer: Werstoffe für hochbeanspruchte Bauteile von Dampfturbinen mit einer Eintrittstemperatur von 650°C, Abschlussbericht, Teilprojekt zum europäischen COST 522 Forschungsvorhaben: Energieerzeugung im 21. Jahrhundert-Kraftwerke mit ultrahohem Wirkungsgrad und geringen Emissionen, 2000
- [1.4] http://www.energytech.at/(en)/kwk/results/id2201.html
- [1.5] F. Schubert, P.J. Ennis, L. Singheiser; New rotor materials for advanced, high efficiency steam turbine plants, 10th international symposium on rotating machinery, 2004.
- [1.6] T. Rieck, F. Schubert; Wachstum kleiner Risse bei hohen Temperaturen und Zug-Schwellbeanspruchungen in den einkristallinen Superlegierungen CMSX-4 und SC16, Dissertation, Jül-3706, 1999, ISSN 0944-2952
- [2.1] SFB 561; Thermisch hochbelastetete, offenporige und gekühlte Mehrschichtsysteme für Kombi-Kraftwerke, 2004, RWTH Aachen
- [2.2] Vorwort Jahresbericht 1999"Umwandlungs- und Verbrennungstechnik; http://ptjjahresbericht.de/e1-1999.pdf
- [2.3] A. Fleming; New Materials for High Temperature Service in Power Generation, OMMI, Vol.1, Issue 2, August 2002, United Kingdom
- [2.4] J. Lecomte-Beckers, F. Schubert, P. J. Ennis; Materials for Advanced Power Engineering 1998, Proceedings of the 6 th Liège Conference, Part I, Volume 5, p.53-70
- [2.5] Oehmingen H.-G., Ch. Bretfeld H.; Entwicklungsstand bei hochlegierten 9-12%Cr-Stählen; Korrosionsschäden in Kraftwerken, 9. VDI-Jahrestagung Schadensanalyse, Würzburg, 1. und 2. Oktober 1997, VDI Berichte 1333, VDI Verlag, Düsseldorf
- [2.6] K.H. Mayer; Entwicklungstendenzen bei Stahl f
 ür die Anwendung in modernen Kraftwerken, COST Tagung 2002, Highlights der 7. Liège COST Konferenz, November 2002
- [2.7] W. Bendick, K. Haarmann, G. Wellnitz, M. Zschau; Eigenschaften der 9- bis 12%-Chromstähle und ihr Verhalten unter Zeitstandbeanspruchung, VGB Kraftwerkstechnik 73 (1993) Heft 1, s.77-84

- [2.8] H. Naoi, H. Mimura, M. Ohgami, H. Morimoto, T. Tanaka, Y. Yazaki; NF 616 Pipe Produktion and Properties and Welding Consumable Development; The EPRI National Power Conference, New Steel for Advanced Plants up to 620°C, The Society of Chemical Industry, London, UK, May 1995
- [2.9] P. J. Ennis, A. Czyrska-Filemonowicz; Recent advanced in creep-resistant steels for power plant applications, Sādhanā Vol. 28, Parts 3&4, June/August 2003, pp.709-730, India
- [2.10] H. Nickel, P. J. Ennis, W. J. Quadakkers; Candidate Materials for Advanced Power Generating Plants and High Temperature Heat Exchangers, PVP-Vol.335, Service Experience and Design in Pressure Vessels and Piping-Including High Pressure Technology ASME 1996, Quebec, Canada
- [2.11] C. Williams, Y. Wouters, M. Thiele, J. Ehlers, P.J.Ennis, W. J. Quadakkers; The Behaviour of Ferritic 9-12% Cr Steels in Water Vapour Containing Service Environments of Advanced Fossil Fuel Fired Power Plants
- [2.12] M. McLean; Charakterisation of High Temperature Materials, Metals and Materials, 1988, pp.571-583
- [2.13] J. Rösler, M. Götting, D. Del Genovese, B. Böttger, R. Kopp, M. Wolske, F. Schubert, H. J. Penkalla, T. Seliga, A. Thoma, A. Scholz, Ch. Berger; Wrought Ni-Base Superalloys for Steam Turbine Applications beyond 700°C, Advanced Engineering Materials, ISSN 0935-9648, Vol.5 – No.7, July 2003
- [2.14] K.-H. Schwalbe; Bruchmechanik metallischer Werkstoffe, Carl Hanser Verlag München Wien, 1980
- [2.15] H. Blumenauer, G. Pusch; Technische Bruchmechanik, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Stuttgart, 3. Auf., 1993
- [2.16] H.-P. Rossmanith; Finite Elemente in der Bruchmechanik, Springer-Verlag, Wien-New York, 1982
- [2.17] W. Bleck; Werkstoffprüfung in Studium und Praxis, Arbeitsunterlage für Vorlesungen und Praktikum am Institut für Eisenhüttenkunden der RWTH Aachen, 12. Auflage, 1999
- [2.18] P. Veles; Mechanické vlastnosti a skúsanie kovov, Alfa Vydavatelstvo technickej a ekonomickej literatury, Bratislava, 1989
- [2.19] G. H. Irwin; Plastic Zone near a Crack and Fracture Toughness, Proc. 7th Sagamore Conf. (1960), IV-63
- [2.20] ASTM E399-81; Standard Test Method for Plane Strain Fracture Toughness of Metallic Materials, American Society for Testing and Materials, Annual Book of ASTM Standards, USA, 1981
- [2.21] G. G. Chell; Developments in Fracture Mechanics-1, Applied Science Publischers Ltd., London, 1979

