

Programm "Förderung von innovativen Netzwerken" (InnoNet) des Bundesministeriums für Wirtschaft und Technologie

Lebensdauerbewertungsverfahren für korrosiv, thermisch und mechanisch beanspruchte Bauteile bis 1200°C – HT-LifePLUS

Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner

Kompetenzbereich Hochtemperaturwerkstoffe Dr.-Ing. Alfred Scholz, Dipl.-Ing. Silvia Schmitt





Teilvorhaben:

Untersuchung des thermisch-mechanischen Langzeitverhaltens und

Lebensdauersimulation

Schlussbericht

Innonet-Projekt 16IN0662

Projekt-Konsortium

FuE-Einrichtungen

Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde IfW, Technische Universität Darmstadt (Koordinator) Oel-Waerme-Institut gGmbH OWI, Herzogenrath Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie GFE der RWTH Aachen

KMU

Linn HighTherm GmbH, Eschenfelden FERROMAN GmbH, Ratingen WS Wärmeprozesstechnik GmbH, Renningen IBS Industrie-Brenner-Systeme GmbH, Hagen MEKU Metallverarbeitungs-GmbH & Co. KG, Dauchingen TAZ GmbH, Eurasburg ELINO Industrie-Ofenbau Carl Hanf GmbH + Co. KG, Düren (während der Laufzeit des Vorhabens wegen Insolvenz ausgeschieden) EVT Gesellschaft für Energieverfahrenstechnik mbH, Herzogenrath (während der Laufzeit des Vorhabens wegen Insolvenz ausgeschieden)

Andere

EBNER Industrieofenbau Gesellschaft m.b.H., Leonding (A) Schmidt+Clemens GmbH + Co. KG, Lindlar ThyssenKrupp VDM GmbH, Werdohl

Zusammenfassung

Bauteile im Brennerbau für Haushaltsheizkessel und im industriellen Ofen- und Apparatebau weisen aufgrund ihres Einsatzes bei Temperaturen bis zu 1200°C eine begrenzte Lebensdauer auf. Dies ist auf die Schädigung des Werkstoffs durch die statische und/oder zyklische Kriechbeanspruchung und überlagerte Hochtemperaturkorrosion zurückzuführen. Für eine verbesserte Materialausnutzung und eine sichere Lebensdauerabschätzung ist die genaue Kenntnis der Bauteilbeanspruchung sowie des Materialverhaltens erforderlich. Des Weiteren ist eine materialgerechte Modellierung der Eigenschaften als fortschrittliche Grundlage für Berechnungsverfahren zur Lebensdauerabschätzung erforderlich. Im vorliegenden Forschungsvorhaben wurden daher Nickelbasislegierungen wie die Knetlegierung Nicrofer 6025 HT und die Gusslegierung Centralloy 60 HT R, in einem umfangreichen Kriech- und Kriechermüdungsprogramm untersucht. Als Ergebnis zeigen die Knetlegierung bis 1200°C und die Gusslegierung bis 1250°C sehr gute Kriech- und Zeitstandeigenschaften auch unter oxidierenden Knetlegierung weist unter bestimmten Atmosphären auf. Die Bedingungen ein ungewöhnliches Kriechverhalten auf. Dies ist auf das Oxidieren der im tertiären Kriechbereich entstehenden Kriechrisse durch eindringende Umgebungsatmosphäre zurückzuführen, wodurch eine Verfestigung des Werkstoffes und somit eine extreme Verzögerung des Werkstoffversagens stattfinden kann. Eine wichtige Verbesserung der Lebensdauerbewertung besteht daher in der Berücksichtigung von Dehngrenzen anstatt der Zeitstandfestigkeit. Des Weiteren konnte für Nicrofer 6025 HT ein Kriechmodell abhängig von der Korngröße entwickelt werden. Ergänzende Versuche am OWI zeigen geringe Unterschiede im Materialverhalten an Luft und unter Verbrennungsatmosphäre.

Parallel wurde auch das Ermüdungsverhalten der oben genannten Werkstoffe untersucht. Es zeigt sich eine deutliche Temperaturabhängigkeit und auch für hohe Zykluszahlen einen stetigen Abfall der Ermüdungsfestigkeit. Schließlich ließ sich ausgehend von den experimentellen und metallographischen Befunden eine Analyse und Bewertung des Bauteilverhaltens von Ofenmuffel und Ofenrolle durchführen. Die Entwicklung von Lebensdauerbewertungskonzepten, sowie deren Überprüfung anhand von Angaben zum Bauteilverhalten unterstützt durch komplexe Validierungsexperimente liefert wichtige Erkenntnisse für Werkstoffhersteller und Firmen im Industrieofenbau. Die umfangreiche Datenbasis zu den einzelnen Werkstoffen erhöht die Sicherheit in der Bauteilauslegung und ermöglicht somit eine bessere Werkstoffausnutzung und folglich Ressourcenschonung.

Inhaltsverzeichnis

Pro	jekt-Ko	onsortium	.II
Zus	amme	nfassung	III
Inha	altsver	zeichnis	IV
1	Ein	leitung	. 1
2	Auf	gabenstellung	. 2
3	Vor	aussetzungen, unter denen das FE-Vorhaben durchgeführt wurde	. 3
4	Pla	nung und Ablauf des Vorhabens	. 3
5	Sta	nd von Technik und Wissenschaft bei Vorhabensbeginn	.6
51	Kric	ach und Ermüdungsverhalten	6
5.2	Hoo	htemperaturkorrosion	0
5.3	Übe	erlagerung von mechanischer Beanspruchung und Korrosion	10
5.4	Um	gebungseinfluss bei Nickel-Chrom-Legierungen	12
	5.4.1	Ursache der Dehnratenabnahme im tertiären Kriechbereich	.15
	5.4.2	Einfluss verschiedener Versuchsparameter auf das Auftreten der Dehnratenabnahme	.17
5.5	Mo	delle zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens	18
	5.5.1	Modellierung des Kriechverhaltens	.19
	5.5.2	Zeit-Temperatur-Parameter	.22
5.6	Leb	ensdauerbewertung	24
5.7	Bau	teile im Industrieofenbau	26
	5.7.1	Ofenmuffel	.27
	5.7.2	Ofenrolle	.28
6	Ver	suchswerkstoffe, Versuchsprogramm und Durchführung	30
6.1	Ver	suchswerkstoffe	30
6.2	Gef	ügecharakterisierung	33
	6.2.1	Werkstoff Nicrofer 6025 HT	.33
	6.2.2	Gußwerkstoffe Centralloy 60 HT R und G-NiCr28W	.36
6.3	Ver	suchsprogramm	38
6.4	Ver	suchsdurchführung	39
7	We	rkstoffverhalten bei hohen Temperaturen	40
7.1	Kur	zzeitverhalten	40
7.2	Krie	echverhalten	43
	7.2.1	Werkstoff Nicrofer 6025 HT	.44
	7.2.2	Einflussparameter auf die Dehnratenabnahme im tertiärem Kriechbereich, Werkstoff Nicrofer 6025 HT	.57
	7.2.3	Gußwerkstoffe Centralloy 60 HT R und G-NiCr28W	.59
7.3	Krie	echverhalten unter wechselnden Temperaturen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT	63
7.4	Kon	ıtraktionsversuche	65

7.5 7.6	Ern Frn	nüdungsverhalten
9.0 8	Vet	änderungen der Mikrostruktur unter Hochtemperaturbeanspruchung 71
0	VCI	anderungen der Mikrostruktur unter Hochtemperaturbeanspruchung
8.1	Mil 8.1.1	rostrukturelle Veränderungen durch Kriechbeanspruchung
	8.1.2	Spezielle Auswertungen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT85
	8.1.3	94 Werkstoff Centralloy 60 HT R
	8.1.4	Werkstoff G-NiCr28W
8.2	Mil 8.2.1	rostrukturelle Veränderungen durch Ermüdungsbeanspruchung106 Werkstoff Nicrofer 6025 HT107
	8.2.2	Werkstoff Centralloy 60 HT R
9	Bes	chreibung des bauteilnahen Verhaltens114
9.1	Ein	fluss der Korngröße auf die minimale Kriechrate, Werkstoff Nicrofer 6025 HT114
9.2	Aus	wahl und Anpassung der Zeit-Temperatur-Parameter117
	9.2.1	Anpassung eines Zeit-Temperatur-Parameters, Werkstoff Nicrofer 6025 HT
	9.2.2	Anpassung eines Zeit-Temperatur-Parameters, Gußwerkstoffe Centralloy 60 HT R und G-NiCr28W
9.3	Мо	dellierung des Kriechverhaltens123
	9.3.1	Werkstoff Nicrofer 6025 HT123
	9.3.2	Werkstoff Centralloy 60 HT R125
10	Leb	ensdauerbewertung 126
10.1	Ofe	nmuffel
	10.1.2	Validierung Lebensdaueranteilsumme mittels der Kriechversuche bei wechselnden Temperaturen
	10.1.3	Lebensdauerbewertung Ofenmuffel
10 2	2 Ofe	nrolle 139
10.2	10.2.1	Analyse der Beanspruchungen
	10.2.2	Bewertung der Lebensdauer anhand der globalen Beanspruchung141
11	Sch	lussfolgerungen und Ausblick148
12	Ver	wertung der Ergebnisse149
Anh	ang A	Versuche
Anh	ang B	Veröffentlichungen
Lite	raturv	erzeichnis

1 Einleitung

Die Verringerung von Energie- und Rohstoffeinsatz und damit auch der Kosten sind auch im industriellen Ofen- und Apparatebau von großem Interesse. Dies kann beispielsweise durch die Verlängerung von Wartungsintervallen durch Einsatz von Bauteilen höherer Lebensdauer erreicht werden. Des Weiteren können durch eine Erhöhung der Prozesstemperatur bei gleicher Glühtemperatur kürzere Prozesszeiten durch höhere Durchlaufgeschwindigkeiten realisiert werden. Sind höhere Temperaturen möglich, werden zudem die Anwendungsmöglichkeiten erweitert, wie z.B. Blankglühen von Werkstoffen höherer Warmfestigkeit in einer Banddurchlaufglühe [1].

Sämtliche Maßnahmen sind jedoch von der Hochtemperaturbeständigkeit der eingesetzten Werkstoffe sowie der Werkstoffkenntnis abhängig. Aufgrund der hohen Kosten und der unzureichenden Füg- und Umformbarkeit sind keramische Werkstoffe und ODS-Legierungen in der Praxis nur in einzelnen Fällen geeignet. Daher werden in der Regel metallische Werkstoffe eingesetzt. Bei sehr hohen Temperaturen bis zu 1200°C ist nur eine geringe mechanische Beanspruchung der Bauteile möglich. Zudem findet bei den hohen Temperaturen ein starker korrosiver Angriff durch Abgas- und andere Umgebungsatmosphären statt. Neu entwickelte Werkstoffe, wie die Nickelbasisknetlegierung Nicrofer 6025 HT, und die darauf basierende Gusslegierung Centralloy 60 HT R, weisen eine Hochtemperaturbeständigkeit bis zu 1200°C auf und haben sich bereits in einigen Anwendungen bewährt. So konnte zum Beispiel bei gleichem Kostenaufwand und höherer Betriebssicherheit auf Kühlung von Ofenrollen oder den Einsatz von Asbest zur Isolation verzichtet werden [2].

Die Wirkung der verschiedenen Mechanismen durch thermische, mechanische und korrosive Beanspruchung auf die Werkstoffe ist bisher nicht in ihrer gesamten Komplexität bekannt. Die Auslegung der Bauteile erfolgt mittels einfacher Annahmen, und ließ häufig den Schluss auf ein deutliches Optimierungspotential zu. Um dies auszuschöpfen, ist es zum einen erforderlich, das Werkstoffverhalten unter realitätsnahen Beanspruchungen zu ermitteln, zum anderen die erlangten Kenntnisse zur Entwicklung eines verbesserten Lebensdauerbewertungsverfahren einzusetzen.

Im Forschungsvorhaben HT-LifePLUS wurde das Kriech- und Ermüdungsverhalten unter oxidierenden Atmosphären einiger aktueller Legierungen ermittelt und analysiert. Des Weiteren wurde eine rechnergestützte Prozedur zur Berechnung des Verformungs- und Korrosionsverhaltens bei hohen Temperaturen entwickelt. Mit Hilfe der Ergebnisse kann die Auslegung von Hochtemperaturbauteilen verbessert werden.

Die Aufgabe des IfW der TU Darmstadt bestand in der Ermittlung von temperatur- und zeitabhängigen Materialdaten aus Warmzug-, Kriech- und Kriechermüdungsversuchen, der Charakterisierung der Schädigung und der Modellierung des Kriech- und Kriechermüdungsverhaltens. In Zusammenarbeit mit den Projektpartnern waren anschließend Lebensdauerbewertungsprozeduren zu entwickeln und in Abstimmung mit den Projektpartnern zu validieren.

2 Aufgabenstellung

Die Auslegung von Bauteilen im Industrieofenbau erfordert eine sehr gute Kenntnis des Materialverhaltens und zuverlässige Methoden, da eine sehr hohe thermische, mechanische und korrosive Beanspruchung zu berücksichtigen ist. Das Forschungsvorhaben HT-LifePLUS hat daher zum Ziel, eine vertiefte Kenntnis des Materialverhaltens zu erlangen sowie diese in verbesserten Methoden zur Lebensdauerbewertung anzuwenden. Für zwei bereits aktuell eingesetzte Legierungen, die Nickelbasis-Knetlegierung Nicrofer 6025 HT (NiCr25Fe10AlY) sowie die Gusslegierung Centralloy 60 HT (G-NiCr25Fe10Al), waren umfangreiche Versuche zur Charakterisierung des Materialverhaltens durchzuführen. Vom Werkstoff Nicrofer 6025 HT waren Erzeugnisse mit unterschiedlichen Korngrößen vergleichend zu betrachten, um den Einfluss der Kornstruktur zu ermitteln. Des Weiteren war eine Schweissverbindung zu testen. Als Referenz für den Gusswerkstoff sollte die bereits langjährig eingesetzte Gusslegierung G-NiCr18W untersucht werden. Die Versuche sollten je nach Werkstoff im Temperaturbereich von 800-1250°C erfolgen, und Erkenntnisse zum Zeitstand- als auch Ermüdungsverhalten sowie der Überlagerung durch Korrosion liefern. Am IfW der TU Darmstadt waren dazu Kriech- und Low-Cycle-Fatigue-Versuche an Luft durchzuführen. Mittels der Ergebnisse waren Modellierungen des Materialverhaltens zu erstellen, welche schließlich für eine Auslegungsroutine, auf einzelne Bauteile spezialisiert, verwendet werden konnten. Im Teilvorhaben des IfW waren Lebensdauerbewertungsverfahren für vertikale Ofenmuffeln sowie Ofenrollen zu entwerfen und diese in Berechnungsformularen umzusetzen. Die konkrete Beanspruchung der einzelnen Bauteile war in Kooperation mit Firmen aus dem Industrieofenbau zu bestimmen. Zur Analyse der mikrostrukturellen Vorgänge und Schädigung im Gefüge waren metallographische Untersuchungen der geprüften Proben vorgesehen.

Zeitstandversuche unter Abgasatmosphäre wurden parallel am Oel-Wärme-Institut in Aachen

durchgeführt und mit Unterstützung von metallographischen Untersuchungen der Gemeinschaft für Elektronenmikroskopie der RWTH Aachen ausgewertet.

3 Voraussetzungen, unter denen das FE-Vorhaben durchgeführt wurde

Im Rahmen des Vorhabens waren Versuche bei Temperaturen bis zu 1250°C durchzuführen. Dies erfordert umfangreiche Erfahrung in der Durchführung und Auswertung von Hochtemperaturversuchen. Am IfW der TU Darmstadt konnte dazu auf entsprechend geschultes Personal und technische Einrichtungen, sowie die langjährige Erfahrung in der Hochtemperaturprüfung zurückgegriffen werden. Aus früheren Untersuchungen sind Kenntnisse zum Verhalten der untersuchten Werkstoffklasse vorhanden.

Insbesondere bei den besonders hohen Temperaturen bis 1200°C ist eine genaue Untersuchung des Werkstoffverhaltens erforderlich. Am IfW konnte hierzu eine kontinuierliche Dehnungsmessung an den Zeitstandproben während des Versuchs erfolgen, ohne dass ein Probenausbau erforderlich ist. Es konnte somit u.a. eine exaktere Bestimmung der minimalen Kriechrate erfolgen als mit bisherigen Daten möglich war.

Die Modellierung des Materialverhaltens wurde am IfW bereits an vielen anderen Werkstoffen durchgeführt. Speziell hierfür entwickelte Programme konnten auch im Projekt eingesetzt werden. Schließlich besteht am IfW bereits langjährige Erfahrung in der Bewertung von Bauteillebensdauern, z.B. von Dampfkraftwerken, Gasturbinenkomponenten und Abgassystemen.

4 Planung und Ablauf des Vorhabens

Das Vorhaben wurde nach einer Laufzeit von drei Jahren und einer 12-monatigen Laufzeitverlängerung abgeschlossen. Verzögerungen waren zum Teil auf verspätete Lieferung des Probenmaterials zurückzuführen. Zusätzlich stellten sich mit Beginn der Versuche unvorhersehbare Aufwendungen in der Versuchsdurchführung heraus, welche im Zusammenhang mit dem bisher unbekannten Verhalten des Werkstoffs Nicrofer 6025 HT im Zeitstandversuch stehen. Es waren zusätzliche Versuche zur Absicherung der Ergebnisse im Zusammenhang des verwendeten Materials mit der Korngröße und deren Halbzeugquerschnitte erforderlich. Schließlich musste gegen Ende der Projektlaufzeit aufgrund des Ausfalls eines Prüfofens sowie der Belastungseinrichtung eine mehrwöchige Reparatur und Wartung der Prüfmaschine für die Ermüdungsversuche durchgeführt werden. Es konnten somit jedoch die geplanten Versuche sowie zusätzliche Versuche, deren Erforderlichkeit sich erst im Laufe des Projektes zeigte, durchgeführt werden. Die weiteren Arbeiten, die Modellierung und Simulation, Gefügeuntersuchung und schließlich Erstellung der Lebensdauerbewertungsverfahren und Berechnungsformulare wurden ebenfalls bis zum Ende der Projektlaufzeit durchgeführt.

Im Laufe des Projektes schieden zwei beteiligte Firmen (ELINO Industrieofenbau Carl Hanf GmbH + CO. KG sowie EVT Gesellschaft für Energieverfahrenstechnik mbH) aufgrund von Insolvenz aus dem Projektkonsortium aus. Die Industriebeiträge der beiden ausgeschiedenen Firmen wurden von den anderen Firmen im Konsortium übernommen. Die verbliebenen Projektpartner sind in Bild 4.1 dargestellt.



Bild 4.1 Netzwerk der Projektpartner im Projekt HT-LifePLUS

Die Einteilung der Arbeitspakete ist in Bild 4.2 dargestellt. Das Vorhaben wurde von Seiten des IfW der TU Darmstadt koordiniert. In der Aufteilung der Aufgaben auf die drei Forschungsstellen IfW, TU Darmstadt, OWI Herzogenrath und GFE / RWTH Aachen hat sich gegenüber dem Antrag nichts geändert. Die Ergebnisse des Vorhabens wurden im Projektkonsortium in regelmäßigen Treffen besprochen.

Am 15.06.2011 fand ein öffentliches Statusseminar zum Projekt in Gummersbach statt. Das öffentliche Abschlussseminar wurde am 23.04.2012 in Darmstadt durchgeführt.



Bild 4.2 Arbeitspakete des Forschungsvorhabens HT-LifePLUS

5 Stand von Technik und Wissenschaft bei Vorhabensbeginn

5.1 Kriech- und Ermüdungsverhalten

Abhängig von Spannung und Temperatur und dem Gefügeaufbau wirken unterschiedliche Mechanismen der Kriechverformung. Eine Einteilung kann anhand von Verformungsmechanismuskarten erfolgen (Bild 5.1). Bei den untersuchten Temperaturen von über 800°C sind Diffusionsvorgänge für die Warmfestigkeit und insbesondere das Kriechverhalten der Nickelbasislegierungen bestimmend. Bis ca. 0,8-0,85 T_s (Nicrofer: T_s = 1370°C, d.h. 0,8-0,85 T_s = 1096-1165°C) ist das Coble-Kriechen dominant, d.h. Korngrenzdiffusion. Bei höheren Temperaturen kommt es bevorzugt zu Gitterdiffusion (Nabarro-Herring-Theorie). Der Übergang von Korngrenz- zu Gitterdiffusion ist auch von der Anzahl der Korngrenzen und daher der Korngröße abhängig.



Bild 5.1 Schematische Verformungsmechanismuskarte für zeitabhängiges Verformungsverhalten ([3] nach [4]) und Verformungsmechanismuskarte für Nickel mit einer Korngröße von 60µm, mit Eintragung von Verformungsgeschwindigkeiten ([3] nach [5])

Zusätzlich zu den beschriebenen Vorgängen im Metallgitter findet bei Temperaturen über 0,4 T_s ein Gleiten entlang der Korngrenzen statt. Auslöser für das Abgleiten ist die in den Korngrenzen wirksame Schubspannung, d.h. bei einachsiger Zugbeanspruchung ist diese an Korngrenzen in 45° zur Belastungsrichtung am höchsten und bewirkt hier die größten Abgleitungen. Die Verformung an den Korngrenzen erfordert eine Anpassung der Kornform, welche durch die anderen Kriechmechanismen erfolgen muss. Findet dies nicht statt, wird das Korngrenzgleiten behindert oder aber es kommt zu Spannungsüberhöhungen und Rissbildung. Die verschiedenen Kriechmechanismen sind folglich voneinander abhängig.

Die Korngröße hat somit ebenfalls einen großen Einfluss auf das Kriechverhalten. Mit kleinerem Korn, d.h. einer höheren Anzahl an Korngrenzen, bieten sich mehr Möglichkeiten zur Abgleitung an Korngrenzen und auch zur Korngrenzendiffusion. Ein gröberes Korn wirkt sich daher positiv auf die Kriechfestigkeit aus [3].

Bei den untersuchten Legierungen werden verschiedene Methoden zur Steigerung der Kriechfestigkeit eingesetzt. Bei den Gusslegierungen erfolgt dies durch Mischkristallhärtung mittels Wolfram, wodurch die Diffusionsvorgänge verlangsamt werden. Die Guss- sowie die Knetlegierungen enthalten fein verteilte Karbide, welche das Korngrenzgleiten behindern. Für eine Ni-Fe-Legierung wurde die Steigerung der langzeitigen Kriechfestigkeit durch Karbide, insbesondere auf den Korngrenzen, von [6] gezeigt. Die Karbide haben einen weiteren positiven Effekt, da sie das Kornwachstum, welches bei langzeitigem Hochtemperatureinsatz auftritt, behindern. Es kann unter langzeitiger Temperatureinwirkung jedoch auch zum Vergröbern der Karbide kommen, wodurch das Korngrenzgleiten so stark behindert wird, dass es an den Karbiden verstärkt zur Spannungskonzentration und Rissbildung kommt [2], [3].

Zur Untersuchung des Kriechverhaltens werden vor allem Zeitstandversuche bei konstanter Last und Temperatur durchgeführt. Durch eine kontinuierliche Dehnungsmessung kann der Kriechkurvenverlauf ermittelt werden. Die Form der Kriechkurve soweit die Ausprägung der einzelnen Abschnitte sind vom Werkstoff bzw. der Legierung abhängig, da sich je nach Zusammensetzung und Gefügezustand unterschiedliche Kriechmechanismen ergeben können. Der typische Verlauf mit primärem, sekundärem und tertiärem Kriechbereich ist in Bild 5.2 dargestellt.

Im Primärkriechbereich zeigt sich zunächst eine hohe Verformungsrate. Durch die aufgebrachte Last bilden sich zunächst mehr Versetzungen, als durch den thermisch aktivierten Erholungsprozess abgebaut werden können. Es findet eine Verfestigung statt, wodurch die Neubildung von Versetzungen abnimmt, und eine Verringerung der Kriechrate tritt ein. Während sich ein Gleichgewicht von Neubildung und Auslöschen von Versetzungen einstellt, nähert sich die Kriechgeschwindigkeit einem konstanten Wert, welcher den sekundären Kriechbereich kennzeichnet, und zunächst beibehalten wird. Mit zunehmender Kriechzeit werden jedoch atomare Leerstellen an Korngrenzen des Gefüges angesammelt, welche sich zu Mikroporen vereinigen (Bild 5.2 Detail 1 und 2). Erreichen die Poren eine kritische Größe kommt es zu einem Anstieg der Verformungsgeschwindigkeit, was den Beginn des tertiären Kriechbereichs kennzeichnet (Bild 5.2 Detail 3). Hier kommt es aufgrund der starken Werkstoffschädigung zum Aufreißen des Gefüges entlang der Korngrenzen (Bild 5.2 Detail 4) und schließlich zum interkristallinen Bruch der Probe.

Neben Bruchzeit und -dehnung stellt die Kriechgeschwindigkeit ein wichtiges Kriterium des Kriechverhaltens da. Zur Veranschaulichung wird die Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung aufgetragen (Bild 5.2).



Bild 5.2 Schematische Darstellung der (linearen) Kriechkurve einschließlich der Kriechbereiche I-III und Schädigungsvorgänge 1-4 (a) und des Verlaufs der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung mit möglichen Einflussparametern (b) (nach [3])

Eine über längere Zeit konstante, minimale Kriechgeschwindigkeit gilt nur für den Fall dass die Spannung im Versuch auch bei Querschnittsverminderung durch Querkontraktion, Abplatzungen etc. konstant gehalten wird und dass keine zeitabhängigen Veränderungen der Gefügestruktur auftreten. Bei der üblichen Versuchsdurchführung unter konstanter Last nimmt die Spannung zu, im Bereich niedriger Dehnungen ist die Zunahme aufgrund Querkontraktion jedoch vernachlässigbar klein. Bei teilchengehärteten Legierungen können die zeitabhängigen Veränderungen in der Mikrostruktur den konventionellen Verlauf der Kriechgeschwindigkeit verändern. Bei teilchengehärten Legierungen wird beispielsweise der zu beobachtende Anstieg der Kriechgeschwindigkeit nach dem Minimum auf die Vergröberung von Teilchen zurückgeführt [3].

Bei zyklischer Beanspruchung unter hohen Temperaturen erfolgt die Schädigung an der Werkstoffoberfläche durch Rissbildung und Risswachstum aufgrund von Extrusionen und Intrusionen an den aktiven Gleitebenen [7].

Die Ermüdungsbeanspruchung findet sich bei Industrieofenbauteilen, z.B. Ofenrollen, im "Low-Cycle-Fatigue"-Bereich (LCF). Die Bauteile unterliegen vergleichsweise niedrigen Frequenzen <0,1Hz.

Die hohen Temperaturen und niedrigen Frequenzen führen dazu, dass in jedem Zyklus eine teils sehr deutliche zeitabhängige Verformung stattfindet. Bei spannungsgesteuerter Versuchsdurchführung kommt es zum zyklischen Kriechen (Ratcheting), da in Zug- als auch in Druckbereich eine Kriechverformung stattfindet, was zu einer Zunahme der Mitteldehnung mit jedem Zyklus führt (Bild 5.3).



Bild 5.3 Zunahme der Dehnung durch Ratcheting im Verlauf der Schleifen und der Dehnungsspitzenund Dehnungsmittelwerte eines Dehnwechselversuches

Mit zunehmender Frequenz wird die Verformung pro Zyklus durch Zug- und Druckkriechen geringer. Bei sehr niedrigen Frequenzen dominiert der Kriechanteil stark. Die Bruchzyklenzahl wird mit abnehmender Frequenz geringer. Im mittleren Frequenzbereich, in dem nicht der Ermüdungs- oder der Kriechanteil dominieren, ist das Ermüdungsverhalten sehr frequenzabhängig [3].

5.2 Hochtemperaturkorrosion

Im Brennerbau und meist auch in Wärmebehandlungsanlagen sind Bauteile oxidierenden Atmosphären ausgesetzt. Diese schädigen den Bauteilwerkstoff durch fortschreitende Oxidation oder den korrosiven Angriff durch andere Atmosphärenbestandteile, wie z.B. Stickstoff. Um die Werkstoffe zu schützen, werden Legierungselemente eingesetzt, welche durch Reaktion mit den Umgebungselementen eine schützende Deckschicht auf der Werkstoffoberfläche ausbilden. In der Regel sind dies oxidische Deckschichten aus Chrom-, Aluminium- oder Siliziumoxid bzw. aus Spinellen mit hohen Anteilen von Chrom- oder Aluminiumoxid [3], [8], [9].

Die Dicke der Oxidschichten liegt im Bereich von wenigen μ m und unterliegt einem fortschreitenden Wachstum. Im Bauteilbetrieb kommt es häufig zu Beschädigungen der

Schichten, da sie bei Erreichen einer kritischen Schichtdicke oder aufgrund Verformungen des Bauteils durch Kriechen, Temperaturwechsel o.ä. aufreißen oder in Teilstücken abplatzen. Das Abplatzen kann auch durch Spannungen verursacht werden, die aufgrund des größeren Volumens der Oxide entstehen. Der Pilling-Bedworth-Wert (PBW) beschreibt das Verhältnis zwischen dem Oxidvolumen und dem Volumen des Metalls, aus welchem das Oxid gebildet wurde (Tabelle 5.1). Bei einem PBW über 1 kann es zu Druckspannungen durch die an der Innenseite der Deckschicht nachwachsenden Oxide kommen, so dass äußere Oxidbereiche abplatzen [3].

Oxid	Pilling-Bedworth-Wert			
	(-)			
Cr_2O_3	2,05			
Al_2O_3	1,28			
NiO	1,65			

Tabelle 5.1 Pilling-Bedworth-Werte einiger Oxide [3]

In der Regel wachsen die Schichten nach, wenn ein ausreichendes Angebot an schichtbildendem Element in der Legierung vorhanden ist. Die Haftung der Schichten am Grundwerkstoff kann mittels sogenannter Aktivelemente, welche eine besonders hohe Affinität zu Sauerstoff aufweisen, z.B. Yttrium und Zirkonium, verbessert werden [10], [11].

5.3 Überlagerung von mechanischer Beanspruchung und Korrosion

In der Regel unterliegen die Bauteile gleichzeitig Beanspruchungen mechanischer und korrosiver Art, welche sich gegenseitig beeinflussen können. In der Literatur sind dazu ausführliche Abhandlungen zu finden [12], [13] Die Auswirkungen der Korrosion auf Kriechen können sich in der Änderung der Duktilität und der Kriechfestigkeit bzw. Kriechgeschwindigkeit zeigen. Bei den untersuchten chrom- und aluminiumhaltigen Legierungen wird ein sehr guter Korrosionsschutz durch die Bildung von oxidischen Deckschichten erreicht. Falls die Dicke der Oxidschicht im Verhältnis zum Bauteilquerschnitt sehr groß ist, z.B. bei dünnen Blechen, kann die höhere Kriechfestigkeit der Schicht zu einer geringeren Kriechgeschwindigkeit des Gesamtsystems von Grundwerkstoff und Deckschicht führen. Des Weiteren kann durch den Entzug der schichtbildenden Elemente aus dem Grundwerkstoff dessen Zusammensetzung und Ausscheidungsverteilung verändert werden, und Poren entstehen. Bei der Bildung von Chromoxidschichten ist für vergleichbare Werkstoffe die Auflösung von Chromkarbiden im oberflächennahen Werkstoffbereich bekannt [14], [15]. Dies kann die Kriechfestigkeit aufgrund des Fehlens von Karbiden heruntersetzen. Weniger beobachtete, aber vorstellbare Effekte sind eine Mischkristall- oder Ausscheidungshärtung durch Atmosphärenbestandteile oder Korrosionsprodukte, sowie eine Behinderung von Versetzungsbewegungen und -erzeugung durch die Deckschicht. Negative Auswirkungen auf die Korrosionsfestigkeit kann durch eine Querschnittsverminderung, vor allem aufgrund abplatzender Oxidschichten, und somit Erhöhung der Spannung verursacht werden. Möglich ist des Weiteren die Korngrenzendiffusion schädigender Elemente.

Die Auswirkungen des Kriechens auf die Korrosion ergeben sich durch die Verformung des Werkstoffs, durch die Gefügeschädigung aufgrund Kriechen sowie aufgrund der wirkenden Spannungen. Aufgrund der Verformung findet in der Regel ein wiederholtes Aufreißen der Deckschicht und ggfs. Abplatzen von Schichtteilen statt, da die Verformungsfähigkeit der oxidischen Schichten nur sehr gering ist. Es ist auch von einem nur sehr geringen Kriechen der Oxidschicht auszugehen. Weitere Effekte des Kriechens können eine Hohlraumbildung durch Kriechporen unter der Schicht sein und somit eine Verringerung der Schichthaftung, und eine verstärkte Beanspruchung der Schicht im Bereich der Korngrenzen aufgrund des Korngrenzenkriechens. Ist die Deckschicht aufgerissen, kann an der freigelegten Oberfläche des Grundwerkstoffs eine erneute Deckschichtbildung stattfinden. Dies ist jedoch nur möglich, wenn noch ausreichende Mengen des schichtbildenden Elements zu Verfügung stehen, und die Kriechgeschwindigkeit nicht zu hoch ist, da die Bildung der Schicht nur mit einer begrenzten Geschwindigkeit erfolgen kann. Zusätzlich können an den aufgerissenen Stellen neue Korrosionsmechanismen auftreten, z.B. eine lokale Sulfidbildung [16]. Kann die Deckschicht nicht geschlossen werden, kommt es zur verstärkten inneren Korrosion mit Bildung von Korrosionsprodukten etc. was wiederum das Kriechen beeinflusst.

Temperaturzyklische Beanspruchungen wirken sich ebenfalls auf die Korrosion, bzw. insbesondere auf oxidische Deckschichten aus. Nickellegierungen weisen gegenüber den typischen Deckschicht-Oxiden sehr hohe thermischen Ausdehnungskoeffizienten auf (Tabelle 5.2). Bei Temperaturwechseln kommt es daher im Grundwerkstoff zu einer größeren Volumenveränderung als in den Oxiden, und somit Eigenspannungen, welche zum Aufreißen oder Abplatzen der Schicht führen können.

Werkstoff	Thermischer Ausdehnungskoeffizient *10 ⁻⁶ /K			
Cr_2O_3 :	7,3			
Al_2O_3 :	8,5			
Ni-Basis:	ca. 17			

Tabelle 5.2 Anhaltswerte für mittlere thermische Ausdehnungskoeffizienten im Temperaturbereich von RT bis ca. 1000°C [3]

5.4 Umgebungseinfluss bei Nickel-Chrom-Legierungen

Bei Versuchen mit Nickel-Chrom-Legierungen wurde in mehreren Untersuchungen [17], [18], [19] unter bestimmten Versuchsbedingungen (niedrige Spannungen, hohe Temperaturen, sauerstoffhaltige Atmosphäre) ein Nachlassen der Kriechgeschwindigkeit im tertiären Kriechbereich beobachtet (Bild 5.4). Beim Werkstoff 80Ni20Cr schließt sich diesem eine erneute Kriechbeschleunigung an. Die Verzögerung des Probenbruchs durch die erneute Verfestigung führt zu einem Knick im Verlauf der Zeitstandfestigkeit zu sehr hohen Laufzeiten bei niedrigen Spannungen (Bild 5.5).

Bei mehreren Untersuchungen wurden vergleichende Versuche an Vakuum durchgeführt, die keine Abnahme der Dehnrate zeigen. Daraus ist zu schließen, dass die verfestigende Wirkung durch Bestandteile der Luft (Sauerstoff oder Stickstoff) verursacht wird. Die untersuchten Legierungen, bei welchen der Effekt beobachtet wurde, sind in Tabelle 5.3 aufgeführt.



Bild 5.4 Kriechkurven von Ni-Cr-Al und Ni [17], [18] und Kriechkurven von 80Ni20Cr mit 1,33%Si [19]



Bild 5.5 Zeitstandschaubilder von Ni-Cr-Al [18] und 80Ni20Cr mit 1,33%Si [19]

Tabelle	5.3	Legierungen	bei	welchen	in	eine	Dehnratenabnahme	im	tertiären	Kriechbereich
beobach	ntet v	wurde								

Legierung	Zusammensetzung	Korrosionsprodukte (Ausscheidungen)	Probenform, Einsetzen der Dehnratenabnahme	Quelle
80Ni20Cr mit Si	80% Ni, 20% Cr, mit 0,12- 1,33% Si, teils vakuum-, teils luftgeschmolzen	Chromnitride, Nickeloxide, Chromoxide	Keine Angabe zur Probenform Dehnratenabnahme ab 816°C und 50h Laufzeit	[19]
Nichrome V	Rest Ni, 19,2% Cr, 1,5% Fe, 1,4% Si, 0,47% Mn, 0,1% Al, 0,04% C	Nicht untersucht	Flachproben mit Querschnitt 1,27 x 12,7 mm, Korngröße 90µm Dehnratenabnahme bei 816°C, 27,6 MPa	[20]
Ni-Cr-Al- Legierung	76% (bzw. Rest) Ni, 19,1% Cr, 3,6% Al, 1,7% Si, 0,54 % Fe, 0,1% Mn, 0,027% C, 0,004 % S	Bei 1038°C zunächst nadelförmige, später mehreckige Nitride	Flachproben mit Querschnitt 0,84 x 12,7mm, Korngröße 36µm Dehnratenabnahme bei 816°C, < 76 MPa und bei 1038°C, < 26 MPa	[18]
Reines Nickel	99,8%Ni, Korngröße 110µm	Nickeloxide	Proben zyl. mit Durchmesser 9,1mm Dehnratenabnahme bei 816°C unter 20 MPa	[17]

Bei den Versuchen mit Dehnratenabnahme zeigt sich in der Regel keine deutliche, lokale Brucheinschnürung [17], [18], [19].

