
Beschleunigte Kriechdehnungsentwicklung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung

-

Eine experimentelle und modelltheoretische Beschreibung



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT



Am Fachbereich Maschinenbau
an der Technischen Universität Darmstadt
zur Erlangung des Grades eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)
genehmigte

DISSERTATION

vorgelegt von

Romana Schwing, M. Sc.

aus Dieburg

Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner
Mitberichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Thomas Mayer

Tag der Einreichung: 21.06.2022
Tag der mündlichen Prüfung: 26.10.2022

Darmstadt 2022
D17

Schwing, Romana: Beschleunigte Kriechdehnungsentwicklung unter Temperaturwechsel-
Beanspruchung - Eine experimentelle und modelltheoretische Beschreibung
Darmstadt, Technische Universität Darmstadt,
Jahr der Veröffentlichung der Dissertation auf TUprints: 2023
URN: urn:nbn:de:tuda-tuprints-228272
Tag der mündlichen Prüfung: 26.10.2022

Veröffentlicht unter CC BY-NC-ND 4.0 International
<https://creativecommons.org/licenses/>

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Werkstoffkunde der Technischen Universität Darmstadt.

Mein besonderer Dank gilt dem Leiter des Instituts und der Staatlichen Materialprüfungsanstalt Herrn Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner für die Betreuung der Arbeit und die Ermöglichung meiner Forschungstätigkeit am Institut. Für die Gelegenheit mich ausgiebig mit einer interessanten Thematik beschäftigen zu können und die gute Ausstattung des Labors hierfür nutzen zu dürfen, möchte ich mich herzlich bedanken!

Herrn Prof. Dr. Thomas Mayer danke ich herzlich für Bereitschaft zur Übernahme des Korreferats und das Interesse an dieser Arbeit und der Thematik.

Weiterhin gilt mein Dank dem Leiter des Kompetenzbereichs Hochtemperaturwerkstoffe Dr.-Ing. Christian Kontermann für die vielen Stunden, in denen diese Arbeit durch das Auf und Ab der Forschungsentwicklung entstehen konnte und die Rückversicherung, die ich durch ihn stets erfahren durfte.

Für die umfassende Betreuung, die vielen hilfreichen Diskussionen und den kontinuierlichen Ideenaustausch möchte ich Herrn Dr.-Ing. Stefan Linn danken.

Die in dieser Arbeit gezeigten Ergebnisse sind im Rahmen von zwei Forschungsvorhaben der Forschungsvereinigung Industrieofenbau (FOGI) entstanden. Für das Interesse an den Ergebnissen im Rahmen des Arbeitskreises möchte ich mich herzlich bedanken. Mit den beiden Projektpartnern OWI (An-Institut der RWTH Aachen) und dem IOB (RWTH Aachen) und insbesondere mit Frau Dr. Ackermann, Frau Dr. Harboe-Minwegen, Frau Kuckelberg, Herrn Dr. Karthik, Herrn Dr. Schmitz und Herrn Dinsing war und ist stets ein sehr guter Austausch und eine fruchtbare Zusammenarbeit möglich, vielen Dank dafür!

Auch den Kolleginnen und Kollegen aus der Abteilung Hochtemperaturwerkstoffe, aber auch den anderen Abteilungen des Hauses möchte ich für den wertvollen Austausch und das freundliche und kollegiale Miteinander und die viele Unterstützung danken.

Besonderer Dank gilt den Labormitarbeiterinnen und -mitarbeitern, insbesondere Herrn Dawid Rode und Herrn Sven Spika. Ohne die fachmännische Durchführung, das Mitdenken und Interesse an den Versuchen sowie den Anspruch, das bestmögliche Ergebnis zu erzielen, wäre diese Arbeit nicht möglich gewesen und das weiß ich sehr zu schätzen.

Darüber hinaus danke ich der mechanischen Werkstatt für die gute Zusammenarbeit und die vielen Proben und Spannteile, die immer mit sehr guter Qualität für mich gefertigt wurden.

Auch den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern der Abteilung F möchte ich für die Erstellung der vielen Schliffe und die Anfertigung der mikroskopischen Aufnahmen danken.

Großer Dank gilt meiner Familie und meinen Freundinnen und Freunden. Vor allem meinen Eltern, meiner Schwester Elisa-Sophie und meinem Partner Lorenz, die mich immer unterstützt und entlastet haben, mir auch in anstrengenden Phasen zur Seite standen, viel Geduld aufgebracht haben und mir immer mit einem offenen Ohr und beruhigenden Worten geholfen haben.