- [2.22] G. G. Chell; The Application of Post-yield Fracture Mechanics to Penny-shaped and Semi-circular Cracks, Engineering Fracture Mechanics, 1997, vol. 9, pp. 55-63, Great Britain
- [2.23] G. P. Cherepanov; Crack Propagation in Continuous Media, J. Appl. Math. Mech. 31, pp. 503-512, 1967
- [2.24] J. R. Rice; A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks, J. App. Mech. 35 (1968), S. 379-386
- [2.25] H. Riedel; Fracture at High Temperatures, Mat. Research and Engineering, Eds: Ilschner, B. and N. J. Grant, Berlin, 1987
- [2.26] D. Aurich; Bruchvorgänge in metallischen Werkstoffen, Werkstofftechnische Verlagsgesellschaft m.b.H., Karlsruhe, 1978
- [2.27] A. R. Dowling, C. H. A. Towney; The Effect of Defects on Structural Failure: A Two-Criteria Approach, Int. J. Pres. Ves. & Piping (3), Great Britain, pp. m77-107, 1975
- [2.28] D. M. Elzey; Mechanismen der Ermüdung und Kriech-Ermüdung in dispersionsgehärteten Superlegierungen, Fortschr.-Ber. VDI Reihe 5, Düsseldorf, 1989
- [2.29] D. Munz; Bruchmechanische Bewertung von Ermüdungsrissen in: D. Munz; Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe, Vortragstexte eines Symposiums der Deutschen Gesellschaft für Metallkunde, Germany, 1984
- [2.30] G. Schott; Werkstoffermüdung-Verhalten metallischer Werkstoffe unter wechselnden mechanischen und thermischen Beanspruchungen, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1980
- [2.31] C. Laird; ASTM STP 415, 1967, pp.131-80
- [2.32] P. Mayr, H. Bomas; Ermüdungsverhalten technischer Bauteile in: D. Uebing; Einflußgrößen der Zeitsicherheit bei technischen Anlagen, Friedr. Vieweg & Sohn Velagsgesellschaft mbH, Wiesbaden, 1985
- [2.33] R. O. Ritchie; in Fatigue Threshold, Vol. 1 Engineering Materials Advisory Servies Ltd., pp. 503-26, 1984
- [2.34] P. C. Paris, F. Erdogan; A critical analysis of crack propagation law, Trans ASME D (J Basis Engng) 85, pp. 528-534, 1963
- [2.35] M. B. Cortie, G. G. Garret; On the correlation between the C and m in the Paris equation for fatigue crack propagation, Engng. Fract. Mech. 30, pp. 49-58, 1988
- [2.36] V. S. Deshpande, A. Needleman, E. Van der Giessen; Discrete dislocation modeling of fatigue crack propagation, Acta Materialia Inc. Published by Elsevier Science Ltd. pp. 831-846, 2002

- [2.37] J. P. Benson, D. V. Edmonds; The relationship between the parameters C and m of Paris law for fatigue crack growth in a low alloy steel, Scripta Metall 12, pp. 645-647, 1978
- [2.38] M. E. Fine, Y. W. Chung; Fatigue Failure in Metals, Metall. Trans. A, pp. 368-379, 1980
- [2.39] A. Iost; The effect of load ratio on the m-lnC relationship, Int. J. Fatigue 13 No1 pp.25-33, 1991
- [2.40] L. A. James, K. W. Carlson; The Fatigue-Crack Growth and Ductile Fracture Toughness Behaviour of ASTM A387 Grade 91 Steel, Journal of Pressure Vessel Technology, Vol.107, pp. 271-278, August 1985
- [2.41] M. Rödig, H. Huthmann; Kriech-Ermüdungsrißwachstum der Werkstoffe X10NiCrAlTi3220 und NiCr22Co12Mo im Hochstemperaturbereich, Jül-2412, November 1990
- [2.42] K. K. Lo; Fatigue Crack Closure Following a Step-Increase Load, ASME Journal of Applied Mechanics, 47, pp. 811-815, 1980
- [2.43] K. Minakawa, A. J. Mc Evily; On Crack Closure in the Near-Threshold Region, Scripta Metallurgica, 15, pp. 633-636, 1981
- [2.44] A. F. Blom, D. K. Holm; An Experimental and Numerical Study of Crack Closure, Submitted to Engineering Fracture Mechanics
- [2.45] J. R. Davis; Heat-Resistant Materials, ASM Specialty Handbook, II.Series, pp.486-498, 1997
- [2.46] R. J. Kwasny, M. Rödig, F. Schubert, H. Nickel; Bruchmechanische Untersuchungen an hochwarmfesten Legierungen im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 900°C, Jül-2126, ISSN 0366-0885, Mai 1987
- [2.47] L. S. Fu; Creep Crack Growth in Technical Alloys at Elevated Temperature-A Review, Engineering Fracture Mechanics, 13, pp. 307-330, 1980
- [2.48] R. H. Norris, P. S. Grover, B. C. Hamilton, A. Saxena; Elevated-Temperature Crack Growth, Fatigue and Fracture, Vol. 19, ASM Handbook, p.507-519, 1996
- [2.49] J. L. Bassani and V. Vitek; Proc. Ninth National Congress of Applied Mechanics-Symposium on Non-Linear Fracture Mechanics, L. B. Freund and C. F. Shih, Ed., ASME, p. 127-133, 1982
- [2.50] P. Bensussan: High Temperature Fracture Mechanisms and Mechanics; Proc. ME-CAMAT Int. Seminar on High Temperature Fracture Mechanisms and Mechanics, P. Benussan and J. Mascavell, Ed., Mechanical Engineering Publications, Vol. 3, p.1-17, 1990
- [2.51] P. Bensussan, G. Cailletaud, R. Pelloux and A. Pineau; The Mechanisms of Fracture, V.S. Goel, Ed., American Society for Metals, p. 587-595, 1986
- [2.52] M. P. Harper, E. G. Ellison; The Use of the C* Parameter in Predicting Creep Crack Propagation Rates, Journal of Strain Analysis, Vol.12, No.3, pp.167-179, 1977
- [2.53] P. Segle, P. Andersson, L. A. Samuelson; A parametric study of crack growth in heterogeneous CT specimens by use of finite element simulations, Materials at High Temperature, Vol.15, No.2, pp.63-68, 1998
- [2.54] R. A. Ainsworth; The initiation of creep crack growth, International Journal of Solids and Structures, Vol. 18, pp. 873-881, 1982
- [2.55] J. Granacher, R. Tscheunschner, T. S. Mao, K. Maile, J. Bareiss; Numerisch ermittelter Parameter C zur Beschreibung des Kriechrissverhalterns, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 27, S. 135/42, 1996
- [2.56] R. B., Stonesifer, S. N., Atluri; On a Study of the (T) and C* Integrals for Fracture Analysis Under Non-Steady Creep, Engineering Fracture Mechanics, 16(5), S. 625-643, 1982
- [2.57] M. Pfaffelhuber, M. Offermann, M. Rödig; Benutzeranleitung für das Bruchmechanikauswerteprogramm für Kriechrisswachstum CREEPER, IRW-TN81, 1989
- [2.58] J. Granacher, A. Klenk, M. Tramer, G. Schellenberg, F. Mueller, J. Ewald; Creep fatigue crack behaviour of two power plant steels, International Journal of Pressure Vessels and Piping, 78, pp.909-920, 2001
- [2.59] M. Pfaffelhuber, M. Rödig, F. Schubert, H. Nickel; Risswachstum unter überlagerter Kriech- und Ermüdungsbelastung in X10NiCrAlTi 3220 (Alloy 800), Diss. T.H. Aachen, Jül 2303, August 1989
- [2.60] C. E. Jaske; Damage Accumulation by Crack Growth under Combined Creep and Fatigue, Diss. Ohio State University, 1984
- [2.61] M. Tramer; Rissverhalten typischer warmfester Kraftwerksbaustähle im Kriechermüdungsbereich, Dissertation, Darmstadt, 2000
- [2.62] K. N. Strafford, P. K. Datta; High Temperature Corrosion, Creep and Fatigue Processes, and Their Interaction, Behaviour of High Temperature Alloys in Aggresive Environments, Proc. Petten International Conference, The Metals Society, London, pp. 945-978, 1980
- [2.63] J. K. Tien, S. V. Nair, V. C. Nardone; Creep-Fatigue Interaction in Structural Alloys, In: J. K. Tien, T. Caulfield; Superalloys, Sueprcomposities and superceramics, London, Academic press, pp. 301-339, 1989
- [2.64] M. R. Winstone, K. M. Nikbin, G. A. Webster; Modes of failure under creep/fatigue loading of a nickel-based superalloys, Jorunal of Materials Science 20, pp. 2471-2476, 1985