Bei den Proben, welche die Abnahme der Dehnrate im tertiären Kriechbereich aufweisen, wurden an Kriechrissen, welche über dem gesamten Probenquerschnitt verteilt sind, Korrosionsprodukte beobachtet (Bild 5.6b, Bild 5.7b). Die Korrosion der Risse findet in der Regel in Form einer Oxidbildung an der Rissoberfläche statt. Häufig wird auch die Bildung von Nitriden in Form von nadeligen oder mehreckigen Ausscheidungen im Bereich um die Risse beobachtet [18], [19] (Bild 5.6b, Bild 5.7b). Bei chromhaltigen Werkstoffen (80Ni20Cr,[19]) handelt es sich um Chromnitride, bei chrom- und aluminiumhaltigen Werkstoffen sind auch Aluminiumnitride denkbar.



Bild 5.6 Schliffbild mit 100-facher Vergrößerung, Zeitstandversuch in Vakuum bei T = 816°C, σ_0 = 55 MPa, t_u = 83h (a) und Schliffbild mit 500-facher Vergrößerung, Zeitstandversuch an Luft bei T = 816°C, σ_0 = 55 MPa , t_u = 1228h (b), Ni-Cr-Al-Legierung [18]



Bild 5.7 Schliffbild mit 10-facher Vergrößerung, Zeitstandversuch an Luft bei T = 816°C, σ_0 = 34,5 MPa, t_u = 870h, ϵ = 45% (a) und Schliffbild mit 1000-facher Vergrößerung, Zeitstandversuch an Luft bei T = 982°C, σ_0 = 17 MPa , t_u = 557h (b), 80Ni20Cr-Legierung mit 1,33% Si, vakuumgeschmolzen [19]

Die Untersuchung der Sauerstoff- und Stickstoffgehalte zu verschiedenen Zeiten bei einer Ni-Cr-Al-Legierung von [18] zeigt, dass vor allem der Stickstoffgehalt mit der Abnahme der Dehnrate korreliert (Bild 5.8). Die Nitride bildeten sich nicht an einer unbelasteten Probe, daher wurde vermutet, dass die Nitridbildung nur unter einer anliegenden Spannung erfolgt.

Die an Luft geprüften Proben von Ni-Cr-Al zeigen zum Zeitpunkt des Bruchs der im Vakuum geprüften Proben eine ähnliche Anzahl von Rissen, d.h. die Rissbildung wurde nicht von der Atmosphäre beeinflusst. Mit zunehmender Versuchsdauer nahm die Zahl der Risse sowie der Anteil der nadelförmigen Ausscheidungen (Nitride) zu [18].





Die Vorgänge des Kriechens und der Rissbildung werden nicht nur durch Legierungselemente, sondern auch bereits durch Verunreinigungen im Werkstoff beeinflusst. Widmer und Grant [19] verglichen vakuum- und an Luft geschmolzene Legierungen miteinander. Die Beobachtungen ließen darauf schließen, dass die Unreinheiten bei der luftgeschmolzenen Legierung zunächst das Korngrenzgleiten behindern, dann aber den Rissfortschritt begünstigen. Bei diesen Legierungen wurden längere Risse beobachtet. Bei der vakuumgeschmolzenen Legierung findet mehr Korngrenzgleiten statt, dies führt zu einer höheren Anzahl von kurzen Rissen an Korngrenzen und Tripelpunkten.

5.4.1 Ursache der Dehnratenabnahme im tertiären Kriechbereich

Die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit im tertiären Kriechbereich wird vor allem auf die Bildung der Oxide in den Kriechrissen zurückgeführt. Mehrere Auswirkungen der Oxidbildung sind denkbar:

- Abrundung der Rissspitze durch die Oxide und somit Verringerung der Spannungsintensität an der Rissspitze [18]
- Füllung der Risse durch Oxide und somit Wiederherstellen eines größeren, tragenden Querschnitts [18], [21]
- Verfestigung der Legierung vor der Rissspitze durch die Oxidation [18]
- verfestigende Wirkung der Nitride in der Matrix um die Risse [19]

Ob ein einzelner Aspekt oder eine Überlagerung mehrerer Effekte die Verfestigung des Werkstoffs bewirkt, konnte bisher nicht aufgeklärt werden. Es kann lediglich ausgeschlossen werden, dass alleine die Nitride eine entsprechende Wirkung haben, da in Versuchen an reinem Stickstoff keine Dehnratenabnahme beobachtet wurde (Tabelle 5.4), [18]. Eine reine Sauerstoffatmosphäre führte zwar auch zur Dehnratenabnahme, die Versuchsdauer ist jedoch noch deutlich kürzer als an Luft.

55 MPa, 816°C	Dehnraten- abnahme	Bruchzeit	Minimale Kriechrate	Bruchdehnung
Atmosphäre		t _u		
		(h)	(%/h)	(%)
Luft	mit	1228	0,020	35
Vakuum	ohne	83,5	0,019	2,8
Sauerstoff	mit	195,7	0,021	21,2
Stickstoff	ohne	102,7	0,019	6,4

Tabelle 5.4 Kriechverhalten in unterschiedlichen Atmosphären [18]

Da die Dehnratenabnahme auch bei reinem Nickel beobachtet wurde, ist davon auszugehen dass eine Wechselwirkung von Nickel und Sauerstoff maßgeblich ist. Der ebenfalls in der Luft enthaltene Stickstoff verstärkt die Wirkung möglicherweise durch die Bildung von Nitriden. Da sich die Werte der minimalen Kriechrate kaum unterscheiden, ist dies ein Hinweis darauf dass der Umgebungseinfluss erst in späteren Kriechstadien wirksam wird.

Auch im primären und sekundären Kriechbereich kann das Werkstoffverhalten von der Umgebungsatmosphäre beeinflusst sein. Bei den Untersuchungen von [18], [19] zeigt sich die Tendenz, dass bei hohen Spannungen die Kriechfestigkeit im Vakuum höher und die Kriechgeschwindigkeit geringer als an Luft ist, bei niedrigeren Spannungen kehrt sich dies um. Bei den Versuchen an der Ni-Cr-Al-Legierung war dies nur bei der höchsten geprüften Temperatur von 1038°C der Fall, bis 816°C konnte kein deutlicher Einfluss der Atmosphäre auf die minimale Kriechrate festgestellt werden (Tabelle 5.4, [18]).

Shahinian und Achter [18] gehen von einer Wechselwirkung zwischen Entfestigung und Verfestigung durch Sauerstoff aus. Bei Versuchen mit hohen Spannungen und somit kurzen Versuchsdauern ist die Zeit zur Bildung der verfestigenden Oxide zu kurz und es zeigt sich nur der entfestigende Einfluss von Sauerstoff. Die Festigkeit ist an Luft geringer, da hier die Oberflächenenergie niedriger ist, was in einem begünstigten Rissfortschritt resultiert. Bei niedrigeren Spannungen und entsprechend langen Versuchszeiten können sich die verfestigenden Oxide bilden. Die Temperatur beeinflusst den Prozess ebenfalls. Diese Theorie erklärt jedoch nicht die höhere Kriechfestigkeit an Luft bei mittleren Spannungen. Oxide ermöglichen eine tragfähige Verbindung von Einzelteilen aus Nickel und verschiedenen Nickelbasislegierungen (Inconel 600, Udimet 500, Inconel X) wie von [22] gezeigt wurde. Es wurden Proben in zwei Teilen gefertigt und diese mehrere Stunden voroxidiert. Anschließend wurden die Probenhälften unter leichtem Druck (0,7 bis 2,6 MPa) gesintert (16 bis 88h). Die Voroxidation und das Sintern fanden bei Temperaturen zwischen 800 bis 1000°C statt. Die Verbindung zeigte eine Zugfestigkeit von ca. 10 bis 15 MPa bei 900°C. Längeres Voroxidieren verringerte die Festigkeit, längeres Sintern wirkte sich positiv aus. Bei den Versuchen mit reinem Nickel war die Festigkeit der Oxidverbindung höher als bei den untersuchten Nickelbasislegierungen. Ähnliche Ergebnisse wurden in [21] auch bereits an reinem Nickel festgestellt.

5.4.2 Einfluss verschiedener Versuchsparameter auf das Auftreten der Dehnratenabnahme

Ob eine Dehnratenabnahme auftritt oder nicht, scheint zunächst vor allem von der Temperatur und der Versuchsspannung abzuhängen. Es zeigen sich jedoch auch Hinweise auf den Einfluss der Probenform.

Temperatur, Spannung & Zeit

Im Allgemeinen tritt die Dehnratenabnahme bei höheren Temperaturen, und innerhalb einer Temperatur bei niedrigen Spannungen auf [19].

Mit höherer Temperatur tritt die Dehnratenabnahme bei kürzerer Versuchslaufzeit auf. Dies korreliert mit dem Sauerstoffgehalt, welcher bei höheren Temperaturen bereits zu einem frühen Versuchszeitpunkt höher ist als bei niedrigeren Temperaturen (Tabelle 5.5).

Temperatur	Dehnraten-	Status	Spannung	Bruchzeit	Gewichtsanteil		
Т	abnahme	Status	σ_0	t _u	0	Ν	
(°C)			(MPa)	(h)	(%)	(%)	
705°C	ohne	В	207	58	0,011	0,0361	
816°C	mit	В	55	1228	0,243	0,8094	
1038°C	ohne	В	28	2,5	0,382	0,2699	
1038°C	mit	AG	21	731	0,739	1,149	

Tabelle	5.5	Gehalt	an	Sauerstoff	und	Stickstoff	bei	einer	Ni-Cr-Al-Legierung	(bestimmt	mittels
"vacuur	n fus	ion met	hod	") [18]							

Dieser Zusammenhang dürfte darauf zurückzuführen sein, dass bei höheren Temperaturen die Diffusion von Sauerstoff schneller erfolgen kann. Bei Bruch (1228h) hat der Sauerstoffgehalt nur noch leicht zugenommen, der Stickstoffgehalt weiter stark. Möglicherweise wurde der Sauerstoffgehalt durch Ablösen und Abblättern der Oxide auf der Probenoberfläche reduziert.

Probenform

Ein weiterer Einflussfaktor ist der Probenquerschnitt. Im Vergleich zu einer früheren Untersuchung mit einer Nickel-Chrom-Legierung [23] tritt die Dehnratenabnahme bei der Ni-Cr-Al-Legierung zu späteren Zeiten ein. Da beide Legierungen eine vergleichbare Oxidationsbeständigkeit besitzen, gehen [18] davon aus, dass das größere Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnis der dünneren Ni-Cr-Proben die Oxidation der inneren Risse begünstigt hat.

Bei den Versuchen mit reinem Nickel [17] trat bei den zwei Fällen der Dehnratenabnahme (816°C, 20,7 und 17,2 MPa) der Bruch immer in der Ausrundung der Probe/Radienübergang ("fillet") ein. Reuther et al. [24] stellten ebenfalls Brüche im Radienübergang bei Nickel- und Nickelbasis-Zeitstandproben unter hoher Temperatur und niedriger Spannung fest. Diese könnten unabhängig vom Umgebungseinfluss auch durch die Kerbwirkung der Radien verursacht werden. Weitere Versuche an kegelförmigen Rundstäben zeigten jedoch, dass in dickeren Bereichen der Proben weniger oxidgefüllte Risse vorhanden sind, und dort der Bruch an Netzwerken von oxidfreien Rissen eintritt. Dünnere Probenbereiche weisen einen höheren Anteil von oxidgefüllten Rissen und somit eine höhere Verfestigung auf. Im Vakuum brachen die Proben an der dünnsten Stelle.

Die Dehnratenabnahme wird also von einem hohen Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnis begünstigt, sowie von einem kleinen Probenquerschnitt. Vermutlich ist dies darauf zurückzuführen, dass in diesen Fällen die Atmosphärenbestandteile schneller ins Probeninnere gelangen und die Bildung von Korrosionsprodukten stattfindet, bevor die Kriechschädigung so stark ist dass sie zum Bruch führt.

5.5 Modelle zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens

Für die Beschreibung des zeitabhängigen Werkstoffverhaltens unter Hochtemperaturbeanspruchung existieren zahlreiche Modelle für verschiedene Beanspruchungsfälle und werkstoffspezifische Besonderheiten. Zur Lebensdauerbewertung der Industriebauteile ist vor allem die zeitabhängige Beschreibung der Kriechverformung unter statischer Beanspruchung relevant, die bei Nicrofer 6025 HT zusätzlich von der Korngröße beeinflusst wird. Des Weiteren kann mittels geeigneter Zeit-Temperatur-Parameter, welche in der Regel sehr einfach aufgebaut sind, die Bauteilverformung bzw. -lebensdauer schnell und unkompliziert abgeschätzt werden.

5.5.1 Modellierung des Kriechverhaltens

Zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens unter statischer Hochtemperaturbeanspruchung existieren bereits verschiedene Ansätze, welche in unterschiedlicher Komplexität das werkstoffmechanische Verhalten oder rein phänomenologisch den Kriechkurvenverlauf abbilden. Im Vorhaben wurden phänomenologische Modellierungen verwendet. Eine umfassendere Erläuterung der verschiedenen Kriechgleichungen sowie die Vorgehensweise zur Parameteranpassung ist in [25] zu finden.

Eine einfache Beschreibung des Kriechverhaltens kann anhand des Norton'schen Kriechgesetzes [26] erfolgen. Darin wird die minimale Kriechgeschwindigkeit

$$\dot{\varepsilon}_{p,min} = C_1 \cdot \sigma_0^{n_1} \tag{5.1}$$

in Abhängigkeit von der Spannung mittels einer werkstoff- und temperaturabhängigen Konstanten C_1 und dem Spannungsexponent n dargestellt. Der Wert des Spannungsexponenten ändert sich in der Regel mit dem Kriechmechanismus. Diffusionskriechen liegt bei sehr geringen Exponenten von $n \approx 1$ vor, bei mittleren bis hohen Exponenten im Bereich $3 \le n \le 40$ wird von Versetzungskriechen ausgegangen. Bei Reinmetallen nimmt der Spannungsexponent Werte von n = 4...5 an, bei Legierungen können die Werte darunter oder darüber liegen [3].

Die Temperaturabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit folgt in der Regel einem Arrhenius-Ansatz, welcher in vielen Anwendungsgebieten zur Abbildung der Temperaturabhängigkeit von Reaktionen bekannt ist. Er beinhaltet die Aktivierungsenergie für Kriechen Q_C (pro Mol), und führt zusammen mit der spannungsabhängigen Formulierung nach Gl. 5.1 zu

$$\dot{\varepsilon}_{p,min} = B \cdot \sigma^n \cdot e^{-\frac{Q_c}{RT}}$$
5.2

mit der Konstanten B und dem Spannungsexponenten n.

Aufbauend auf dem Kriechgesetz von Norton wurde die Norton-Bailey-Gleichung

$$\varepsilon_f = K \cdot \sigma^n \cdot t^m \tag{5.3}$$

entwickelt. Diese beinhaltet die Modellierung des zeitabhängigen Verlaufs der Kriechrate im primären und tertiären Kriechbereich. Die Abbildung der Kriechdehnung ϵ_f erfolgt hier

zusätzlich zu der temperatur- und werkstoffabhängigen Konstante K und dem Spannungsexponent n durch die Beanspruchungsdauer t und einen Zeitexponenten m [27].

Zur Beschreibung aller drei Kriechbereiche werden häufig Summenansätze herangezogen, die aus einzelnen Termen für primären, sekundären und den tertiären Kriechen bestehen (Bild 5.9).



Bild 5.9 Terme für die einzelnen Kriechbereiche I, II, III und Summenbildung der Graham-Walles-Modellierung

Ein einfacher Ansatz ist hierfür die Kriechgleichung nach Graham und Walles

$$\varepsilon = \sum_{j} K_{j} \cdot \sigma^{n} \cdot t^{m} , j = 1...3.$$
 5.4

In der ursprünglichen Form waren die Zeitexponenten an die Andrade-Gleichung angelehnt und entsprechend auf $m_1 = 1/3$, $m_2 = 1$, $m_3 = 3$ festgelegt [28].

Um zusätzlich die Abhängigkeit von der Temperatur zu berücksichtigen, sind Kriechgleichungen mit zunehmend komplexerem Aufbau erforderlich.

Eine Möglichkeit ist, für die einzelnen Kriechbereich Produktansätze der Form

$$\varepsilon_{p,j} = f_j(\sigma_0) \cdot g_j(T) \cdot h_j(t) \text{ mit } j = 1,2,3$$
 5.5

zu bilden [29]. Die Temperaturabhängigkeit wird häufig durch den bereits erläuterten Arrhenius-Ansatz bzw. einfache Modifikation beschrieben, wobei die Aktivierungsenergie ΔH und die universelle Gaskonstante R hervorgehen:

$$g(T) = B_1 \cdot e^{\frac{-\Delta H}{RT}} = e^{B - \frac{Q}{T}}$$
 5.6

Grundlage vieler weiterer Gleichungen bildet die Formulierung von Garofalo:

$$f_2(t) = \theta_1 \left(1 - e^{-\theta_2 t} \right) + \dot{\varepsilon}_{min} \cdot t$$
5.7

Für Θ_1 und Θ_2 sind verschiedene spannungs- und temperaturabhängige Terme möglich. Eine verbreitete Kriechgleichung ist beispielsweise das Theta-Projektionsverfahren

$$\varepsilon_f = \theta_1 \left(1 - e^{-\theta_2 t} \right) + \theta_3 \left(e^{\theta_4 t} - 1 \right)$$
 5.8

welches auf der Garofalo-Gleichung basiert [30], [31]. Die Theta-Funktionen werden in der

Literatur häufig mit dem Aufbau

$$\theta_i = e^{a_j + b_j T + c_j \sigma + d_j \sigma T}$$
 5.9

gebildet [32].

Eine weitere, aus der Garofalo-Gleichung entwickelte Formulierung ist die sogenannte "modifizierte Garofalo-Gleichung"

$$\varepsilon_{per} = \varepsilon_i + \varepsilon_{f1} + \varepsilon_{f2} + \varepsilon_{f3}$$
 5.10

$$= \varepsilon_1 + \varepsilon_{f1\,max} \cdot \left(1 - e^{-D\left(\frac{t}{t_{12}}\right)^u}\right) + \dot{\varepsilon}_{p\,min} \cdot t + C_{23} \cdot \left(\frac{t}{t_{23}}\right)^f \qquad 5.11$$

welche am IfW entwickelt wurde [33] und sich in vielen Anwendungen bewährt hat. Für die minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}_{p,min}$ und den Maximalbetrag des Primärkriechens ε_{f1max} existieren verschiedene spannungs- oder spannungs- und temperaturabhängige Ansätze [25]. Für letztere Ansätze sind einige Beispiele in Tabelle 5.6 und Tabelle 5.7 aufgelistet.

Tabelle 5.6 Funktionen zur Modellierung der minimalen Kriechrate in Abhängigkeit von Spannung und Temperatur ([σ]=MPa, [T]=K)

$$\dot{\varepsilon}_{p\ min} = K_{20} \cdot e^{-\frac{Q_{k2}}{T}} \cdot \sigma^{n_2} \cdot e^{(a_{20}+a_{21}\cdot T)\cdot\sigma^{b_2}}$$
$$\dot{\varepsilon}_{p\ min} = K_{20} \cdot e^{-\frac{Q_{k2}}{T}} \cdot \sigma^{n_2}$$
$$\dot{\varepsilon}_{p\ min} = K_{20} \cdot e^{-\frac{Q_{k2}}{T}} \cdot e^{(a_{20}+a_{21}\cdot T)\cdot\sigma^{b_2}}$$
$$\dot{\varepsilon}_{p\ min} = K_{20} \cdot e^{-\frac{Q_{k2}}{T}} \cdot \sinh(\sigma) \cdot e^{(a_{20}+a_{21}\cdot T)\cdot\sigma^{b_2}}$$

Tabelle 5.7 Funktionen zur Modellierung des Maximalbetrags des Primärkriechens in Abhängigkeit von Spannung und Temperatur ([σ]=MPa, [T]=K)

$$\varepsilon_{f1\,max} = K_{10} \cdot e^{-\frac{Q_{k1}}{T}} \cdot \sigma^{n_1} \cdot e^{(a_{10}+a_{11}\cdot T)\cdot\sigma^{b_1}}$$

$$\varepsilon_{f1\,max} = K_{10} \cdot e^{-\frac{Q_{k1}}{T}} \cdot \sigma^{n_1}$$

$$\varepsilon_{f1\,max} = K_{10} \cdot e^{-\frac{Q_{k1}}{T}} \cdot e^{(a_{10}+a_{11}\cdot T)\cdot\sigma^{b_1}}$$

$$\varepsilon_{f1\,max} = K_{10} \cdot e^{-\frac{Q_{k1}}{T}} \cdot \sinh(\sigma) \cdot e^{(a_{10}+a_{11}\cdot T)\cdot\sigma^{b_1}}$$

$$\varepsilon_{f1\,max} = K_{10} \cdot e^{-\frac{Q_{k1}}{T}}$$

Die komplexeren Kriechgleichungen können das Kriechverhalten mit einer höheren

Genauigkeit abbilden, jedoch steigt auch der Aufwand der Parameterbestimmung. Trotz der vielen Anpassungsmöglichkeiten bilden die Gleichungen das Kriechverhalten verschiedener Werkstoffe mit unterschiedlicher Genauigkeit ab. Für jeden Werkstoff ist die Eignung einzeln zu überprüfen.

Für den Einfluss der Korngröße auf das Kriechen gibt es verschiedene Berechnungsansätze, welche sich auf die minimale Kriechrate beziehen. Häufig wird der Ansatz mit der Form

$$\dot{\varepsilon}_{p,min} = A \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \left(\frac{1}{d}\right)^p e^{\frac{-Q_c}{RT}}$$
5.12

verwendet, mit dem Schubmodul G und der Gaskonstante R [34]. Der Exponent p des Korndurchmessers d, sowie der Parameter A, der Spannungsexponent n und die Aktivierungsenergie für Kriechen sind abhängig von Spannung und Temperatur.

Für den Fall, dass Nabarro-Herring-Kriechen vorliegt, wird der Zusammenhang $\dot{\varepsilon}_{NH} \propto d_k^{-2}$ gefunden, bei der Coble-Theorie gilt $\dot{\varepsilon}_C \propto d_k^{-3}$ [3].

Um die Kriechverformung bei veränderlichen Beanspruchungen zu berechnen, existieren verschiedene Ansätze zum Übergang von einer Spannung auf eine niedrigere Spannung. Meist wird die Dehnungsverfestigungsregel eingesetzt, da sie das Primärkriechen bei Spannungszunahme und die Verringerung der Kriechgeschwindigkeit bei Spannungsabnahme besser beschreibt. Die Dehnungsverfestigungsregel gibt vor, dass bei einer Spannungsänderung sich die zu erwartende Kriechgeschwindigkeit aus der erreichten Kriechdehnung ableitet.

5.5.2 Zeit-Temperatur-Parameter

Neben dem Kriechverhalten sind vor allem für die Bauteilauslegung im Hochtemperaturbereich die Zeitdehngrenzen und die Zeitstandfestigkeit der Werkstoffe von Interesse. Eine temperatur-, spannungs- und zeitabhängige Beschreibung dieser Kennwerte lässt sich bei den unterschiedlichsten Werkstoffen durch die Bestimmung eines "Zeit-Temperatur-Parameters" P(t, T) realisieren.

Die meist verwendete Form ist der Larson-Miller-Parameter P_{LM} [35]. Er leitet sich aus der Monkman-Grant-Beziehung [36]

$$t_u = \frac{K_1}{\dot{\varepsilon}_{p,min}}^m \tag{5.13}$$

ab, nach der die Bruchzeit zur Kriechgeschwindigkeit umgekehrt proportional ist. Diese wird

um die Temperaturabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit anhand der Arrhenius Beziehung $\dot{\varepsilon}_{p,min} \propto e^{-\frac{Q}{RT}}$ ergänzt. Man erhält den Zusammenhang (bei Einsetzen der Temperatur in Kelvin)

$$P_{LM} = T \cdot (C + \lg t), \qquad 5.14$$

wobei C eine werkstoffabhängige Konstante ist. Oft kann mit C=20 bereits eine relativ gute Näherung erreicht werden, wie von Larson und Miller nach Untersuchungen an verschiedenen Werkstoffen festgestellt worden war.

Es zeigte sich jedoch, dass die Annahme von Larson und Miller, der lineare Zusammenhang der logarithmierten Bruchzeit und dem Kehrwert der Temperatur unter konstanter Spannung, nicht für jeden Werkstoff gilt. Es wurden daher weitere Zeittemperaturparameter z.B. von Sherby-Dorn, Manson-Haferd und Manson-Brown entwickelt. Der Manson-Brown-Parameter

$$P_{LM} = \frac{\lg t + \lg t_a}{|T - T_a|^R}$$
 5.15

bietet die meisten Anpassungsmöglichkeiten, so dass durch entsprechende Parameterwahl die anderen drei genannten Zeittemperaturparameter abgebildet werden können.

Mittels des Zeit-Temperaturparameters können alle Versuchsergebnisse eines Werkstoffs für verschiedene Spannungen und Temperaturen in einer Kurve, der sogenannten Meisterkurve aufgetragen werden (Bild 5.10).



Bild 5.10 Schematische Darstellung der Mittelwertkurven der Zeitstandfestigkeit bei verschiedenen Temperaturen (a) mit Hilfe des Zeit-Temperatur-Parameters nach Larson-Miller (b) [37]

Die Meisterkurve kann mittels einer geeigneten mathematischen Anpassung, meist einer Polynomfunktion, modelliert werden, beispielsweise für den Larson-Miller-Parameter mit

$$P_{LM} = T \cdot (C + \lg t_u) = \sigma(T, t).$$
5.16

Anhand dieser Beschreibung können nun Kennwerte für verschiedene Temperaturen, Spannungen oder Zeiten errechnet werden und bis zu einem gewissen Grad extrapoliert werden. Die Gültigkeit der Modellierung außerhalb des untersuchten Spannungs-, Temperatur- und Zeitbereiches kann durch temperaturabhängige Änderungen der Kriechmechanismen etc. beschränkt sein.

Mittels der Meisterkurve ist ferner die Bestimmung eines für die Gesamtheit der Versuche gültigen Streubandes möglich. Streuungen in zeitabhängigen Kennwerten treten durch Unterschiede in der Herstellung einzelner Schmelzen und durch Messunsicherheiten im Versuch auf. Durch die Kenntnis des mittleren Werkstoffverhaltens und des unteren Streubandes kann eine zuverlässige Bauteilauslegung erfolgen.

Eine weitere Anwendung der Meisterkurve ist die Verwendung der gemittelten Werkstoffdaten bei der Modellierung von mittleren Kriechkurven. Zunächst werden Meisterkurven für verschiedene Dehngrenzen erstellt. Dazu ist anstatt der Bruchzeit die Zeit bis zum Erreichen einer Dehngrenze in die Parametergleichung, z.B. Gl. 5.14, einzusetzen. Aus der Meisterkurve lassen sich die gemittelten Zeitdehngrenzen ablesen und daraus mittlere Kriechkurven bilden. Die Vorgehensweise wurde am IfW bereits häufig zur Auswertung von Zeitstanddaten benutzt [38], [39].

5.6 Lebensdauerbewertung

Zur Bewertung der Lebensdauer von Bauteilen müssen zunächst die Bauteilbeanspruchungen analysiert werden. Bei Hochtemperaturbauteilen ist häufig eine wechselnde Temperaturbeanspruchung gegeben, die sich mit einer statischen und/oder wechselnden mechanischen Beanspruchung überlagert. Des Weiteren ist eine korrosive Beanspruchung durch die Bestandteile der Umgebungsatmosphäre oder durch den Kontakt mit dem Werkstück möglich.

Um das Bauteilverhalten bewerten zu können, wird eine Abschätzung der Lebensdauer vorgenommen. Dazu muss das Werkstoffverhalten ermittelt werden bzw. die Werkstoffschädigung bestimmt werden. Die Modellierung des Werkstoffverhaltens kann anhand der Versuchsergebnisse aus Warmzug-, Kriech- und Ermüdungsversuchen erfolgen. Mittels der Materialgesetze lässt sich unter Einsatz von FEM-Berechnung das Bauteilverhalten berechnen. Die Ableitung des Werkstoffverhaltens aus den Versuchsdaten und das Verfahren zur Abschätzung der Lebensdauer stellt eine Hypothese dar, welche mit Bauteilversuchen oder Daten aus dem Bauteilbetrieb verifiziert werden müssen. Die Vorgehensweise ist schematisch in Bild 5.11 dargestellt.



Bild 5.11 Lebensdauerbewertung von Bauteilen, schematisch

Ein häufig verwendeter Ansatz bei statischer und wechselnder mechanischer Beanspruchung ist die Lebensdauerbewertung nach der Miner-Regel und der Lebensdaueranteil-Regel (LDAR)

$$L = \sum \frac{\Delta N}{N_A} + \sum \frac{\Delta t}{t_u}$$
 5.17

Diese wurde von Taira [40] eingeführt, um die Lebensdauer bei reiner Kriech- und reiner Ermüdungsbeanspruchung, aber auch in der Überlagerung, also Kriechermüdungsbeanspruchung zu bewerten.

Zur Ermittlung der Schädigung durch Kriechen wird die jeweilige Betriebsdauer bei einer Temperatur ins Verhältnis zur "Gesamtlebensdauer" bei dieser Temperatur gesetzt. Als Gesamtlebensdauer kann z.B. eine Zeitdehngrenze oder die Zeitstandfestigkeit eingesetzt werden. Der Lebensdauerverbrauch L ist zu Beginn Null. Bei Beanspruchung mit einem einfachen, einem der zugrunde liegenden Versuche entsprechenden Beanspruchungskollektiv, z.B. konstante Last bzw. konstante Temperatur lässt sich ein theoretischer Wert von L = 1 annehmen. Eine Überlagerung verschiedener mechanischer Beanspruchungen oder ein Wechsel von Temperatur oder mechanischer Beanspruchung kann zu einer überlagerten Schädigung und somit einem niedrigeren L-Wert L<1 führen, auch als kritische Lebensdauer L_{krit} bezeichnet.

Die Ermittlung der kritischen Lebensdauer L_{krit} erfolgt auf Basis komplexer Versuche mit möglichst betriebsnahem Ablauf [41]. Die rechnerischen Schadensanteile werden dabei aus der Werkstoffantwort und den Lebensdauerkennlinien für Anriss bzw. Bruch oder für eine begrenzte Dehnung ermittelt.

Für andere Anwendungsbereiche, z. B. Dampfkraftwerke wurden in der Vergangenheit intensive Werkstoffforschung durchgeführt und Bauteilberechnungsverfahren konzipiert und angewendet [38], [41].

5.7 Bauteile im Industrieofenbau

Im Industrieofenbau unterliegen die Bauteile sehr hohen Temperaturen bis 1200°C sowie überlagerter mechanischer und korrosiver Beanspruchung. Unter diesen Betriebsbedingungen weisen die Bauteile eine relativ geringe Lebensdauer von wenigen Jahren auf. Je nach Einsatzgebiet sind wechselnde Temperaturen sowie Umgebungsatmosphären unterschiedlicher Zusammensetzung möglich. Die mechanische Beanspruchung ist häufig statisch, kann jedoch auch wechselnd sein wie z.B. bei Ofenrollen.

Die Lebensdauerbewertung der Industrieofenbauteile erfolgte bisher mittels einfacher Kennwerte, z.B. der 10.000h-Zeitstandfestigkeit oder Dehngrenzen und Sicherheitsfaktoren von ca. 1,5 [42], [43] sowie der Erfahrungswerte aus dem Betrieb. Bei wechselnden Temperaturen oder Spannungen lassen sich die Regeln von Robinson, Palmgren-Miner und Taira verwenden, wie auch am IfW zahlreiche Untersuchungen gezeigt haben [27].

Am IfW sollte eine verbesserte Lebensdauerbewertungsmethode für zwei typische Bauteile, Ofenmuffel und Ofenrolle, entwickelt werden. Zu den beiden Bauteilen wurden die Geometriedaten und Beanspruchungen in Zusammenarbeit mit den Industriepartnern zusammengetragen.

5.7.1 Ofenmuffel

Im Anlagenbau bzw. Industrieofenbau werden Ofenmuffeln in Wärmebehandlungsanlagen eingesetzt. Die Daten der untersuchten Ofenmuffel eines Vertikal-Bandglühofens (Bild 5.12) wurden von der Firma EBNER bereitgestellt. Die Muffeln aus Nicrofer 6026 HT werden seit 1995 zur Wärmebehandlung von hochlegierten Cr- und CrNi-Stähle eingesetzt.

Die Aufgabe der Ofenmuffeln ist es, das Glühgut in der Muffel vor den Abgasen der Brenner außerhalb abzuschirmen und ggfs. eine bestimmte Umgebungsatmosphäre gewährleisten zu können. Die im Betrieb vertikal hängende Muffel besteht aus verschweißten Rohrstücken in nach unten hin abnehmender Wandstärke, um eine möglichst gleichmäßige Spannungsverteilung durch das Eigengewicht zu realisieren. Die Aufhängung der Muffel erfolgt am oberen Ende durch eine Flanschverbindung und nach unten hin hängt sie frei.

Die Ausdehnung der Muffel nach unten aufgrund thermischer Dehnung und Kriechen wird durch eine Flüssigringdichtung ermöglicht, welche gleichzeitig die Wasserstoffatmosphäre im Muffelinneren von dem Heizungsrauchgas der Brenner an der Muffelaußenseite abdichtet.



Bild 5.12 Vertikale Ofenmuffel aus Nicrofer 6025 HT, Länge 24m (Quelle: EBNER Industrieofenbau), Skizze des Aufbaus

Die Beanspruchung der Ofenmuffel besteht aus einer konstanten Last aufgrund des Eigengewichts sowie wechselnden Temperaturen. Die Temperaturverteilung der Muffel kann als axial konstant angenommen werden. Zeitabhängig variiert die Temperatur entsprechend dem Betriebszyklus, ein möglicher Zyklus ist in Bild 5.13 dargestellt. Die Muffel wird in der Praxis ausgetauscht, sobald an den am höchsten beanspruchten, oberen Muffelabschnitten eine lokale Dehnung von ca. 11% erreicht wird.

Ein unerwünschtes Schadensbild ist die Krümmung des Bauteils, welche auf die bereits in

früheren Untersuchungen von Ebner festgestellte, starke Inhomogenitäten in der Korngrößenverteilung des Werkstoffs Nicrofer 6025 HT zurückzuführen sein könnte.



Bild 5.13 Möglicher Betriebszyklus der Ofenmuffel

Um bei den Betriebstemperaturen bis zu 1200°C eine Lebensdauer von mehreren Jahren zu erreichen, werden sehr niedrige Bauteilspannungen von ca. 1 MPa realisiert. Materialdicken von 6 bis 30 mm sind üblich. Für diese niedrigen Spannungen sind jedoch selten Werkstoffdaten verfügbar, so dass eine Extrapolation erfolgen muss, welche nur mit einer begrenzten Zuverlässigkeit erfolgen kann.

5.7.2 Ofenrolle

In Rollenherdöfen für Wärmebehandlungen wie Normalisieren, Lösungsglühen, Härten, Anlassen, werden Ofenrollen zum Transport des Glühguts eingesetzt. Die Rollen bestehen aus einem Rohrkörper und Rollenzapfen an dessen Enden. Beim Einsatz der neuen Werkstoffe (Nicrofer 6025 HT, Centralloy 60 HT R) kann in den derzeitigen Anwendungsfällen auf die sonst übliche Innenkühlung verzichtet werden. Die Rollen sind durch ein Fest- und ein Loslager gelagert. Letzteres nimmt die axiale Dehnung durch Wärmedehnung und Kriechen auf. Bei dem Glühgut handelt es sich in der Regel um Bleche oder stangenförmiges Material (Bild 5.14).



Bild 5.14 Rollenherdofen (Quelle: ThyssenKrupp VDM) (a), Skizze Ofenrolle mit stangenförmigem Glühgut (b)

Die Gewichtsverteilung auf der Rolle und die lokalen Flächenpressungen können daher variieren. Das Eigengewicht der Ofenrolle und das Gewicht des Glühgutes führen zu axialen Zug- und Druckspannungen, welche aufgrund der Rollendrehung ständig wechseln.

Die Rollen werden kontinuierlich gedreht, da sich ein Stillstand der Rollen unter hoher Temperatur erfahrungsgemäß negativ auf die Lebensdauer der Rollen auswirkt [43]. Die Biegebeanspruchung variiert somit zwischen Leerlauf und Beladung mit Glühgut. Die Drehfrequenz der Rollen liegt bei ca. 0,005-0,05 Hz (0,3-3 Umdrehungen/Minute). Die Ofenkammern werden direkt durch Brenner unterhalb und oberhalb der Rollen beheizt. Die Temperaturverteilung kann inhomogen sein, z.B. aufgrund von Abgasabzugsanlagen, welche seitlich angeordnet sein können oder schlechter Zirkulation aufgrund sehr breitem Glühgutblech, sowie der ungleichmäßigen Wärmverteilung durch die einzelnen Brenner. Ein leichter Überdruck im Ofen verhindert das Eindringen kalter Luft.