Kurzfassung

Bauteile in Industrieöfen unterliegen während des Betriebs einer Komplexbeanspruchung aus sehr hohen Temperaturen bis zu 80 % der Schmelztemperatur, korrosiv-oxidativen Umgebungsbedingungen und zahlreichen Temperaturwechseln. Betreiberinnen und Betreiber von entsprechenden Wärmebehandlungsanlagen stellen vermehrt den verfrühten Ausfall der Komponenten fest.

Bei Untersuchungen zum Einfluss von Temperaturwechseln auf das Kriechverhalten bei hohen Temperaturen und niedrigen mechanischen Lasten wurde im anisothermen Kriechversuch eine bedeutend höhere Kriechdehnung festgestellt als im vergleichenden isothermen Kriechversuch bei Maximaltemperatur des Zyklus.

Dieses Verhalten ist äußerst überraschend und in dieser Form bisher nicht bekannt und untersucht.

Im Rahmen dieser Arbeit wird der beobachtete Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung genauer analysiert. Es werden Kriechversuche an vier im Ofenbau gebräuchlichen Werkstoffen durchgeführt, anhand derer eine grundlegende Untersuchung des Effekts erfolgt.

Zunächst werden die Voraussetzungen für das Auftreten der beschleunigten Kriechdehnung unter anisothermen Temperaturbedingungen geklärt. Außerdem werden verschiedene Parameter hinsichtlich ihres Einflusses auf die beschleunigte Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung analysiert und der Effekt somit weiter eingegrenzt.

Da bei den meisten Kriechversuchen prüfaufbaubedingt nur die auf die untere Zyklustemperatur bezogene Gesamtdehnung aufgezeichnet werden kann, werden in zusätzlichen spezifischeren Untersuchungen die Dehnungsanteile in den einzelnen Zyklusphasen bestimmt. Hieraus können Rückschlüsse auf das Kriechverhalten und folglich über die mikrostrukturellen Ursachen des Effekts gezogen werden.

Im Anschluss an die experimentellen Ergebnisse wird der Effekt in einer ersten phänomenologischen Kriechbeschreibung mathematisch abgebildet. Dies geschieht in einem an die Kriechbeschreibung von Graham-Walles angelehnten Modell mit einem weiteren Term, welcher beim Temperaturwechsel ein zusätzliches Dehnungs- und Schädigungsinkrement erzeugt. Allerdings ist bei dieser Kriechbeschreibung eine neue Parameteridentifizierung für jede Zyklusform nötig. In einem weiteren Kapitel werden mögliche Ursachen als Hypothese formuliert und ausführlich untersucht. Die Hypothesen zur möglichen Ursache des Effekts umfassen die Themen thermische Spannungen, Oxidationseffekte oder mikrostrukturelle Hintergründe.

Aufbauend auf der gefundenen Ursachenhypothese wird im letzten Teil der Arbeit ein mechanismenbasiertes Kriechmodell entwickelt, welches in der Lage ist sowohl isotherme als auch anisothermen Kriechversuche mit hinreichender Genauigkeit zu bestimmen. Verschiedene Anpassungen und eine Validierung des entwickelten Gleichungssystems bescheinigen einen vielversprechenden Erfolg für die Abbildung des Kriechverhaltens unter den genannten Bedingungen und für die künftige zuverlässigere Auslegung von Bauteilen auf Grundlage dieser Beschreibung.



Abstract

During operation, components in industrial furnaces are subjected to complex loading conditions consisting of very high temperatures of up to 80 % of the melting temperature, corrosive-oxidative ambient conditions and numerous temperature changes. Operators of corresponding heat treatment plants are increasingly experiencing premature failure of the components.

Investigations into the influence of temperature changes on the creep behavior at high temperatures and low mechanical loadings revealed a significantly higher creep strain in the anisothermal creep test than in the comparative isothermal creep test at the maximum temperature of the cycle.

This behavior is extremely surprising and has not been known or investigated in this form before.

In this work, the observed effect of accelerated creep strain under temperature cycling is analyzed in more detail. Creep tests are carried out on four materials commonly used in furnace construction, on the basis of which a fundamental investigation of the effect is carried out.