- [2.65] R. E. Ricker, D. J. Duquette; The Role of Environment on Time Dependent Crack Growth in: K. Sadananda, B. B. Rath, D. J. Michel; Micro and Macro Mechanics of Crack Growth, A Publication of The Metallurgical Society of AIME, New York, 1982
- [2.66] H. Nakamura, K. Murali, K. Minakawa, A. J. Mc Evily; Fatigue Crack Growth in Ferritic Steels as Influenced by Elevated Temperature and Environment, Proc. Int. Conf. on Microstructure and Mechanical Behaviour of Materials, Engineering Materials Advisory Services Ltd., Warley, U.K, pp. 43-57, 1986
- [2.67] G. Henaff, K. Marchall, J. Petit; On Fatigue Crack Propagation Enhancement by a Gaseous Atmosphere: Experimental and Theoretical Aspects, Acta metall. mater. Bd. 43, pp. 2931-2942, 1995
- [2.68] R. P. Wie & J. D. Landes; Correlation Between Sustained Load and Fatigue Crack Growth in High-Strength Steels, Matls Res and Stds, ASTM, pp.25, July 1969
- [2.69] S. Floreen, R. H. Kane; Met. Tans. A, 104, p. 1745-1751, 1979
- [2.70] W. Carpenter, B. S.-J. Kang, K. M. Chang; SAGBO Mechanism on High Temperature Cracking Behavior of Ni-base Superalloys in: Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivates, Edited by E. A. Loria, The Minerals, Metals& Materials Society, p. 679-688, 1997
- [2.71] S. Müller; Kriechrisswachstum in Inconel 706, Dissertation, Braunschweig, 2000
- [2.72] M. Stucke, M. Khobaib, B. Majumdar, T. Nicholas; Environmental Aspects in Creep Crack Growth in a Nickel Base Superalloy in: P. RAMA RAO et al., Herausgeber, Advances in Fracture Research, Seiten 3967-3975, Pergamon Press, 1984
- [2.73] H. Ghonem, D. Zheng; Depth of Intergranular Oxygen Diffusion During Environment-Dependent Fatigue Crack Growth in Alloy 718, Met. Sci. Eng., Bd. A150, 151-160, 1992
- [2.74] P. Valerio, M. Gao, R. P. Wie; Environmental Enhancement of Creep Crack Growth in Inconel 718 by Oxygen and Water Vapour in: Scripta Metallurgica et Materialia 30 [10] p. 1269-1274, 1994
- [2.75] P. F. Browning, M. F. Henry; Oxidation Mechanisms in Relation to High Temperature Crack Propagation Properties of Alloy 718, in H₂/H₂0/inert Gas Environment in: Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, Edited by E.A. Loria, The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 665-678, 1997
- [2.76] M. Inuil, Y. Watanabe, T. Kondo, K. Suzuki, K. Kano; Crack Growth Behaviour of Ferritic Steel for USC Boilers in pressurized superheated Steam, Materials at High Temperatures 18 (2), Science Reviews, pp. 119-124, 2001
- [2.77] B. Lim, Ch. Jeong; Effect of Cavity Growth Rate and Cr on High Temperature Crack Growth in P92 and P122 Steels, International Journal of Modern Physics B, Vol.17, Nos. 8&9, pp. 1627-1632, 2003

- [2.78] K. Sadananda, P. Shahinian; Crack Growth Behaviour in Alloy 718 at 425°C, Trans. ASME, In: J. Eng. Mat. Techn., pp.381-387, 1978
- [2.79] K. Sadananda, P. Shaninian; Crack Growth under Creep and Fatigue Conditions, ASME, Conf.: Creep-Fatigue-Environment Interactions, Milwaukee, Wisconsin, pp.86-109, 1979
- [2.80] P. Shahinian, K. Sadananda; Effect of Stress Ratio and Hold Time on Fatigue Crack Growth in Alloy 718, Journal of Engineering Materials and Technology, Trans. ASME 101, pp.224-230, 1979
- [2.81] P. Shahinian, K. Sadananda; Creep and Fatigue Crack Growth in Several Cast Superalloys; Superalloys 1984, Proceedings of the Fifth International Symposium on Superalloys, Seven Springs, Verlag The Metallurgical Society, FMT 057-05, 1984
- [2.82] S. Floreen; The Creep Fracture of Wrought Nickel-Base Alloys by a Fracture Mechanics Approach, Metallurgical Transactions A, Volume 6A, pp.1741-1479, September 1975
- [2.83] K. Sadananda, P. Shahinian; Creep Crack Growth Behaviour of Several Structural Alloys, Metallurgical Transactions A, Volume 14A, pp.1467-1480, July 1983
- [2.84] H. Ghonem, T. Nicholas und A. Pineau; Elevated Temperature Fatigue Crack Growth in Alloy 718 – Part 1: Effects of Mechanical Variables, Fat. Fract. Eng. Mater. Struct., Bd. 16, 565-576, 1993
- [2.85] J. P. Pédron, A. Pineau; Effect of Hold Times on the Elevated Temperature Fatigue Crack Growth Behaviour, Fracture 81, Proceedings of the 5th International Conference on Fracture, Vol. 5 Cannes, pp. 2385-2392
- [2.86] J. P. Pédron and A. Pineau; The Effect of Microstructure and Environment on the Crack Growth Behaviour of Inconel 718 Alloy at 650°C under Fatigue, Creep and Combined Loading, Materials Science and Engineering, 56, Elsevier Sequoia, Printed in the Netherlands, pp. 143-156, 1982
- [2.87] Y. Pan; Zum Wechselverformungsverhalten unlegierter Stähle unter besonderer Berücksichtigung dynamischer Reckalterungseffekte, Dissertation Universität Karlsruhe, 1989
- [2.88] D. Eifler; Zum Ermüdungsverhalten von Vergütungsstählen, HTM 39, 5, S. 223-255, 1984
- [2.89] G. Ebi, A. J. McEvily; Effect of processing on the high temperature low cycle fatigue properties of modified 9Cr-1Mo ferritic steel, Fatigue Engng. Mater. Struct., Vol.7, No.4, S. 229-314, 1984
- [2.90] B. K. Chodhary, K. Bhanu Sankara Rao, S. L. Mannan; High temperature low cycle fatigue properties of a thick-section 9wt%Cr-1wt%Mo ferritic steel forging, Materials Science and Engineering, A148, S. 267-278, 1991