Die Auslegung erfolgt üblicherweise mit einfachen Formeln des Maschinenbaus auf Biegung, Torsion, Hertz'sche Flächenpressung und je nach Antriebsart Reibung mit dem Glühgut. Aufgrund der langsamen Drehfrequenz der Rollen wird nicht auf Dehnwechselfestigkeit, sondern auf Zeitstandfestigkeit ausgelegt, in der Regel auf die 1%-10.000h-Zeitdehngrenze. Dies entspricht der Annahme einer Biegebeanspruchung bei stehender Rolle und ist somit sehr konservativ, was sich auch in meist deutlich längeren Laufzeiten der Ofenrollen zeigt. Die Lebensdauer statisch wird mit der Lebensdaueranteilregel und zyklisch auf Spannungswechselfestigkeit nach der Miner-Regel abgeschätzt.

Es wird eine "minimum sound wall" bei der Auslegung berücksichtigt, d.h. dass vom realen Querschnitt Abschläge aufgrund von unbearbeiteter Gußoberfläche bzw. Inhomogenitäten im oberflächennahen Bereich durch den Gußprozess eingehen.

Im Betrieb wird eine Aufweitung des Rollenumfangs beobachtet, welche erfahrungsgemäß bei 3-5% einen kritischen Wert erreicht, bevor Risse und später ein Versagen der Rollen auftritt. Ein weiteres Kriterium ist die Längung am Loslager. Weitere Schadensbilder betreffen die Bildung von Beulen auf der Oberfläche, welche auf lokale Temperaturgradienten zurückzuführen sind.

Bei einer Betriebstemperatur von 1000°C in Normalisierungsöfen wird eine Lebensdauer der Ofenrollen von meist 5 bis 7 Jahren anvisiert.

6 Versuchswerkstoffe, Versuchsprogramm und Durchführung

6.1 Versuchswerkstoffe

Als Versuchswerkstoffe lagen die Nickelbasis-Knetlegierung Nicrofer 6025 HT sowie die Gusslegierungen Centralloy 60 HT R und G-NiCr28W vor.

Der Werkstoff Nicrofer 6025 HT (alloy 602 CA, 2.4633, NiCr25Fe10AlY) ist eine hochwarmfeste Nickel-Chrom-Eisenlegierung, welche bei Temperaturen bis zu 1200°C eingesetzt werden kann. Der hohe Kohlenstoffgehalt von 0,20% bewirkt zusammen mit dem 25% igen Chromanteil die Ausscheidung von gleichmäßig verteilten, primär ausgeschiedenen Cr₂₃C₆-Karbiden mit geringen gelösten Mengen an Nickel und Eisen [44]. Die Karbide gehen bei den im vorliegenden Fall überprüften Lösungsglühtemperaturen bis 1250°C nicht vollständig in Lösung, daher spricht man von einem partiellen Lösungsglühen. Die Karbide liegen in zwei Ausscheidungsgrößen vor, Ausscheidungstyp I mit ca. 1-2 μ m Durchmesser und Ausscheidungstyp II mit ca. 8-20 μ m Durchmesser [44]. Die Primärkarbide tragen bis zu Temperaturen von 1250°C zur Festigkeitssteigerung bei. Gleichzeitig verringern sie die betriebsbedingte Grobkornbildung [1], wodurch auch bei langzeitigem Einsatz die hohe Duktilität beibehalten werden kann. Die Korrosionsbeständigkeit wird durch die Bildung einer Deckschicht aus Chrom- und Aluminiumoxiden gewährleistet. Die zulegierten Elemente Yttrium und Zirkonium verstärken die Haftung und somit die Beständigkeit der Schicht (Abschnitt 5.2). Anwendungsbereiche von Nicrofer 6025 HT liegen im Industrieofenbau und in Wärmebehandlungsanlagen, welche extreme korrosive Bedingungen und hohe mechanische Beanspruchungen aufweisen. Mögliche Bauteile sind Transportrollen für Keramiköfen, Strahlheizrohre, Ofenmuffeln und Brennerköpfe [45].

Bisher wurden einige Zeitstandkennwerte ermittelt, bei welchen bereits eine Abhängigkeit des Kriechverhaltens von der Korngröße festgestellt wurde [46]. Versuche zur Untersuchung der Dauerschwingfestigkeit wurden ebenfalls durchgeführt, welche mit abnehmender Prüffrequenz eine Verringerung der Ermüdungsfestigkeit zeigen [46].

Zur Durchführung der Versuche standen verschiedene Chargen des Werkstoffs Nicrofer 6025 HT bereit, um den Einfluss unterschiedlicher Korngrößen zu untersuchen. Allerdings variierte mit der Korngröße die Erzeugnisform, so dass unterschiedliche Probenformen gefertigt werden mussten. Neben den Blech- und Banderzeugnissen wurde eine Schweißverbindung bereitgestellt. Der Werkstoff lässt sich mit artgleichem Schweißzusatz WIG- und MIG-Schweißen. Es lässt sich eine sehr gute Qualität der Verbindung erreichen, wenn auf eine geringe Wärmeeinbringung und Vorgehen gemäß Vorgaben geachtet wird. Die Schweißverbindung vermindert dann die Kriechfestigkeits-, Dauerschwingfestigkeits- und Korrosionseigenschaften nicht, wie sich anhand entsprechender Versuche zeigte [1], [46].

Eine Übersicht über die Erzeugnisformen, Korngrößen und Wärmebehandlungen ist Tabelle 6.1 zu entnehmen.

Prüf- zeichen	Charge	Halbzeug	Proben- entnahme	Probenform	Korngröße µm	Wärmebehandlung
tKH	156817	Blech, 16 mm	Quer zur Walzrichtung	Rundprobe	75	1224°C, 92 min bewegte Luft, Durchlaufofen
tKO	162268	Blech, 19 mm	Quer zur Walzrichtung	Rundprobe Ø	85	1225°C, 115 min bewegte Luft, Durchlaufofen
tKN	156825	Band, 2mm	Quer / Längs	Flachprobe	33	1150°C/ 2,9min 1230°C/ 2,9min bewegter Wasserstoff, Durchlaufofen
tKJ	156825	Schweiß- verbindung aus tKN- Blechen		Flachprobe	33	1150°C/ 2,9min 1230°C/ 2,9min bewegter Wasserstoff, Durchlaufofen

Je Erzeugnisform wird ein Prüfzeichen zugeordnet. Der Großteil der Proben wurde quer zur Walzrichtung entnommen, da in dieser Orientierung ein Minimum der Eigenschaften erwartet wurde. Anhand unterschiedlich entnommener Flachproben des Prüfzeichens tKN konnte dies überprüft werden. Die chemische Zusammensetzung der Chargen ist in Tabelle 6.2 angegeben.

Die Gusslegierung Centralloy 60 HT R wurde aus Nicrofer 6025 HT entwickelt (Zusammensetzung in Tabelle 6.3). Durch die Herstellung im Gussverfahren ist es möglich, höhere Gehalte an Kohlenstoff und Aluminium zu realisieren. Des Weiteren wurde Wolfram zulegiert. Der höhere Aluminiumgehalt führt zur Ausbildung einer dichteren Aluminiumoxiddeckschicht, wodurch der Werkstoff sehr gute Korrosionsbeständigkeit in oxidierenden Atmosphären zeigt [47]. Das grobkörnige Erstarrungsgefüge weist primäre MC-Karbide (M = Nb, Zr, Ti) und längliche M₇C₃-Karbide (M = hauptsächlich Cr) auf den Dendritengrenzen auf. Des Weiteren bilden sich sehr feine γ -Teilchen (Ni₃Al) aus, welche sich allerdings bei Temperaturen über 1000°C auflösen [47]. Unter thermischer Beanspruchung bilden sich fein
verteilte Chromkarbide (M₂₃C₆) innerhalb der Dendriten, welche Versetzungsbewegung behindern und somit eine hohe Zeitstandfestigkeit ermöglichen [48]. Centralloy 60 HT R wird in Form von Schleudergußrohren oder Formgussendstücken gefertigt, und kommt als Ofenrolle in Lösungsglühanlagen oder Drehrohr in der chemischen Industrie zum Einsatz [47]. Weitere Anwendungen sind Retorten und Strahlheizrohre [49].

tKH												
Element	Cr	Ni	Mn	Si	Ti	Fe	S	Р	Al	С	Zr	Y
m %	25,2	62,1	0,06	0,07	0,17	9,6	0,002	0,005	2,4	0,17	0,08	0,06
tKO												
Element	Cr	Ni	Mn	Si	Ti	Fe	S	Р	Al	С	Zr	Y
m %	25,3	61,8	0,07	0,03	0,13	9,9	0,002	0,008	2,2	0,18	0,10	0,07
tKJ												
Element	Cr	Ni	Mn	Si	Ti	Fe	S	Р	Al	С	Zr	Y
m %	25,3	62,3	0,08	0,04	0,15	9,4	0,002	0,006	2,3	0,16	0,09	0,06
tKN (1568	325)											
Element	Cr	Ni	Mn	Si	Ti	Fe	S	Р	Al	С	Zr	Y
m %	25,3	62,3	0,08	0,04	0,15	9,35	0,002	0,006	2,3	0,164	0,09	0,06

Tabelle 6.2 Zusammensetzung der verschiedenen Chargen des Werkstoffs Nicrofer 6025 HT

Tabelle 6.3 Zusammensetzung Centralloy 60 HT R

Centralloy 60 HT R													
Element	Cr	Ni	Mn	Si	Ti	Fe	S	Р	Al	Nb	С	W	Y
m %	24,41	Basis	0,11	0,30	0,14	5,10	0,002	0,007	4,08	0,42	0,40	3,30	0,35

Als Vergleichswerkstoff wurde die Gusslegierung G-NiCr28W (2.4879) in geringem Umfang untersucht. Dieser bereits seit langer Zeit im Einsatz befindliche Werkstoff zeigt sehr gute Warmfestigkeitskennwerte bei mittleren Temperaturen, ist jedoch bei Temperaturen über 1100°C den neueren Werkstoffen unterlegen. Dies gilt ebenso für die Korrosionsbeständigkeit, da dieser Werkstoff nur eine Chromoxiddeckschicht ausbilden kann, welche bei Temperaturen ab 1100°C abdampft. Die Zeitstandfestigkeit beruht auf der Ausscheidungshärtung durch fein verteilte Sekundärkarbide und der Mischkristallhärtung durch Wolfram. Letzteres verringert zudem die Vergröberungsneigung der Karbide durch Ostwaldreifung. Die Zusammensetzung ist in Tabelle 6.4 angegeben. Der Werkstoff wird im Industrieofenbau, sowie in chemischen und petrochemischen Anlagen als z.B. Ofenrollen, Drehrohre, Strahlheizrohre, Retorten und weitere Ofenkomponenten eingesetzt.

Tabelle 6	5.4	Zusammensetzung	G-NiCr28W
-----------	-----	-----------------	-----------

G-NiCr28W													
Element	Cr	Ni	Mn	Si	Ti	Fe	S	Р	Al	Мо	С	W	Y
m %	27,89	47,39	1,20	1,55	0,14	Basis	0,005	0,012	0,045	0,03	0,47	4,53	0,35

Die beiden Gusslegierungen Centralloy 60 HT R und G-NiCr28W waren in Form von Schleudergußrohren zur Prüfung bereitgestellt worden (Tabelle 6.5).

Tabelle 6.5 Übersicht über die Versuchswerkstoffe und deren Halbzeugabmessungen

Prüf- zeichen	Werkstoff	Anzahl	Halbzeug	Außendurch- messer (mm)	Wanddicke (mm)	Länge (mm)	Proben- form
tKL	G-NiCr25Fe10Al	2	Rohr	210	23,3	137	Ø
tKM	G-NiCr28W	2	Rohr	210	23,3	150	Ø

6.2 Gefügecharakterisierung

Zunächst wurde das Ausgangsgefüge mittels ausführlicher metallographischer Untersuchungen charakterisiert. Von Interesse sind hierbei die Bestimmung der Korngröße beim Werkstoff Nicrofer 6025 HT, sowie bei allen Werkstoffen das Gefüge und die Charakteristik der Ausscheidungen.

6.2.1 Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Korngröße

Bei den drei zur Verfügung gestellten Chargen des Werkstoffs lagen unterschiedliche Korngrößen vor, um das Kriechverhalten abhängig von der Korngröße bestimmen zu können. Dazu wurde anhand von Schliffbildern die mittlere Korngröße jeder Charge ermittelt.

Die Korngrößen wurden im Rahmen des Forschungsvorhabens von mehreren Laboren der Projektpartner unter Anwendung verschiedener Verfahren ermittelt. Diese waren der Vergleich mit genormten Bildreihentafeln, Flächenauszählverfahren und Linienschnittverfahren, welche auch gemäß der Normen ASTM E 112 und ASTM E 1181 zulässig sind. Es ergaben sich, im Rahmen der Genauigkeit solcher Korngrößenbestimmungen (gemäß DIN EN ISO 643 ca. 0,5 G) keine nennenswerten Unterschiede in den Ergebnissen. Die bei der Lieferung der Bleche angegebene Korngröße weicht von den ermittelten Korngrößen leicht ab. Dies kann darauf zurückzuführen sein, dass innerhalb einer Charge, d.h. einem großtechnisch hergestellten Blech von mehreren Quadratmetern Fläche, die Korngrößen variieren können. Da jedoch bei allen im Vorhaben verwendeten Blechabschnitten gleiche Korngrößen ermittelt wurden, ist davon auszugehen dass innerhalb dieser Blechabschnitte die Korngröße konstant ist, und die ermittelten Materialwerte auf diese Korngröße bezogen werden können.

Die Charakterisierung des Korngefüges durch eine einzelne, mittlere Korngröße stellt eine Vereinfachung dar. Die Körner weisen auch innerhalb einer Charge sehr unterschiedliche Durchmesser auf (Bild 6.1). Der Größenunterschied zwischen den kleinen und großen Körner ist so hoch, dass gemäß ASTM E 1181 ein Duplexgefüge der Kategorie "wide range" (stark variierende Korngrößen von mehr als 5 Einheiten G (ASTM) Größenunterschied) vorliegt. Die Verteilung der Korngrößen ist als "zufällig" einzustufen. Zur genaueren Charakterisierung der Korngrößenverteilung werden Kennwerte für die häufigste Korngröße und feinere sowie gröbere Körner in Form des Prozentanteils und des Korngrößenbereichs angegeben. Zusammen mit der mittleren Korngröße sind diese Werte der Tabelle 6.6 zu entnehmen.

Nicrofer 6025 HT	tKH	tKO	tKN
mittlere Korngröße	$75 \ \mu \mathrm{m}$	85 µm	$33 \mu\mathrm{m}$
häufigste Korngröße	$G = 4 - 5 (62 - 88 \mu m)$	$G = 3 - 6 (44 - 125 \mu m)$	$G = 6 - 8 (22 - 44 \mu m)$
gröbere Körner	G = 1 - 3, 10%	G = 1 - 3, 20%	G = 4 - 5, 20%
feinere Körner	G = 5 - 7, 10%	G = 7 - 10, 15%	G = 9 - 10, 15%

Tabelle 6.6. Korngrößen der untersuchten Nicrofer-Bleche

Folglich unterscheiden sich von den drei verschiedenen Chargen der Legierung Nicrofer 6025 HT die beiden Blecherzeugnisse (Prüfzeichen tKH: 75 μ m, tKO: 85 μ m) nur sehr gering in der Größe des mittleren Korndurchmessers voneinander. Da der Unterschied gegenüber der Messgenauigkeit und Streuung der Korndurchmesser sehr gering ist, werden die beiden Prüfzeichen in der Auswertung und Diskussion unter einer Korngröße von 80 μ m zusammengefasst. Auf Unterschiede der beiden Chargen im Zeitstandverhalten wird in Abschnitt 7 eingegangen. Die dritte Charge, welche als Band vorliegt (Prüfzeichen tKN), weist mit 33 μ m eine deutlich kleinere Korngröße auf (Bild 6.1).



Bild 6.1 Schliffbild, Nicrofer 6025 HT, Prüfzeichen tKH (a) und tKN (b), Ätzmittel: Adler(20)/ Alkohol(80)

Ausscheidungen

Alle Chargen des Werkstoffes Nicrofer 6025 HT weisen im Ausgangszustand fein verteilte, globulare Karbide in der Matrix sowie an den Korngrenzen auf (Ausscheidungstyp I, $1-2\mu$ m Durchmesser). Bei dem Bandmaterial sind die Karbide meist feiner und zahlreicher als bei dem grobkörnigeren Blechmaterial (Bild 6.2).



Bild 6.2 Lichtmikroskopische Aufnahme des Gefüges im Ausgangszustand, perlschnurartige Belegung der Korngrenzen mit Karbiden (Prüfzeichen tKN) (a), seltene Belegung der Korngrenzen bei dem Blechmaterial (tKOR5C) (b)

Des Weiteren liegen einzelne grobe Karbide (Ausscheidungstyp II, 8-20 μ m Durchmesser) vor. Vor allem bei dem Bandmaterial (Prüfzeichen tKN) sind diese häufig in Ansammlungen zu finden, die während des Walzprozesses gebrochen wurden (Bild 6.3). Aufgrund des hohen Kohlenstoffgehaltes in der Matrix haben sich diese Karbide während der Wärmebehandlung nicht aufgelöst. An den Bruchstellen zwischen den Karbid-Stücken entstehen Hohlräume, die nicht vollständig von der Matrix ausgefüllt werden können. In der Regel handelt es sich um Cr₂₃C₆-Karbide, eine Ausnahme stellt ein Anteil von Cr₇C₃-Karbiden dar, der jedoch nur bei dem Bandwerkstoff (tKN) festgestellt wurde [50], [51]. Des Weiteren liegen in allen Chargen des Werkstoffs vereinzelt (Y,Zr,Ti)-Nitride bzw. -Carbonitride vor [50], welche in der lichtmikroskopischen Aufnahme eine rötliche Farbe aufweisen.



Bild 6.3 Lichtmikroskopische Aufnahme des Gefüges im Ausgangszustand (Prüfzeichen tKN)

Der Ausgangszustand ist bei allen Chargen längs und quer zur Walzrichtung (Bild 6.4) sehr ähnlich. Längs zur Walzrichtung sind die Karbide teilweise zeilig angeordnet.



Bild 6.4 Ausgangszustand quer und längs zur Walzrichtung, Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Prüfzeichen tKN

6.2.2 Gußwerkstoffe Centralloy 60 HT R und G-NiCr28W

Beim Schleudergusswerkstoff Centralloy 60 HT R dokumentieren die Schliffbilder (Bild 6.5), dass die Körner stengelartig radial ausgerichtet sind und über die gesamte Breite der Rohrwand wachsen. Daher lässt sich nicht wie für die Knetlegierungen eine Korngröße angeben. Die Korndurchmesser betrugen hier bis zu 3mm [51].



Bild 6.5 Entnahme der Schliffproben (a) und Schliffbilder (b) am Werkstoff Centralloy 60 HT R, Schliffbilder zeigen die gesamte Rohrwand (t=23mm)

Im dendritischen Erstarrungsgefüge sammeln sich die Karbide in den Zwischenräumen der Dendriten (Bild 6.6). Es liegen feine Ausscheidungen von Karbiden des Typs (Cr,W,Ni,Fe)₇C₃ und Carbonitriden mit Anteilen an den verschiedenen Legierungselementen (Ti, Y, Zr, W, Nb) vor [50].



Bild 6.6 Anordnung der Ausscheidungen im dendritischen Erstarrungsgefüge der Gusslegierung Centralloy 60 HT R (Längsschliff), Ätzmittel: V2A-Beize

Ein ähnliches Korngefüge zeigen die Schliffbilder des zweiten Schleudergusswerkstoffes G-NiCr28W (Bild 6.7). Die Körner erstrecken sich ebenfalls über die gesamte Wanddicke des Schleudergußrohres. Der mittlere Korndurchmesser wurde zu 1mm bestimmt [51]. Auch hier haben sich die Karbide des Typs (Cr,W,Ni,Fe)₇C₃ und Carbonitride mit Anteilen von Ti, Zr, Y, W und Nb in den zwischen den Dendriten angesammelt (Bild 6.8), [50].

Bei den Gusswerkstoffen ist an der Rohrinnenseite deutlich eine Schlackeschicht zu erkennen (Bild 6.5, Bild 6.7), die sich dort beim Schleudergussprozess sammelt. Bei der Bauteilfertigung

wird bei Bedarf die Oberfläche innen durch Tiefbohren abgetragen. Bei den gefertigten Versuchsproben war die Schlackeschicht ebenfalls entfernt worden.



Bild 6.7 Schliffbilder am Werkstoff G-NiCr28W, Querschliff (a) und Längsschliff (b)



Bild 6.8 Übersicht der Dendritenanordnung am Querschliff, ungeätzt, Aufnahme der Dendriten sowie Messung der Dendritenarmabstände, Ätzmittel: Adler(20)/Alkohol(80)

6.3 Versuchsprogramm

Zur Untersuchung und Beschreibung des Materialverhaltens wurden verschiedene Hochtemperaturversuche durchgeführt. Das Kriechverhalten wurde bei Temperaturen von 800°C-1250°C und jeweils unterschiedlichen Spannungen ermittelt. In Tabelle A.1 ist eine Übersicht der Zeitstandversuche für die einzelnen Werkstoffe dargestellt. Für die gleichen Temperaturen wurde das Kurzzeitverhalten der Werkstoffe ermittelt. Dabei wurden unterschiedliche Probendurchmesser eingesetzt, um den Größeneinfluss zu überprüfen.

Um den Einflusses von Temperaturwechseln auf das Kriechverhalten zu untersuchen, wurden Kriechversuche unter wechselnden Temperaturen durchgeführt. Mit dem gleichen Temperaturzyklus (900°C/100h, 1200°C/200h) wurden zwei Proben mit unterschiedlichen, konstanten Spannungen geprüft. Die Versuche wurden am Werkstoff Nicrofer 6025 HT durchgeführt.

Da sich in den Ermüdungsversuchen eine geringe bleibende Verformung unter Druck zeigte,

wurde ein Druckkriechversuch mit dem Werkstoff Centralloy 60 HT R ergänzt, um das Verhalten genauer zu untersuchen.

Die kraftgeregelten Ermüdungsversuche erfolgten ebenfalls bei Temperaturen von 800° C-1250°C mit Vorgabe eines sinusförmigen Kraft-Zeit-Verlaufs. Als Frequenz wurde 0,1 Hz, sowie für einzelne Versuche 0,01 Hz gewählt. Die Versuche fanden an den Werkstoffen Nicrofer 6025 HT (80μ m) und Centralloy 60 HT R statt.

Schließlich wurden Kontraktionsversuche durchgeführt, um die Kontraktion der Werkstoffe bei den hierfür kritischen, höheren Temperaturen von 1000°C-1200°C zu ermitteln.

6.4 Versuchsdurchführung

Von den Blech- sowie Schleudergusserzeugnissen wurden für die Zeitstand- und Warmzugversuche Rundproben nach DIN EN ISO 6892-2 mit einem Proportionalitätsfaktor $L_0/d_0 = 5$ ($d_0 = 8,4$ mm) gefertigt. Einzelne Zeitstandversuche zur Überprüfung des Einflusses des Probenquerschnitts wurden Proben mit rechteckigem Querschnitt (8x4mm)durchgeführt. Zur Überprüfung des Querschnittseinflusses bei den Warmzugversuchen wurden Proben mit einem dickeren Querschnitt ($d_0 = 12$ mm, Proportionalitätsverhältnis $L_0/d_0 = 3$) eingesetzt. Die Proben aus Nicrofer 6025 HT waren quer zur Walzrichtung entnommen worden, die Schleuderguß-Proben längs des Rohres.

Aus dem Grundwerkstoff und der Schweißverbindung des Banderzeugnisses aus Nicrofer 6025 HT wurden für alle Versuche Flachproben mit einem Prüfquerschnitt von 12,9 x 2 mm (Proportionalitätsverhältnis $L_0/d_0^{\circ} = 5$) erodiert. Bei den Schweißproben befand sich die Schweißnaht quer zur Probenlängsachse in der Mitte des Prüfbereichs. Die Proben aus dem Grundwerkstoff wurden teils längs, teils quer zur Walzrichtung entnommen.

Die Oberfläche der Rundproben war im Prüfbereich geschliffen ($R_a = 0,3...0,4$). Bei den Flachproben wurden die erodierten Kanten geschlichtet ($R_a = 2,9$). Die Oberfläche der Flachproben blieb ohne Nachbearbeitung.

Alle Versuche wurden im akkreditierten Hochtemperaturprüflabor des IfW durchgeführt. Die Probenerwärmung erfolgte bei den Zeitstand- und Warmzugversuchen in Dreizonenkonvektionsöfen, bei den Ermüdungsversuchen teilweise im Dreizonenkonvektions-, oder Einzonenkonvektionsofen. Die Prüftemperatur wurde mit PtRh-Pt-Thermoelementen vom Typ S gemessen, welche eine hohe Langzeitstabilität aufweisen.

Die Messung der Probenverlängerung erfolgte bei den Warmzug- und Zeitstandversuchen kontinuierlich mit einem axial wirkenden Extensometer mit hochauflösenden kapazitiven Dehnungsaufnehmern gemessen. Bei den Ermüdungsversuchen wurden Seitenextensometer mit keramischen Messstangen zum Dehnungsabgriff verwendet.

Die regulären Extensometer mit hoher Auflösung erfassen Dehnungen bis etwa 40%. Da bei den Nicrofer-Proben jedoch auch die Messung höherer Dehnungen relevant war, wurden meistens zusätzliche Dehnungsaufnehmer außerhalb des Ofens am Strang angebracht. Dies ermöglichte Aufzeichnung beliebig hoher Dehnungen. Die Messgenauigkeit ist bei einer solchen Anbringung zwar begrenzt, war für diesen Fall der Dehnungsmessung jedoch ausreichend.

Die Durchführung der Warmzugversuche fand in Anlehnung an die DIN EN ISO 6892-2 unter Regelung der Dehnung bis etwa 1% und darüber hinaus in Kolbenwegregelung in einer rechnergesteuerten, servohydraulischen Zugprüfmaschine statt. Die Zeitstandversuche wurden in Zeitstandeinzelprüfmaschinen mit Gewichtsbelastung nach DIN EN ISO 204 durchgeführt.

Die spannungsgeregelten LCF-Versuche wurden in Anlehnung an die entsprechende Norm ISO 12106 in einer servohydraulischen Dehnwechselprüfmaschine, wie sie für die Warmzugversuche verwendet wurde, durchgeführt. Die Versuche wurden mit sinusförmiger Spannungsamplitude mit R= -1 und unterschiedlichen Frequenz von f=0,1 Hz oder 0,01 Hz durchgeführt.

7 Werkstoffverhalten bei hohen Temperaturen

In diesem Kapitel werden temperatur- und zeitabhängige Eigenschaften der Werkstoffe des Vorhabens vorgestellt und beschrieben.

7.1 Kurzzeitverhalten

Zur Bestimmung des Kurzzeitverhaltens wurden Warmzugversuche bei Raumtemperatur sowie hohen Temperaturen von 800 bis 1200°C durchgeführt.

Beim Vergleich der verschiedenen Blechmaterialien aus Nicrofer 6025 HT, die sich durch unterschiedliche Korngrößen (tKH, tKO: 80μ m, tKN: 33μ m) sowie die Probenart (tKH, tKO: Rundproben, tKN: Flachproben) unterscheiden, lassen sich bezüglich der Dehngrenzen und der Warmzugfestigkeit auch keine relevanten Unterschiede feststellen (Bild 7.1).

Die ermittelten Werte liegen alle unterhalb der im Datenblatt angegebenen Kennwerte (Korngröße 106 μ m, Rundproben). Dies ist auf die unterschiedlichen Abzugsgeschwindigkeiten in der Versuchsdurchführung zurückzuführen. Ein Versuch zur Überprüfung des Einflusses ergab bei vierfacher Abzugsgeschwindigkeit eine Erhöhung der Dehngrenzen und

Festigkeitswerte um 20 bis 25% (T=1000°C).



Die Durchführung von Versuchen mit Proben größeren Querschnitts zeigte, dass kein relevanter Einfluss des Probenquerschnitts auf die Kennwerte im Warmzugversuch besteht (Bild 7.2).



Bild 7.2 Kennwerte aus dem Warmzugversuch von Proben unterschiedlicher Durchmesser im Vergleich (Ø 8,4mm und Ø 12mm)

Die Bruchdehnung der Flachproben ist im Vergleich zu den Rundproben geringer (Bild 7.3), was auf den Probenquerschnitt zurückzuführen ist. Aufgrund des sehr dünnen, jedoch breiten Querschnitts (2mm x 12 mm) ist eine ausgeprägte Brucheinschnürung nicht möglich.





Die Kennwerte aus dem Warmzugversuch des Gußwerkstoffes Centralloy 60 HT R liegen ebenfalls leicht unter den Werten aus dem Datenblatt (Bild 7.4). Auch dies könnte auf die unterschiedlichen Abzugsparameter zurückzuführen sein. Allerdings wurde bei dem zweiten Gußwerkstoff G-NiCr28W trotz unterschiedlicher Abzugsparameter ähnliche Festigkeitswerte in den Versuchen ermittelt. Möglicherweise spielen weitere Einstellungen in der Versuchsdurchführung eine Rolle oder die verwendete Probengeometrie, was jedoch im Rahmen des Forschungsvorhabens nicht mehr geklärt werden konnte.



Bild 7.4 Vergleich der Dehngrenzen und Warmzugfestigkeit des Werkstoffes Centralloy 60 HT R (Prüfzeichen tKL) (a) und G-NiCr28W (Prüfzeichen tKM) (b) mit Werten aus den Datenblättern [49], [53]

Bei den Gußwerkstoffen ist zu berücksichtigen, dass die Korngrößen mit einem Durchmesser bis zu 3mm gegenüber dem Probenquerschnitt (7,9mm) sehr groß sind. Daher liegen nur wenige Körner über dem Probenquerschnitt vor. Je nach lokaler Lage der Korngrenzen bzw. Körner in einer Probe kann sich ein unterschiedliches Verformungsverhalten einstellen. Über der Prüflänge äußert sich dies in mehreren lokalen Einschnürungen in der Prüfzone (Bild 7.5).



Bild 7.5 Warmzugprobe mit mehreren Einschnürungen, 1100°C, Werkstoff Centralloy 60 HT R (tKL)

Bei den sehr hohen Temperaturen >1000°C ist mit einer erhöhten Messunsicherheit bei der Ermittlung des Elastizitätsmoduls zu rechnen, da die Werkstoffe dann nur einen sehr kleinen elastischen Bereich bei sehr geringen Prüfkräften aufweisen. An den Nicrofer-Werkstoffen wurde daher zur Überprüfung des Elastizitätsmoduls zusätzliche Versuche mit einer langsameren Abzugsgeschwindigkeit (0,1%/min) und einer modifizierten Anfahrprozedur durchgeführt. Die dabei ermittelten Elastizitätsmodule sind in (Bild 7.6) aufgetragen. Die Ergebnisse liegen sehr nahe an den Werten des Datenblattes.



Bild Elastizitätsmodul über der 7.6 Temperatur aufgetragen, Versuche mit Nicrofer dem 6025 HT Werkstoff (Prüfzeichen tKH, tKO, sowie tKN) Kennwerte aus dem Datenblatt [52]

7.2 Kriechverhalten

Die Kriechversuche wurden im Temperaturbereich von 800 bis 1250°C mit Laufzeiten von 100 h bis teilweise über 10 000 h durchgeführt. Die Spannungen liegen bei den sehr hohen Temperaturen und langen Laufzeiten bei sehr niedrigen Werten von 1 bis 10 MPa. Gerade diese Fälle mit anwendungsnahen Beanspruchungen waren von besonderem Interesse, um die Frage nach dem Potential der Werkstoffe untersuchen zu können.

7.2.1 Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Die Versuche am Werkstoff Nicrofer 6025 HT wurden bei Temperaturen von 800 bis 1200°C durchgeführt.

Kriechkurven an Rundproben (80µm)

Zunächst werden die Ergebnisse der Rundproben aus den beiden Chargen mit einer Korngröße von ca. 80 μ m (tKH, tKO) vorgestellt. Bei 800°C zeigen diese zunächst ein typisches Kriechverhalten (Bild 7.7). Der Primärkriechbereich, d.h. die Abnahme der zunächst hohen Kriechgeschwindigkeit bis zu einem Minimum, erstreckt sich mit abnehmender Spannung über einen längeren Zeitraum (Bild 7.7b). Das Minimum der Kriechrate wird somit bei geringeren Spannungen später erreicht. Ein ausgeprägter sekundärer Kriechbereich mit konstanter Kriechgeschwindigkeit ist nicht zu erkennen, da die Kriechrate nach dem Minimum wieder stetig ansteigt. Schließlich folgt im tertiären Kriechbereich kurz vor dem Bruch nochmals eine deutliche Beschleunigung. Während bei den Proben mit einer Spannung >28 MPa anschließend der Bruch eintritt, folgt bei der mit 28 MPa beanspruchten Probe ein erneutes Nachlassen der Kriechgeschwindigkeit bzw. Dehnrate.



Bild 7.7 Verformungsverhalten unter Zeitstandbeanspruchung in Form von Kriechkurven für 800°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 80 μm, Prüfzeichen tKH und tKO

Ein ähnliches Bild lieferten die Versuche bei 1000°C (Bild 7.8). Hier treten nun deutlich höhere Bruchdehnungen von teilweise über 50% ein. Die Dehnratenabnahme nach dem tertiären Kriechbereich tritt hier nur kurz bei dem Versuch mit 14 MPa auf, bevor der Probenbruch eintritt. Deutlicher wird dies in der linearen Auftragung (Bild 7.9).



Bild 7.8 Verformungsverhalten unter Zeitstandbeanspruchung in Form von Kriechkurven für 1000°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 80 μm, Prüfzeichen tKH und tKO



Der Versuch mit der höheren Spannung zeigt diesen Effekt nicht. Bei dem Versuch mit 10,4 MPa kann keine Aussage getroffen werden, da der Versuch zu früh beendet wurde.

Mit der Spannung 14,4 MPa wurde ein Versuch mit einer Flachprobe durchgeführt, um den Einfluss der Probengeometrie zu untersuchen (vgl. Abschnitt "Einfluss der Probengeometrie"). Hier konnte trotz des nahezu deckungsgleichen Kriechkurvenverlaufs keine Dehnratenabnahme beobachtet werden.

Die Versuche bei 1100°C weisen die Dehnratenabnahme im tertiären Kriechbereich in ausgeprägterer Form auf (Bild 7.10). Der Verlauf der Kriechkurven entspricht bis zum Erreichen von Dehnungen von ca. 20 bis 30% der konventionellen Form. Im folgenden Verlauf wurde ein Nachlassen der Dehnrate gemessen. Der Beginn der Dehnratenabnahme erfolgt abhängig von der Versuchsspannung zu unterschiedlichen Zeiten, jedoch bei vergleichbar hoher Dehnung von ca. 15 bis 20% (Bild 7.11).



Bild 7.10 Verformungsverhalten unter Zeitstandbeanspruchung in Form von Kriechkurven für 1100°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 80 μm, Prüfzeichen tKH und tKO





Bei der höchsten Spannung von $\sigma_0 = 6,2$ MPa erfolgte oberhalb einer Dehnung von 30% keine Dehnungsmessung, daher ist hier der Verlauf nicht genau nachvollziehbar. Das relativ späte Eintreten des Bruchs lässt jedoch hier ebenfalls eine Dehnratenabnahme vermuten. Der Werkstoff zeigt sehr hohe Bruchdehnungen bis über 80%.

Die Ergebnisse der Korrosionsversuche an Abgasatmosphäre bei 1,5 bis ca. 3 MPa am OWI sind ebenfalls in Bild 7.10 dargestellt. Im direkten Vergleich mit einem Zeitstandversuch an Luft bei gleicher Spannung ($\sigma_0 = 3$ MPa) lässt sich kein nennenswerter Unterschied im Kriechverhalten feststellen. Bei dem Vergleich mit den Daten der Korrosionsversuche ist jedoch zu berücksichtigen, dass bei diesen die Dehnungsmessung nach einer anderen Methode erfolgte. Die Dehnung wurde nicht kontinuierlich gemessen, sondern durch Zwischenausbau und Vermessen der Probe am Messmikroskop.

Bei 1200°C zeigt der Werkstoff eine andere Form der Kriechkurve als bei niedrigeren Temperaturen. Die Kriechgeschwindigkeit ist bis zum Erreichen von hohen Dehnungen ϵ >10% nahezu konstant. Anschließend findet bei der höchsten Versuchsspannung

(5 MPa) eine kurze Beschleunigung der Dehnrate statt, bevor es hier ebenfalls zur Abnahme kommt (Bild 7.12).



Bild 7.12 Verformungsverhalten unter Zeitstandbeanspruchung in Form von Kriechkurven für 1200°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 80 μm, Prüfzeichen tKH und tKO

Für den Versuch mit der Spannung 4 MPa liegen ab einer Dehnung von 20% keine Messpunkte vor. Der Messpunkt bei Probenausbau zeigt dass hier auch ein ähnliches Kriechverhalten mit einer sehr hohen Bruchdehnung zu erwarten ist.

Kriechkurven der Flachproben (33µm) und Schweißproben

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Versuche an den Flachproben aus Nicrofer 6025 HT, Bandmaterial (tKN) und dessen Schweißverbindung (tKJ), erläutert. Diese unterscheiden sich in der Probenform sowie in der Korngröße von ca. 33μ m von den Rundproben mit 80 μ m.