- [2.91] W.B. Jones, C. R. Hills, D. H. Polonis; Microstructural evolution of a modified 9Cr-1Mo steel, Metall. Trans. 2A, S.1049-1058, 1991
- [2.92] O. Wachter, P. J. Ennis, A. Czyrska-Filemonovicz, A. Zielinska-Lipiec and H. Nickel; Investigation of the Properties of the 9% Chromium Steel of the Type 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb with Respect to ist Application as a Pipework and Boiler Steel Operating at Elevated Temperatures, Report of the Research Centre Jülich, Jül-3074, ISSN 0944-2952, 1995
- [2.93] M. Hättestrand and H. O. Andrén; Influence of strain on precipitation reactions during creep of an advanced 9% chromium steel, Acta mater. 49, pp. 2123-2128, 2001
- [2.94] M. Hättestrand, H. O. Andrén; Evaluation of particle size distributions of precipitates in a 9 % chromium steel using energy filtered transmission electron microscopy, Micron 32, pp. 789-797, 2001
- [2.95] H. Naoi, S. Araki, H. Yasuda, M. Ohgami, T. Ogawa, H. Masumoto and T. Fujita; Development of High Strength Ferritic Steel NF 616 for Boiler Tubes, Nippon Steel Technical Report, No. 50, July 1991
- [2.96] H. Mimura, M. Ohgami, H. Naoi and T. Fujita; Physical and Mechanical Properties of Newly Developed 9Cr-1.8W Ferritic Steel (ASTM A213/A335 T92/P92), Presentation at TMS Fall Meeting, Pittsburgh, October 17-21, 1993
- [2.97] W. Blum, G. Götz; Evolution of dislocation structure in martensitic steels: the subgrain size as a sensor for creep strain and residual creep life, Steel Research 70, No.7, pp. 274-278, 1999
- [2.98] S. Floreen; The Creep Fracture of Wrought Nickel-Base Alloys by a Fracture Mechanics Approach, Metallurgical Transactions A, Volume 6A, pp. 1741-1799, September 1975
- [2.99] H. Ghonem, T. Nicholas and A. Pineau; Elevated Temperature Fatigue Crack Growth in Alloy 718-Part I: Effects of mechanical Variables, Fatigue Fract. Engng Mater. Struct. Vol. 16, No. 5, pp. 565-576, 1993
- [2.100] S. P. Lynch, T. C. Radtke, B. J. Wicks and R. T. Byrnes; Fatigue crack growth in nickel-based superalloys at 500-700°C, II:Direct-aged alloy 718, Fatigue Fract. Engng Mater. Struct. Vol. 17, No.3, pp. 313-325, 1994
- [2.101] W. R. Andrews and C.F. Shih; Thickness and Side-Groove Effects in Compact Specimens of A533-B Steel at 93 deg.C, presented at the ASTM Symposium on Elastic-Plastic Fracture, Atlanta, November 1977
- [2.102] C. F. Shih, H. G. de Lorenzi, W. R. Andrews; Int. J. Fracture, 13, S. 544-548, 197
- [3.1] R. L. Klueh, D. R. Harries; Chapter 7: Joining in: High-Chromium Ferritic and Martensitic Steels for Nuclear Applications, ASTM Stock Number: MONO3, Printed in the U.S.A., pp. 77

- [3.2] J. Wosik; Evaluation of the Long-Term Microstructural stability of selected Ni-base superalloys; Dissertation an Akademia Górniczo Hutnicza im Stanisława w Krakowie; Wydzial Metalurgii i Inżynierii Materiałowej; Kraków; 2002.
- [3.3] DIN EN 10 002 Teil 1; Zugversuch, Prüfverfahren bei Raumtemperatur, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Beuth Verlag GmbH, Berlin, Apr. 1991
- [3.4] E 647-81; Standard Test Method for CONSTANT-LOAD-AMPLITUDE FATIGUE CRACK GROWTH RATES ABOVE 10⁻⁸ m/CYCLE, American Society for Testing and Materials, Annual Book of ASTM Standards, USA, 1981
- [3.5] ASTM G129-00; Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking, American National Standards Institute, New York, 2000
- [3.6] DIN EN 10 002 Teil 5; Zugversuch, Prüfverfahren bei erhöhter Temperatur, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Beuth Verlag GmbH, Berlin, Mai 1991.
- [3.7] M. Offermann, M. Pfaffelhuber, S. Hoffmann; Programmbeschreibung für das Bruchmechanik-Auswerteprogramm für Ermüdungsrisswachstum CRACKER, Kernforschungsanlage Jülich GmbH, Institut für Reaktorwerkstoffe, IRW-TN-82/89, November 1989
- [3.8] M. Pfaffelhuber, M. Offermann, M. Roedig; Benutzeranleitung für das Bruchmechanikauswerteprogramm für Kriechrisswachstum CREEPER, Forschungszentrum Jülich GmbH, Institut für Reaktorwerkstoffe, IRW-TN-81/89, Juli 1990
- [3.9] ASTM E 1457-00; Standard Test Method for Measurement of Creep Crack Growth Rates in Metals, ASTM, Annual Book of ASTM Standards, November 2000
- [3.10] DIN 50 601; Ermittlung der Ferrit- oder Austenit-korngröße von Stahl und Eisenwerkstoffen, Metallografische Pr
 üfverfahren, Deutsches Institut f
 ür Normung e. V., Berlin, August 1985
- [3.11] DIN EN ISO 6507-1; Härteprüfung nach Vickers, Teil 1: Prüfverfahren, Deutsches Institut für Normung e. V. Berlin, Januar 1998.
- [3.12] V. Randle, O. Engler; Introduction to Texture Analysis Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping, Gordon and Breach Science Publischer, USA, pp.159
- [3.13] F. Wever; Z. Phys. 28 (1924) 69-90 Mitt. K.-Wilh.-Inst. Eisenforschg. 5 (1923), pp. 69-77
- [3.14] A. Diboine, A. Pineau; Creep Crack Initiation and Growth in Inconel 718 Alloy at 650°C in: Fatigue Fract. Engng Mater. Struct. Vol.10, No. 2, pp. 141-151, 1987
- [3.15] K. Sadananda, P. Shahinian; Creep Crack Growth in Alloy 718, Met. Trans. 8A, pp. 439-449, 1977

- [3.16] H. Tada, P. Paris, G. Irwin; The Stress Analysis of Cracks Handbook, Del Research Cooperation, Hellertown, Pensylvania, 1973
- [4.1] K. H. Kloos, J. Granacher, M. Oehl; Beschreibung des Kriechverhaltens einiger warmfester Stähle, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 21, S. 265/74, 1990
- [4.2] K. Sadananda, P. Shahinian; The Effect of Environment on the Creep Crack Growth Behaviour of Several Structural Alloys, Mat. Sci., Eng., Bd. 43, 159-168, 1980
- [4.3] G. Härkegård, W. Balbach, K. Stärk, J. Rösler; The Influence of Heat Treatment on the Mechanical Behaviour of IN706, Superalloys 718, 625, 706 an Various Derivative, The Minerals, Metals&Materials Society, 1997

7. ANHANG

I. Abkürzungsverzeichnis und verwendete Formelzeichen

a	Risslänge
a_0	Anfangsrisslänge
a _e	Endrisslänge
a/W	Risslängenverhältnis
a_0/W	Anfangsrisslängenverhältnis
a _e /W	Endrisslängenverhältnis
Δa	Rissverlängerung (a _e -a ₀)
$\Delta a/a$	Fehler der Risslängemessung
В	Konstante des Norton'schen Kriechgesetztes
C*	Energieratenintergral
CCG	<u>Creep Crack Growth (Kriechrisswachstum)</u>
CERT	Constant Extention Rate Testing
CFCG	<u>Creep Fatigue Crack Growth (Kriechermüdungsrisswachstum)</u>
CTOD	Crack Tip Opening Displacement
D	Dicke der Probe
da/dN	Risswachstumsgeschwindigkeit (Rissfortschritt je Lastzyklus)
da/dt	Risswachstumsgeschwindigkeit (Rissfortschritt je Zeiteinheit)
$\Delta D/D$	maximaler relativer Fehler der Probendicke
Е	Elastizitätsmodul
EBSD	Electron Back Scatter Diffraction (im Rücksteuerdetektormodus)
Ec	plastische Dehnung im Vergleichsmedium; (eng. in <u>C</u> ontrol Environment)
EDZ	Ebener Dehnungszustand
ERW	Ermüdungsrisswachstum
ESZ	Ebener Spannungszustand
Et	plastische Dehnung im Prüfmedium; (eng. in <u>T</u> est Environment)
f	Belastungsfrequenz
F	Last
F_L	plastische Grenzlast
F _{max}	maximale Last
F_{min}	minimale Last
FBM	Fließbruchmechanik
FCG	<u>Fatigue Crack Growth</u>
ΔF	Lastschwingbreite
$\Delta F/F$	maximaler relativer Fehler in der Lastmessung
Ι	Stromstärke
KI	Spannungsintensitätsfaktor
KERW	Kriechermüdungsrisswachstum
KRW	Kriechrisswachstum
ΔK_{th}	Schwellwert (bei ERW-Versuch)
ΔK_{eff}	effektiver Spannungsintensitätsfaktor
l_0	Anfangslänge der Probe
LEBM	Linear-elastische Bruchmechanik
LVDT	Linear Variable Differential Transducer
Δl	Längenänderung
R	Spannungsverhältnis (R= $\sigma_{max}/\sigma_{min}$)

RE	Verhältnis der plastischen Dehnung; (eng. Plastic <u>E</u> longation <u>R</u> atio)
REM	Rasterelektronenmikroskopie
R _{p0.2}	Streckgrenze
R _m	Zugfestigkeit
r _{pl}	Größe der plastischen Zone
RTTF	Verhältnis Zeit bis zum Bruch; (eng. <u>Ratio Time To Failure</u>)
t _h	Haltezeit
TTF _c	Verhältnis Zeit bis zum Bruch im Vergleichsmedium (eng. in <u>C</u> ontrol
	Environment)
TTF _t	Verhältnis Zeit bis zum Bruch im Prüfmedium; (eng. in <u>T</u> est Environment)
SAGBO	Stress Accelaration Grain Boundary Oxidation
U_0	Potential bei Versuchsanfang
Ue	Potential bei Versuchsende
V	Aufweitung
V_L	kritische Aufweitung
$dv/dt(\dot{v})$	Aufweitungsgeschwindigkeit
$\Delta v/v$	maximaler relativer Fehler in der Aufweitungsmessung
Y	Korrekturfunktion für Geometrie einer CT-Probe
$\Delta Y/Y$	relativer Fehler in y
α	a/W-Verhältnis
Ė	Dehnrate
δ	Verschiebung
σ	Zugspannung
σ_{f}	Fließspannung
σ_{lig}	Spannung im Ligament
σ_{net}	Spannung im Restquerschnitt der Probe
$\overline{\sigma}$	(eng. ultimate tensile stress) Nennspannung
ν	Querkontraktionszahl

II. Fehlerabschätzung

Die aus Versuchen resultierenden Messwerte wie Last, Aufweitung, elektrische Spannung sind mit Messfehlern behaftet, die durch die Güte der jeweiligen Messkette und durch Störeinflüsse auf diese Messkette bestimmt sind.

Die Messfehler wirken sich aus auf die Ermittlung:

- der bruchmechanischen Belastungsgrößen (K_I, C*, σ_{net} , ΔK_I)
- der Risslänge a und der Aufweitung v
- der Risswachstums- und Aufweitungsgeschwindigkeit (da/dN, da/dt, dv/dt)

Eine detaillierte Fehlerabschätzung für die verwendeten Maschinen und Messverfahren wurde bereits in [2.46] vorgenommen.