Bei 800°C zeigen die Flachproben bei einer Spannung von 62,5 MPa keine Dehnratenabnahme, bei niedrigeren Spannungen (37 MPa) ist diese jedoch festzustellen (Bild 7.13). Bei den zwei Proben, die bei der gleichen Spannung von 37 MPa bis Bruch geprüft wurden, zeigt sich der Effekt jedoch unterschiedlich stark. Die Probe zl5 brach nach 1315h, die Probe zl4 erst nach einer deutlich längeren Zeit von 9576h (Faktor ~7).

Die Versuche an Schweißproben bei 800°C zeigen keinen deutlichen Einfluss durch die Schweißnaht. Beide Versuche zeigen in den ersten 10 bis 100h eine leicht erhöhte Dehnung im Vergleich zu den Versuchen am Grundwerkstoff.

Bei höheren Temperaturen zeigt sich bei allen betrachteten Spannungen eine Dehnratenabnahme (Bild 7.14 und Bild 7.15). Ein Versuch bei 1100°C mit sehr niedriger Spannung (2,5 MPa) weist jedoch eine weitere Variante einer Kriechkurve auf. Hier beginnt die Kriechrate bereits bei Dehnungen unter 10% nachzulassen.



Bild 7.13 Kriechkurven für 800°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 33 µm, Prüfzeichen tKN, Schweißverbindung mit Korngröße 33µm, Prüfzeichen tKJ



Bild 7.14 Kriechkurven für 1000°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 33 µm, Prüfzeichen tKN, Schweißverbindung mit Korngröße 33µm, Prüfzeichen tKJ



Bild 7.15 Kriechkurven für 1100°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 33 µm, Prüfzeichen tKN

Ein Korrosionsversuch am OWI in Abgasatmosphäre unter gleicher Spannung zeigt eine höhere Kriechfestigkeit. Dies kann teils darauf zurückgeführt werden, dass die am OWI geprüfte Probe längs zur Walzrichtung entnommen wurde, die am IfW entnommene Probe quer und somit eine geringere Kriechfestigkeit zeigt. Zur Überprüfung auf unterschiedliche Gefügeveränderungen wurde eine vergleichende Mikroanalyse an den Proben durchgeführt, welche jedoch keinen Aufschluss liefern konnte (Abschnitt 8.1.2).

Bei 1200°C weist das Bandmaterial bei 4 MPa genauso wie das Blechmaterial (tKH, tKO, Bild 7.12) eine nahezu konstante Kriechgeschwindigkeit bis zu einer Dehnung von über 10% auf (Bild 7.16). Bei dem Versuch mit 2 MPa tritt bereits bei sehr niedrigen Dehnungen von ca. 2% eine Dehnratenabnahme auf. Der Verlauf ähnelt der Kriechkurve des Versuchs bei 1100°C und 2,5 MPa (Bild 7.15). Der Versuch mit der Schweißverbindung bei 2 MPa zeigt von Beginn an eine etwas geringere Kriechgeschwindigkeit. Möglicherweise ist dies auf die höhere Kriechfestigkeit im Bereich der Schweißnaht zurückzuführen.



Bild 7.16 Kriechkurven für 1200°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 33 µm, Prüfzeichen tKN, Schweißverbindung mit Korngröße 33µm, Prüfzeichen tKJ

Zeitstandschaubilder und Vergleich mit der Literatur

In den Zeitstandschaubildern (Bild 7.17) zeigt sich eine deutliche Staffelung von Zeitstandfestigkeit- und Dehngrenzwerten abhängig von der Korngröße. Die Versuche mit der kleineren Korngröße (33μ m) weisen z.B. eine um ca. Faktor 10 geringere Dehngrenze auf.

Die in den Kriechkurven beobachtete Dehnratenabnahme im tertiären Kriechbereich kann allerdings dazu führen, dass entgegen diesem bekannten Zusammenhang bei gleichen Spannungen die Kriechfestigkeit bei kleineren Korngrößen höher sein kann. So erreicht die Flachprobe (Korngröße 33μ m) mit 37 MPa bei 800°C durch die Kriechratenabnahme und die damit verbundene deutliche Verzögerung der Bruchzeit eine längere Dauer bis Bruch als die Rundprobe (Korngröße 80μ m).



Bild 7.17 Zeitdehn- und Zeitstandschaubilder bei 800°C (a), 1000°C (b), 1100°C (c) und 1200°C (d), Nicrofer 6025 HT, Korngröße 80µm, Prüfzeichen tKH und tKO, Korngröße 33µm, Prüfzeichen tKN, Schweißverbindung mit Korngröße 33µm, Prüfzeichen tKJ

In Bild 7.18 erfolgt ein Vergleich der Versuchsergebnisse mit Zeitstandfestigkeitskennwerten aus der Literatur [54]. Diese Kennwerte umfassen Daten für die Korngrößen 40, 55 und 125μ m, jedoch weisen die Proben mit 40 μ m bei 1000°C und 1100°C eine höhere Zeitstandfestigkeit als die Proben mit 55 μ m auf. Bei 800°C liegt die Zeitstandfestigkeit für alle Korngrößen sehr nah beieinander. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die Korngrößenangaben bei den Literaturwerten bei einzelnen Überprüfungen an großen Blechen ermittelt wurden. Nach neueren Erkenntnissen muss jedoch innerhalb eines Bleches mit einer bestimmten Streuung in der Korngröße gerechnet werden. In einem Einzelfall wurde ein Unterschied von ca. 20 μ m gemessen. Dies kann die ungewöhnliche Staffelung der Festigkeitswerte erklären. Im Vorhaben wurde die Korngröße an jedem einzelnen, zur Probenfertigung zur Verfügung gestellten Blechen überprüft.



Bild 7.18 Zeitstandschaubilder bei 800°C (a), 1000°C (b), 1100°C (c) und 1200°C (d), Nicrofer 6025 HT, und Vergleich mit Daten aus der Literatur [54]

Die Daten der Proben mit der Korngröße 80μ m liegen bei sämtlichen Temperaturen im Bereich der Literaturdaten. Die Proben mit kleinerer Korngröße (33μ m) weisen bei 800° C und höheren Spannungen (>37 MPa) eine deutlich geringere Zeitstandfestigkeit auf, und zeigen somit einen Widerspruch zu den Literaturdaten bei der sehr ähnlichen Korngröße von 40μ m auf. Dies ist ein weiterer Hinweis darauf, dass die wahre Korngröße bei dem den Literaturdaten zugrunde liegenden Versuchsmaterial etwas höher als angegeben war. Denkbar ist auch ein Einfluss der Probenform, und somit Einsetzen der Dehnratenabnahme bei höheren Spannungen.

Da die Verzögerung der Bruchzeit durch die Dehnratenabnahme nur unterhalb eines kritischen Spannungsniveaus zu beobachten ist, weist die Zeitstandfestigkeit einen S-förmigen Verlauf in den Zeitstandschaubildern auf. Da nur wenige Bruchdaten vorliegen, kann dies jedoch nur anhand der Literaturdaten dargestellt werden (Bild 7.18d). Der Einfluss der Spannung auf den Eintritt der Dehnratenabnahme wird in Abschnitt 7.2.2 diskutiert.

Bei 1200°C (Bild 7.17d) liegen die Dehngrenzen 1 und 10% deutlich weiter auseinander als bei niedrigeren Temperaturen. Dies ist auf die relativ konstante Kriechgeschwindigkeit bei 1200°C zurückzuführen. Bei niedrigeren Temperaturen staffeln sich die Dehngrenzen durch die Beschleunigung der Kriechverformung im tertiären Kriechbereich in kürzeren Zeitabständen.

Über alle Temperaturen zeigt sich bei den Dehngrenzen ein linearer Zusammenhang zwischen dem Logarithmus der Spannung und dem Logarithmus der Zeit. Diese Gesetzmäßigkeit gilt für die Zeitstandfestigkeit bei Spannungen, welche über der kritischen Spannung für die Dehnratenabnahme liegen. Für niedrigere Spannungen liegen nur sehr wenige Daten für Bruchzeiten vor.

Kriechverhalten der Schweißverbindung

Die Ergebnisse der Versuche mit der Schweißverbindung aus dem Bandmaterial (Korngröße 33μ m, tKJ, Dicke 2mm) zeigen, dass die Schweißung keine Beeinträchtigung der Zeitstandfestigkeit mit sich bringt. Die Einschnürungen der Schweißprobe vor und nach der Schweißnaht (Bild 7.19) zeigen, dass die Schweißnaht eine höhere Kriechfestigkeit als das Grundmaterial besitzt, wodurch die Querdehnung behindert wird.



Bild 7.19 Schweißprobe vor dem Versuch (a) und im Zeitstandversuch geprüfte Proben (b)

Eine optische Beurteilung zeigt keine nennenswerte axiale Verformung der Schweißnaht. Dies kann die Ursache für die etwas geringere Kriechdehnung im Vergleich zur Probe des Grundwerkstoffs bei 800°C und 28 MPa nach längerer Versuchszeit sein. Bei 1200°C zeigte sich von Beginn an eine geringere Kriechdehnung der Schweißprobe in der Prüfzone. Möglicherweise kommt auch hier die höhere Kriechfestigkeit der Schweißnaht zum Tragen. Der Probenbruch erfolgt immer in der Einschnürung im Grundwerkstoff. Eine Ermittlung der Kriechdehnung an Teilmesslängen war bei dem kontinuierlich durchgeführten Kriechversuch nicht möglich.

Minimale Kriechgeschwindigkeit

Zur weiteren Charakterisierung des Kriechverhaltens wurden aus den Verläufen der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (Bild 7.7 bis Bild 7.16) die minimalen Kriechgeschwindigkeiten bestimmt. Im konventionellen Kriechkurvenverlauf tritt nur ein Minimum nach Ende des primären Kriechbereichs auf. Aufgrund der Dehnratenabnahme können bei den betroffenen Versuchen nach dem tertiären Kriechbereich noch niedrigere Kriechgeschwindigkeiten auftreten. Des Weiteren sind bei den Kriechgeschwindigkeitsverläufen bei 1200°C keine ausgeprägten oder auch mehrere Kriechminima festzustellen. Für die weitere Auswertung wurde das erste Kriechminimum ermittelt, welches nach Beendigung einer gegebenenfalls auftretenden Phase der Kontraktion vorliegt, da dies dem konventionellen Kriechminimum entspricht. Die Kriechminima sind in den Bildern (Bild 7.7 bis Bild 7.16) gekennzeichnet.

Die Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeiten über der Spannung zeigt für Spannungen > 3 MPa einen linearen Zusammenhang in der doppeltlogarithmischen Auftragung je Temperatur (Bild 7.20). Für niedrigere Spannungen lässt sich dieser Zusammenhang nicht extrapolieren, da dies die relativ hohe Kriechgeschwindigkeit in diesem Spannungsbereich unterschätzen würde. Die Steigung der Kriechkurven im oberen Spannungsbereich führt zu einem Norton-Exponenten von ca. 4 bis 5. Für niedrigere Spannungen liegen nur für 1100°C und 1200°C einzelne Ergebnisse vor. Während demnach der Norton-Exponent bei 1200°C konstant bleibt, nimmt er bei 1100°C bei Spannungen < 3 MPa ab auf Werte unter 2. Dies weist darauf hin, dass hier bei den niedrigen Spannungen das Kriechen durch Diffusionsprozesse dominiert wird, wofür ein solch niedriger Exponent typisch ist (Abschnitt 5.3). Für niedrigere Temperaturen sind keine Ergebnisse vorhanden, es ist jedoch anzunehmen, dass auch hier unter einer Grenzspannung ein niedrigere Spannungen erreicht.



Bild 7.20 Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeit über der Spannung, Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Prüfzeichen tKH und tKO (a) und Prüfzeichen tKN und tKJ (b)

Anhand der Erkenntnisse zu den Norton-Exponenten kann ein Teilbereich der Verformungsmechanismuskarte für Nicrofer 6025 HT abgeleitet werden (Bild 7.21). Die Versuche mit höheren Exponenten von n=4-5 zeigen den Bereich des Versetzungskriechens an. Der Wechsel des Kriechmechanismus, erkennbar an der Form der Kriechkurven bei 1200°C, deutet auf das Erreichen des Bereiches der dominanten Volumendiffusion hin, welche bei sehr hohen Temperaturen typisch ist. Der Versuche mit niedrigem Norton-Exponenten von n<2 bei 1100°C kennzeichnet den Bereich des Diffusionskriechens. Entsprechend dieser Gebietseinteilung sowie in Anlehnung an die Verformungsmechanismuskarten aus der Literatur (Bild 5.1) wurden die Grenzkurven in Bild 7.21 eingezeichnet.



Streuung, Einfluss der Charge und der Walzrichtung

Unter vergleichbaren Versuchsbedingungen (800°C, 49 bzw. 50 MPa) zeigen die Proben des Blechmaterials aus Nicrofer 6025 HT in den Korngrößen 75 μ m (tKH) und 85 μ m (tKO) eine Streuung der Dehngrenzzeiten von ca. 37%(0,2% Dehnung) bzw. 24%(0,5% Dehnung) bzw. 20%(1,0% Dehnung).

Die Proben aus dem Band zeigen bei gleichen Versuchsbedingungen (800°C, 37 MPa, Tabelle A.1), Nicrofer 6025 HT, Korngröße 33μ m bei Entnahme in Längsrichtung eine Streuung der Dehngrenzzeiten von bis zu ca. +-27% (errechnet aus dem geometrischen Mittel von 4 Proben).

Der Vergleich je einer Probe in Längs- und Querrichtung bei sonst gleichen Versuchsbedingungen (800°C, 62,5 MPa, tKN, Tabelle A.1) zeigt, dass die Querprobe mit 20,2h Laufzeit bis 1% Dehnung um 35% kürzer gelaufen ist als die Längsprobe (31,1h) (Bild 7.22). Der Unterschied liegt in der Größenordnung der an den tKN-Längsproben ermittelten Streuung. Bei Betrachtung der Versuchsergebnisse weiterer Quer- und Längsproben, die bei unterschiedlichen Spannungen entnommen wurden, zeigt sich insgesamt die Tendenz, dass die Querproben immer eine etwas geringere Zeitstandfestigkeit aufweisen.



Bild 7.22 Vergleich der minimalen Kriechgeschwindigkeit (a) und der Zeitdehngrenzen sowie Zeitstandfestigkeit (b) von Zeitstandproben, die in unterschiedlichen Walzrichtungen entnommen wurden

Dies entspricht den Erwartungen, da zum einen die geringere Anzahl an Körnern in Längsrichtung zu einer geringeren Verformung führt. Zum anderen sind die Karbide zeilig in Längsrichtung ausgerichtet und behindern somit verstärkt das Abgleiten der Körner in dieser Richtung. Bei gewalzten Blechen entspricht dies den Erwartungen, da die Karbide in der Regel durch das Walzen zeilig in Längsrichtung ausgerichtet sind und somit das Abgleiten der Körner in dieser Richtung verstärkt behindern. Im Ausgangszustand wurde bei Nicrofer 6025 HT eine gering ausgeprägte Zeiligkeit der Karbide festgestellt (6.2.1). Denkbar wäre auch eine Streckung der Körner in Längsrichtung, welche sich günstig auf die Zeitstandfestigkeit auswirkt, diese wurde jedoch nicht beobachtet.

Einfluss der Probengeometrie

Zur Untersuchung des Einflusses der Probengeometrie wurde ein Versuch mit einer Flachprobe bei 1000°C und 14,4 MPa durchgeführt. Im Vergleich mit dem Versuch mit der Rundprobe bei entsprechenden Versuchsparametern (1000°C, 14 MPa) zeigen sich keine nennenswerten Unterschiede im Kriechverhalten bis ca. 1100h (Bild 7.9). Ab dieser Laufzeit weist die Rundprobe nach kurzer Beschleunigung eine leichte Dehnratenabnahme auf, die Dehnrate der Flachprobe hingegen nimmt stärker ab. Die Flachprobe bricht zur nahezu gleichen Laufzeit wie die Rundprobe. Das höhere Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnis der Flachprobe hat in diesem Fall als auch die Dehnratenabnahme nicht begünstigt.

Zusammenfassung Kriechverhalten Nicrofer 6025 HT

Die Versuche zum Zeitstandverhalten zeigen eine deutliche Abhängigkeit der Zeitstandfestigkeit und der Dehngrenzen von der Korngröße. Bei größerem Korn von 80µm Durchmesser ist die Kriechfestigkeit höher als bei den Proben mit Korngröße 33µm. Der Einfluss der Walzrichtung auf die Zeitstandfestigkeit ist erkennbar, aber im Vergleich zum Korngrößeneinfluss gering. Insgesamt zeigt sich die Tendenz, wonach die Zeitstandfestigkeitskennwerte längs zur Walzrichtung höher liegen als quer zur Walzrichtung. Ein Einfluss der Probengeometrie aufgrund unterschiedlicher Oberflächen-Volumen-Verhältnisse und somit verändertem Oxidationseinfluss konnte nicht festgestellt werden, jedoch wurde hier nur ein stichprobenartiger Versuch durchgeführt. Bei den höchsten Versuchstemperaturen von 1200°C zeigen sich im Gegensatz zu den niedrigeren Temperaturen Kriechkurven mit relativ konstanter Kriechgeschwindigkeit, was auf einen Wechsel im Kriechmechanismus zurückzuführen ist. Unter bestimmten Bedingungen setzt im tertiären Kriechbereich eine erneute Dehnratenabnahme ein. Die praxisrelevanten Dehn-grenzen zwischen 0,2 und 10% sind von der Dehnratenabnahme meist unbeeinflusst.

Die Proben mit Schweißverbindung zeigen keine geringere Zeitstandfestigkeit als der Grundwerkstoff. Die Schweißnaht weist eine hohe Kriechfestigkeit auf, somit kommt es immer im Grundwerkstoff zum Bruch.

7.2.2 Einflussparameter auf die Dehnratenabnahme im tertiärem Kriechbereich, Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Die Dehnratenabnahme im tertiären Kriechbereich, die bereits in früheren Untersuchungen bei Nickel und einzelnen Legierungen beobachtet wurde (Abschnitt 5.4), zeigte sich ebenfalls bei Nicrofer 6025 HT. Da nur wenige Erkenntnisse zum Auftreten und der Ursache der Dehnratenabnahme vorliegen, werden im Folgenden sämtliche Beobachtungen in diesem Zusammenhang erläutert und diskutiert.

a) Einfluss der Korngröße und Spannung auf das Auftreten der Dehnratenabnahme

Bei den im Vorhaben durchgeführten Versuchen zeichnet sich die Tendenz ab, dass die Dehnratenabnahme bei gleicher Temperatur bei den Flachproben mit 33μ m Korngröße bereits bei höheren Spannungen eintritt, als bei den Rundproben mit 80μ m Korngröße. Die Ergebnisse für die Flachprobe mit Korngröße 33μ m bei 37 MPa zeigen, dass hier die Spannung unterschritten wurde. Bei den Rundproben mit der größeren Korngröße wurde der Effekt bei 800°C bei keiner der geprüften Spannungen beobachtet. Bei 1000°C zeigt die nur kurz eingetretene Dehnratenabnahme (vgl. Bild 7.8), dass hier für die Rundproben mit Korngröße 80 μ m mit 14 MPa nahezu die kritische Spannung erreicht wird. Die Flachproben weisen bei dieser Temperatur bei allen Prüfspannungen (max. 12 MPa) eine Dehnratenabnahme auf. Bei 1100°C und 1200°C tritt die Dehnratenabnahme bei den Rundals auch bei den Flachproben bereits bei den höchsten, im Vorhaben geprüften Spannungen ein.

Bei Betrachtung der Werte für Zeitstandfestigkeiten aus der Literatur für 1200°C (Bild 7.18) lässt sich erkennen, dass für die Proben aus Blech (Dicke 20mm, Korngröße 55 μ m) die kritische Spannung erst bei Werten unter 3 MPa unterschritten wird. Bei den Proben aus Warmband (Dicke 4mm, Korngröße 125 μ m) verläuft die Krümmung der Zeitstandfestigkeit zu längeren Bruchzeiten bereits bei 5 MPa.

Dies lässt darauf schließen, dass der Eintritt der Dehnratenabnahme von der Erzeugnisform abhängt und nicht von der Korngröße. Bei kleinerer Probendicke (2mm bzw. 4mm mit Korngrößen 33 μ m bzw. 125 μ m) der Flachproben trat die Dehnratenabnahme früher ein als bei den Rundproben (8,4mm bzw. 6mm mit Korngrößen 80 μ m und 55 μ m) im jeweiligen Vergleich. Der Versuch mit einer Rundprobe und einer Flachprobe im Vergleich bei 1000°C und 14 MPa (vgl. Abschnitt 7.2.1, "Einfluss der Probengeometrie") zeigte allerdings keinen durch die Flachprobe begünstigten früheren Eintritt der Dehnrate. Um den Einfluss der Probenform weiter zu untersuchen, wäre ein Versuch mit einer Flachprobe, deren Dicke dem Durchmesser der Rundproben entspricht (8,4mm) sinnvoll. Dieser konnte jedoch nicht mehr im Rahmen des Vorhabens durchgeführt werden.

Die Streuung der Bruchzeit nach Eintritt der Dehnratenabnahme ist in den Versuchen nahe der kritischen Spannung sehr groß (Bsp. 800°C, tKN, 37 MPa: Faktor 7; 1200°C, Versuche des RWTÜV bei 5 und 3 MPa: Faktor 3-4). Für niedrigere Spannungen kann nur eine Aussage anhand der RWTÜV-Daten getroffen werden, diese zeigen eine geringe Streuung bei einer linearen Abhängigkeit von der Spannung in der doppeltlogarithmischen Auftragung (Bild 7.17 (d)).

b) Einfluss von Temperatur und Spannung während der Dehnratenabnahme

Es wurde ein Versuch bei 1000°C und 12 MPa mit einer Flachprobe des Werkstoffs Nicrofer 6025 HT (tKN) durchgeführt, bei dem kurz nach Einsetzen der Dehnratenabnahme die Probe für ca. 310h entlastet wurde (Bild 7.23). Die Versuchstemperatur von 1000°C wurde über die Dauer der Entlastung gehalten. Anschließend wurde die Probe wieder belastet. Die Dehngeschwindigkeit war jetzt langsamer als vor der Entlastung. Daraus folgt, dass die Verfestigung des Werkstoffs im tertiären Kriechbereich auch ohne Spannungseinfluss zunimmt. Es genügt die Auslagerung der Probe unter hoher Temperatur. Es können also nicht die Bildung neuer Versetzungen oder andere, durch die wirkende Spannung beeinflusste Mechanismen die Dehnratenabnahme verursachen. Die in der Literatur vermutete verfestigende Wirkung der starken Oxidation bei hohen Temperaturen kann bei der hier vorgenommenen Auslagerung stattgefunden haben.



Bild 7.23 Kriechkurven einer Probe mit zwischenzeitlicher Entlastung sowie dem regulären Zeitstandversuch bei 1000°C, 12 MPa (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 33 µm, Prüfzeichen tKN

Zusammenfassung Dehnratenabnahme

Anhand der bisher erfassten Versuchsergebnisse lässt sich schließen, dass das Einsetzen der Dehnratenabnahme zum Einen abhängig von der Probendicke ist, zum Anderen von der Spannung bzw. der Dehngeschwindigkeit oder auch Versuchszeit, die aufgrund der Spannung bei einer Temperatur erreicht werden. Die Dehnratenabnahme tritt erst ab Erreichen einer relativ hohen Dehnung von meist 10 bis 20% auf. Ein Einfluss der Korngröße ist nicht zu erkennen. Ist die Dehnratenabnahme eingetreten, findet auch ohne Einwirken einer Spannung eine Verfestigung des Werkstoffs durch Auslagerung unter hoher Temperatur statt. Dies schließt die in der Literatur vermutete Ursache der Dehnratenabnahme, die starke Oxidation des Werkstoffs, nicht aus.

7.2.3 Gußwerkstoffe Centralloy 60 HT R und G-NiCr28W

Die Versuche am Werkstoff Centralloy 60 HT R wurden bei den Temperaturen 1100°C, 1200°C und 1250°C durchgeführt. Die Kriechkurven und Kriechgeschwindigkeitsverläufe sind in Bild 7.24, Bild 7.25 und Bild 7.26 dargestellt. Es zeigt sich durchgehend ein typischer Kriechkurvenverlauf mit Zunahme der Dehnung bis zum Bruch. Die Bruchdehnung liegt im Bereich von 30 bis 40%. Der Verlauf der Kriechgeschwindigkeit kann von Spannung zu Spannung leicht variieren (Bild 7.24(c)), und zeigt teils zwei lokale Minima.

Bei 1100°C wurde ein zweiter Kriechversuch bei einer Spannung von 10,9 MPa über 500h auf der Dehnwechselmaschine durchgeführt. Hier zeigt sich dass die unterschiedliche Prüftechnik, d.h. die Lastaufbringung und die Dehnungsmessung, zu einem einheitlichen Ergebnis führt.

Um das Zeitstandverhalten unter Druck bewerten zu können, welches in den zyklischen Versuchen zum Tragen kommt, wurde auf der Dehnwechselmaschine ein Versuch bei 1100°C und einer Druckspannung von 10,9 MPa durchgeführt (Bild 7.24 (a)).



Bild 7.24 Verformungsverhalten unter Zeitstandbeanspruchung in Form von Kriechkurven für 1100°C (a) Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Centralloy 60 HT R (tKL)



Bild 7.25 Verformungsverhalten unter Zeitstandbeanspruchung in Form von Kriechkurven für 1200°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Centralloy 60 HT R (tKL)



Bild 7.26 Verformungsverhalten unter Zeitstandbeanspruchung in Form von Kriechkurven für 1250°C (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), Werkstoff Centralloy 60 HT R (tKL)

Der Werkstoff zeigt unter Druck eine deutlich höhere Kriechfestigkeit als unter Zugbeanspruchung ($t_{p0,2\%,Druck} / t_{p0,2\%,Zug} = ca. 4,6$). Der Unterschied ist ungewöhnlich hoch,

so dass genauere Untersuchungen zur Ursache von Interesse sind. Ein Vergleich der Gefüge nach Druck- und Zugbeanspruchung wurde vorgenommen (vgl. Abschnitt 8).

Der Werkstoff G-NiCr28W (2.4879) wurde bei Temperaturen von 1100°C und 1200°C geprüft (Bild 7.27, Bild 7.28). Während die Zeitstandfestigkeit bei 1100°C ausreichend hoch für die praktische Anwendung als Ofenrolle ist, zeigt sich bei 1200°C eine sehr geringe Zeitstandfestigkeit. Allgemein weist der Werkstoff unter Zeitstandbeanspruchung ein geringeres Verformungsvermögen auf; die Bruchdehnung liegt bei maximal 11%.



Bild 7.27 Verformungsverhalten unter Zeitstandbeanspruchung in Form von Kriechkurven (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), 1100°C, Werkstoff G-NiCr28W (tKM)



Bild 7.28 Verformungsverhalten unter Zeitstandbeanspruchung in Form von Kriechkurven (a) und Verläufe der Kriechgeschwindigkeit über der Zeit (b), 1200°C, Werkstoff G-NiCr28W (tKM)

In Bild 7.29 sind die Kennwerte für die Zeitstandfestigkeit und 1%-Zeitdehngrenzen der beiden Gusswerkstoffe für sämtliche Temperaturen dargestellt. Beide Legierungen weisen bei

1100°C und einer Spannung von ca. 10 MPa eine vergleichbar gute Zeitstandfestigkeit auf. Zu niedrigeren Spannungen und höheren Temperaturen hin zeigt der Werkstoff Centralloy 60 HT R bessere Werte als der Werkstoff G-NiCr28W.



Bild 7.29 Zeitdehngrenze $R_{p1\%}$ und Zeitstandfestigkeit R_{utT} , Centralloy 60 HT R (a), G-NiCr28W (b) mit Daten aus der Literatur ([49], [53])

Die minimalen Kriechgeschwindigkeiten der Gußlegierungen sind in Bild 7.30 über der Spannung aufgetragen. Im Bereich der geprüften Spannungen lässt sich bei Centralloy 60 HT R ein konstanter Norton-Exponent von ca. n=8,4 abschätzen. Beim Werkstoff G-NiCr28W ändert sich der Exponent mit der Temperatur, bei 1100°C liegt er bei ca. 3 und bei 1200°C bei ca. 8,7.



Bild 7.30 Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeit über der Spannung, Werkstoff Centralloy 60 HT R

7.3 Kriechverhalten unter wechselnden Temperaturen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Aufgrund der Bauteilbeanspruchung ergab sich die Fragestellung der Auswirkung einer wechselnden thermischen Komponente auf eine Zeitstandbeanspruchung. Daher wurden entsprechende Versuche mit veränderlicher Temperatur an einer Rundprobe aus Nicrofer 6025 HT (Prüfzeichen tKO, Korngröße 80 μ m) durchgeführt. Die Versuchsergebnisse können außerdem zur Ermittlung einer kritischen Lebensdaueranteilsumme für die Ofenrolle verwendet werden. Jede Probe wurde mit einer konstanten Last beansprucht und einem Temperaturzyklus von 100h bei 900°C und 200h bei 1100°C im Wechsel ausgesetzt. Es wurden zwei Versuche bei einer Prüfspannung von 7 MPa und ein Versuch bei 4,6 MPa durchgeführt. Die Kriechkurven (Bild 7.31) zeigen erwartungsgemäß während der 900°C-Phasen wenig Dehnung und eine deutliches Kriechen nach der Erhöhung der Temperatur auf 1100°C in der nächsten Phase.



Bild 7.31 Zeitdehnschaubild von Kriechversuchen mit veränderlicher Temperatur mit Zyklen von T=900°C, t=100h und T=1100°C, t=200h, zum Vergleich Kriechkurve mit 4,6 MPa und konstanter Temperatur von 1100°C sowie abgeschätzter Kriechkurvenverlauf für 900°C

Die Proben wurden nach mehreren 900/ 1100°C-Zyklen oder dem Erreichen von mind. 10% Kriechdehnung ausgebaut. Eine Probe mit einer Spannung von 7 MPa, welche bis zu einer Dehnung von ca. 67% geprüft wurde, zeigte ebenfalls an ca. 2000h Laufzeit und 45% Dehnung eine Dehnratenabnahme, wie sie entsprechend der Ergebnisse der regulären Zeitstandversuche zu erwarten war (Bild 7.10). Bei dem Versuch mit einer Spannung von 4,6 MPa und wechselnder Temperatur zeigt sich im Vergleich mit einem Zeitstandversuch konstanter Temperatur und gleicher Spannung eine reduzierte Kriechfestigkeit durch den Temperaturwechsel. Bei Temperaturwechsel weist der Versuch trotz der zeitweise niedrigeren Versuchstemperatur eine um Faktor 0,7 niedrigere Zeit bis zum Erreichen der Dehnung von 10% (Kriterium für Lebensdauerende der Ofenmuffel) auf als der Zeitstandversuch mit konstanter Temperatur von 1100°C.

Um die Beeinflussung des Kriechverhaltens durch die Temperaturwechsel genauer zu analysieren, wird die Kriechgeschwindigkeit in den Versuchen betrachtet. Von dem Versuch mit Temperaturwechsel wurden die Verläufe der Kriechgeschwindigkeit in den Phasen bei 1100°C aneinandergereiht und mit der Kriechgeschwindigkeit im Versuch bei konstanter Temperatur verglichen (Bild 7.32).



Bild 7.32 Kriechgeschwindigkeit über der Zeit von den 1100°C-Phasen des Temperaturwechsel-Versuchs und von dem Versuch mit gleicher Spannung von 4,6 MPa unter konstanter Temperatur von 1100°C, linear (a) und logarithmisch (b) aufgetragen, Nicrofer 6025 HT, Prüfzeichen tKO

Im Temperaturwechselversuch steigt nach jedem Temperaturwechsel die Kriechgeschwindigkeit stark an und fällt dann ab auf ein relativ konstantes Niveau, d.h. es stellt sich jedes Mal zunächst ein Primärkriechbereich ein. In der ersten Phase von 1100°C liegt die Kriechgeschwindigkeit nach dem Primärkriechen nahe bei der Kriechgeschwindigkeit des Versuchs mit konstanter Temperatur. Bei jedem Wechsel findet ein deutlicher, stufenartiger Anstieg der Kriechgeschwindigkeit statt. Dies lässt darauf schließen, dass jeder Wechsel die Schädigung des Werkstoffs stark erhöht hat. Die Schädigung summiert sich auf und somit entfernt sich die Kriechgeschwindigkeit des Temperaturwechselversuchs immer weiter von der des Versuchs mit konstanter Temperatur.

Als Ursachen für die Schädigung des Werkstoffes, welche bei den Temperaturwechseln stattfindet, sind verschiedene Effekte denkbar. Bei jedem Wechsel findet eine thermische Dehnung statt, welche aufgrund des hohen Wärmeausdehnungskoeffizienten von ca. $17*10^{-6}$ /K bei Nicrofer 6025 HT und der Temperaturdifferenz von 200°C bei 0,34% liegt. Vermutlich führt diese Verformung des Grundwerkstoffs zum Aufreißen der Oxidschicht, da diese einen deutlich geringeren Wärmeausdehnungskoeffizient (Faktor ca. 0,5) und eine geringe Verformungsfähigkeit besitzt (Abschnitt 5.3). Neben dem Aufreißen ist ein verstärktes Abplatzen von Oxiden durch die induzierten Spannungen aufgrund der Wärmedehnung denkbar. Eine Vermessung des Probenquerschnitts nach Ausbau zeigt jedoch, dass unter Annahme von Volumenkonstanz der Probenquerschnitt nur um 0,6% reduziert wurde, und somit die wirkende Spannung nur um 1% erhöht wird. Des Weiteren ist eine Schwächung des Werkstoffes durch wiederholte Veränderungen der Gefügestruktur denkbar, so könnte zum Beispiel in diesem Temperaturbereich die Ausscheidung und Auflösung der γ -Phase eine Rolle spielen.

Bei höherer Spannung sind die Effekte geringer, da zum einen aufgrund der höheren Kriechdehnung auch ohne Wechsel der Temperatur ein häufiges Aufreißen der Oxidschicht stattfindet. Zum anderen ist die Versuchslaufzeit und somit die Anzahl der Zyklen bei höherer Spannung geringer (3 Zyklen bis 10% bei 7 MPa, 10 Zyklen bis 10% bei 4,6 MPa).

7.4 Kontraktionsversuche

Bei mehrphasigen Legierungen können bei hohen Temperaturen Längenkontraktionen auftreten, die durch Gefügeinstabilitäten verursacht werden [3]. Dies kann bewirken, dass bei sehr niedrigen Spannungen im Kriechversuch zunächst negative Dehnungen beobachtet werden. Um das Kontraktionsverhalten der im Vorhaben untersuchten Werkstoffe zu ermitteln, werden Glühversuche an speziellen Proben mit einem Messlängenverhältnis von 10 und keramischen Messmarken durchgeführt. In Bild 7.33 sind die Ergebnisse der Versuche bei 1000°C dargestellt. Für die im Vorhaben untersuchten Werkstoffe liegen die Kontraktionsdehnungen bei 1000 bis 1200°C zwischen 0,01 und 0,06%. Diese Werte sind gegenüber den hohen Kriechdehnungen, welche die Industrieofenbauteile erreichen, sehr werden die Kontraktions-dehnungen bei der gering. Daher speziell für die Industrieofenbauteile konzipierten Lebensdauerbewertung nicht berücksichtigt.



Bild 7.33 Auftragung der Dehnung über der Zeit für die Kontraktionsversuche der untersuchten Werkstoffe sowie vergleichend Daten Werkstoffes eines ähnlichen (Holdinghausen 1994)

7.5 Ermüdungsverhalten

Die Ergebnisse der LCF-Versuche an den Werkstoffen Nicrofer 6025 HT (tKH, 80µm) und Centralloy 60 HT R sind in den Ermüdungsschaubildern (Bild 7.34 und Bild 7.35) dargestellt.



In der Regel wurden die Versuche mit einer Frequenz von 0,1 Hz durchgeführt. Um den Einfluss der Frequenz auf das Ermüdungsverhalten zu überprüfen, wurden zwei zusätzliche Versuche mit dem Werkstoff Centralloy 60 HT R bei einer Frequenz 0,01Hz ergänzt. Die niedrigere Frequenz bewirkt eine Reduzierung der Bruchzeit um Faktor 2 bei der Versuchsspannung 34 MPa, Faktor 9 bei der Versuchsspannung 25 MPa (Bild 7.35). Die Bruchdehnung der Proben beträgt fast durchweg 30%.

aus

An der Auftragung der Schleifen (Bild 7.36) ist gut zu erkennen, dass bei der höheren Frequenz (0,1 Hz) die plastische Verformung mit Zunahme der Spannung ansteigt. Die Schleife des Versuchs mit niedrigerer Frequenz zeigt bei gleicher Spannung eine deutlich stärkere Verformung, da hier die Krafteinwirkung innerhalb einer Druck- oder Zugphase eines Zyklus für eine längere Dauer erfolgt.