II. 1 Grundlagen

Ein Messergebnis y wird bestimmt aus mehreren Messwerten $x_1, x_2, ..., x_i$, wobei $y=f(x_1, x_2, ..., x_i)$ gelte. Der Fehler der Messwerte betrage $\pm \Delta x_1$, $\pm \Delta x_2, ... \pm \Delta x_i$. Unter der Voraussetzung, dass die Fehler wesentlich kleiner als die Messwerte sind, kann der relative Fehler $\Delta y/y$ des Messergebnisses aus dem totalen Differential der Gleichung $y=f(x_1, x_2, ..., x_i)$ berechnet werden:

$$\frac{\Delta y}{y} = \pm \left(\frac{1}{y}\frac{\delta y}{\delta x_1} \cdot \Delta x_1 + \frac{1}{y}\frac{\delta y}{\delta x_2} \cdot \Delta x_2 + \dots + \frac{1}{y}\frac{\delta y}{\delta x_i} \cdot \Delta x_i\right)$$
(II.1)

Für den maximalen relativen Fehler (Addition der Beträge der Einzelfehler) gilt:

$$\frac{\Delta y}{y} = \pm \left\{ \left| \frac{1}{y} \frac{\delta y}{\delta x_1} \Delta x_1 \right| + \left| \frac{1}{y} \frac{\delta y}{\delta x_2} \Delta x_2 \right| + \dots + \left| \frac{1}{y} \frac{\delta y}{\delta x_i} \Delta x_i \right| \right\}$$
(II.2)

II .2. Fehler der versuchstechnischen Größen

Last:

Die in den unterschiedlichen Maschinentypen verwendeten Kraftmessdosen (Maschine Typ I und II: 100kN; Maschinen Typ III:30kN) haben die Klasse 0,1. Die in den Versuchen eingestellten Lasten lagen dabei zwischen 2kN und 7kN. Daraus resultiert ein maximaler Fehler in der Lastmessung von:

$\Delta F/F \leq 0.05$

Potentialdifferenz:

Mögliche Fehlerquellen bei dem Potentialsondenverfahren sind die Stromeinspeisung und die elektrische Spannungsmessung. Durch Verwendung einer stromgeregelten Gleichspannungsquelle mit guten Stabilitätseigenschaften und einer quasikontinuierlichen Messung der elektrischen Stromstärke über einen Präzisionswiderstand ist der Fehler durch die Stromeinspeisung vernachlässigbar.

Die Spannungsmessgenauigkeit wird überwiegend durch die Auflösung des verwendeten Spannungsmessgerätes bestimmt (Millivoltmeter im Bereich von 1mV; Auflösung besser als 0,1%). Zu Beginn der Versuche ist der relative Fehler bei vorgegebener Auflösung des Messgerätes aufgrund der kleinere Messspannung größer.

Die im Versuch gemessenen Spannungen lagen zwischen 0,5mV und 1,5mV. Der sich daraus ergebende maximale Fehler ist somit:

∆U/U≤0,002

Aufweitung, Aufweitungsgeschwindigkeit:

Die Genauigkeit des verwendeten Extensometers in Maschine II beträgt 1% des Vollauschlages (6mm). An den Maschinen vom Typ III liegt die Linearität der Wegaufnehmer bei 0,25%. Der maximale Fehler, der sich aus beiden Aufweitungsmeßsystemen ergibt, ist somit:

∆v/v≤0,01

Der relative Fehler in der Aufweitungsgeschwindigkeit :

$$\frac{\Delta(dv/dt)}{dv/dt} \approx 2\frac{\Delta v}{v} \le 0.02$$

Risslänge, Probenvermessung:

Zur Bestimmung der Risslänge wird die 5-bzw.9-Punkte-Methode in Anlehnung an die ASTM E 647 [3.4] verwendet. Die dabei ermittelten Anfangs- und Endrisslängen werden mit den entsprechenden gemessen Anfangs- und Endpotentialen gleichgesetzt ($U_0=a_0$, $U_e=a_e$) und alle Zwischenwerte linear interpoliert. Somit ist für den messtechnischen Fehler in der Risslänge der gleiche Messfehler wie bei der Potentialmessung anzusetzen:

 $\Delta a/a = \Delta U/U \le 0.002$

Bei der Vermessung der Proben ist eine Reproduzierbarkeit von 0,01mm gegeben. Somit ergeben sich für die Fehler in der Probenbreite bei maximaler Breite von 10mm und Probenweiten von 25mm $\Delta D/D=0,001$ und $\Delta W/W=0,0004$. Allerdings ist der maximale Fehler aufgrund der angegebenen Herstellungstoleranzen erheblich größer:

 $\begin{array}{l} \Delta D/D {\leq} 0{,}01 \\ \Delta W/W {\leq} 0{,}005 \end{array}$

Korrekturfunktion Y:

Zur Berechnung des bruchmechanischen Parameters K_I wird die Korrekturfunktion Y verwandt. Für diese Näherungslösung einer exakten Lösung wird der entstehende Fehler $\leq 1\%$ abgeschätzt [3.16].

Risswachstumsgeschwindigkeit:

Die Risswachstumsgeschwindigkeit wird aus zwei Risslängenmessungen und der entsprechenden Zyklenzahl - bzw. Zeitdifferenz ermittelt. Unter der Annahme, dass der Fehler in der Zyklenzahl vernachlässigbar ist, wird der maximale relative Fehler für die Risswachstumsgeschwindigkeit in [2.46] zu 5% bestimmt.

Parameter ΔK_I , K_I , C*:

Nach dem Fehleradditionstheorem müssen die maximalen Fehler aller Messgrößen addiert werden. Tatsächlich werden die maximal errechneten Messgrößenfehler weit unterschritten. Der Fehler für $\Delta K_I/K_I$ und für $\Delta(\Delta K_I)/K_I$ wird zu 7,76% angegeben. Der Fehler für $\Delta(C^*)/C^*$ zu 9,2% bestimmt.

Totale Differentiale der Bestimmungsgleichungen für K_I, C* und ΔK_I :

$$\frac{\Delta(K_I)}{K_I} = \left|\frac{\Delta F}{F}\right| + \left|\frac{-\Delta D}{D}\right| + \left|-\frac{1}{2}\frac{\Delta W}{W}\right| + \left|\left\{\frac{1}{2+\alpha} + \frac{3}{2}\frac{1}{1-\alpha} + \frac{\sum_{i=1}^{4}ia_i\alpha^{i-1}}{\sum_{i=0}^{4}a_i\alpha^{i}}\right\}\Delta\alpha\right|$$
(II.3)

Totale Differentiale der Bestimmungsgleichungen für $\Delta K_I = K_I$

$$\frac{\Delta C^*}{C^*} = \left|\frac{\Delta F}{F}\right| + \left|\frac{\Delta D}{D}\right| + \left|+\frac{\Delta W}{W-a}\right| + \left|-\frac{\Delta a}{W-a}\right| + \left|2\frac{\Delta v}{v}\right|$$
(II.4)

III. Verwendete Gleichungen und Tabelle der durchgeführten Versuche

Zug- und CER-Versuch

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \cdot 100\%$$
 (7.1) $\sigma = \frac{F}{S_0}$ (7.2) $S_0 = \frac{\pi \cdot d_0^2}{4}$ (7.3)

ERW-Versuch

$$\Delta K_{I} = \frac{\Delta F \cdot \sqrt{a}}{D \cdot W} \cdot Y \qquad (7.4) \qquad \Delta F = F_{\text{max}} - F_{\text{min}} \qquad (7.5)$$

$$\frac{da}{dN} \approx \frac{\Delta a}{\Delta N} = \frac{a_{i+1} - a_i}{N_{i+1} - N_i} \quad (7.6)$$

$$Y_{korr} = \frac{\sqrt{W} \cdot \left(2 + \frac{a}{W}\right)}{\sqrt{a} \cdot \left(1 - \frac{a}{W}\right)} \cdot \left(0,886 + 4,64 \cdot \frac{a}{W} - 13,32 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14,72 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5,6 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^4\right) \quad (7.7)$$

KRW-Versuch

$$K_{I} = \sigma_{\infty} \sqrt{a} Y_{korr} \quad (7.8) \qquad \qquad \sigma_{\infty} = \frac{F}{D \cdot W} \quad (7.9) \qquad \qquad \frac{da}{dt} \approx \frac{\Delta a}{\Delta t} = \frac{a_{i+1} - a_{i}}{t_{i+1} - t_{i}} \quad (7.10)$$

$$t_{1} = \frac{K_{I}^{2}(1-v^{2})}{(n+1)\cdot C^{*}E} \quad (7.11) \qquad C^{*}_{1} = \dot{v}\sigma_{lig}g_{2}\left(\frac{a}{W},n\right) \quad (7.12) \qquad \sigma_{lig} = \frac{F}{D\cdot(W-a)} \quad (7.13)$$

$$\sigma_{netto} = \sigma_{lig} \left(1 + 3 \cdot \frac{W + a}{W - a} \right) \quad (7.14) \qquad \qquad \frac{d\mathbf{v}}{dt} \approx \frac{\Delta \mathbf{v}}{\Delta t} = \frac{\mathbf{v}_{i+1} - \mathbf{v}_i}{t_{i+1} - t_i} \quad (7.15)$$

$$C*_{3} = \frac{\dot{v}^{\frac{n+1}{n}}}{(a \cdot B)^{\frac{1}{n}}} g_{3}\left(\frac{a}{W}, n\right) \quad (7.16) \qquad C*_{4} = aB\sigma_{lig}^{n+1}g_{1}\left(\frac{a}{W}, n\right) \quad (7.17)$$

Die Funktionen g₁, g₂, g₃ nach Wagner (Riedel) [2.25]

$$g_1 = \frac{h_1\left(\frac{a}{W}, n\right)\left(\frac{W}{a} - 1\right)}{\left(\zeta\eta\right)^{n+1}} \quad (7.18) \qquad g_2 \approx 1.9 \quad \text{für CT- Probe} \quad (7.19)$$

$$g_{3} = \frac{h_{1}\left(\frac{a}{W}, n\right)\left(\frac{W}{a} - 1\right)}{h_{3}\left(\frac{a}{W}, n\right)^{\frac{n+1}{n}}} \quad (7.20) \qquad \xi = 1,455 \text{ für ebenen Dehnungszustand}$$

$$\eta = \sqrt{\left(\frac{2a}{W-a}\right)^2 + 2\left(\frac{2a}{W-a}\right) + 2 - \left(\frac{2a}{W-a} + 1\right) = 1,9 \quad (7.21)$$

Werkstoff	Proben	Versuch	РТ	æ	Atmosphäre	F ₀	a₀/W-a₀/W	Zyklenzahl/
	(Form/Nummer)		[°C]			[kN]		Zeit [Std.]
P92	CT/BO5CQM817	FCG	550	0.1	Vakuum	2.2	0.51 - 0.82	732 543/41
P92	CT/BO5CQM820	FCG	550	0.1	Vakuum	2	0.52 - 0.83	1 152 191/64
P92	CT/BO5CQM818	FCG	550	0.1	Luft	2.6	0.496 - 0.737	114 455/6
P92	CT/BO5CQM819	FCG	550	0.1	Luft	2	0.51 - 0.74	221 550/12
P92	CT/BO5CQM821	CFCG	550	0.1	Vakuum	5	0.548 - 0.65	3 246/270
P92	CT/BO5CQM822	CFCG	550	0.1	Vakuum	5	0.56 - 0.637	2 334/196
P92	CT/BO5CQM835	CFCG	550	0.1	Vakuum	5	0.51 - 0.62	8 076/686
P92	CT/BO5CQM862	CFCG	550	0.1	Vakuum	5	0.504 - 0.618	13 757/1 146
P92	CT/BO5CQM823	CFCG	550	0.1	Luft	5	0.5 - 0.676	6 258/521
P92	CT/BO5CQM824	CFCG	550	0.1	Luft	5	0.5 - 0.64	9 457/780
P92	CT/BO5CQM877	CFCG	550	0.1	Luft	5.5	0.483 - 0.629	3 668/305
P92	CT/BO5CQM825	CFCG	550	0.1	Wasserdampf	3	Versuch nicht	analysierbar
P92	CT/BO5CQM826	CFCG	550	0.1	Wasserdampf	3	Versuch nicht	analysierbar
P92	CT/BO5CQM831	CFCG	550	0.1	Wasserdampf	5.5	0.51 - 0.646	3 970/331
P92	CT/BO5CQM832	CFCG	550	0.1	Wasserdampf	5.5	0.51 - 0.64	4 870/405
P92	CT/BO5CQM861	CFCG	550	0.1	Wasserdampf	5	kein Rissfortsc	hritt 67 Tage
P92	CT/BO5CQM829	DOO	550		Vakuum	5	0.58 - 0.66	/239
P92	CT/BO5CQM830	CCG	550		Vakuum	5	0.558 - 0.679	/130
P92	CT/BO5CQM860	CCG	550	•	Vakuum	7	0.48 - 0.537	/117
P92	CT/BO5CQM878	CCG	550	•	Vakuum	7	0.508 - 0.5668	/295
P92	CT/BO5CQM827	CCG	550		Luft	7	0.51 - 0.64	/637
P92	CT/BO5CQM828	CCG	550	•	Luft	6.5	0.527 - 0.627	/92
P92	CT/BO5CQM870	CCG	550	•	Luft	7	0.536 - 0.618	/305
P92	CT/BO5CQM833	CCG	550	•	Wasserdampf	6.5	0.53 - 0.58	/384
P92	CT/BO5CQM853	CCG	550	•	Wasserdampf	7	kein Rissfortsc	hritt 45 Tage
P92	CT/BO5CQM871	CCG	550	•	Wasserdampf	7	Versuch nicht	analysierbar
P92	CT/BO5CQM873	CCG	550	•	Wasserdampf	7	Versuch nicht	analysierbar
P92	CT/BO5CQM879	CCG	550	•	Wasserdampf	7	kein Rissf	ortschritt
P92	CT/BO5CQM872	FCG	600	0.1	Vakuum	2	0.52 - 0.78	444 448/25
P92	CT/B05CQM866	FCG	600	0.1	Luft	2 - 2.7	kein Rissf	ortschritt
P92	CT/BO5CQM851	FCG	600	0.1	Luft	2.7	0.496 - 0.68	155 839/9
P92	CT/BO5CQM875	CFCG	600	0.1	Vakuum	5	0.5 - 0.64	2 838/234