Bild 7.36 Verlauf der Schleifen der spannungsgesteuerten LCF-Versuche (R=-1) bei N=0,5NB bei unterschiedlichen Spannungen und Frequenzen, Werkstoff Centralloy 60 HT R, tKL, 1100°C
Des Weiteren ist hier deutlich der Einfluss der unterschiedlichen Festigkeit bei Zug- und Druckbeanspruchung zu erkennen. Aufgrund der höheren Druckfestigkeit wird zum Ende der Schleife eine höhere Dehnung erreicht als bei Beginn, was daran zu erkennen ist, dass die Schleife nicht geschlossen ist. Der Effekt tritt ebenfalls bei niedrigerer Frequenz auf, ist jedoch in einer Schleife sehr gering, da insgesamt weniger plastische Verformung auftritt. Der Werkstoff zeigt also in der Zugphase eine höhere bleibende Verformung (Kriechen) als in der Druckphase. Im Verlauf des Versuches addiert sich somit in jedem Zyklus ein weiteres Dehnungsinkrement zur bisher erreichten Dehnung. Dies wird als Ratcheting ("zyklisches Kriechen") bezeichnet. Im Verlauf der Mitteldehnung äußert sich dies in einer kontinuierlichen Zunahme der Mitteldehnung mit fortschreitender Versuchsdauer (vgl. Abschnitt 5.1). Der daraus resultierende Verlauf der Dehnungsspitzenwerte ϵ_z und ϵ_d bzw. der daraus ermittelbaren Mitteldehnung ϵ_m zeigt eine nichtlineare Zunahme der Dehnungsanteile, ähnlich einer Kriechkurve (Bild 7.37 und Bild 7.38).





Auch hier nimmt in der ersten Phase die Geschwindigkeit der Dehnungszunahme ab bis ein Wert erreicht wird, der in der zweiten Phase relativ konstant beibehalten wird ($d\epsilon_{zII}/dt$, $d\epsilon_{dII}/dt$ bzw. $d\epsilon_{mII}/dt$) (Bild 7.39). Daran schließt sich eine dritte Phase an, in der die Dehnungsgeschwindigkeit bis zum Eintreten des Bruches ansteigt. Dies ist damit zu erklären, dass hier die gleichen Mechanismen (Versetzungsaufstau usw.) wie im Kriechversuch stattfinden. Bei höherer Frequenz und gleicher Spannung zeigt sich eine höhere Dehngeschwindigkeit (Probe tKL11d5, 34 MPa, 1100°C, f = 0,01 Hz).

Die Auftragung der Dehngeschwindigkeiten ermittelt aus der Mitteldehnung (Bild 7.40) zeigt, dass diese mit Erhöhung der Temperatur zunimmt. Bei 1100°C lässt sich auch die Frequenzabhängigkeit erkennen. Eine Absenkung der Frequenz bewirkt eine Anhebung der Kriechgeschwindigkeit von nahezu Faktor 10.



Bild 7.38 Verlauf der Mitteldehnung über der Zeit der Versuche bei 1100°C und 1200°C sowie verschiedenen Frequenzen, Werkstoff Centralloy 60 HT R (tKL)



Bild 7.39 Verlauf der Dehngeschwindigkeit der Mitteldehnung über der Zeit



Bild 7.40 Mittlere Dehngeschwindigkeiten über der Spannung ermittelt aus kraftgesteuerten Ermüdungsversuchen, Werkstoff Centralloy 60 HT R

7.6 Ermüdungsverhalten unter wechselnden Laststufen, Werkstoff Centralloy 60 HT R

Auch für die Lebensdauerbewertung bei wechselnder Beanspruchung war es erforderlich, aus komplexen Versuchen einen Wert für die kritische rechnerische Lebensdauer zu ermitteln. Es wurden daher zwei Ermüdungsversuche unter wechselnden Laststufen durchgeführt, welche unterschiedliche Beanspruchungsintensitäten von Ofenrollen durch unterschiedliches Glühgut oder zwischenzeitlichen Leerlauf abbilden. Beide Versuche fanden unter konstanter Temperatur von 1100°C und konstanter Frequenz von 0,01Hz statt. Zunächst wurde ein Versuch mit dem Zyklus 19 MPa – 40h / 25 MPa – 3,5h geprüft. Da hier jedoch sehr wenige Laststufenwechsel (4) bis Bruch stattfanden, wurde ein weiterer Versuch mit sehr kurzer Zykluszeit (16 MPa – 2h / 28 MPa – 1h) durchgeführt (Bild 7.41). Somit ist das Werkstoffverhalten stärker von den Lastwechseln beeinflusst.





Im Ermüdungsschaubild wurden die Versuche, aufgeteilt auf die einzelnen Laststufen und die jeweilige Laufzeit, zusammen mit den konventionellen LCF-Versuchen aufgetragen (Bild 7.42). Die Spitzenlast 28 MPa liegt sehr nahe am Wert für den Versuch ohne Lastwechsel, da durch den relativ kurzzeitigen Wechsel auf die niedrige Spannung von 16 MPa nur eine sehr geringe Schädigung entsteht. Bei dem anderen Versuch mit Spitzenlast 25 MPa tritt bei der relativ langzeitigen Belastung unter der niedrigeren Spannung von 19 MPa ebenfalls eine deutliche Schädigung auf, so dass beide einen gleichmäßigen Abstand zu den Referenzkennwerten aufweisen.

Um Rückschlüsse auf den Einfluss der Häufigkeit von Lastwechseln etc. zu ziehen sind weitere Versuche erforderlich, was aufgrund des Umfangs zukünftigen Arbeiten vorbehalten sein muss. Eine erste Abschätzung der kritischen Lebensdaueranteilsumme ist mit den durchgeführten Versuchen jedoch möglich (Abschnitt 10.2).



Bild 7.42 Auftragung der Laufzeit bis Bruch aufgeteilt auf die einzelnen Laststufen im Ermüdungsschaubild, Centralloy 60 HT R

8 Veränderungen der Mikrostruktur unter Hochtemperaturbeanspruchung

Die Beanspruchung unter hohen Temperaturen führt zu Veränderungen im Gefüge. Durch Untersuchung der Vorgänge im Gefüge kann das unterschiedliche Verhalten der Werkstoffe erklärt werden und somit eine umfassende Werkstoffkenntnis erlangt werden.

Alle Schliffe wurden längs der Probenachse entnommen. In den Schliffbildern in diesem Kapitel ist die Beanspruchungsrichtung immer horizontal.

8.1 Mikrostrukturelle Veränderungen durch Kriechbeanspruchung

Das Kriechverhalten eines Werkstoffs ist von den Eigenschaften der Gefügestruktur abhängig. Veränderungen im Gefüge durch langzeitige Beanspruchung unter hoher Temperatur wirken sich auf das weitere Kriechverhalten aus. Um Erkenntnisse über die Veränderungen in der Mikrostruktur aufgrund der unterschiedlichen thermischen und mechanischen Belastungen zu erlangen, wurden Gefügeanalysen an geprüften Proben durchgeführt. Am GFE und OWI wurde verstärkt das Korrosionsverhalten an ungebrochenen Proben, welche mittlere Dehnungen bis zu 20 % erreicht hatten, untersucht ([50], [51]). Am IfW wurden Proben nach Bruch bzw. Erreichen sehr hoher Dehnung hinsichtlich kriechbedingter Veränderungen im Gefüge betrachtet. Ein weiterer Schwerpunkt war die Untersuchung der Gefügever-änderungen im Kriechverlauf bis zum Erreichen der Dehnratenabnahme.

8.1.1 Zeitlicher Verlauf der Gefügeveränderungen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Zur Untersuchung des Verlaufs der Schädigung während einer Kriechbeanspruchung wurden eine Reihe von Flachproben metallographisch untersucht, welche unter gleichen Bedingungen, bei 800°C und unter 37 MPa, beansprucht und zu unterschiedlichen Zeiten (416h, 715h, 1315h) ausgebaut wurden (Bild 8.1). Der Ausgangszustand des Gefüges wurde in Abschnitt 6.2.1 beschrieben.





Gefüge im Übergang zum tertiären Kriechbereich

Die Probe tKN8zl7 ist mit einer Kriechdehnung von 6% nach 416h bereits deutlich geschädigt. Ihr Kriechverlauf hat den Beginn der tertiären Kriechphase überschritten, d.h. die Zunahme der Dehnung ist bereits beschleunigt. In diesem Zustand ist eine Zunahme der Karbidanzahl im Vergleich zum Ausgangszustand festzustellen. Es wurde ein Durchschnittswert von $3*10^4$ Karbide/mm² im Ausgangszustand und $8,3*10^4$ Karbide/mm² bei der Probe tKN8zl7 (AG nach 416h, $\varepsilon = 6\%$) gezählt. Bei weiterer Versuchsdauer erhöhte sich der Wert nicht mehr. Im Schnitt nahm die Karbidanzahl um Faktor 2,5 zu (Bild 8.2).

Eine Aussage zur Größe der Karbide kann durch zusätzliche Betrachtung der Massenanteile getroffen werden. Berechnungen von ThyssenKrupp VDM ergaben, dass im Ausgangszustand 0,04 Masse-% Kohlenstoff in der Matrix gelöst sind. Am GfE wurde festgestellt, dass im Ausgangszustand $M_{23}C_6$ und M_7C_3 -Karbide vorliegen, mit einem Massenanteil von insgesamt 1,8%. Da bei 800°C aufgrund der günstigeren energetischen Zustände und der nach wie vor sehr geringen Löslichkeit von Kohlenstoff in der Matrix sich weitere Karbide ausscheiden, kann ein Massenanteil von $M_{23}C_6$ -Karbiden von 3,2% erreicht werden (M_7C_3 wandeln sich unter thermischer Beanspruchung in $M_{23}C_6$ um). Dies ergibt eine Erhöhung des Massenanteils

der Karbide um Faktor 1,8 gegenüber dem Ausgangszustand. Da die Anzahl pro Fläche um den Faktor 2,5 gestiegen ist, muss sich die Größe der Karbide im Schnitt verkleinert haben. Es haben sich also zusätzliche, feine Karbide ausgeschieden.



Bild 8.2 Vergleich Gefüge des Ausgangszustandes von tKN (a) mit der Probe tKN8zl7 nach 416h Kriechbeanspruchung bei 37 MPa (b), Anzahl der Karbide zu unterschiedlichen Ausbauzeiten, Flachproben, tKN, 800°C, 37 MPa (c)

Im oberflächennahen Bereich ist in diesem Zustand noch keine Auflösung von Karbiden zu erkennen (Bild 8.3).



Bild 8.3 Gefüge im Randbereich der Probe tKN8zl7 nach 416h Kriechbeanspruchung bei 37 MPa Nicrofer 6025 HT, 800°C

Bei der nach 416h bei 800°C und 37 MPa ausgebauten Probe zeigen sich Hohlräume im Gefüge, die wahrscheinlich teilweise schon im Ausgangszustand vorhanden waren. Es bilden sich jedoch zusätzlich längliche, quer zur Beanspruchungsrichtung liegende Trennungen. Einige Trennungen schließen an die groben Karbide oder die Hohlräume zwischen diesen an. Diese werden zum einen durch einzelne groben Karbide verursacht, an welchen sich häufig Risse bilden (Abschnitt 5.1), zum anderen durch die Kerbwirkung der bereits vorhandenen Hohlräume.

Anhand der Bilder einer bei höherer Spannung gelaufenen 800°C-Flachprobe (tKN8zl1, 62,5 MPa) ist deutlicher zu erkennen, dass die Rissflanken kleinerer Risse häufig längliche Ausscheidungen aufweisen (Bild 8.4). Es dürfte sich um zusammengewachsene Karbide entlang der Korngrenzen handeln, welche genauso wie vergröberte Karbide die Bildung von Trennungen begünstigen.



Bild 8.4 Unkorrodierte, mit länglichen Ausscheidungen an einer Rissflanke belege Risse, Werkstoff Nicrofer 6025 HT, tKN, Flachproben, 33µm, 800°C, 62,5MPa, 106h

Gefüge kurz nach dem Einsetzen der Dehnratenabnahme

Eine längere Laufzeit von 715h (Probe tKN8zl2) führt zu Trennungen über dem gesamten Probenquerschnitt (Bild 8.5), welche zu der bereits sehr hohen Dehnung von 23% beitragen. Die Trennungen sind in der Regel senkrecht zur Richtung der Zugbeanspruchung ausgerichtet. Auch hier ist zu erkennen, dass Risse oft an groben Karbiden liegen, und vermutlich vor allem von den Hohlräumen zwischen den Karbidansammlungen ausgehen (Bild 8.6a). Ein Teil der Trennungen ist von unverändertem Gefüge umgeben. Der andere Teil ist nahe der Oberfläche rundum von zahlreichen kleineren und größeren Phasen umgeben und zeigt mit einem schichtartigen Saum belegte Rissflanken (Bild 8.6b). Vermutlich sind letztere Risse bereits seit längerer Dauer der oxidativen Atmosphäre ausgesetzt, während die Risse ohne Ausscheidungen relativ neu entstanden sein könnten.

Die Elementverteilungsbilder in Bild 8.7, welche mit der Mikrosonde am GFE aufgenommen wurden, zeigen dass der Saum der Risse aus Chromoxiden besteht. Im Anschluss daran haben sich feine Aluminium-Oxide gebildet. Bei den etwas tiefer im Grundwerkstoff liegenden, oft nadeligen Ausscheidungen in der Umgebung des Risses handelt es sich um Aluminiumnitride. Vereinzelt sind auch Chromnitride im Bereich der Risse festzustellen.



Bild 8.5 Übersichtsaufnahme der Probe tKN8zl2 mit Kennzeichnung der Entnahmestelle des Querschliffs, Bilder des Querschliffs mit Vergrößerung des weniger geschädigten Bereiches aus dem dickeren Probenhals (Messschneidenbereich) sowie des massiv geschädigten Prüfbereiches



Bild 8.6 Risse an den großen Primärkarbide (a) Risse mit oxidierten Rissflanken und zahlreichen Ausscheidungen im oberflächennahen Bereich der Risse (b), Nicrofer 6025 HT, tKN, T = 800°C, Laufzeit 715h, Probe tKN8zl2, 37 MPa



Bild 8.7 Elementverteilungsbilder (a) und BSE- sowie SE-Bild (b), Nicrofer 6025 HT, tKN, T = 800°C, Laufzeit 715h, Probe tKN8zl2, 37 MPa

Bei der Untersuchung der Korrosionsproben am OWI wurde an den bei 1100°C geprüften Proben eine Verarmung an Chrom und Aluminium im oberflächennahen Bereich festgestellt ([50], [51]). Die am GFE ermittelten quantitativen Linienprofile zeigen, dass im Bereich der Risse und auch im oberflächennahen Bereich der Probe tKN8zl2 keine deutliche Verarmung an Chrom (ca. 24% in der Matrix) und Aluminium (ca. 2,2% in der Matrix) festzustellen ist (Bild 8.8, Bild 8.9). An der Probenoberfläche wurde nur Aluminium-Oxid festgestellt.

Auch mittels Lichtmikroskop aufgenommene Bilder zeigen kaum Veränderungen im oberflächennahen Bereich, lediglich im weniger beanspruchten Probenbereich ist eine geringere Belegung der Korngrenzen mit Karbiden festzustellen (Bild 8.10).



Bild 8.8 Quantitatives Linienprofil über einem Kriechriss, Nicrofer 6025 HT, tKN, T = 800°C, Laufzeit 715h, Probe tKN8zl2, 37 MPa



Bild 8.9 Quantitatives Linienprofil von der Probenoberfläche ausgehend, Nicrofer 6025 HT, tKN, T = 800°C, Laufzeit 715h, Probe tKN8zl2, 37 MPa



Bild 8.10 Gefüge im Randbereich aus dem Prüfbereich (Bild 8.5) (b) und Messschneidenbereich (b), Nicrofer 6025 HT, tKN, T = 800°C, Laufzeit 715h, Probe tKN8zl2, 37 MPa

Gefüge nach Probenbruch

Der Zustand des Gefüges bei Probenbruch wurde anhand der Probe tKN8zl5 untersucht, welche nach einer Laufzeit von 1315h und einer Dehnung von ca. 50 % gebrochen ist.

Gegenüber der kürzer gelaufenen Probe sind keine deutlich größeren Risse zu erkennen (Bild 8.11). Es besteht die Annahme, dass im Vergleich zur kürzer gelaufenen Probe tkN8zl2 (715h), welche jedoch auch bereits eine hohe Dehnung erreicht hatte, weitere neue Risse entstanden sind, die oxidierten Risse jedoch nicht weiter gewachsen sind. Eine Vermessung und Auszählung der Risse könnte dies bestätigen, konnte jedoch im Rahmen des Vorhabens nicht mehr durchgeführt werden.



Bild 8.11 Übersichtsaufnahme des Prüfbereichs der Probe tKN8zl5 (1315h) (a) und Vergleich eines Teilstücks (c) mit der kürzer gelaufenen Probe tKN8zl2 (715h) (b), Nicrofer 6025 HT

Auch nach der langen Laufzeit von 1315h sind Risse mit oxidierten Oberflächen und als auch nicht oxidierte Risse zu finden. Die Risse verlaufen häufig entlang der Korngrenzen. Bei den oxidierten Rissen scheint die Oxidation an der Rissspitze verstärkt entlang der weiteren Korngrenzen vorzudringen. Im Bereich der Rissspitze ist die Oxidschicht meist auch massiver ausgeprägt und mehrere μ m dick (Bild 8.12).

In manchen Probenbereichen sind die Risse verstärkt umgeben von nadelförmigen Ausscheidungen (Bild 8.13). Teilweise sind die Risse von einem großflächigen, hellen Saum umgeben.



Bild 8.12 Probe tKN8zl5 (1315h), Aufnahme Gefüge an der Bruchkante mit Phasenkontrast, Karbide als helle, hervorstehende Phasen erkennbar, Oxid dunkel, deutlich an Rissspitzen erkennbar (a) mit sichtbaren Korngrenzen (b), Nicrofer 6025 HT



Bild 8.13 Probe tKN8zI5, um einige, möglicherweise nicht oxidierte Risse bilden sich zusammenhängende, großflächige Karbide, welche von zahlreichen nadelförmigen Ausscheidungen umgeben sind, Nicrofer 6025 HT

Auch von der Probe tKN8zl5 wurden am GFE Elementverteilungsbilder erstellt (Bild 8.14). Diese zeigen im Vergleich zu den Aufnahmen der Probe tKN8zl2 eine fortgeschrittene Oxidation. So liegt Sauerstoff nicht nur an der Rissoberfläche vor, sondern die Oxide haben sich ins Werkstoffinnere fortgesetzt. Bei diesen Oxiden im Werkstoffinneren handelt es sich um Aluminiumoxide. Des Weiteren sind vereinzelte, aber relativ grob ausgebildete Phasen zu erkennen, welche Chrom, Nickel und teils Stickstoff sowie möglicherweise Kohlenstoff enthalten. Es könnte sich hier um den im Lichtmikroskop hell erscheinenden Saum um die Risse handeln (Bild 8.13).





Bild 8.14 Elementverteilungsbilder (a) und BSE- sowie SE-Bild (b), Nicrofer 6025 HT, tKN, T = 800°C, Laufzeit 1315h, Probe tKN8zI5, 37 MPa

Anhand der quantitativen Linienprofile ist zu erkennen, dass bei der Probe tKN8zl5 in der Matrix eine starke Verarmung an Aluminium, vermutlich durch die Bildung von Oxiden, stattgefunden hat (Bild 8.15). Außerhalb der aluminiumhaltigen Nitride, Karbide und Oxide beträgt der Anteil an Aluminium nur noch ca. 0,8 Masse-%.



Bild 8.15 Quantitative Linienprofile über einem Kriechriss (a) und von der Probenoberfläche ausgehend (b), Nicrofer 6025 HT, tKN, T = 800°C, Laufzeit 1315h, Probe tKN8zl5, 37 MPa

Auffällig ist bei den 800°C-Versuchen der Flachproben, dass die zwei bei 37 MPa bis Bruch geprüften Proben mit 1315h und 9576h deutlich unterschiedliche Laufzeiten aufweisen (ca. Faktor 7, Bild 7.13). Im Vergleich der Schliffbilder zeigen sich keine Hinweise auf die Ursache dieses Verhaltens. Die länger gelaufene Probe ist stärker von Rissen und Korrosionsprodukten durchzogen und zeigt vergröberte, dichter angeordnete Karbide (Bild 8.16 a-f). Die Oxidschichten auf den Rissflanken sind bei der länger gelaufenen Probe in der Regel dicker ausgebildet. Diese Effekte dürften auf die längere Laufzeit zurückzuführen sein. Welcher Unterschied zwischen den Proben nach ca. 1000h maßgeblich für den Bruch oder die längere Laufzeit waren, kann nicht nachvollzogen werden.



Bild 8.16 Vergleich der Proben tKN8zl4 und tKN8zl5, 800°C, 37 MPa

Zusammenfassung und Diskussion

Die Untersuchung des zeitlichen Verlaufs der Gefügeänderungen während des Kriechens anhand einer Flachprobe des Werkstoffs Nicrofer 6025 HT liefert neue Erkenntnisse zum Verhalten nach Erreichen des tertiären Kriechens. Die Beobachtungen erfolgten an Proben, welche bei 800°C geprüft wurden. Daher sind diese nur bedingt für deutlich niedrigere oder höhere Temperaturen gültig.

Bis zum Beginn einer starken Kriechbeschleunigung im tertiären Kriechen sind nur leichte Gefügeveränderungen erkennbar. Eine Zunahme der Karbidanzahl findet bereits in den ersten 500h statt und ist vermutlich auf die durch die hohen Temperaturen begünstigte Ausscheidungsbildung von in der Matrix vorliegendem Kohlenstoff zurückzuführen. Die Erhöhung des Karbid-Flächenanteils, welcher an 1100°C-Proben am OWI und GFE beobachtet wurde, war auf die Auflösung der Karbide in der Chromverarmungszone und Diffusion des Kohlenstoffs in die Probenmitte zur erneuten Karbidbildung zurückzuführen. Hier zeigte sich bei unbelasteten Proben nach 1400h bei 1100°C eine Zunahme um ca. Faktor 4 [51]. Mit weiterer Versuchslaufzeit änderte sich der Wert nur noch geringfügig. Eine Verarmungszone konnte an den 800°C-Proben jedoch nicht festgestellt werden, somit muss der Kohlenstoff aus der Matrix der Probenmitte kommen.

Bis zum Erreichen des tertiären Kriechbereichs findet des Weiteren eine zunehmende Hohlraumbildung statt. Deren zeitliche Entwicklung ist in Bild 8.17 dargestellt.





Einerseits weiten sich die bereits zwischen den groben Karbiden im Ausgangszustand vorhandenen Hohlräume aus, andererseits bilden sich an zusammenhängenden Karbiden neue Hohlräume. Mit Erreichen einer hohen Dehnung von über 10% sind die Proben stark von Hohlräumen bzw. Rissen durchwachsen. Da durch die hohe Kriechverformung gleichzeitig ein Aufreißen der Deckschicht stattfindet. kann Sauerstoff häufiges aus der Umgebungsatmosphäre in die Risse im Probeninneren gelangen. Dabei oxidieren die Rissoberflächen (Bild 8.18). Zwischenschritte der Ausbreitung des Sauerstoffs im Probeninneren, indem zunächst oberflächennahe Risse oxidiert werden, konnten nicht beobachtet werden. In allen Fällen war eine relativ gleichmäßige Verteilung von oxidierten und nicht oxidierten Rissen über dem gesamten Probenquerschnitt gegeben.

Dauer unter Kriechbeanspruchung t









Zunächst geschlossene Oxiddeckschicht

Aufreissen der Deckschichten

Aufreissen der Korngrenzen an Schwachstellen (z.B. Karbiden)

Sauerstoff oxidiert die Rissoberflächen

Aufreissen an anderer Schwachstelle

Bildung von Aluminiumnitriden um die Risse

Bild 8.18 Modellvorstellung Rissoxidation

Bei längerem Kontakt zur Umgebungsatmosphäre kommt es zusätzlich zur Bildung von Aluminiumnitriden in der Umgebung der Rissoberfläche, und die Oxidschicht an den Rissflanken und insbesondere der Rissspitze nimmt an Dicke zu.

Da die Oxidation der Risse mit der Abnahme der Dehnrate zunimmt, besteht die Annahme, dass die Oxide auch hier wie in den in Abschnitt 5.4 beschriebenen Untersuchungen die Dehnratenabnahme bewirken.

Der Probenbruch tritt nach einer weiteren, teils sehr langen Kriechphase mit kontinuierlicher Abnahme der Dehnrate ein. Die Bruchzeit der geprüften Proben wies eine sehr große Streuung (Faktor 7) auf. Eine Ursache ist nicht zu erkennen, möglicherweise war eine lokale Inhomogenität bei der kürzer gelaufenen Probe der Auslöser für den schnelleren Bruch.

8.1.2 Spezielle Auswertungen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Zur Untersuchung der Gefügeveränderungen aufgrund unterschiedlicher thermischer Beanspruchung wurden von den verschiedenen Probenformen von jeweils den vier Prüftemperaturen 800°C, 1000°C, 1100°C und 1200°C je eine Probe metallographisch untersucht. Die Versuchszeiten bzw. Prüfspannungen sind jedoch teilweise unterschiedlich, was bei direkten Vergleichen von Proben berücksichtigt werden muss. Bei sehr hohen Spannungen findet eine Einschnürung und lokale Schädigung statt. Veränderungen im Gefüge aufgrund Temperatureinwirkung und Korrosion sind in der Regel geringfügiger als bei mit niedrigerer Spannung, und daher langzeitig beanspruchten Proben. Bei letzteren Proben finden aufgrund der niedrigen Versuchsspannung möglicherweise andere Kriechmechanismen statt (vgl. Abschnitt 5.1). Die Einschnürung ist in der Regel nur sehr gering.

Die Schliffe der Rundproben und der Flachproben, die unter verschiedenen Temperaturen bis Bruch oder bis zum Erreichen hoher Dehnungen geprüft wurden (Bild 8.19), zeigen ähnliche Erscheinungsbilder wie die bereits gezeigten 800°C-Flachproben (Bild 8.6, Bild 8.13). Sämtliche Proben sind von Rissen durchzogen, welche meist mit Oxiden belegt und häufig von nadelförmigen Ausscheidungen umgeben sind. Im Folgenden werden die Beobachtungen in den unterschiedlichen Probenbereichen im Detail beschrieben.



Bild 8.19 Übersicht der untersuchten Rund- und Flachproben, Schliffbilder der Probenmitte

Gefüge im Deckschichtbereich

Wie bereits an den gleichzeitig am OWI untersuchten Proben festgestellt (Ackermann 2012), zeigt sich unterhalb der Deckschicht eine karbidfreie Zone, welche aufgrund der Chromverarmung durch die Chromoxiddeckschichtbildung entsteht (Abschnitt 5.2). Bei der weniger durch innere Oxidation geschädigten Flachprobe ist diese deutlicher zu erkennen als bei der Rundprobe (Bild 8.20).



Bild 8.20 Karbidfreie Zonen unterhalb der Deckschicht an den Zeitstandproben, 1100°C, links Flachprobe tKN11zl1, 5,5 MPa, 1507h, 1100°C, rechts Rundprobe, tKO11zl1, 6,2 MPa, 2777h, 1100°C

Der karbidfreie bzw. chromverarmte Bereich war nur bei den 1100°C-Proben zu erkennen. Bei der 800°C-Probe tritt dieser Bereich aufgrund der schwachen Oxidation bei dieser Temperatur (Bild 8.3, Bild 8.10) nicht auf. Bei den anderen Proben ist der Effekt in der Prüfzone vermutlich aufgrund der sehr starken Oxidation nicht mehr erkennbar.

1100°C-Flachprobe zeigt Radienübergang unterschiedliche Die im Formen der Deckschichtoxidation. Teils ist eine innere Korrosion von bis zu 100μ m zu erkennen, sowie eine anschließende karbidfreie Zone, in der eine Kornvergröberung stattgefunden hat (Bild 8.21 links). An anderen Stellen findet keine innere Korrosion statt (Bild 8.21 rechts). Wie im Schlussbericht des OWI [51] erläutert, ist dies auf die Art des lokal ausgebildeten Deckschichtoxides zurückzuführen. Bei einer Chromoxiddeckschicht findet innere Korrosion von Aluminium statt, und aufgrund des hohen Chrombedarfs lösen sich die naheliegenden Karbide auf. Liegt eine Aluminiumdeckschicht vor, verhindert diese die innere Korrosion. Da keine Oxidation des Chroms stattfindet, findet in diesen Bereichen auch keine Karbidauflösung statt (Bild 8.21). Bei den Nicrofer-Proben tritt die geschlossene Aluminiumdeckschicht selten auf, da der Aluminiumgehalt zu niedrig ist.



Bild 8.21 tKN11zl1: Korrosion im weniger beanspruchten Probenbereich, nur stellenweise innere Korrosion (links), in Bereichen ohne Ausbildung innerer Korrosion keine karbidfreie Zone (rechts)

An dem Schliff 1000°C-Probe ist erkennbar, dass kleine Abplatzungen der Oxidschicht stattfinden, da die Oxidschichtoberfläche Unterbrechungen aufweist (Bild 8.22). Dies kann zu einer Querschnittverminderung und dadurch bedingter Spannungserhöhung führen. Hinsichtlich der starken Rissbildung im Probeninneren ist jedoch davon auszugehen, dass der Querschnittsverlust durch Abplatzungen keine große Rolle spielt.



Bild 8.22 Oxiddeckschicht der Probe tKN1zl1 (12 MPa, 5018h, 1000°C) mit Lücken in der Oberfläche, die auf Abplatzungen schließen lassen

Im Probeninneren, in Bereichen sehr stark oxidierter Risse, ist teilweise auch eine Karbidverarmung sichtbar (Bild 8.23). Dies ist jedoch nicht in allen Fällen beobachtbar.



Bild 8.23 Teils karbidfreie Zonen, Probe tKN1zl1, 12 MPa, 5018h, 1000°C

In den Randbereichen der Schliffe zeigt sich eine unterschiedlich starke Korrosion. Auffällig ist dass sich bei der 1200°C-Flachprobe trotz der sehr kurzen Laufzeit (147h) bereits sehr große Oxide von 20-50 μ m Dicke im Bereich der Deckschicht als auch an den korrodierten Rissen im Inneren gebildet haben. Die 1000°C Probe zeigt nach einer 33fach längeren Laufzeit als die 1200°C-Probe eine ähnlich starke Oxidation im Probeninneren (Bild 8.24). Dies zeigt, dass bei der sehr hohen Temperatur von 1200°C bereits innerhalb von kurzer Zeit eine starke Oxidation stattfinden kann, sobald Angriffsmöglichkeiten durch freigelegten Werkstoff bestehen. Bei der 1000°C-Probe ist die Deckschicht bis zu einer Dicke von ca. 150 μ m gewachsen, und der Anteil von oxidiertem Werkstoff an der Probe ist bereits sehr hoch.



Bild 8.24 Probe tKN12zl1 (4 MPa, 147h, 1200°C): Oxide häufig stark von Rissen durchzogen, Probe tKN1zl1(12 MPa, 5018h, 1000°C): massive Oxidschicht

In den massiven Oxiden der 1000°C- und der 1200°C-Probe sind viele Risse sowie kleinere und größere Poren zu erkennen. Die Poren könnten auf das unregelmäßige Oxidwachstum zurückzuführen sein. Bei den Rissen besteht die Vermutung, dass diese durch die mechanische Beanspruchung der Oxide im Versuch entstanden sein oder sich durch thermische Spannungen beim Abkühlen der Probe aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Oxid und Grundwerkstoff gebildet haben (vgl. Abschnitt 5.2).

Vergleich von an Luft und an Abgas geprüften Flachproben

Es wurden Mikroanalysen an Flachproben durchgeführt, die unter sonst gleichen Versuchsparametern (1100°C, 2,5 MPa, ca. 5500h) unter unterschiedlichen Atmosphären geprüft wurden. Die an Luft geprüfte Probe zeigt eine geringere Kriechfestigkeit als die an Abgas geprüfte Probe (vgl. Abschnitt 7.2.1, Bild 7.15), was nur teils mit dem beobachteten Einfluss der unterschiedlichen Walzrichtungen erklärt werden kann (Abschnitt 7.2.1). Die Ergebnisse der Mikroanalysen zeigen keine deutlichen Unterschiede. Bei beiden Proben ist eine äußere Chromoxidschicht, daran anschließend ein Netzwerk von Aluminiumoxiden und eine karbidarme Zone festzustellen. Bei einer der beiden Messungen an der Luftprobe bildet Aluminiumoxid ein abgeschlossenes Netzwerk, und eine geringere Tiefe der das Karbidverarmung (Bild 8.25c). Möglicherweise hat hier lokal eine geringere Kriechverformung stattgefunden, so dass sich das dichte Aluminiumoxid-Netzwerk bilden konnte. Gleichzeitig reißt bei langsamerer Kriechverformung die Deckschicht seltener auf, wodurch der Chromverbrauch zur Schichtneubildung reduziert wird. Dies würde die geringere Auflösung von Karbiden erklären. Ähnliche Erscheinungsbilder der inneren Korrosion mit einem geschlossenen Netzwerk wurden bei einzelnen Proben des OWI ebenfalls beobachtet, ein eindeutiger Zusammenhang mit der Tiefe der karbidarmen Zone konnte jedoch nicht gefunden werden [51].Bei der zweiten Messstelle derselben Probe (Bild 8.25b) gleicht das Erscheinungsbild der inneren Korrosion und die Tiefe der karbidfreien Zone der an Abgas geprüften Probe (Bild 8.25a).

Die Dicke der karbidverarmten Zone ist somit nicht maßgeblich für die Kriechfestigkeit verantwortlich.



Bild 8.25 Vergleich der Korrosionserscheinungen bei der an Abgas (t_{AG} = 5470h) (a) und der an Luft geprüften Probe (t_{AG} = 5495h) (b, c), 1100°C, 2,5 MPa, Flachproben, Prüfzeichen tKN, Korngröße 33µm, Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Gefüge im Probeninneren

Die Karbide haben sich bei 1000°C und 1100°C deutlich vergröbert (viele Karbide >10 μ m) (vgl. Bild 8.19). Bei 800°C liegen nur wenige Karbide dieser Größe vor, die meisten sind kleiner. Bei 1200°C sind im Prüfbereich keine Karbide zu erkennen.

In den bei Temperaturen über 800°C geprüften Proben zeigen sich die nadeligen Ausscheidungen in deutlich größerer, blockigerer Form als bei 800°C (Bild 8.26). Nahezu quadratische, kantige Ausscheidungen in relativ geringen Mengen finden sich im weniger beanspruchten Probenbereich (Bild 8.27). Ähnliche Ausscheidungen in den Proben des OWI wurden am GFE gefunden und als Aluminium-Nitride bestimmt, vereinzelt wurden auch Chromnitride festgestellt.



Bild 8.26 Vergleich der Ausscheidungen bei 1100°C, tKN11zl1 (a) und 800°C, tKN8zl5 (b und c)

Neben den Trennungen und Rissen an den Korngrenzen sind bei der unter 1200°C geprüften Flachprobe große, rundliche Poren bis über 30 μ m Durchmesser in den Körnern zu finden. Im weniger beanspruchten Bereich sind diese ebenfalls vorhanden (Bild 8.27). Spitz ausgebildete Risse weist dieser Bereich nicht auf.



Bild 8.27 Poren sowie kantige und nadelförmige Ausscheidungen im weniger beanspruchten Bereich (Messschneiden) der Probe tKN12zl1(4 MPa, 147h, 1200°C), Nicrofer 6025 HT

Bei der 800°C-Rundprobe sind deutlich weniger Risse und kaum innere Oxidation zu

erkennen (Bild 8.19). Die Risse bilden sich entlang der Korngrenzen. An korrodierten Rissen zeigen sich sehr gleichmäßige, kurze Nadeln (Bild 8.28). Die Körner sind von feinen Streifen durchzogen. Es handelt sich vermutlich um sehr feine Ausscheidungen, die sich innerhalb der Körner entlang von Gleitlinien bilden.

Bemerkenswert ist, dass diese Probe bei einer mit 32 MPa geringeren Spannung die gleiche Laufzeit aufweist wie die Flachprobe tKN8zl4 mit 37 MPa, trotz der geringeren Schädigung durch Risse und Oxidation.



Bild 8.28 Probenmitte der Probe tKO8zl3 (800°C, 32 MPa, 9581h), Nicrofer 6025 HT

Die 1200°C-Rundprobe brach beim Ausbau in mehrere Teile. Während die anderen Proben eine matte, relativ glatte Oberfläche aufweisen, ist die Oberfläche bei der 1200°C-Probe sehr uneben und glänzend (Bild 8.29).



Bild 8.29 Makroaufnahme der Oberfläche der Probe tKH12zl1 (1200°C, 4 MPa, 2166h), Nicrofer 6025 HT

Sie ist über dem gesamten Querschnitt oxidiert (Bild 8.30), lediglich in einem Teilstück des untersuchten Probenabschnitts befindet sich in der Probenmitte ein metallischer, jedoch von Oxiden durchzogener Bereich (Ausschnitt in Bild 8.19). Der oxidierte Querschnitt enthält teils sehr große Poren und ist von Rissen durchzogen. Die Risse, insbesondere in der Nähe des teiloxidierten Bereiches, könnten jedoch beim Abkühlen der Probe aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten entstanden sein (vgl. Abschnitt 5.2).





In Line-Scans, welche am erstellt GFE wurden, zeigt sich, dass die äußere Schicht aus Nickel-Oxid besteht (Bild7.59). Darunter befindet sich ein relativ homogener Bereich von ca. 130μ m mit (Cr, Ni, Fe)O mit einem im unteren Bereich recht hohen Gehalt von Aluminium (ca. 10%). In der Probenmitte liegt heterogenes Gefüge von den zwei Oxiden NiO (heller im BSE-Bild) und (Cr,Ni,Fe,Al)-O (dunkler im BSE-Bild) vor.