1 585/132	0.516 - 0.606	5	Luft	0.1	550	CFCG	CT/BO5CQM812	P92
6 186/515	0.52 - 0.7	5	Luft	0.1	550	CFCG	CT/BO5CQM814	P92
103 290/5.73	0.498 - 0.699	2.6	Luft	0.1	550	FCG	CT/BO5CQM813	P92
110 501/6	0.497 - 0.65	2	Luft	0.1	550	FCG	CT/BO5CQM815	P92
sfortschritt	kein Riss	з	Wasserdampf	0.1	600	CFCG	CT/ H11JHT63	IN706
1316/110	0.584 - 0.827	e	Luft	0.1	600	CFCG	CT/H11FMZ4D	IN706
8/95	0.536 - 0.794	5	Luft	0.1	600	CFCG	CT/H11FMZ4C	IN706
7 726/644	0.638 - 0.813	з	Vakuum	0.1	600	CFCG	CT/ H11JHT62	90ZNI
4 266/352	0.498 - 0.734	3.2	Wasserdampf	0.1	600	CFCG	CT/Z59JHB001	X22
1 079/89	0.52 - 0.68	5	Wasserdampf	0.1	600	CFCG	CT/Z59JHB003	X22
3 772/311	0.509 - 0.6968	3.2	Luft	0.1	600	CFCG	CT/Z59JHB006	X22
3 347/279	0.515 - 0.667	3.2	Vakuum	0.1	600	CFCG	CT/Z59JHB007	X22
/761	0.57 - 0.648	8	Luft	0.1	500	CCG	CT/BO5CQM859	P92
/558	0.598 - 0.677	7.5	Luft	0.1	500	CCG	CT/BO5CQM840	P92
5 933/489	0.509 - 0.66	9	Wasserdampf	0.1	500	CFCG	CT/BO5CQM876	P92
4 853/404	0.577 - 0.63	6.5	Wasserdampf	0.1	500	CFCG	CT/BO5CQM841	P92
4 764/397	0.53 - 0.647	7.5	Wasserdampf	0.1	500	CFCG	CT/BO5CQM839	P92
4 691/321	0.51 - 0.77	9	Luft	0.1	500	CFCG	CT/BO5CQM864	P92
3 638/299	0.52 - 0.707	7.5	Luft	0.1	500	CFCG	CT/BO5CQM842	P92
13 196/1 088	0.52 - 0.664	9	Luft	0.1	500	CFCG	CT/BO5CQM837	P92
12 058/1 009	0.5 - 0.638	9	Vakuum	0.1	500	CFCG	CT/BO5CQM838	P92
41 915/2	0.495 - 0.692	4	Luft	0.1	500	FCG	CT/BO5CQM874	P92
1 919/160	0.496 - 0.68	5	Wasserdampf	0.1	600	CFCG	CT/BO5CQM869	P92
1 714/143	0.518 - 0.644	5	Luft	0.1	600	CFCG	CT/BO5CQM868	P92
2 791/233	0.5 - 0.64	5	Wasserdampf	0.1	600	CFCG	CT/BO5CQM854	P92
3 226/269	0.52 - 0.646	5	Luft	0.1	600	CFCG	CT/BO5CQM847	P92
2 716/226	0.5 - 0.615	5	Luft	0.1	600	CFCG	CT/BO5CQM863	P92

Proben ohne Seitenkerben

Proben nach thermischer Auslagerung

Proben ohne Chevrons Kerb

Lebenslauf

Name: geboren am: Familienstand: Staatsangehörigkeit:	Lenka Mikulová 10.01.1978 in Michalovce, Slowakei ledig slowakisch
Schule: 1984-1986: 1986-1987: 1987-1992: 1992-1996:	Grundschule in Malčice Grundschule in Kvakovce Grundschule in Slovenská Kajňa Handelsakademie in Vranov nad Topľou, dort 1996 Abitur
Universität: 1996-2001:	Studium an der Hüttentechnischen Fakultät der Technischen Universität (TU) in Košice (Fach: Materialingenieurwesen).
	 Schwerpunkte der universitären Ausbildung: ➢ Eisen- und Nichteisenmetalle Herstellung Eigenschaften ➢ Technologie der Herstellung metallischer und nichtmetallischer Werkstoffe ➢ Korrosion und Korrosionsschutz durch Beschichtungen ➢ Gießtechnologie ➢ Zerstörende und zerstörungsfreie Werkstoffprüfung ➢ Umformtechnologie metallischer Werkstoffe
2000-2001:	Diplomarbeit: Korrosion im einen Dampfkessel
Juni 2001:	Diplom (DiplIng.)
seit Oktober 2001	Doktorandin im Forschungszentrum Jülich GmbH, mit dem Arbeitsthema: "Bruchmechanische Untersuchungen an Werkstoffen für Dampfkraftwerke mit Frischdampftemperaturen von 500 bis 650°C".
seit März 2002	Bruchmechanische Prüfungen, Berechnungen und Analysen im Projekt AG Turbo II von Fa. Siemens
1. Februar 2005	Promotionsprüfung Das Thema der mündlichen Prüfung: Moderne Feingussverfahren zur Herstellung gekühlter Gasturbinenschaufeln