Bild 8.31 Line-Scans der Probe tKH12zl1 (1200°C, 4 MPa, 2166h), Nicrofer 6025 HT (GFE)

Zusammenfassung

Die Zeitstandproben zeigen je nach Temperatur, Spannung, Beanspruchungsdauer und Probenquerschnitt bzw. Korngröße unterschiedliche Veränderungen des Mikrogefüges. Bei dem untersuchten Zustand, nach Probenbruch, hat immer ein Aufreißen des Gefüges stattgefunden. Sind die Risse stark oxidiert, ist dies ein Hinweis, dass eine Dehnratenabnahme stattgefunden hat. Bei schwacher Korrosion (z.B. tKO8zl3) ist diese nicht festzustellen.

Bei allen Temperaturen sind nadelige Ausscheidungen zu beobachten. Bei 800°C sind diese sehr fein, bei höheren Temperaturen deutlich gröber. In weniger beanspruchten Bereichen, in welchen Trennungen bzw. Poren zu finden sind, zeigen sich ebenfalls nadelige bis blockige Ausscheidungen. Diese wurden als Aluminiumnitride identifiziert. Der Anteil des oxidierten Werkstoffvolumens nimmt mit zunehmender Versuchsdauer zu. Bei höheren Temperaturen findet dies in stärkerem Maße als bei niedrigeren Temperaturen statt. Dies kann zum Oxidieren der Probe über dem kompletten Probenquerschnitt bei 1200°C führen. Die Kriechfestigkeit scheint dies jedoch nicht negativ zu beeinflussen.

Die nadeligen Ausscheidungen dürften ebenfalls keine merkbar schädigende Wirkung entfalten. Entlang der Ausscheidungen sind keine Trennungen zu finden.

8.1.3 Werkstoff Centralloy 60 HT R

Die Schliffübersicht zeigt, dass an allen Proben, auch bei niedriger Versuchsspannung und entsprechend sehr langer Versuchszeit (1100°C, 7,1 MPa, 14205h) eine starke Brucheinschnürung stattfindet (Bild 8.32). Die 1100°C-Probe zeigt im nicht eingeschnürten Bereich eine Aushöhlung (Bild 8.32c, Bild 8.33), die von der Oberfläche aus bis zur Probenmitte reicht. Bei keiner der weiteren, untersuchten Proben wurde eine solche Aushöhlung gefunden. Hier könnte ein Einschluss vorgelegen haben, der bei hoher Temperatur und Kriechverformung herausgefallen ist. Denkbar ist auch eine lokale, starke innere Korrosion eines einzelnen Korns, welches sich daraufhin herausgelöst hat. Da trotz der starken Querschnittsverminderung in diesem Bereich keine Einschnürung stattgefunden hat, dürfte die Aushöhlung jedoch erst kurz vor dem Probenbruch entstanden sein. Die Zeitstandfestigkeit der Probe wurde davon offensichtlich nicht beeinflusst, da die Einschnürung der Probe in deutlichem Abstand davon entfernt liegt.



Bild 8.32 Schliffübersichten der Zeitstandproben des Werkstoffs Centralloy 60 HT R



Bild 8.33 Probe tKL11zl3 (1100°C, 7,1 MPa, 14205h) nach dem Ausbau

Gefüge im Probeninneren

Die Kornstruktur im wenig verformten Kriechbereich ist mit dem Ausgangszustand vergleichbar (vgl. Abschnitt 6.2.2, wobei in diesen Fällen die Proben offensichtlich immer quer zur Kornlängsrichtung getrennt wurden). Im Bereich der Einschnürung hat bei 1200°C und 1250°C eine starke Kornverfeinerung stattgefunden, mit Korndurchmessern von bis zu ca. 50 μ m. Bei 1200°C ist ein hoher Anteil von Zwillingsbildung zu erkennen (Bild 8.34). Außer dem Hohlraum bei der 1100°C-Probe liegen im eingeschnürten Bereich kleinere Poren oder Hohlräume in unregelmäßiger, teils länglicher Form mit Längen bis 300 μ m vor, welche von feinen nadeligen Ausscheidungen umgeben sind (Bild 8.35). es dürfte sich hierbei um die häufig um Risse zu beobachtenden Aluminium-Nitride handeln. Der Bereich mit den

nadeligen Ausscheidungen erscheint deutlich heller im Schliffbild. Dies könnte eine Verarmung der Matrix aufgrund der Ausscheidungsbildung wiederspiegeln.



Bild 8.34 Gefüge im eingeschnürten Bereich, 1200°C und 1250°C, Centralloy 60 HT R



Bild 8.35 Gefüge im eingeschnürten Bereich, Probenmitte, 1100°C, 7,1 MPa, 14205h, Centralloy 60 HT R, Ätzmittel: Adler(20)/Alkohol(80)

Die Karbide nahmen während der langzeitigen Beanspruchung unter 1100°C im Vergleich zum Ausgangszustand verstärkt eine nadelförmige Form an (Bild 8.36).



Bild 8.36 Karbidverteilung und -form, Centralloy 60 HT R

Lange nadelförmige Ausscheidungen sind bis über 100 μ m lang. Bei den höheren Temperaturen von 1200°C und 1250°C wurden die Karbide rundlicher. Die rundlichen Karbide haben Durchmesser von ca. 20 μ m. Teils liegen noch längliche Karbide mit Längen von bis zu 50 μ m vor. In allen untersuchten Proben liegen die Karbide auf den Korngrenzen als auch im Korninneren vor.

Gefüge im Deckschichtbereich

Bei der 1100°C-Probe ist stellenweise, von der Oberfläche ausgehend bis zu 300μ m tiefe innere Oxidation festzustellen. Die Oberfläche der Proben aus den Versuchen mit höherer Temperatur zeigen nur geringe Unebenheiten (Bild 8.37).



Bild 8.37 Gefüge im Prüfbereich am Rand, Centralloy 60 HT R

Am Randbereich der Aushöhlung der 1100°C-Probe sind ähnliche Korrosionserscheinungen wie an der Probenoberfläche im Prüfbereich zu erkennen. Auch hier hat an einzelnen Stellen eine tiefe innere Korrosion stattgefunden (Bild 8.38).

Im Bereich der Einschnürung zeigen die Proben eine unregelmäßige Deckschicht bis ca. 100μ m Dicke und einzelne kantige, längliche Ausscheidungen (Bild 8.39), vermutlich handelt es sich um Nitride wie bei Nicrofer 6025 HT (Abschnitt 8.1.2). Die stärkere Korrosion wird durch die höhere Verformung in diesem Bereich und dadurch häufigeres Aufreißen der Oxiddeckschicht verursacht.



Bild 8.38 Gefüge im Randbereich des Ausbruchs der bei 1100°C geprüften Probe, Vergleich mit Korrosion an der Oberfläche im Prüfbereich, 7,1 MPa, 14205h, Centralloy 60 HT R



Bild 8.39 Korrosion im Bereich der Einschnürung

Vergleich von Zug- und Druckkriechprobe

Bei der Untersuchung des Mikrogefüges der Druckkriechprobe konnten nur geringfügige Unterschiede zum Gefüge einer Zugkriechprobe festgestellt werden, die bei gleicher Temperatur für die gleiche Dauer beansprucht wurde. In Linescans des GFE ist zu erkennen, dass der Gehalt an Chrom bei der Druckprobe höher (ca. 29 Masse-%) ist als bei der Zugprobe (ca. 26 Masse-%), währenddessen der Nickelgehalt bei der Druckprobe geringer (ca. 59 Masse-%) als bei der Zugprobe ist (ca. 61,5 Masse-%) (Bild 8.40, Bild 8.41).



Bild 8.40 Linescan der Zugprobe, σ = 10,9 MPa, 1100°C, t = 500h, Centralloy 60 HT R

tKL125d1

tKL11d7



Bild 8.41 Linescan der Druckprobe, σ = -10,9 MPa, 1100°C, t = 500h, Centralloy 60 HT R

Bei der Druckprobe wurde ein hoher Gehalt an Sauerstoff bis in eine Tiefe von 30μ m von der Oberfläche aus gemessen, dies ist jedoch auf ein einzelnes, inneres Oxid zurückzuführen welches beim Linescan erfasst wurde. Die ebenfalls am GFE aufgenommenen Elementverteilungsbilder (Bild 8.42, Bild 8.43) zeigen keine Auffälligkeiten. Deutliche Unterschiede im Korngefüge und der Karbidstruktur konnten ebenfalls nicht festgestellt werden. Eine Ursache für die hohe Druckfestigkeit wurde somit nicht erkannt. Weiterführende Untersuchungen, bspw. des Verhaltens von Versetzungen, konnten im Rahmen des Vorhabens nicht mehr durchgeführt werden konnten.



Bild 8.42 Elementverteilungsbilder der Zugprobe, σ = 10,9 MPa, 1100°C, t = 500h, Centralloy 60 HT R



Bild 8.43 Elementverteilungsbilder der Druckprobe, σ = -10,9 MPa, 1100°C, t = 500h, Centralloy 60 HT R

Zusammenfassung

Die Zeitstandproben des Gußwerkstoffs zeigen bei allen Temperaturen primär eine lokale Schädigung im eingeschnürten Bruchbereich. Hier findet eine Kornverfeinerung statt. Es bilden sich einzelne Poren, und eine tiefere Oxidation ausgehend von der Probenoberfläche. An größeren Poren und im Bereich der tiefen Oxidation bilden sich nadelige Ausscheidungen. Der restliche Prüfbereich zeigt eine Vergröberung der Karbide, welche bei 1100°C eine meist spießförmige Form der Karbide bewirkt, bei höheren Temperaturen in einer rundlicheren Karbidform resultiert. Die Oxidation an der Probenoberfläche ist hier bei den Proben höherer Temperatur geringer als bei der sehr lange gelaufenen 1100°C-Probe. Die Schädigung durch oxidativen Angriff ist also besonders bei sehr langen Laufzeiten in der Bauteilauslegung zu berücksichtigen. Unterschiedliche Auswirkungen auf das Gefüge durch Druck- und Zugbeanspruchung konnten nicht festgestellt werden.

8.1.4 Werkstoff G-NiCr28W

Die Proben des Werkstoffs G-NiCr28W zeigen keine Einschnürung. Unterhalb der Probenoberfläche ist bereits in der Schliffübersicht ein hellerer Bereich zu erkennen, dessen Dicke abhängig von der Beanspruchung der Probe ist (Bild 8.44). Die Übersichtaufnahmen zeigen sehr rundliche bis sehr längliche Körner bei den verschiedenen Proben, was auf die unterschiedlichen Schnittebenen relativ zur Radialrichtung des Schleudergußrohres zurückzuführen ist.



Bild 8.44 Schliffübersicht der Zeitstandproben des Werkstoffs G-NiCr28W

Gefüge im Probeninneren

In der Untersuchung der Korrosionsproben zeigte sich eine Vergröberung der Karbide [50]. Auch die Zeitstandproben zeigen gegenüber dem Ausgangszustand zum Teil deutlich vergröberte Karbide bzw. Ausscheidungen mit Durchmessern von über 30µm (Bild 8.45).



Bild 8.45 Gefüge im Probeninneren von Zeitstandproben mit unterschiedlicher Beanspruchung im Vergleich zum Ausgangszustand, Werkstoff G-NiCr28W, tKM

Randbereich

Im Randbereich der Proben ist deutlich ein Bereich zu erkennen, in dem sich die Karbide aufgelöst haben (Bild 8.46). Hier dürfte es sich um die Zone der Chromverarmung handeln, wie sie auch bei den Korrosionsproben des OWI festgestellt wurde [50], [51]. Bei der 1200°C-Probe beträgt die Tiefe der Zone ca. 230 μ m, bei 1100°C, 7585h ca. 270 μ m, bei 1100°C und 2970h ca. 150 μ m.


Bild 8.46 Gefüge im Randbereich von Zeitstandproben mit unterschiedlicher Beanspruchung, Werkstoff G-NiCr28W, tKM

Die 1100°C-Proben zeigen über der gesamten Prüflänge von der Oberfläche ausgehende, kleine Risse. Bei der 1200°C-Probe befinden sich nur nahe der Bruchstelle Risse, die von der Oberfläche ausgehen als auch im Probeninneren liegen (Bild 8.47). Die streifige Struktur des Gefüges rührt daher, dass der Schliff relativ genau in Radialrichtung des Schleudergußrohres entnommen wurde. In dieser Richtung sind die Körner und Dendriten ausgerichtet. Die beiden Schliffe der bei 1100°C geprüften Proben wurden, wie bereits an den rundlichen Form der Körner in Bild 8.44 zu erkennen, senkrecht zur Radialrichtung entnommen und weisen daher eine unregelmäßigere Struktur auf.



Bild 8.47 Bruchbereich von Zeitstandproben bei 1100°C und 1200°C, Werkstoff G-NiCr28W, tKM

Die kleinen, von der Oberfläche ausgehenden Risse folgen häufig Korngrenzen (Bild 8.46, Bild 8.48). Entlang dieser Risse findet durch die eindringende Umgebungsatmosphäre innere Oxidation statt. In der Regel durchqueren die Risse meist nur den verarmten Bereich, möglicherweise da dieser geringeres Verformungsvermögen aufweist, enden dann. Die Risse in der 1200°C-Probe verlaufen entlang der karbidbelegten Dendritenzwischenräume.



Bild 8.48 Rissbildung bei Zeitstandproben bei 1100°C und 1200°C, Werkstoff G-NiCr28W, tKM

Im verarmten Randbereich ist bei der Probe tKM11zl2 abschnittsweise eine Bildung von nadeligen, sehr symmetrisch in 45°-Winkeln zur Beanspruchungsrichtung angeordneten beobachten (Bild 8.49). Möglicherweise Ausscheidungen zu liegt aufgrund des unterschiedlichen Kriechverhaltens der einzelnen Körner unterschiedlich starke Oxidationsschädigung vor, und somit kommt es an der Oberfläche mancher Körner zur verstärkten Oxidation mit Bildung einer weiteren Phase.

Bei den dunklen Ausscheidungen, die sich im Anschluss an den Verarmungsbereich in Richtung Probenmitte gebildet haben, dürfte es sich um die vom GFE festgestellten Carbonitride des Typs $M_2(C, N)$ handeln.



Bild 8.49 Gefüge im Randbereich, Zeitstandprobe, 2970h, 8 MPa 1100°C, Werkstoff G-NiCr28W, tKM, ungeätzt

Zusammenfassung

Beim Werkstoff G-NiCr28W findet unter Zeitstandbeanspruchung bei 1100°C und 1200°C ebenfalls wie bei den anderen Werkstoffen eine Vergröberung der Karbide statt. Auch bei kürzeren Zeiten (2970h) bei 1100°C bilden sich bereits feine, von der Oberfläche ausgehende Risse, die oxidiert sind. Der klar erkennbare Verarmungsbereich unter der Oberfläche, der ebenfalls bereits bei dieser relativ kurz gelaufenen Probe auftritt, weist daraufhin dass ein hoher Bedarf an Chrom zur Oxiddeckschichtbildung besteht und somit das Grundmaterial bereits früh geschädigt wird.

8.2 Mikrostrukturelle Veränderungen durch Ermüdungsbeanspruchung

Bei der Ermüdungsbeanspruchung treten andere Vorgänge im Gefüge als bei Kriechen auf, die ebenfalls Veränderungen im Gefüge hervorrufen können. Im Folgenden werden die Ergebnisse der metallographischen Untersuchung der Ermüdungsproben vorgestellt. Hier wurden ebenfalls Proben, die bei unterschiedlichen Temperaturen und teils auch Frequenzen geprüft wurden, betrachtet.

8.2.1 Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Die Ermüdungsproben zeigen bei 800°C bei den geprüften Versuchsspannungen nur eine sehr geringe Einschnürung (Bild 8.50a). Ab 1000°C wird jedoch eine sehr starke Einschnürung beobachtet (Bild 8.50b).



Bild 8.50 Bruchverhalten der LCF-Proben bei verschiedenen Temperaturen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Prüfzeichen tKH

Im letztgenannten Bereich zeigt sich zudem eine starke Rekristallisation der Körner (Bild 8.51). Es bilden sich deutlich kleinere Körner mit Durchmessern von ca. 20-30 μ m bzw. G=7/8 (mittlere Korngröße im Ausgangszustand 75 μ m G=4,5, Abschnitt 6.2.1). Bei 800°C verbleibt die Kornstruktur auch am Bruch sehr inhomogen wie im Ausgangszustand.



Bild 8.51 Gefüge nahe am Bruch von LCF-Proben bei verschiedenen Temperaturen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Prüfzeichen tKH

Bei der 800°C-Probe verlaufen einzelne Risse von der Bruchoberfläche zum Probeninneren hin (Bild 8.52). Sie verlaufen entlang von Korngrenzen und weisen teils Verzweigungen auf. Entlang der Risse haben sich dunkle Ausscheidungen, vermutlich Oxide, gebildet.



Bild 8.52 Riss von der Bruchoberfläche ausgehend, Probe tKH0d0; 800°C, 175 MPa, 418h, Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Weiter sind bei der 800°C-Probe in der Probenmitte vereinzelt Gefügelockerungen entstanden

(Bild 8.53). Diese verlaufen entlang von Korngrenzen, meist im Winkel von 90-45° zur Beanspruchungsrichtung.



Bild 8.53 Gefüge in der Probenmitte, Probe tKH0d0; 800°C, 175 MPa, 418h, , Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Des Weiteren weist die bei 800°C geprüfte Probe eine streifige Struktur auf, welche innerhalb eines Korns gleichmäßig angeordnet und meist je Korn in zwei Richtungen, teils auch in mehrere, ausgerichtet ist (Bild 8.53, Bild 8.54). Vermutlich handelt es sich um die <110>-Richtungen, d.h. den Gleitrichtungen im kfz-Gitter. Dieses Erscheinungsbild war ebenfalls bei der bei 800°C geprüften Zeitstandprobe des gleichen Werkstoffs (Nicrofer 6025 HT, tKH) aufgetreten (Bild 8.28). Die Streifen werden durch feine, punkt- und nadelförmige Ausscheidungen gebildet, welche unter 1 μ m groß sind. Bei der 1000°C-Probe (Bild 8.54) sind ähnliche Ausscheidungen vorhanden, jedoch bilden diese kein Streifenmuster.



Bild 8.54 Gefüge im weniger belasteten Probenbereich bei verschiedenen Temperaturen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Prüfzeichen tKH

Im Randbereich weist die 1100°C-Probe unter der Oxiddeckschicht einen an Karbiden verarmten Bereich auf, wie er bereits von den Zeitstandproben festgestellt wurde. In diesem Bereich liegen Hinweise auf Kornvergröberung vor (Bild 8.55).



Bild 8.55 Gefüge im Randbereich der LCF-Proben bei verschiedenen Temperaturen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Prüfzeichen tKH

8.2.2 Werkstoff Centralloy 60 HT R

Vom Werkstoff Centralloy 60 werden zwei Ermüdungsproben verglichen, die bei 1100°C unterschiedlicher Frequenz gelaufen sind (0,1 Hz und 0,01Hz, jeweils 25 MPa) sowie eine Probe bei 1200°C. Die Probe mit der niedrigeren Frequenz zeigt wie die Probe bei 1200°C eine starke Brucheinschnürung, während die 1100°C-Probe mit 0,1 Hz weniger eingeschnürt ist (Bild 8.56). Die Bruchoberfläche dieser Probe weist eine spezielle Form auf, möglicherweise ist dies auf einen Bruch entlang einer Korngrenze zurückzuführen.

Im Randbereich nahe der Bruchoberfläche hat im Vergleich zum Ausgangszustand (Bild 6.5, Bild 6.6) auf einer Seite bei der 1100°C-Probe eine starke Kornverfeinerung stattgefunden (Bild 8.57). Es lässt sich daraus schließen, dass sich von der gegenüberliegenden Seite aus ein Riss fortgesetzt hat, der schließlich zum Bruch führte. Kurz vor dem Bruch hat sich der Bereich mit dem feinen Korn als letzte Verbindung der beiden Probenhälften stark verformt. Die Bruchoberfläche lässt ebenfalls darauf schließen, dass es einen relativ lokalen, im gegenüberliegenden Randbereich liegenden Auslöser für einen Riss und schließlich den Probenbruch gab (Bild 8.58).



Bild 8.56 Bruchbereich der LCF-Proben bei verschiedenen Temperaturen und Frequenzen, Werkstoff Centralloy 60 HT R, Prüfzeichen tKL



Bild 8.57 Kornverfeinerung im oberen Bereich von Probe tKL11d2, 1100°C, 25 MPa, 0,1 Hz, 1099h, Werkstoff Centralloy 60 HT R



Bild 8.58 Bruchfläche, Probe tKL11d2, 1100°C, 25 MPa, 0,1 Hz, 1099h, Werkstoff Centralloy 60 HT R

Auch hier ist bei den stark eingeschnürten Proben eine Kornverfeinerung im eingeschnürten Bereich festzustellen (Bild 8.59).



Bild 8.59 Gefüge im eingeschnürten Bereich der LCF-Proben, Werkstoff Centralloy 60 HT R, Prüfzeichen tKL

In der Probenmitte sind bei keiner der betrachteten Proben deutlichen Veränderungen in der Karbidform und -verteilung zu erkennen (Bild 8.60). Möglicherweise hat eine leichte Karbidvergröberung stattgefunden. Die hier auftretenden dunklen, teils verschwommenen Flecken sind durch das starke Ätzen um die Poren entstanden.



Bild 8.60 Gefüge in Probenmitte, Werkstoff Centralloy 60 HT R, Prüfzeichen tKL

Im Randbereich ist bei keiner der Ermüdungsproben des Werkstoffs Centralloy 60 HT R ein Auflösen von Karbiden festzustellen (Bild 8.61).





9 Beschreibung des bauteilnahen Verhaltens

Zur Nachrechnung des Werkstoffverhaltens ist es erforderlich, das Verhalten mittels geeigneter Modelle zu beschreiben. Dabei war ein wichtiges Ziel, eine korngrößenabhängige Kriechmodellierung des Werkstoffs Nicrofer 6025 HT zu erstellen. Dazu wurde zunächst in einem Zwischenschritt eine korngrößenabhängige Beschreibung für die Kriechgeschwindigkeit ermittelt. Diese konnte anschließend für die Modellierung des Kriechverhaltens, aber auch für die Erstellung eines korngrößenabhängigen Zeit-Temperatur-Parameters verwendet werden. Die Beschreibung des Kriechverhaltens des Gusswerkstoffs Centralloy 60 HT R war anhand vorhandener Modelle möglich. Für den Werkstoff G-Ni-Cr28W wurde keine Modellierung erstellt, da hier die Datengrundlage aus den Versuchen sehr gering ist.

9.1 Einfluss der Korngröße auf die minimale Kriechrate, Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Um das Materialverhalten abhängig von der Korngröße zu beschreiben, wurde zunächst eine korngrößenabhängige Modellierung der minimalen Kriechrate, ähnlich zu Gl. 5.12) erstellt. Aus bauteilrelevanten Gründen sollte die Modellierung einen möglichst großen Bereich des Kriechverhaltens umfassen, d.h. verschiedene Temperaturen und Spannungen. Da die Untersuchung des Kriechverhaltens von Nicrofer 6025 HT zeigte, dass bei 1200°C ein anderer Kriechmechanismus als bei den tieferen Temperaturen (800-1100°C) auftritt, wurde eine Unterteilung in die Temperaturbereiche 800-1100°C ("Bereich A.1") und 1200°C ("Bereich A.2") vorgenommen. Dies ermöglicht eine gute Genauigkeit der Modellierung. Als Alternative, um die Berechnung in komplexen Fällen mit Temperaturwechseln zu vereinfachen, wird ein gemeinsamer Parametersatz für den gesamten untersuchten Temperaturbereich (800-1200°C, "Bereich B") bereitgestellt.

Die Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeit über der Temperatur (Bild 7.20) zeigt bei allen Temperaturen innerhalb einer Temperatur für mittlere Spannungen > 3 MPa einen konstanten Norton-Exponenten. Bei 1200°C ist dieser auch für niedrigere Spannungen konstant, während die Versuchsdaten bei 1100°C einen Exponenten von <2 aufweisen (Abschnitt 7.2.1).

Bei konstantem Exponenten kann die Spannungsabhängigkeit mit dem Norton-Ansatz Gl.5.1) mit hoher Genauigkeit modelliert werden. Allerdings wird hiermit das Kriechverhalten bei 1100°C und niedrigen Spannungen < 3 MPa nicht erfasst. Da diese jedoch im Industrieofenbau, beispielsweise bei Ofenmuffeln, eine große Rolle spielen, war die möglichst genaue Abbildung des Kriechverhaltens in diesem Spannungsbereich von besonderer Wichtigkeit. Bei verschiedenen Modellierungsansätzen wird hier ein Ansatz mit dem Sinus Hyperbolicus eingesetzt (Abschnitt 5.5.1). Für die vorliegende Modellierung hat sich eine Formulierung gemäß

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{p,min} = \boldsymbol{a} \cdot \sin \mathbf{h} \, \boldsymbol{\sigma}^{\boldsymbol{b}} \qquad 9.1$$

als geeignet erwiesen. Unter Verwendung eines Arrhenius-Ansatzes für die Modellierung der Temperaturabhängigkeit (5.5.1) liefert diese besonders im Bereich der niedrigen Spannungen eine bessere Anpassung des Kriechverhaltens als der Norton-Ansatz (Bild 9.1).



Bild 9.1 Auftragung der normierten minimalen Kriechgeschwindigkeit über der Spannung sowie Modellierung einer beispielhaften sinh-Funktion (a) und Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeit über der Spannung sowie Modellierung mittels Gl. (9.3) (b)

Da zur Modellierung die Temperaturen von 800-1100°C gemeinsam bewertet werden, wird der Modellierungsverlauf im unteren Spannungsbereich immer von den Ergebnissen bei 1100°C beeinflusst. Das reale Verhalten der Kriechgeschwindigkeit in diesem Bereich ist bei 1000°C und 800°C nicht bekannt. Die niedrigen Spannungen spielen bei diesen Temperaturen in der Anwendung jedoch kaum eine Rolle, daher kann dies vernachlässigt werden. Gleichzeitig sind die hier berechneten Dehnungen so gering, dass diese auf das Ergebnis in der Regel keinen Einfluss haben, wenn mit Temperaturwechseln und niedrigen Spannungen gerechnet wird.

Eine Verbesserung der Modellierung wird erreicht, wenn der Exponent n der Spannungsfunktion temperaturabhängig mit g*T^h abgebildet wird:

$$\dot{\varepsilon}_{p,min} = a \cdot \sin h \, \sigma^{g \cdot \left(\frac{T}{1000}\right)^h} \qquad 9.2$$

Die Temperatur wird hier wie auch im Arrhenius-Ansatz in der Einheit Kelvin eingesetzt.

Schließlich wird die Korngrößenabhängigkeit ebenfalls über ein Potenzgesetz in Anlehnung an Gl. 5.12) ergänzt. Die vollständige Beschreibung für die minimale Kriechrate lautet:

$$\dot{\varepsilon}_{p,min} = C_0 \cdot d_{KG}^{\nu} \cdot e^{\frac{C_T}{T}} \cdot \sin h \, \sigma^{g \cdot \left(\frac{T}{1000}\right)^h}.$$
9.3

Die Modellparameter C₀, v, C_T, g und h wurden mittels linearer Regression angepasst. Dies wurde, wie bereits erläutert, für verschiedene Temperaturbereiche (A.1: 800-1100°C, A.2: 1200°C, B: 800-1200°C) durchgeführt (Bild 9.2). Da die im Vorhaben untersuchten Erzeugnisse nur Ergebnisse zu zwei verschiedene Korngrößen (33μ m und 80μ m) lieferten, wurden aus den Daten in [54]) Werte der minimalen Kriechgeschwindigkeiten bestimmt und zur Anpassung der Parameter hinzugezogen.

Bei der Optimierung der Parameter für 1200°C stellte sich heraus, dass aufgrund des nahezu konstanten Norton-Exponenten von hohen bis zu niedrigen Spannungen die Anpassung mittels Sinus Hyperbolicus relativ hohe Abweichungen von den gemessenen Daten liefert. Ein Ansatz für die Spannungsabhängigkeit mit dem einfacheren Norton-Exponent gemäß

$$\dot{\varepsilon}_{p,min} = C_0 \cdot d_{KG}^{\nu} \cdot e^{\frac{C_T}{T}} \cdot \sigma^n$$
9.4

Ermöglicht ausgehend von Gl. 9.3 ein deutlich engeres Streuband (Bild 9.2). Für beide Varianten wurden Parameter optimiert (Gl. 9.3: Parametersatz A.2a, Gl. 9.4: Parametersatz A.2b). Die ermittelten Parametersätze für die verschiedenen Temperaturbereiche sind in Tabelle 9.1 angegeben. Um für bestimmte Anwendungsfälle die Berechnung des Kriechens zu vereinfachen, wurde neben den für die beiden Temperaturbereiche optimierten Parametersätzen (A.1 und A.2a bzw. A.2b) auch ein Parametersatz für 800-1200°C erstellt (B).

Tabelle 9.1 Parametersätze für die Modellierung der minimalen Kriechgeschwindigkeit mittels Gl. 9.3 (bei den Parametersätzen A.1, A.2a und B) bzw. Gl. 9.4 (bei A.2b)

	Parametersätze gültig für Temperaturen			
	800-1100°C	1200°C	1200°C	800-1200°C
Parameter	A.1	A.2a	A.2b	В
C ₀	3985000	2730	17275	1304600000
v	-4	-3	-2	-4
g	0,05	0,04	-	0,04
h	8	8	-	8
n	-	-	3	-
СТ	-10000	-600	-8000	-16000

Parameter gerundet



Bild 9.2 Genauigkeit der Nachrechnung der minimalen Kriechgeschwindigkeiten aus Versuchen mittels Gl. 9.3. bei Optimierung mittels der Versuchsdaten von 800-1100°C (a), 800-1200°C (b), 1200°C (c) und mittels Gl. 9.4 mit Versuchsdaten von 1200°C-Versuchen (d)

Empfehlenswert ist die Berechnung mittels Parametersatz A.1 für 800-1100°C und A.2b für 1200°C, da diese mit 4,9 bzw. 2,1 eine relativ geringe Streuung aufweisen (Bild 9.2). Allerdings müssen dann in z.B. einem Berechnungsprogramm nicht nur die Parameter, sondern auch die Gleichungen abhängig von der Temperatur ausgewählt werden. Insgesamt stehen hier abhängig vom Werkstoffverhalten unterschiedliche Ansätze für die Industrie zur Verfügung.

9.2 Auswahl und Anpassung der Zeit-Temperatur-Parameter

Für die Auswahl der Zeit-Temperaturparameter wurden die Daten aus den Zeitstandversuchen mittels des IfW-Programms DESA für jeden Werkstoff ein geeigneter Zeit-Temperatur-Parameter (ZTP) ausgewählt und optimiert. Als Kriterium wurde dabei auf eine geringe Streuung der nachgerechneten Daten geachtet.

9.2.1 Anpassung eines Zeit-Temperatur-Parameters, Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Bei der Auswahl des Zeit-Temperaturparameters für Nicrofer 6025 HT wurden nur die Dehngrenzen bis 10% und nicht die Bruchzeit berücksichtigt, da bei höheren Dehnungen bzw. der Bruchzeit die üblichen Zusammenhänge zwischen Temperatur und Zeit aufgrund der massiven Veränderung der Materialeigenschaften (Dehnratenabnahme) nicht mehr gelten. Die Modellierung der Zeitstanddaten von Nicrofer 6025 HT, Korngröße 80 μ m (Prüfzeichen tKH und tKO) mittels des Larson-Miller-Parameters zeigte eine relativ große Streuung mit einem Faktor >3 (Bild 9.3).



Bild 9.3 Zeit bis Erreichen von 10% Dehnung aus dem Experiment $t_{T, 10\%, exp}$ im Vergleich mit der rechnerischen Zeit aus dem Larson-Miller-Parameter $t_{T,10\%,LM}$ (a) und dem Manson-Brown-Parameter $t_{T,10\%,MB}$ (b), Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Prüfzeichen tKH, tKO

Die Modellierung mittels des Manson-Brown-Parameters führt zu einer deutlich geringeren Streuung mit einem Faktor <3. Aufgrund dessen wurde der Manson-Brown-Parameter für die weiteren Berechnungen ausgewählt.

Um den Einfluss der Korngröße mit einzubeziehen, wurde eine korngrößenabhängige Variante des Manson-Brown-Parameters, im Folgenden als korngrößenabhängiger MB-Parameter (kMB-Parameter) bezeichnet, erstellt. Dazu wird der bereits ermittelte Zusammenhang zwischen minimaler Kriechgeschwindigkeit und Korngröße (Abschnitt 9.1) verwendet. Für eine bestimmte Spannung lässt sich die minimale Kriechgeschwindigkeit durch

$$\dot{\varepsilon}_{p,min} = K_1 \cdot d_{KG}^{\nu} \cdot e^{\frac{C_T}{T}}$$
9.5

beschreiben. Aus der minimalen Kriechgeschwindigkeit in Kombination mit der Monkman-Grant-Beziehung kann nun, analog zur Herleitung des Larson-Miller-Parameters (5.5.2), der korngrößenabhängige Zeit-Temperatur-Parameter abgeleitet werden.

Bei der Lebensdauerbewertung der Industrieofenbauteile sind besonders die Dehngrenzen von

Interesse. Die Monkman-Grant-Beziehung lässt sich auch dafür bilden und ist für Nicrofer mit $m \approx 1$ gültig (Bild 9.4).



Bild 9.4 Minimale Kriechgeschwindigkeit über der Zeit bis zum Erreichen von 1% Dehnung, Nicrofer 6025 HT, 80µm

Es wird daher im Folgenden m=1 angenommen. Nach Umformung der Monkman-Grant-Beziehung zu

$$lg(t_{u,min}) = K_2 - m \cdot lg(\dot{\varepsilon}_{p,min})$$
9.6

bzw. mit m=1

$$\lg(t_{u,min}) = K_2 - \lg(\dot{\varepsilon}_{p,min})$$
9.7

wird die Beschreibung der minimalen Kriechgeschwindigkeit aus Gl. 9.5 eingesetzt. Die erhaltene Formulierung

$$\lg(t_{u,min}) = K_2 - \left(\lg(K_1) + \nu \cdot \lg(d_{KG}) + \frac{C_T}{T \cdot ln10}\right)$$
9.8

wird in die Schreibweise

$$-\frac{C_T}{ln10} = T \cdot \left(\lg(K_1) - K_2 + \lg(t_{u,min}) + \nu \cdot \lg(d_{KG}) \right)$$
 9.9

umgeformt. In der Herleitung des Larson-Miller-Parameters entspricht die Konstante auf der linken Seite der Gleichung nun dem Larson-Miller-Parameter.

Mit $-P_{LM} = -C_T/ln10$ und der Zusammenfassung der Konstanten $\lg(t_a) = \lg(K_1) - K_2$ erhält man somit eine korngrößenabhängige Variante des Larson-Miller-Parameters. Da jedoch die Modifikation nach Manson-Brown eine bessere Modellierung der Daten des Werkstoffs Nicrofer 6025 HT ermöglicht, wird diese auch hier entsprechend

$$P_{MB} = \frac{P_{LM}}{T \cdot |T - T_A|^R}$$
9.10

durchgeführt. Dies liefert nun die Formulierung

$$P_{kMB} = \frac{\lg(t_a) + \lg(t_{u,min}) + \nu \lg(d_{KG})}{|T - T_A|^R}$$
9.11

des korngrößen-, temperatur- und zeitabhängigen Parameters P_{kMB} . Die Nachrechnung der Versuche ergibt einen Streubandfaktor von ca. 3 (Bild 9.5).



Bild 9.5 Zeit bis Erreichen von 1% Dehnung (a) und 10% Dehnung (b) aus dem Experiment $t_{T, 10\%, exp}$ im Vergleich mit der rechnerischen Zeit aus dem korngrößenabhängigen Manson-Brown-Parameter P_{kMB} , Nicrofer 6025HT, Korngrößen 33 und 80µm

Bei sämtlichen Rechnungen wurde für die Funktion der Meisterkurve ein Ansatz mit dem Logarithmus der Spannung

$$P_x = \sum_{i=0}^{N} B_i \left(\log(\sigma) \right)^i$$
9.12

mit dem Polynomgrad 2, d.h. i=2, gewählt.

Die Mittelwertkurve für wichtige Dehnungswerte sind für die verschiedenen MB-Parameter über der Spannung in Bild 9.6 dargestellt.

In Bild 9.7 sind die Zeitstandkennwerte für verschiedene Korngrößen über dem "einfachen" MB-Parameter, welcher für die Korngröße 80μ m optimiert wurde, abgebildet. Hier wird die Staffelung der Kennwerte aufgrund der geringeren Zeitstandfestigkeit bei geringerer Korngröße deutlich. Des Weiteren sind hier auch die Bruchwerte miteingetragen. Dabei zeigt sich erwartungsgemäß, dass die Bruchwerte, welche in den Versuchen mit Dehnratenabnahme gemessen wurden, nicht im Bereich der Mittelwertkurven für Bruch liegen, sondern teils deutlich davon abweichen.

Die Werte für sämtliche Parameter sind in Tabelle 9.2 aufgelistet.



Bild 9.6 Darstellung der Spannung aus dem Zeitstandversuch über dem Manson-Brown-Parameter, Korngröße 80µm, Prüfzeichen tKH und tKO, (a) und über dem korngrößenabhängigen Manson-Brown-Parameter, Korngrößen 33µm und 80µm, mit den entsprechenden Meisterkurven nach Gl. 9.12, Prüfzeichen tKH, tKO, und tKN, Werkstoff Nicrofer 6025 HT



Bild 9.7 Darstellung der Spannung aus dem Zeitstandversuch über dem Manson-Brown-Parameter, Korngrößen 33µm und 80µm, Prüfzeichen tKH, tKO, und tKN, Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Zeit-Temperatur-Parameter				
Larson-Miller ($d_{KG} = 80\mu m$)				
$D = T \left(C + l_{\alpha}(t) \right)$	С			
$P_{LM} = I \cdot (C + Ig(t))$	16			
Manson-Brown (d_{KG} =80 μ m)				
$\int \mathbf{g}(t) + \mathbf{g}(t_a) $	lg(t _a)	Ta	R	
$P_{LM} = \frac{ T - T_a ^R}{ T - T_a ^R}$	14	2035	-1	
Manson-Brown korngrößenabhängig				
$\frac{1}{p} = -\frac{\lg(t) + \lg(t_a) + v \cdot \lg(d_{KG})}{1}$	lg(t _a)	Ta	R	v
$P_{LM} = \frac{ T - T_a ^R}{ T - T_a ^R}$	15	2585	-1	-4

Tabelle 9.2 Parametersätze der Zeit-Temperatur-Parameter für Nicrofer 6025 HT

Parameter gerundet

9.2.2 Anpassung eines Zeit-Temperatur-Parameters, Gußwerkstoffe Centralloy 60 HT R und G-NiCr28W

Der Gußwerkstoff Centralloy zeigte in der Nachrechnung mittels des Larson-Miller-Parameters eine relativ geringe Streuung (Bild 9.8).



Bild 9.8 Zeit bis Erreichen von 1% Dehnung (a) und 10% Dehnung (b) aus dem Experiment $t_{T, exp}$ im Vergleich mit der rechnerischen Zeit aus dem Larson-Miller-Parameter $t_{T, LM}$, Werkstoff Centralloy 60 HT R

Vom Gußwerkstoff G-NiCr28W lagen nur wenige Versuchsdaten vor, daher wurde auf eine Parameteroptimierung verzichtet und der häufig eingesetzte Wert von C=20 verwendet. Für Centralloy 60 HT R wurde eine Optimierung durchgeführt und der Wert C = 18,4 ermittelt. Die Modellierungen für beide Werkstoffe sind mit den Versuchsdaten in Bild 9.9 aufgetragen.



Bild 9.9 Darstellung der Spannung aus dem Zeitstandversuch über dem Larson-Miller-Parameter, werkstoffspezifische Konstante C, Centralloy 60 HT R (a) und G-NiCr28W (b)

9.3 Modellierung des Kriechverhaltens

9.3.1 Werkstoff Nicrofer 6025 HT

Die Berechnung des Kriechverhaltens abhängig von der Zeit sollte korngrößen- und temperaturabhängig sein. Die bereits erstellte Modellierung der minimalen Kriechrate (Abschnitt 9.1) beschreibt das Kriechverhalten im sekundären Kriechbereich sehr genau. Hohe Dehnungen bis 10%, welche im Industrieofenbau erreicht werden, erfordern jedoch zusätzlich eine verlässliche Beschreibung des tertiären Kriechbereichs. Vorhandene Modellierungen beinhalten jedoch nicht die Abhängigkeit des Kriechens von der Korngröße. In Anlehnung an die Gleichung von Graham Walles (Abschnitt 5.5.1) wurde daher eine Kriechgleichung entwickelt, in die die bereits korngrößen- und temperaturabhängige Beschreibung der Kriechrate eingesetzt werden kann. Die erhaltene Gleichung

$$\varepsilon = \dot{\varepsilon}_{p,min}{}^a \cdot t^{m1} + \dot{\varepsilon}_{p,min} \cdot t + \dot{\varepsilon}_{p,min}{}^b \cdot t^{m3}$$
9.13

erlaubt nach Anpassung der Modellparameter a, b, m_1 und m_3 eine sehr genaue Nachrechnung der Kriechkurven für den Temperaturbereich von 800-1100°C und verschiedene Korngrößen (Bild 9.10). Die Parameter sind in Tabelle 9.3 aufgeführt.



Bild 9.10 Kriechkurven des Werkstoffes Nicrofer 6025 HT (Prüfzeichen tKH und tKO) und Modellierung mittels der angepassten Graham-Walles-Gleichung, Gln. 9.3, 9.14 und Parametersatz A.1 (Tabelle 9.1), Korngröße 80µm bei 1000°C (a) und 1100°C (b)

9.14

Auch hier ist es jedoch erforderlich, für eine möglichst genaue 1200°C-Kriechkurven Anpassung an die eine separate Modellierung vorzunehmen. Da die Kriechkurven eine nahezu Kriechrate konstante aufweisen, ist möglich, das es Kriechverhalten bei 1200°C mit dem einfachen Ansatz

Tabelle 9.3 Parametersätze für die Modellierung des Kriechverhaltens für den Werkstoff Nicrofer 6025 HT mittels Gl. 9.13 für 800-1100°C

Parameter	
а	0,5
Ь	2
m1	0,252
m3	9*m1

mit hoher Genauigkeit nachzubilden (Bild 9.11).

 $\varepsilon = \dot{\varepsilon}_{p,min} \cdot t$



Bild	9.11	Kriechkurven	des	Werkstoffes
Nicro	ofer 60	25 HT (Prüfzeic	hen t	KH und tKO)
bei 1200°C und Modellierung mittels Gl. 9.4,				
9.14, Parametersatz A.2b (Tabelle 9.1)				

9.3.2 Werkstoff Centralloy 60 HT R

Die Kriechmodellierung des Werkstoffs Centralloy 60 HT R wurde mittels der modifizierten Garofalo-Gleichung (Gln. 5.10), 5.11)) in der temperatur- und spannungsabhängigen Form

$$\varepsilon_{p} = \varepsilon_{f1\,max}(\sigma,T) \cdot \left(1 - exp\left(\left(-D\frac{t}{\left(C_{12}/\dot{\varepsilon}_{p\,min}(\sigma,T)\right)^{\alpha_{12}}}\right)^{u}\right)\right) + \dot{\varepsilon}_{p\,min} \cdot t + K_{30}\right)$$

$$\cdot e^{-\frac{Q_{k3}}{T}} \cdot \left(\frac{t}{\left(C_{23}/\dot{\varepsilon}_{p\,min}(\sigma,T)\right)^{\alpha_{23}}}\right)^{f}$$
9.15

mit den Funktionen

$$\dot{\varepsilon}_{p\,min} = K_{20} \cdot e^{-\frac{Q_{k2}}{T}} \cdot \sigma^{n_2} \cdot e^{(a_{20} + a_{21} \cdot T) \cdot \sigma^{b_2}}$$
9.16

für die minimale Kriechgeschwindigkeit und

$$\varepsilon_{f1\,max} = K_{10} \cdot e^{-\frac{Q_{k1}}{T}} \cdot \sigma^{n_1} \cdot e^{(a_{10} + a_{11} \cdot T) \cdot \sigma^{b_1}}$$
9.17

für den den Maximalbetrag des Primärkriechens erstellt und liefert eine relativ genaue Nachrechnung der Kurven aus den Versuchen (Bild 9.12). Die Parameter wurden mittels des IfW-Programms INCA ermittelt und sind in Tabelle 9.4 aufgeführt.

Eine Überprüfung des zuvor für Nicrofer 6025 HT entwickelten Ansatzes (Gl. 9.13) zeigte, dass dieser aufgrund der unterschiedlichen Charakteristik im Kriechkurvenverlauf für Centralloy 60 HT R nicht anwendbar ist.



Bild 9.12 Kriechkurven und Ergebnis der Modellierung des Kriechverhaltens bei 1250°C, Werkstoff Centralloy 60 HT R

Wert	Parameter	Wert
1,4	b_2	1
2200	D	6
0	u	0,7
1,5	C ₁₂	0,05
-0,002	α_{12}	1
0	K ₃₀ (%)	0,001
2,2+17	Q_{k3}	-1200
76000	C ₂₃	0,8
1	α_{23}	1
1,5	f	4
-0,0005		
	Wert 1,4 2200 0 1,5 -0,002 0 2,2+17 76000 1 1,5 -0,0005	WertParameter $1,4$ b_2 2200 D 0 u $1,5$ C_{12} $-0,002$ α_{12} 0 K_{30} (%) $2,2+17$ Q_{k3} 76000 C_{23} 1 α_{23} $1,5$ f $-0,0005$ K_{10}

Tabelle 9.4 Parametersatz für die Modellierung des Kriechverhaltens von Centralloy 60 HT R mittels der mod. Garofalo-Gleichung

Parameter gerundet

Insgesamt ließ sich bei der Modellierung zeigen, dass das komplexe Kriechverhalten der Werkstoffe sich mit entsprechend komplexen analytischen Formulierungen temperaturabhängig beschreiben lässt.

10 Lebensdauerbewertung

Im Rahmen dieser Arbeit sollen am Beispiel zweier Bauteile entsprechende Methoden entwickelt und unter Verwendung der ermittelten Daten eine Lebensdauerbewertung durchgeführt werden.

10.1 Ofenmuffel

Die Ofenmuffel unterliegt statischer Beanspruchung durch ihr Eigengewicht sowie wechselnden Temperaturen (Abschnitt 5.7.1). Die Lebensdauerbewertung kann folglich anhand von Kriechmodellen erfolgen. Ungewöhnlich sind hier die niedrigen Bauteilspannungen von ca. 1 MPa, welche jedoch im Versuchsprogramm berücksichtigt wurden. Die Lebensdauer kann daher sehr zuverlässig, im Rahmen der Genauigkeit des Kriechmodells, berechnet werden.

In den folgenden Berechnungen wurden kleine, lokale Spannungsmaxima an der Einspannung und an den Wanddickenabstufungen vernachlässigt, da diese nicht kritisch für die Lebensdauer sind. Des Weiteren wurden die Schweißnähte sowie lokale Temperaturunterschiede aufgrund der Brenner zur Beheizung der Muffel nicht berücksichtigt.

10.1.1 FEM-Berechnung der Ofenmuffel

Es wurde ein Finite-Elemente-Modell der Ofenmuffel erstellt, um die Verformung aufgrund unterschiedlicher Korngrößen über dem Muffelquerschnitt nachrechnen zu können. Um sehr lange Rechenzeiten zu vermeiden, ist es erforderlich, die Anzahl der Elemente des Modells gering zu halten. Die Muffel wurde daher relativ grob vernetzt. Der Spannungszustand an den Wandstärkenübergängen wird somit nicht exakt abgebildet. Dies wäre für eine lokale Betrachtung erforderlich, für das maßgebliche Kriechen der Ofenmuffel sind jedoch die großflächigen Bereiche relevant.

Die Spannungsverteilung (Bild 10.1) zeigt, dass die Spannungen über der Muffellänge von unten nach oben zunehmen. Durch die Wandstärkenabstufung werden in der oberen Hälfte größtenteils Spannungen von 0,88-1,10 MPa wirksam. Die höchste Spannung wird nahe der Einspannung erreicht, da hier durch die Einspannung eine zusätzliche Dehnungsbehinderung und somit mehrachsiger Spannungszustand entsteht.



Bild 10.1 Spannungen nach von Mises für die Ofenmuffel, Nicrofer 6025 HT, Korngröße 80µm

Da in dem Lebensdauerbewertungsprogramm der Spannungsverlauf der Muffel analytisch berechnet werden soll, erfolgt ein Vergleich der analytischen und der numerischen Berechnung. Der Spannungsverlauf deckt sich bis auf die Spannungsmaxima, die in der analytischen Berechnung nicht berücksichtigt werden, mit der einfachen analytischen Nachrechnung (F = σ/A) (Bild 10.2).





komplexeren Modellierung abgebildet wird (Bild 10.3). Mit dieser Modellierung kann die Kriechverformung in einer deutlich kürzeren Zeit berechnet werden. Zunächst wurde die Kriechverformung während einer Beanspruchung mit wechselnden Temperaturen berechnet (Bild Parameter gerundet 10.4) dargestellt. Es wurde eine Korngröße von 100μ m eingestellt. Die Kriechverformung wird hier für einen ausgewählten Knoten dargestellt. Zum Vergleich wur de die Kriechverformung mit der Kriechgleichung 9.13 mit Gl. 9.3 für die minimale Kriechrate analytisch berechnet, und dabei eine Spannung von 1,06 MPa angenommen, welches ungefähr der (zeitabhängig geringfügig wechselnden) Spannung an dem untersuchten Knotenpunkt entspricht. Die

Abweichungen in der Kriechdehnung ergeben sich somit zum einen durch die variierende

Spannung im FE-Modell, als auch durch die unterschiedlichen Kriechgleichungen.

kann. Es wurde daher zur Vereinfachung die Modellierung nach	Tabelle 10.1 Parameters für die Modellierung
Kapazitäten nicht in einem akzeptablen Zeitrahmen erfolgen	
Kriechrate (Gl. 9.3) nicht eingesetzt werden kann, da die Berechn	ung mittels der vorhand
jedoch, dass die für einen großen Spannungsumfang erstellte I	Modellierung der minir
Recentionens für Merofer 0025 III (Abschnitt 9.1 und 9.5.1)	programmert. Es zeigte

verlauf über der Muffellänge aus der FE-Berechnung, an Innen- und Außenseite der Muffel, mit dem berechneten analytisch Spannungsverlauf

Bild 10.2 Vergleich Spannungs-

Zur Berechnung der Kriechdehnung wurde eine Kriechroutine mittels des neu entwickelten Kriechmodells für Nicrofer 6025 HT (Abschnitt 9.1 und 9.3.1) programmiert. Es zeigte sich jedoch, dass die für einen großen S Kriechrate (Gl. 9.3) nicht eingesetzt v lenen

1150 2650 150 650 1650 2150 I (mm) nalen

1,4 σ (MPa) 1100°C 1,3 1,2 1,1 1 0,9 0,8 0,7 -Vergleichsspannung von Mises, Außen 0,6 Vergleichsspannung von Mises, Innen 0,5 Excel-Sheet: Axiale Spannung 0,4

Gl. 9.4 verwendet. Die Parameter dieser Gleichung (Tabelle

10.1) wurden so angepasst, dass die minimale Kriechrate im

Bereich niedriger Spannung mit ähnlichen Werten wie mit der

sätze der minimalen Kriechgeschwindigkeit im Bereich niedriger Spannungen mittels Gl. 9.4

	Parametersatz
	gültig für die
	Temperaturen
	800-1100°C
Parameter	A.1b
C ₀	12400000
v	-4
n	1
CT	-13700
Danamatan gamuna	lat



Bild 10.4 Vergleich der numerischen und analytischen Berechnung der Kriechverformung (Vergleich an Position unterhalb der maximalen Dehnung, die Einschnürung wird von der analytischen Berechnung nicht berücksichtigt)



Bild 10.5 Ofenmuffel-Modell mit unterschiedlichen Korngrößen, 50µm im markierten Bereich, 100µm im restlichen Bereich

Um den Einfluss einer inhomogenen Korngrößenverteilung zu untersuchen, wurde einem Muffelbereich eine kleinere Korngröße (50µm) zugewiesen (Bild 10.5). Die Berechnung des Kriechverhaltens zeigt, dass sich die Muffel aufgrund der höheren Kriechgeschwindigkeit im Bereich kleinerer Korngröße als in der restlichen Muffel (100µm) krümmt. Der Spannungsverlauf über der Zeit (Bild 10.6 a-c, Bild 10.7) zeigt, dass eine Spannungsumlagerung vom Bereich niedrigerer Korngröße zum Bereich höherer Korngröße stattfindet. Während im Bereich mit 50µm Korngröße die Spannung stetig abnimmt bis unter ein Drittel des Ursprungswertes, nimmt sie im angrenzenden Bereich mit 100µm Korngröße zunächst um ca. Faktor 3 zu. Dieses Maximum ist nach ca. 1500h erreicht, anschließend findet durch die weitere Kriechverformung ein Relaxieren der Spannung in diesem Bereich statt.

Trotz der deutlich höheren Spannung im Bereich von 100μ m Korngröße tritt eine geringere Kriechdehnung auf als im Bereich von 50μ m Korngröße (Bild 10.6 d-f, Bild 10.7), da der Korngrößeneinfluss auf die Spannung aufgrund des hohen Unterschieds der Korngröße dominiert.

Die seitliche Verschiebung (Bild 10.8) aufgrund der unterschiedlichen Kriechfestigkeiten der beiden Bereiche beträgt am unteren Ende der Muffel nach 5000h ca. 1600mm, während die axiale Verformung in Richtung der wirkenden Gewichtskraft nur ca. 84 mm beträgt.

Die Berechnung zeigt, dass eine über dem Muffelumfang inhomogene Korngrößenverteilung zu deutlicher Verformung der Ofenmuffel führen kann. Dies kann im Bauteilbetrieb zur Schädigung der umliegenden Bauteile führen und somit eine Reparatur der Muffel erforderlich machen.



Bild 10.6 Verteilung der Spannung nach von Mises (a-c) und der Kriechdehnung (d-f) der Ofenmuffel mit Bereichen unterschiedlicher Korngrößen zu verschiedenen Laufzeiten, T = 1100°C



Bild 10.7 Verlauf der Vergleichsspannung nach von Mises über der Zeit (a) und Verlauf der Kriechdehnung über der Zeit (b) in den Bereichen unterschiedlicher Korngröße, T = 1100°C



Bild 10.8 Verschiebung der Ofenmuffel am unteren Ende zur Seite und nach unten, T = 1100°C

10.1.2 Validierung Lebensdaueranteilsumme mittels der Kriechversuche bei wechselnden Temperaturen

Die Summe der Lebensdaueranteile von mehreren, unterschiedlichen Beanspruchungen nimmt den Wert 1 an, wenn sich die Schädigungen durch die Beanspruchungen nicht gegenseitig beeinflussen, und der Wechsel der Beanspruchung keine zusätzliche Schädigung darstellt.

Um zu überprüfen, wie sich eine Zeitstandbeanspruchung unter wechselnden Temperaturen auf die Schädigung und somit die Lebensdaueranteilsumme von Bauteilen aus Nicrofer 6025 HT auswirkt, werden die entsprechenden Versuche (Abschnitt 0) ausgewertet. Die Summe der Lebensdaueranteile dieser Versuche stellt die kritische Lebensdaueranteilsumme (Abschnitt 5.6) dar. Bereits in der Auswertung der Kriechdaten zeigte sich, dass bei niedrigerer Spannung gegenüber einem Versuch unter konstanter Temperatur eine deutliche Verringerung der Zeitstandfestigkeit gegeben ist, somit muss die Lebensdauersumme in diesem Fall deutlich unter dem Wert 1 liegen.

Die Lebensdaueranteilsumme L_t für Kriechbeanspruchung wird häufig auf die Bruchzeit t_u bezogen. Alternativ kann jedoch auch mit einer Zeitdehngrenze gerechnet werden, um die Lebensdauer bis zum Erreichen dieser Zeitdehngrenze zu beurteilen. Diese Methode eignet sich auch, um die Beeinträchtigung der Lebensdauer durch die Temperaturwechsel (Bild 10.9) an mehreren Stützpunkten zu ermitteln.



Bild 10.9 Verminderung der Lebensdauer aufgrund von Temperaturwechseln

Im Folgenden wurden daher die Lebensdaueranteile für verschiedene Dehngrenzen bei den konstanten Temperaturen 900 und 1100°C bestimmt, und die Lebensdaueranteilsumme

$$L_{t} = \frac{\Delta t_{900^{\circ}C}}{t_{\varepsilon,\sigma,900^{\circ}C}} + \frac{\Delta t_{1100^{\circ}C}}{t_{\varepsilon,\sigma,1100^{\circ}C}}$$
 10.1

gebildet. Die Dehngrenzen $t_{e, \sigma, T}$ wurden aus der Modellierung des MB- Parameters errechnet. Hierzu wurde jedoch nicht der korngrößenabhängige Parameter verwendet, da eine möglichst hohe Genauigkeit erforderlich ist und der einfache MB-Parameter genau auf die Korngröße von 80 μ m optimiert ist. Es zeigt sich, wie erwartet, für die Versuchsspannnung von 4,6 MPa eine niedrigere kritische Lebensdaueranteilsumme bei Temperaturwechseln. Die Werte betragen bei 0,5% Dehnung L_t=0,9 und nehmen zu höheren Dehnungen weiter ab (Bild 10.10). Dies stimmt mit der Beobachtung in Abschnitt 0 überein, wonach mit zunehmender Versuchsdauer die Kriechgeschwindigkeit überproportional zunimmt, da mit jedem Temperaturwechsel eine zusätzliche Schädigung verbunden ist. Für die höhere Spannung von 7 MPa ergeben sich bei den niedrigen Dehngrenzen <5% teils Werte für die Lebensdaueranteilsumme über 1, mit Ausnahme eines relativ niedrigen Wertes bei 0,5% Dehnung (Summe L_t = 0,6). Bei den höheren Dehngrenzen ab 5% nehmen auch hier die erreichten Lebensdaueranteilsummen ab, was auf die zunehmende Anzahl an Temperaturwechsel





Der Einfluss der Anzahl der Temperaturwechsel kann ermittelt werden, in dem die Lebensdaueranteilsummen für die Dehngrenzen aus Bild 10.10 über der Anzahl der Temperaturwechsel, die bis zu der entsprechenden Dehngrenze stattgefunden haben, aufgetragen werden (Bild 10.11).





Es zeigt sich, dass die Lebensdaueranteilsumme bei beiden Spannungsniveaus gleichmäßig mit der Anzahl der Temperaturwechsel absinkt. Die Verringerung der Lebensdaueranteilsumme durch Temperaturwechsel ist also spannungsunabhängig. Der Zusammenhang zwischen Lebensdaueranteilsumme bei Temperaturwechsel L_{krit, TW} und Anzahl der Temperaturwechsel n lässt sich annähernd mit einem Potenzansatz der Form

$$L_{krit,TW} = L \cdot n^a \tag{10.2}$$

beschreiben. Der Exponent a nimmt einen Wert von ca. a = -0,24 an.

Die Auswertungen zeigen eine unerwartet deutliche Verringerung der Zeitstandfestigkeit bzw. Bauteillebensdauer durch Temperaturwechsel. Da der Versuchsumfang begrenzt ist, sind weitere Versuche durchzuführen, um eine Absicherung des Ergebnisses zu erhalten. Insbesondere wurden nur Temperaturwechsel von 900°C zu 1100°C vollzogen. Wie sich der Wechsel zu niedrigeren oder höheren Temperaturen auswirkt, ist unbekannt. Des Weiteren sind tiefergehende Untersuchungen in zukünftigen Arbeiten erforderlich, um die Ursachen, möglicherweise die wiederholte Beschädigung der Oxidschicht, zu ermitteln.

10.1.3 Lebensdauerbewertung Ofenmuffel

Zur Bewertung der Lebensdauer der Ofenmuffel wird zum einen die Kriechdehnung mittels des erstellten Kriechmodells errechnet. Dazu werden aus den Abmessungen der Muffel die Spannungen aufgrund Eigengewichts durch die Aufhängung an der Muffeloberseite berechnet. Nun wird die Kriechdehnung für die maximal erreichte Spannung berechnet, da hier die Muffel auch die höchste Zunahme an Kriechverformung hat. Dabei wird der Temperaturverlauf über der Zeit berücksichtigt. Um nach einem Temperaturwechsel den weiteren Verlauf der Kriechkurve zu berechnen, wird die Dehnungsverfestigungsregel eingesetzt (Abschnitt 5.5.1). Das Lebensdauerende ist nun erreicht, wenn an dieser Stelle 10% Dehnung erreicht werden, entsprechend den Erfahrungswerten des Herstellers.

Alternativ kann die Lebensdauer mittels der Lebensdaueranteilregel bestimmt werden. Hierbei wird mittels des in Abschnitt 9.2.1 bestimmten Zeit-Temperatur-Parameters "kMB" die bei einer Temperatur und Spannung geltende Zeitstandfestigkeit ermittelt und ins Verhältnis zu der Laufzeit gesetzt, in welcher die Muffel diesen Bedingungen unterliegt. Für verschiedene Temperaturen wird nun dieser Quotient für die Stelle der maximalen Spannung addiert. Erreicht die Summe den Wert 1, ist das Lebensdauerende erreicht. Ob der Wert 1 bei einer Dehnung von 10% erreicht werden soll, oder bei einer anderen Dehnung kann durch die Wahl der Manson-Brown-Parameter bestimmt werden. Die Schädigung durch Temperaturwechsel kann durch Berechnung der kritischen Lebensdauer L_{krit,TW} nach Gl. 10.2 erfolgen.

Beide Verfahren sind im erstellten Berechnungsformular integriert. Zusätzlich wird die Verlängerung durch Kriechen der gesamten Ofenmuffel berechnet. Dies erfolgt durch inkrementweise Berechnung der Kriechdehnung über der gesamten Muffellänge. Außerdem wird die Verlängerung aufgrund Wärmedehnung ausgegeben. Zusammen mit der Kriechverlängerung ergibt diese die Gesamtverlängerung der Ofenmuffel, welche beim Einbau der Muffel berücksichtigt werden muss. Ein Screenshot der Excel-Datei ist in Bild 10.12 zu sehen. Um die Berechnungen mittels des Formulars zu starten, müssen die Abmaße der Muffel eingegeben werden. Dabei kann der Durchmesser, welcher für die gesamte Muffel gilt, sowie die Anzahl, Länge Wandstärke der einzelnen Muffelabschnitte flexibel eingegeben werden. Dies sowie die Eingabe der Betriebsdaten (Temperatur über Zeit) erfolgen im linken Bereich in Bild 10.12. Als Werkstoff ist Nicrofer 6025 HT hinterlegt, andere Werkstoffdaten mit den zugehörigen Parametern für sämtliche verwendete Gleichungen können eingefügt werden. Die Korngröße ist ganz oben auf dem Eingabeblatt in Bild 10.12 anzugeben.

Im rechten Bereich des Tabellenblatts in Bild 10.12 werden die Ergebnisse zunächst anhand der wichtigsten Werte zusammengefasst. Darunter sind graphische Darstellungen der Verläufe der wichtigsten Parameter, z.B. Gesamtverlängerung (durch Kriechen und thermische Dehnung) zusammen mit der Temperatur über der Zeit.



Bild 10.12 Screenshot der Excel-Datei, in welcher sämtliche Parameter und Berechnungen des Lebensdauerbewertungsverfahrens hinterlegt sind

Für die vorgegebene Muffelgeometrie und den ausgewählten Beispielzyklus mit Temperaturwechseln von 800-1100°C ergeben sich die in Bild 10.13 dargestellten Spannungs-, Verformungs- und Lebensdauerdaten. Als Lebensdauerende wurde hier eine Dehnung von 10% angenommen, d.h. zur Berechnung der Lebensdaueranteile wurde der Nenner mittels der kMB-Parameter für 10% Dehnung berechnet. Am Ende der Beanspruchungsdauer von 14000h ergibt sich eine Kriechdehnung von ca. 2,3%. Die Berechnung des Lebensdauerverbrauchs gibt einen Verbrauch von ca. 4% der Lebensdauer (L = 0,04) bis zum Erreichen des Lebensdauerende-Kriteriums von 10% Dehnung. Hier zeigt sich eine deutliche Differenz zur Kriechberechnung, die bereits fast ein Viertel der kritischen Dehnung erreicht.

Ein Vergleich von Berechnungen der Kriechdehnung mittels Kriechmodellierung und mittels kMB-Parameter zeigt, dass insbesondere bei 1100°C und niedrigen Spannungen eine größere Streuung der Ergebnisse vorliegt (Bild 10.14).



Bild 10.13 Ergebnisse der Nachrechnung des Beispielzyklus für eine Beanspruchung unter wechselnden Temperaturen



Bild 10.14 Vergleich der Nachrechnung von Versuchsdaten mittels kMB-Parameter und mittels Kriechmodellierung bei verschiedenen Temperaturen und Spannungen, Werkstoff Nicrofer 6025 HT, Korngröße 80 µm

Für den Fall von 1100°C und 1 MPa würde somit eine Lebensdaueranteilsumme von L=0,04 errechnet, wenn die Kriechmodellierung bereits eine Dehnung von 10% erreicht. Bei der höheren Spannung von 4,6 MPa ist die Lebensdaueranteilsumme bei 10% Dehnung L = 0,75. Bei 1200°C und 1 MPa liegen die Berechnungen der Kriechmodellierung und der Lebensdaueranteilsumme nahe beieinander, hier ist L=1,13 bei 10% Dehnung. In den beiden letzteren Fällen sind die Berechnungen sehr nahe der Kriechdehnung aus den Versuchen. Im Fall von 1100°C und 1 MPa liegen die Versuchsdaten näher an den aus dem kMB-Parameter berechneten Dehngrenzzeiten.

Zu sicheren Bewertung der Lebensdauer sollten die Ergebnisse der Kriechdehnung und der Lebensdaueranteilsumme aus dem kMB-Parameter berücksichtigt werden. Welches Modell das reale Werkstoffverhalten getreuer abbildet, muss durch Sammeln weiterer Daten im Betrieb von Ofenmuffeln verifiziert werden. Wie bereits erwähnt sind die Modelle insbesondere hinsichtlich der niedrigen Spannungen an eine relativ dünne Datenbasis angepasst. Zu beachten ist des Weiteren, dass bei der Berechnung der Kriechdehnung die Schädigung durch Temperaturwechsel nicht berücksichtigt wird. Diese wird nur in der Lebensdaueranteilsumme L_{krit.TW} mitbetrachtet.

Um die Qualität der Berechnungen zu bewerten, liegen Erfahrungswerte des Herstellers bezüglich der bleibenden Kriechverlängerung nach langzeitigem Einsatz vor. Das Beispiel in Bild 10.15 zeigt den Vergleich von Erfahrungswert und Berechnungsergebnis.





10.2 Ofenrolle

Die Beanspruchung der Ofenrolle erfolgt durch das aufliegende Glühgut, welches teils hohe Flächenlasten aufbringt, sowie das Eigengewicht und die durch die Drehung verursachte Ermüdungsbeanspruchung (Abschnitt 5.7.2). Der einfache Ansatz einer Bewertung über die Ermüdungslastspielzahl ist aufgrund der langsamen Drehfrequenzen der Ofenrollen erfahrungsgemäß nicht zutreffend. Bei der in der Praxis angewandten Auslegung mittels Zeitstandfestigkeiten zeigt sich im Betrieb ein deutlich größeres Werkstoffpotential. Es sollen daher neue Methoden zur Auslegung entwickelt werden.

10.2.1 Analyse der Beanspruchungen

Im Vorhaben wurde beispielhafte eine Ofenrolle mit stangenförmigem Glühgut unter den typischen, in Abschnitt 5.7.2 erläuterten Betriebsbedingungen, betrachtet.

Zunächst wird das Beanspruchungskollektiv aufgrund der unterschiedlich wirkenden Komponenten unterteilt. Die axiale Zug- und Druckspannung aufgrund des Eigengewichts sowie des Glühgutgewichts entsprechen einer "globalen" Beanspruchung. Als lokale Beanspruchung kann die von der Glühgutform abhängige Flächenpressung definiert werden. Die Zug- und Druckspannungen wechseln mit der Drehung der Rolle, die sich bei jeder Drehung maximal einstellenden Werte bleiben jedoch immer gleich. Die Maxima befinden sich in der Mitte der Rolle. Die wirkenden Spannungen lassen sich durch einfache Gleichungen der Technischen Mechanik berechnen. Typische Werte sind 6 bis 10 MPa. Die lokal stark erhöhten Spannungen aufgrund des auf kleiner Fläche aufliegenden Glühguts wurden für einen Beispielfall mittels FEM berechnet (Bild 10.16). Dabei wurde Glühgut in Form von Rundstäben angenommen. Es ergeben sich im Bereich der Glühgutauflage Spannungen von 5 bis 37 MPa.


Bild 10.16 Spannungsverteilung nach der von-Mises-Vergleichsspannung für die Ofenrolle unter Eigengewicht und Glühgut in Form von Rundknüppeln, Centralloy 60 HT R

Die globalen Spannungen befinden sich deutlich unterhalb der zyklischen Streckgrenze, die lokalen Spannungen deutlich darüber. Es ist daher von einer lokalen Ermüdungsschädigung an den Glühgutauflagepunkten und einer globalen Kriechschädigung der gesamten Rolle auszugehen. Bei Auftragung der wirkenden Spannungen zusammen mit den Dehnwechselund Kriechfestigkeiten des Werkstoffs Centralloy 60 HT R ist zu erkennen, dass bereits bei der etwas schnelleren Versuchsfrequenz von 0,1 Hz im Bereich der globalen Spannungen (6 bis 10 MPa) die Kriechfestigkeit niedriger ist als die Dehnwechselfestigkeit bei gleicher Laufzeit (Bild 10.17). Anhand der Eintragung der lokalen Spannungen ist zu erkennen, dass die Dehnwechselfestigkeit für diese Spannungen bereits nach sehr kurzer Laufzeit erreicht ist. Da das Glühgut die Position wechselt, verlängert sich die Dauer bis an einer konkreten Stelle die Festigkeit erreicht ist.





Bei der Lebensdauerbewertung spielt die Frequenz der Dehnwechselbeanspruchung ebenfalls eine Rolle. Bei langsamem Spanungswechsel stellt sich auch bei hohen Spannungen eine überlagerte Kriechbeanspruchung ein. Mit niedrigerer Frequenz übersteigt die Schädigung durch Kriechen die Dehnwechselschädigung.

Im Folgenden wird eine Lebensdauerbewertung der globalen Beanspruchung vorgestellt. Die lokale Beanspruchung kann aufgrund der unbekannten Schädigungsmechanismen in diesem Vorhaben nicht tiefergehend betrachtet werden.

10.2.2 Bewertung der Lebensdauer anhand der globalen Beanspruchung

Für die Lebensdauerbewertung der globalen Beanspruchung wurden zwei neue Bewertungsansätze vorgeschlagen. Wie in den bisherigen Bewertungsmethoden wird dabei der Lebensdauerverbrauch in Anteilen berechnet und gemäß der Lebensdaueranteilregel von Robinson und Taira (Abschnitt 5.6) aufaddiert. Auch hier wird in Betracht gezogen, die Lebensdauer nicht zwangsweise auf Zeitstandfestigkeit, d.h. Bruch auszulegen, sondern gegebenenfalls auf eine kritische Zeitdehngrenze. Die Lebensdaueranteilsumme wird daher zunächst allgemein nach

$$L = \sum \frac{\Delta t}{t_{krit}}$$
 10.3

mit Bezug der Beanspruchungsdauer Δt auf eine kritische Zeit t_{krit} , in welche ein beliebiges Lebensdauerende-Kriterium anhand Zeitstandfestigkeit oder Zeitdehngrenze einsetzbar ist, formuliert.

Da die Kriechbeanspruchung dominiert, wird im ersten Vorschlag eine präzisere Kriechschädigungsberechnung durchgeführt. In der bisherigen Berechnung wird von einer konstanten Spannung ausgegangen, welche dem maximalen Wert der Spannungsamplitude entspricht. In Realität liegen jedoch aufgrund der Sinusform des Spannungsverlaufs, welcher sich durch die Drehung der Rolle ergibt, meist niedrigere Spannungen vor (Bild 10.18). Zudem handelt es sich teils um Druckspannungen, welche wie bereits gezeigt (vgl. Abschnitt 7.2.3) deutlich niedrigere Kriechschädigung bewirken. Möglicherweise können diese ein Ausheilen der Kriechschädigung durch Zugbeanspruchung bewirken.



Bild 10.18 Annahme einer konstanten Spannung bei der Lebensdauerbewertung mittels Zeitdehngrenze (a), realer Spannungsverlauf über der Zeit bei einer Ofenrolle (b)

Im neuen Lebensdauerbewertungskonzept wird daher der sinusförmige Spannungsverlauf

$$\sigma(t) = \sigma_a \sin(2\pi t \cdot f)$$
 10.4

mit der Spannungsamplitude σ_a und der Frequenz f berücksichtigt. Diese Funktion wird zur Bestimmung der kritischen Lebensdauer t_{krit} eingesetzt, d.h. $t_{krit} = g(\sigma(t)) = g(t)$. Dies erfordert die Integration der Lebensdaueranteile über der Zeit.

$$L = N \cdot \int \frac{1}{t_{krit}(\tau)} d\tau$$
 10.5

Dies erfolgt über der Dauer einer Halbwelle der Spannungsfunktion $t_Z=1/(2*f)$. Das Ergebnis wird mit einem Faktor c_{ZD} multipliziert, mit dem die Höhe der Schädigung durch die Druckbeanspruchung eingestellt werden kann. Der Faktor erhält den Wert 1, wenn in Druckrichtung die gleiche Schädigung wie in Zugrichtung angenommen wird. Falls in Druckrichtung keine Schädigung zu berücksichtigen ist, beträgt der Faktor 0,5 (Bild 10.19).



Bild 10.19 Verlauf der kritischen Lebensdauer t_{krit} bei sinusförmigem Spannungsverlauf und unterschiedlicher Berücksichtigung der Druckschädigung

Die entsprechende Gleichung für die Lebensdaueranteilsumme lautet

$$L = c_{ZD} \cdot N \cdot \int_0^{t_Z} \frac{1}{t_{krit}(\tau)} d\tau , mit \ N = \frac{\Delta t}{2 \cdot t_Z} = \Delta t \cdot f.$$
 10.6

Zur vereinfachten Lösung des Integrals nach

$$\int_0^{t_Z} \frac{1}{t_{krit}(\tau)} d\tau \approx \sum_{i}^n Q(\frac{1}{t_{krit}(\tau)})$$
 10.7

kann die Simpson-Regel

$$Q(f(x)) = \frac{b-a}{6} \left(f(a) + 4f\left(\frac{a+b}{2}\right) + f(b) \right)$$
 10.8

verwendet werden, bei der die Funktion $t_{krit}(\tau)^{-1}$ durch eine Parabel angenähert wird. Bei Aufteilung der Funktion in n Inkremente über dem Bereich der Halbwellenzeit t_Z ergibt sich für die Stellen a und b

$$a = t_z \frac{i}{n}$$
 10.9

$$b = t_z \frac{i+1}{n}$$
 10.10

Die Lebensdaueranteile werden nun nach

$$L = c_{ZD} \cdot N \cdot \sum_{i}^{n} Q(\frac{1}{t_{krit}(\tau)})$$
 10.11

berechnet.

Da in dem betrachteten Fall der Ofenrolle das Spannungsverhältnis R=-1 beträgt (Unter- zu Oberspannung), nimmt die Spannung zu Beginn und zum Ende der Halbwelle den Wert 0 an. Für diesen Wert geht die Lebensdauer gegen unendlich, was zu einer Singularität in der Funktion der Lebensdaueranteile $1/t_{krit}$ bzw. Q führt (Bild 10.20).



Bild 10.20 Sinusförmiger Verlauf der Spannung (a) und Verlauf der zugehörigen Lebensdauer mit Singularität bei σ = 0 (b) sowie deren Verläufe bei Berücksichtigung einer Grenzspannung σ_{grenz}

Um dies zu vermeiden, kann in der Anwendung ein unterer Grenzwert für die Spannung berücksichtigt werden:

$$\sigma < \sigma_{grenz}$$
: $\sigma = \sigma_{grenz}$
sonst $\sigma = \sigma(t)$.

Als Grenzwert sollte ein möglichst niedriger Wert gewählt werden, damit sich die Lebensdaueranteilsumme nur geringfügig ändert. Für den vorliegenden Fall eignen sich z.B. 0,1 MPa, da die Lebensdauer unter 1 MPa Werte von über 10¹⁰h annimmt, und somit die Schädigung sehr gering ist.

Das zweite, neue Konzept zur Lebensdauerbewertung basiert auf der Betrachtung der minimalen Dehngeschwindigkeit der Mitteldehnung. Mittels der Auftragung der Dehngeschwindigkeit über der Spannung (Bild 7.40) aus den Versuchen kann diese beschrieben und weitere Fälle anderer Temperatur oder Spannung extrapoliert werden. Die Lebensdauer bis zu einer bestimmten Dehngrenze

$$t_{krit} = \frac{\varepsilon_{krit}}{\dot{\varepsilon}_{mII,T,f,\sigma}}$$
 10.13

kann nun berechnet werden, in dem der Quotient der Dehngrenze und der Dehngeschwindigkeit für die entsprechenden Betriebs- bzw. Versuchsparameter gebildet werden. Nun wird die so errechnete Dehngrenzzeit in die Berechnung der Lebensdaueranteile Gl. 10.3 eingesetzt.

Um die neuen Ansätze zur Lebensdauerbewertung beurteilen zu können, werden Beispielrechnungen mit den verschiedenen Methoden durchgeführt und verglichen. Neben den beiden neueren Methoden (Berechnungsvarianten 3 und 4) wird zum Vergleich die bereits erläuterte konventionelle Methode nachgerechnet, bei der die Zeitdehngrenze oder Zeitstandfestigkeit für die maximale Amplitudenspannung als Kriterium verwendet wird (Berechnungsvariante 1). Als weitere, im Fall von wechselnder Beanspruchung übliche Methode, wird die Lebensdauerbewertung mittels Bruchzyklenzahl berechnet. Aufgrund der zunehmenden Mitteldehnung kann alternativ auch mit einer Dehnungszyklenzahl, d.h. eine Zyklenzahl, bei der eine bestimmte Mitteldehnung erreicht wird, gerechnet werden. Eine Übersicht der Methoden ist der Tabelle 10.2 zu entnehmen.

Zunächst wurden die Versuche mit wechselnden Laststufen nachgerechnet (Tabelle 10.3). Aufgrund der unterschiedlichen Charakteristik der Lastzyklen sind die Versuche nur bedingt vergleichbar. Der Versuch mit 16 und 28 MPa kann mit seiner hohen Anzahl an Laststufenwechseln (38 Laststufenwechsel) zur Bewertung des Einflusses von häufig wechselnden Beanspruchungen herangezogen werden. Der Versuch mit 19 und 25 MPa (4 Laststufenwechsel) zeigt die Auswirkungen von vereinzelten Lastwechseln. Des Weiteren sind die Verhältnisse der Beanspruchungsdauern unter hoher und unter niedrigerer Last sehr unterschiedlich (Versuch 16/28 MPa: 2/1, Versuch 19/25 MPa: 11/1). Die Berechnungen erfolgten bei Variante 1-3 anhand der Bruchkennwerte, da bei 1% Dehnung noch kein Wechsel der Laststufen bei dem Versuch mit 19 und 25 MPa stattgefunden hatte.

Berechnungsvariante					
1	2	3	4		
Anhand Zeitstandfestigkeit bzw. Zeitdehngrenzen, σ = konst.	Anhand Dehnungszyklen- zahlen N e bzw. Bruchzyklenzahl N _B	Anhand Zeitstandfestigkeit bzw. Zeitdehngrenzen, σ = f(t)	Anhand minimaler Mitteldehnungs- geschwindigkeit		
Konventionell, reine Kriechschädigung, $\sigma = konst.$ σ_n Einsetzen von Zeitstandfestigkeit oder Zeitdehngrenzen	reine Ermüdungs- schädigung	Berücksichtigung sinusförmiger Spannungsverlauf σ_a Annahme reine Kriechschädi- gung in Zug- und Druck- richtung, Druckschädigung = Faktor*Zugschädigung Einsetzen von Zeitstandfestig- keit oder Zeitdehngrenzen	Kritische Zeit t _{krit} wird aus kritischer Dehngrenze mittels minimaler Dehngeschwindigkeit der Mitteldehnung bestimmt, keine Bruchbewertung möglich		
$L = \sum \frac{\Delta t}{t_{krit}}$	$L_N = \sum \frac{\Delta N}{N_B}$	$L = \sum \frac{\Delta t}{t_{krit}}$	$L = \sum \frac{\Delta t}{t_{krit}}$		
mit $t_{Krit} = t_{\epsilon}$	bzw.	bzw.	mit		
oder $t_{Krit} = t_u$	$L_N = \sum \frac{\Delta t}{t_B}$	$L = c_{ZD} \cdot \int_0^{t_Z} \frac{1}{t_{krit}(\sigma(\tau))} d\tau$	$t_{krit} = \frac{\varepsilon_{krit}}{\dot{\varepsilon}_{mII,T,f,\sigma}}$		
		mit $t_{Krit} = t_{\epsilon}$ oder $t_{Krit} = t_{u}$			

Tabelle 10.2 Varianten zur Berechnung der Lebensdauer von Ofenrollen

Tabelle 10.3 Berechnung der Lebensdaueranteilsumme der Ermüdungsversuche mit wechselnden Laststufen mittels der verschiedenen Berechnungsvarianten

		Berechnungsvariante				
		1	2	3	4	
Lebensdauerar -summ	nteile bzw. Ien	Anhand Zeitstand- festigkeit, σ = konst.	Anhand Bruchzyklen- zahl N _B	Anhand Zeit- standfestigkeit, $\sigma = f(t)$, Druckschädigung = 0	Anhand minimaler Mitteldehnungs- geschwindigkeit, bis 3%	
Δt	16 MPa	0,41	0,02	0,07	0,08	
$\overline{t_{krit}}$	28 MPa	3,65	0,77	0,61	0,74	
$L = \sum \frac{\Delta t}{t_{krit}}$	SUMME	4,06	0,79	0,68	0,82	
Δt	19 MPa	8,33	0,17	0,36	0,76	
$\overline{t_{krit}}$	25 MPa	7,00	0,11	0,10	0,20	
$L = \sum \frac{\Delta t}{t_{krit}}$	SUMME	15,33	0,28	0,46	0,97	

Es zeigt sich, wie erwartet, dass die Berechnungsvariante 1 das Werkstoffpotential deutlich unterschätzt. Bei der Berechnungsvariante 2 ergibt sich ein deutlicher Unterschied in der Lebensdaueranteilsumme für die Versuche. Der Versuch mit 16 und 28 MPa hat deutlich mehr Lastwechsel (38) bis Bruch als der andere Versuch (4 Lastwechsel) erfahren, was eine höhere Schädigung bedeuten könnte. Hier ergibt sich jedoch die geringere Lebensdaueranteilsumme für den Versuch mit weniger Lastwechseln. Die Berechnungsvariante 3 zeigt die gleiche Tendenz, die Absolutwerte der Lebensdaueranteilsummen liegen jedoch näher beieinander. Das umgekehrte Ergebnis zeigen die Varianten 1 und 4. Hier war die Schädigung bei dem Versuch mit höherer Lastwechselzahl größer als bei dem anderen Versuch. Bei den Berechnungsvarianten 2-4 nehmen die Lebensdaueranteilsummen Werte <1 an, und liefern somit ein plausibleres Ergebnis, falls von einer erhöhten Schädigung durch die Laststufenwechsel ausgegangen wird.

Um die Schädigung durch die Laststufenwechsel zuverlässig zu bestimmen, ist eine größere Datenbasis erforderlich. Beispielhaft wird nun eine vereinfachte Abschätzung durchgeführt, in dem die Ergebnisse der Berechnungsvarianten 2-4 gemittelt werden. Es ergibt sich für den Versuch mit 16 und 28 MPa ein $L_{krit}=0,76$, bei dem Versuch mit 19 und 25 MPa $L_{krit}=0,57$, insgesamt errechnet sich ein Mittel von 0,67. Es wird für die weitere Betrachtung angenommen, dass die kritische Lebensdauer bei Ermüdungsversuchen mit wechselnden Laststufen bei ungefähr 0,7 liegt.

Mit Ausnahme der Berechnungsvariante 1 liefern die Berechnungsverfahren plausible Werte zur Lebensdauerabschätzung. Welches dieser Verfahren das Werkstoffverhalten am treffendsten beschreibt, und eine verlässliche Extrapolation liefert, wäre mit weiteren Versuchsdaten zu überprüfen. Des Weiteren sind sicher Verfeinerungen der Methoden erforderlich, um unterschiedliche Charakteristiken der Laststufenwechsel wie Zyklusdauer, Spannungsdifferenz etc. mit einzubeziehen.

Im Folgenden wird ein Betriebsfall einer Ofenrolle nachgerechnet (Tabelle 10.4). Im betrachteten Fall werden eine konstante Temperatur von 1100°C und eine Beanspruchung von 6 MPa angenommen. In der Realität wird dieser Wert je nach Glühgutbelegung bzw. bei Belegungspausen schwanken bzw. kurzzeitig einen geringeren Wert annehmen. Erfahrungsgemäß ist eine solche Ofenrolle 30.000-50.000h in Betrieb.

Oformalla auto Controllou		Berechnungsvariante					
Ofenrolle aus Ce	entralloy	1	2	3	4		
60 HT R,		Anhand	Anhand	Anhand Zeitdehn-	Anhand minimaler		
$T = 1100^{\circ}C, \sigma =$	6 MPa,	Zeitdehngrenzen	Dehnungszyklen-	grenzen bzw.	Mitteldehnungs-		
f = 0.01 Hz		bzw. Zeitstand-	zahlen N $_{\epsilon}$ bzw.	Zeitstandfestigkeit	geschwindigkeit		
Ziel: ca 30 000-5	50 000h	festigkeit	Bruchzyklenzahl	$\sigma = f(t)$, Druck-			
		$\sigma = konst.$	N _B	schädigung = 0			
Zeit bis zum Erreichen der Lebensdauer- summe L=1	$\begin{array}{l} \epsilon_{krit} {=} 1\% \\ \epsilon_{krit} {=} 2\% \\ \epsilon_{krit} {=} 3\% \\ \epsilon_{krit} {=} 5\% \\ Bruch \end{array}$	10.000 22.000	80.000 134.000 210.000 285.000 380.000	55.000 100.000 205.000 330.000	57.000 114.000 171.000 286.000		
Zeit bis zum Erreichen der Lebensdauer- summe L = 0,7	$\begin{array}{l} \epsilon_{krit} {=} 1\% \\ \epsilon_{krit} {=} 2\% \\ \epsilon_{krit} {=} 3\% \\ \epsilon_{krit} {=} 5\% \\ Bruch \end{array}$	7.000 15.400	56.000 93.800 147.000 199.500 266.000	38.000 70.000 145.000 231.000	40.000 80.000 120.000 200.000		

Tabelle 10.4 Berechnung der Lebensdauer in h für einen Beanspruchungsfall

Es werden mittels der vier Berechnungsvarianten die Laufzeiten bis zu verschiedenen Lebensdauerende-Kriterien (Dehnungen bzw. Bruch) berechnet. Dabei wird beispielhaft bis zur kritischen Lebensdauersumme von 1 sowie 0,7 gerechnet. Letztere bezieht sich auf den Mittelwert der kritischen Lebensdauersumme, welche im Versuch mit wechselnden Laststufen ermittelt wurde (Tabelle 10.3) und somit die Schädigung durch wechselnde Beanspruchung miteinbezieht.

Die Berechnung mittels Zeitdehngrenzen bei konstanter Amplitude (Var. 1) zeigt wieder eine deutliche niedrigere Laufzeit als die Varianten 2, 3 und 4 bei dem Lebensdauerkriterium $\varepsilon_{krit}=1\%$. Die Ergebnisse der Varianten 2, 3 und 4 liegen relativ nahe beieinander. Die Varianten 2 und 4 haben gegenüber der Variante 3 den Nachteil, dass aufgrund der Ermüdungsversuche bei Spannungen von mindestens 25 MPa bei 1100°C eine Extrapolation auf die deutlich niedrigere Bauteilspannung von $\sigma = 6$ MPa notwendig ist. Bei Variante 3 ist dies nicht erforderlich, da Zeitstanddaten für ähnliche Spannungen vorliegen. Die Sicherheit der Auslegung ist somit bei der Variante 3 größer.

Von den vorgestellten Varianten ist demnach vor allem die Variante 3 zur Anwendung bei der Auslegung von Ofenrollen zu empfehlen. Die Varianten 2 und 4 sollten vergleichend betrachtet werden. Die Variante 1 liefert, wie bereits bekannt, zu konservative Laufzeiten. Die Genauigkeit der Berechnungen ist zukünftig an Ofenrollen im Betrieb zu verifizieren. Im Vorhaben wurde ein Berechnungsformular erstellt, in dem die Bauteil-, Glühgut-, sowie Betriebsdaten eingegeben werden können, und daraus die Lebensdauer anhand der Berechnungsvariante 3 ermittelt wird. Hierbei können Glühgutlast und Temperatur frei gewählt werden. Als Werkstoff ist die Gußlegierung Centralloy 60 HT R hinterlegt. Die Zeitdehngrenzen bzw. -festigkeit werden anhand des Larson-Miller-Parameters (Abschnitt 9.2.2) bestimmt. Um die Berechnung mittels der Varianten 2 und 4 zu ergänzen, ist eine größere Datengrundlage erforderlich, da bisher nur Daten für 1100°C bei der Frequenz 0,01 Hz vorliegen.

Da die Verfahren für eine Frequenz von 0,01 Hz validiert wurden, sind sie nur im Bereich dieser Frequenz gültig. Mittels weiterer Versuche könnte die Frequenzabhängigkeit untersucht werden und die Berechnungsverfahren verfeinert und abgesichert werden.

Mittels der neuen Methoden kann durch eine genauere Auslegung der Bauteile eine bessere Ausnutzung der Werkstoffe erfolgen, und somit Kosten und Ressourcen gespart werden. Die bessere Kenntnis der Lebensdauer kann genutzt werden, um Wartungsintervalle zu verkürzen.

11 Schlussfolgerungen und Ausblick

Im Forschungsvorhaben HT-LifePLUS wurden das Werkstoffverhaltens von neuentwickelten Werkstoffen des Industrieofenbaus hinsichtlich verschiedenster Aspekte untersucht und die Ergebnisse in der Verbesserung von Bewertungsverfahren für die Bauteillebensdauer eingesetzt.

Es hat sich gezeigt, dass zumindest stichprobenartig Versuche unter bauteilnahen Beanspruchungen erforderlich sind, um das Werkstoffverhalten auch unter diesen Bedingungen zu ermitteln und Extrapolationen abzusichern. Die Ergebnisse der Versuche mit 1 MPa Spannung, sowie die aufwendige, kontinuierliche Dehnungsmessung während der Kriechversuche lieferten neue Erkenntnisse zum Zeitstandverhalten der Knetlegierung Nicrofer 6025 HT. Die bereits bekannte Abhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit von der Korngröße konnte vertieft untersucht werden und in neuentwickelten Kriechgleichungen bzw. einem neuen Zeit-Temperatur-Parameter abgebildet werden.

Auch für die Gusslegierung Centralloy 60 HT R konnte durch die Zeitstand- und Ermüdungsversuche Datenbasis für eine sichere Bauteilauslegung erweitert werden. Für den Einsatz des Werkstoffs in Ofenrollen wurde gezeigt, dass trotz wechselnder Beanspruchung aufgrund der langsamen Drehfrequenz das Kriechen dominiert, weshalb konventionelle Lebensdauerabschätzungen keine zuverlässigen Bewertungen erlauben. Auch hierfür wurden neue Ansätze vorgeschlagen, die anhand der Versuchsergebnisse entwickelt werden konnten. Weitere Untersuchungen zu dem Werkstoffverhalten bei sehr niedrigen Frequenzen sind erforderlich, um die Vorgänge besser abzubilden. Auch die Auswirkungen der teils lokal sehr hohen Flächenpressungen und damit lokalen Schädigung des Materials durch stangenförmiges Glühgut konnte im Rahmen des Projekts nicht zufriedenstellend untersucht werden und bieten Fragestellungen für zukünftige Forschungsarbeiten.

Die Ergebnisse dieses Vorhabens wurden bereits in Vorträgen bei verschiedenen Veranstaltungen der Öffentlichkeit vorgestellt, eine Zusammenstellung ist in Tabelle B.1 zu finden.

12 Verwertung der Ergebnisse

Teilbereichen Ergebnisse des Vorhabens können in den verschiedenen des Die Industrieofenbaus, die von den teilnehmenden Firmen bearbeitet werden, verwendet werden. Die Erkenntnisse zum Materialverhalten und den Vorgängen im Gefüge erweitern die Wissensbasis der Werkstoffhersteller und ermöglichen es, Anwendungsgebiete der Legierungen zu präzisieren und die Kenntnisse für neue Werkstoffentwicklungen einzusetzen. Die Bauteilhersteller können mittels der neuen Erkenntnisse die Auswahl der Werkstoffe aufgrund einer breiten Datenbasis vornehmen und die Auslegung der Bauteile verbessern. Hierbei liefert das Lebensdauerbewertungsprogramm speziell für die Bauteile Ofenmuffel und Ofenrolle Unterstützung.

Anhang A Versuche

Prüfzeichen	Probe	Status	Entnahmerichtung	Prüfquerschnitt	Т	σ_0
				(mm)	(°C)	(MPa)
tKH						
-	tKH8zl3	E	quer	Ø 8,4	800	28
	tKH8zl2	В	quer	Ø 8,4	800	49
	tKH8zl1	В	quer	Ø 8,4	800	77
	tKH1zl2	В	quer	Ø 8,4	1000	10,4
	tKH1zl1	В	quer	Ø 8,4	1000	17
	tKH11zl5	E	quer	Ø 8,4	1100	1
	tKH11zl1	AG	quer	Ø 8,4	1100	5,5
	tKH12zl1	В	quer	Ø 8,4	1200	4
	tKH12zl4	E	quer	Ø 8,4	1200	2
tKJ						
	tKJ8zl2	AG		2x12,9	800	28
	tKJ8zl1	В		2x12,9	800	50
	tKJ1zl1	AG		2x12,9	1000	9
	tKJ12zl1	E		2x12,9	1200	2
tKN						
	tKN8zl8	AG	quer	2x12,9	800	27,8
	tKN8zl2	AG	längs	2x12,9	800	37
	tKN8zl4	В	längs	2x12,9	800	37
	tKN8zl5	В	längs	2x12,9	800	37
	tKN8zl7	AG	längs	2x12,9	800	37
	tKN8zl1	В	längs	2x12,9	800	62,5
	tKN8zl3	В	quer	2x12,9	800	62,5
	tKN1zl2	AG	quer	2x12,9	1000	5,5
	tKN1zl1	В	längs	2x12,9	1000	12
	tKN1zl4*	AG	quer	2x12,9	1000	12
	tKN11zl2	AG	quer	2x12,9	1100	2,5
	tKN11zl1	AG	quer	2x12,9	1100	5,5
	tKN12zl2	E	quer	2x12,9	1200	2
	tKN12zl1	В	quer	2x12,9	1200	4
tKO						
	tKOza3**	AG	quer	Ø 8,4	900/1100	4,6
	tKOza1**	В	quer	Ø 8,4	900/1100	7
	tKOza2**	AG	quer	Ø 8,4	900/1100	7
	tKO8zl3	В	quer	Ø 8,4	800	32
	tKO8zl2	В	quer	Ø 8,4	800	50
	tKO8zl1	В	quer	Ø 8,4	800	69
	tKO1zl3	E	quer	Ø 8,4	1000	10,4
	tKO1zl1	В	quer	Ø 8,4	1000	14
	tKO1b34	В	quer	4x8	1000	14,4

Tabelle A.1 Zeitstandversuche Nicrofer 6025 HT

tKO11zl41	AG	quer	Ø 8,4	1100	3
tKO11zl2	AG	quer	Ø 8,4	1100	4,6
tKO11zl1	В	quer	Ø 8,4	1100	6,2
tKO11zl4	Е	quer	Ø 8,4	1200	1
tKO12zl3	AG	quer	Ø 8,4	1200	3
tKO12zl2	AG	quer	Ø 8,4	1200	5

*Versuch mit Unterbrechung der Belastung **Versuch mit Temperaturwechsel

Tabelle A.2	Zeitstandversuche	Centralloy	60 I	HT R
-------------	-------------------	------------	------	------

Prüfzeichen	Probe	Status	Entnahme-	Probentyp	T (°C)	σ ₀ (MPa)
			richtung			
tKL						
	tKL11zl3	В		Ø 8,4	1100	7,1
	tKL11zl2	В		Ø 8,4	1100	9,1
	tKL11zl1	В		Ø 8,4	1100	10,9
	tKL11d7	AG		Ø 7,9	1100	10,9
	tKL11d9	AG		Ø 7,9	1100	-10,9
	tKL12zl2	В		Ø 8,4	1200	4,9
	tKL12zl1	В		Ø 8,4	1200	5,9
	tKL125zl2	AG		Ø 8,4	1250	3,7
	tKL125zl3	В		Ø 8,4	1250	3,7
	tKL125zl1	В		Ø 8,4	1250	4,2

Tabelle A.3 Zeitstandversuche G-NiCr28W

Prüfzeichen	Probe	Status	Entnahmerichtung	Probentyp	T (°C)	σ ₀ (MPa)
tKM						
	tKM11zl3	AG		Ø 8,4	1100	5
	tKM11zl2	В		Ø 8,4	1100	8
	tKM11zl1	В		Ø 8,4	1100	11
	tKM12zl1	В		Ø 8,4	1200	3,5
	tKM12zl5	В		Ø 8,4	1200	4

Anhang B Veröffentlichungen

Veranstaltung	Art der Veröffentlichung	Autoren
Datum	Titel	
Ort		
Statusseminar zum Innonet-	Vortrag	S. Schmitt, A. Scholz
Projekt HT-LifePLUS	"Untersuchung des thermisch-	
15.06.2010	mechanischen	
Gummersbach	Langzeitverhaltens und	
	Lebensdauersimulation"	
Junior Euromat	Vortrag und Poster	S. Schmitt, A. Scholz, C.
2630.6.2010	"HT-LifePLUS - Procedure for Lifetime	Berger
Lausanne	Evaluation of	
	Corrosive, Thermical and Mechanical	
	Loaded Components up to 1200° C"	
Abschlussseminar zum Innonet-	Vortrag	S. Schmitt, A. Scholz
Projekt HT-LifePLUS	"Bewertung der Lebensdauer unter	
23.04.2012	Kriech- und	
Darmstadt	Ermüdungsbeanspruchung"	
GFKORR-Arbeitskreis	Vortrag	S. Schmitt, A. Scholz
"Korrosionsschutz bei erhöhten	"Verfestigung im tertiären	
Temperaturen"	Kriechbereich bei einer	
Sitzung	hitzebeständigen Legierung - Einfluss	
03.07.2012	der Korrosion?"	
Frankfurt		
35. Vortragsveranstaltung	Vortrag	S. Schmitt, A. Scholz, S.
"Langzeitverhalten warmfester	"Modellierung des Kriechverhaltens	Linn, M. Oechsner, C.
Stähle und	hitzebeständiger Legierungen und	Berger, H. Hattendorf,
Hochtemperaturwerkstoffe" der	Anwendung in der	W. Hartnagel, J.
Forschungsvereinigungen	Lebensdauerbewertung von Bauteilen	Sundermann, G.
Warmfeste Stähle und	im Industrieofenbau"	Eckertsberger, B.
Hochtemperaturwerkstoffe		Schönhuber
30.11.2012		
Düsseldorf		

Tabelle B.1 Veröffentlichungen der Ergebnisse des Forschungsvorhabens

Literaturverzeichnis

- [1] U. Brill, "Eigenschaften und Einsatzgebiete der neuen warmfesten Legierung Nicrofer 6025 HT," *Stahl*, no. 3, pp. 32–35, 1994.
- [2] ThyssenKrupp VDM, Ed., "VDM Case History 7: Nicrofer 6025 HT alloy 602 CA, ein Hochtemperaturwerkstoff f
 ür den Ofenbau, die Chemie-, Energie- und Umwelttechnik." ThyssenKrupp VDM GmbH, 2003.
- [3] R. Bürgel, Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen, 3., überarb. und erw. Auflage. Wiesbaden: Vieweg, 2006.
- [4] M. F. Ashby and D. R. . Jones, "Engineering Materials 1," Oxford: Pergamon, 1991, p. 175.
- [5] M. F. Ashby, "Strengthening Methods in Metals and Alloys," in *The Microstructure and Design of Alloys*, Cambridge, 1973, pp. 8–42.
- [6] R. Von der Gracht, P. J. Ennis, A. Czyrska-Filemonowicz, H. Nickel, and H. Schuster, "The creep behaviour of Ni-22Cr-9Mo-12Co-1Al in carburizing and decarburizing environments," in *Proc. Int. Conference on Creep*, Tokio, Japan, 1986, pp. 123–128.
- [7] B. Ilschner and R. F. Singer, Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik, 5th ed. Springer-Verlag, 2010.
- [8] H. W. Grünling, S. Leistikow, A. Rahmel, and F. Schubert, "Bedeutung von Oxidschichten für die moderne Hochtemperaturtechnik," in in *Aufbau von Oxidschichten auf Hochtemperaturwerkstoffen und ihre technische Bedeutung*, A. Rahmel, Ed. DGM, 1982, pp. 7–32.
- [9] P. Kofstad, "High Temperature Corrosion," *Elsevier Applied Science, New York, London*, 1988.
- [10] E. Lang, "The Role of Active Elements in the Oxidation Behaviour of High Temperature Metals and Alloys," *Elsevier Applied Science, London*, 1989.
- [11] D. Zhu, J. H. Stout, J. C. Nelson, and D. A. Shores, "The Influence of Yttrium on the Interfacial Fracture Resistance in Oxide Film/Ni-25Cr Alloy Systems," *Materials Science Forum*, vol. 251–254, pp. 437–444, 1997.
- [12] H. W. Grünling, B. Ilschner, S. Leistikow, A. Rahmel, and M. Schmidt, "Wechselwirkungen zwischen Kriechverformung und Heißgaskorrosion," *Materials and Corrosion/Werkstoffe und Korrosion*, vol. 29, no. 11, pp. 691–703, 1978.
- [13] D. A. Woodford, "Gas Phase Embrittlement and Time Dependent Cracking of Nickel Based Superalloys," presented at the Corrosion 2005, Houston, Tx, 2005.
- [14] I. Aydin, "Ausscheidungsverhalten einiger hitzebeständiger, chromhaltiger Gußlegierungen auf Eisen- und Nickelbasis," RWTH Aachen, 1982.
- [15] W. Quadakkers and H. Schuster, presented at the Proc. Eurocorr 87, Karlsruhe, Germany, 1987, pp. 99–104.
- [16] A. Rahmel and W. Schwenk, "Korrosion und Korrosionsschutz von Stählen," Weinheim und New York: Chemie, 1977, p. 252 ff.
- [17] P. Shahinian and M. R. Achter, "Creep–rupture of nickel of two purities in controlled environments," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, vol. 178, no. 31, pp. 49–57, 1963.
- [18] P. Shahinian and M. R. Achter, "The Effect of Atmosphere on Creep-Rupture Properties of a Nickel-Chromium-Aluminium Alloy," in *Proc. Amer. Soc. Test. Mater.*, 1958, vol. 58, p. 761.
- [19] R. Widmer and N. J. Grant, "The Role of Atmosphere in the Creep-Rupture Behavior of 80 Ni-20 Cr Alloys," *Journal of Basic Engineering*, vol. 82, no. 4, p. 882, 1960.

- [20] P. Shahinian and M. R. Achter, *Temperature and stress dependence of the atmosphere effect on Nichrome V.* Washington and D.C: Naval Research Laboratory and For sale by the Superintendent of Documents, U.S. G.P.O, 1957.
- [21] T. R. Cass and M. R. Achter, "Oxide bonding and the creep-rupture strength of nickel," *Trans. Amer. Soc. min. (metall.) Engrs*, vol. 224, p. 1115, 1962.
- [22] A. L. Pranatis and M. R. Achter, "Bonding of the Oxides of High Temperature Alloys," Naval Research Laboratory, Washington D.C., Naval Research Laboratory Report 6516, Mar. 1967.
- [23] P. Shahinian and M. R. Achter, "Temperature and Stress Dependence of the Atmosphere Effect on a Nickel-Chromium Alloy," *Trans. Amer. Soc. For Metals*, vol. 51, 1959.
- [24] T. C. Reuther, P. Shahinian, and M. R. Achter, "Anomalous Fracture in the Creep of Nickel," in in *Proc. Amer. Soc. Test. Mater.*, vol. 61, 1961, pp. 956–969.
- [25] A. Fehèr, "Interaktive Modellierung des Kriechverhaltens am Beispiel warmfester Stähle," Dr.-Ing. Dissertation, TU Darmstadt, 2010.
- [26] F. H. Norton, The creep of steel at high temperatures. New York: McGraw Hill, 1929.
- [27] J. Granacher, A. Scholz, and H. Möhlig, "Behaviour of heat resistant power plant steels undergoing variable long term loading conditions," *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 31, pp. 29–37, 2000.
- [28] A. Graham and K. F. A. Walles, "Relationships between long- and short-time creep and tensile properties of a commercial alloy," *J. Iron and Steel Inst. 179*, pp. 105–120, 1955.
- [29] J. Granacher and A. Pfenning, "Kriechgleichungen II-rechnergestützte Beschreibung des Kriechverhaltens ausgewählter hochwarmfester Legierungen," Forschungsvereinigung Verbrennungskraftmaschinen, 1991.
- [30] R. W. Evans and B. Wilshire, "Creep of metal and alloys, Chap. 6," *The Institute of Metals,London*, p. Chap.6, 1985.
- [31] R. W. Evans, J. P. Parker, and B. Wilshire, "Recent advances in creep and fracture of engineering materials and structures," Pineridge Press Swansea, 1982, pp. 135–145.
- [32] L. de Oliveira Bueno, "Effect of Oxidation on Creep Data: Part 2 A Procedure for Assessing the Effect of Oxidation on Constant Stress or Constant Load Creep Curves using the Theta-Projection Concept," in Creep & Fracture in High Temperature Components – Design & Life Assessment Issues, London, 2005, pp. 890–900.
- [33] K. H. Kloos, J. Granacher, and M. Monsees, "Optimization and verification of creep equations for heat resistant steels," vol. No. 10+11, pp. 454–462, 1998.
- [34] A. K. Mukherjee, J. E. Bird, and J. E. Dorn, "Experimental correlation for high-temperature creep," 1969, pp. 155–179.
- [35] F. R. Larson and J. Miller, "A time -temperature relationship for rupture and creep stresses," *Trans ASME 74*, pp. 765–775, 1952.
- [36] F. C. Monkman and N. J. Grant, "An Empirical Relationship Between Rupture Life and Minimum Creep Rate in Creep Rupture Tests," in *ASTM56*, 1956, p. 593.
- [37] M. Schwienheer, "Hochtemperaturverhalten der 600 °C Dampfturbinenstähle (G)X12CrMoWVNbN10-1," Technische Universität Darmstadt, Darmstadt, 2005.
- [38] C. Berger, A. Scholz, F. Müller, and M. Schwienheer, "Creep fatigue behaviour and crack growth of steels," in in *Creep-resistant steels*, F. Abe, T. U. Kern, and R. Viswanathan, Eds. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2008, pp. 446–471.
- [39] J. Granacher, M. Monsees, P. Hillenbrand, and C. Berger, "Software for the assessment and application of creep and rupture data," presented at the SMIRT Post Conference Seminar,No.13, MPA Stuttgart, 1997, p. 179/195.
- [40] S. Taira, "Lifetime of structures subjected to varying load and temperature," in in Creep in

structures, New York: J. ed. Academic Press, 1960.

- [41] A. Scholz and C. Berger, "Deformation and life assessment of high temperature materials under creep fatigue loading," *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.*, vol. 36, no. 11, pp. 722–730, Nov. 2005.
- [42] U. Brill and M. Rockel, "Hochtemperaturwerkstoffe der Krupp VDM für den Anlagenbau, VDM Report Nr. 25," ThyssenKrupp VDM, Werdohl, 1999.
- [43] W. Steinkusch, "Hitzebeständiger Stahlguß für Wärmebehandlungsanlagen," 1987, vol. 36 Heft 6, pp. 340–350.
- [44] B. Baar and U. Brill, "Gefügecharakterisierung der neuen karbidhärtenden, hochwarmfesten Nickelbasislegierung Nicrofer 6025HT (2.4633)," in in *Prakt. Met. Sonderbd.*, vol. 25, 1994, pp. 331–341.
- [45] U. Brill, "Praktische Erfahrungen mit dem neuen Werkstoff Nicrofer 6025HT (2.4633) im Ofen- und Wärmebehandlungsanlagenbau," *Stahl*, no. 6, pp. 37–40, 1995.
- [46] U. Brill, "Aktueller Stand der Zeitstand- und Dauerschwinguntersuchungen des Werkstoffs Nicrofer 6025HT (Werkstoffnummer 2.4633)," in in Tagungsband zur 26. Vortragsveranstaltung des FVW / FVHT, 2003.
- [47] W. Hartnagel and R. Kirchheiner, "Centralloy® 60 HTR Ein moderner Hochtemperaturwerkstoff für Industrieöfen und thermische Produktionsanlagen," vol. Gaswärme International 55, no. Nr. 5, pp. 347–350, 2006.
- [48] W. Hartnagel and R. Kirchheiner, "Centralloy 60 HT eine neue Nickelbasisgusslegierung für den Einsatz bei höchsten Temperaturen," in *27. Vortragsveranstaltung der Arbeitsgemeinschaften Warmfeste Stähle und Hochtemperaturwerkstoffe*, Düsseldorf, 2004.
- [49] Schmidt+Clemens GmbH+Co. KG, Ed., "Centralloy® 60 HT R. Der Werkstoff für den Ofen- und Anlagenbau." Werkstoffdatenblatt-2008.
- [50] S. Richter, "Lebensdauerbewertungsverfahren für korrosiv, thermisch und mechanisch beanspruchte Bauteile bis 1200°C – HT-LifePLUS. Teilvorhaben: Mikroanalytische Untersuchung des Einflusses von Oxidation und Kriechen auf das Gefüge der Nickelwerkstoffe." RWTH Aachen, 2012-2009.
- [51] R. Pillai, H. Ackermann, and K. Lucka, "Lebensdauerbewertungsverfahren für korrosiv, thermisch und mechanisch beanspruchte Bauteile bis 1200°C – HT-LifePLUS. Teilvorhaben: Korrosion in Abgasatmosphäre unter mechanischer Belastung, Lebensdauerbewertung für Flammenrohre und Strahlheizrohre." Oel-Wärme-Institut GmbH OWI, Herzogenrath, 2012-2009.
- [52] ThyssenKrupp VDM, "Nicrofer 6025 HT alloy 602 CA," ThyssenKrupp VDM GmbH, Werkstoffblatt Nr. 4137, Jul. 2007.
- [53] Schmidt+Clemens GmbH+Co. KG, Ed., "Centralloy® 4879, Centralloy® 4879 Co, Centralloy® 4879 W16. Werkstoffe für den Ofen- und Anlagenbau." Jun-2009.
- [54] "RWTÜV Bericht Prüf.-Nr. 234/252195," Hagen, den 9.10.2000, Auftraggeber ThyssenKrupp VDM, Werdohl.
- [55] A. Scholz, M. Monsees, U. Brill, and J. Sundermann, "LCF-Verhalten einiger hochwarmfester Werkstoffe," in *Tagungsband*, Düsseldorf, 2000, p. 115/130.