First, the conditions for the occurrence of accelerated creep strain under anisothermal temperature conditions are clarified. In addition, various parameters are analyzed with regard to their influence on the accelerated creep strain under thermal cycling loading and the effect is thus further delimited.

Since in most creep tests, due to the test design, only the total strain related to the lower cycle temperature can be recorded, the strain components in the individual cycle phases are determined in additional, more specific investigations. From this, conclusions can be drawn about the creep behavior and consequently about the microstructural causes of the effect.

Following the experimental results, a first attempt is made to represent the effect mathematically in a phenomenological creep description. This is done in a model based on the Graham-Walles creep description with an additional term, which generates an additional strain and damage increment for each temperature cycle. However, this creep description requires a new parameter identification procedure for each new cycle shape.

In a further chapter, possible causes are formulated as hypotheses and then investigated in detail. The hypotheses for the possible cause of the effect include the topics of thermal stresses, oxidation effects or a microstructural background.

Based on the found cause hypothesis, a mechanism-based creep model is developed in the last part of the thesis, which is able to determine both isothermal and anisothermal creep tests with sufficient accuracy. Various adaptations and a validation of the developed equation system certify a promising success for the representation of the creep behavior under the mentioned conditions and in the future a more reliable design of components based on this description.



Inhaltsverzeichnis

| | |
|---|------------|
| Danksagung | I |
| Kurzfassung | III |
| Abstract | V |
| Inhaltsverzeichnis | VII |
| Abkürzungsverzeichnis | IX |
| 1 Einleitung und Motivation | 1 |
| 2 Stand des Wissens und der Technik | 3 |
| 2.1 Werkstoffe im Industrieofenbau | 3 |
| 2.1.1 Verfestigungsmechanismen bei den untersuchten Werkstoffen | 4 |
| 2.1.2 Korrosionsverhalten der untersuchten Werkstoffe | 5 |
| 2.2 Mechanismen der plastischen Verformung | 7 |
| 2.2.1 Verformungsmechanismus-Karten | 7 |
| 2.2.2 Kriechmechanismen | 8 |
| 2.2.3 Potenzgesetz-Kriechen / Versetzungskriechen | 11 |
| 2.2.4 Korngrenzgleiten | 15 |
| 2.2.5 Diffusionskriechen | 16 |
| 2.3 Modelle zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens | 17 |
| 2.3.1 Norton-Bailey-Kriechbeschreibung | 18 |
| 2.3.2 Graham-Walles-Kriechbeschreibung | 19 |
| 2.3.3 Hypothese der Zeitverfestigung und Hypothese der Dehnungsverfestigung | 19 |
| 2.4 Kriechverhalten unter Temperaturwechsel-Beanspruchung | 20 |
| 2.4.1 Zur Relevanz von Temperaturwechsel-Beanspruchungen | 20 |
| 2.4.2 Kriechversuche unter Temperaturwechsel-Beanspruchung in der Literatur | 21 |
| 2.4.3 Konzept von Kaiser und El-Magd zur Beschreibung veränderlicher Belastungen | 24 |
| 3 Zielsetzung und Lösungsweg | 26 |
| 4 Werkstoffe | 30 |
| 4.1 Nickel-Chrom-Eisen-Legierung 2.4633 (NiCr25FeAlY, Nicrofer 6025 HT, Alloy 602 CA) | 30 |
| 4.2 Nickel-Chrom-Eisen-Gusslegierung 2.4879 (G-NiCr28W) | 33 |
| 4.3 Weitere Werkstoffe | 35 |
| 4.3.1 Nickel-Chrom-Gusslegierung Centralloy 60 HT R (G-NiCr25Al4) | 36 |
| 4.3.2 Chrom-Nickel-Stahl-Werkstoff 1.4841 | 37 |
| 4.4 Warmzugversuche zur Einordnung der Schmelze | 40 |
| 5 Nachweis, Einflussparameter und phänomenologische Beschreibung | 43 |
| 5.1 Isotherme Datenbasis | 43 |
| 5.2 Nachweis des Effekts | 48 |
| 5.2.1 Voraussetzungen für das Auftreten des Effekts | 53 |

| | | |
|------------------------------|--|------------|
| 5.2.2 | Reproduzierbarkeit | 54 |
| 5.2.3 | Werkstoffabhängigkeit | 55 |
| 5.2.4 | Zeitabhängigkeit | 58 |
| 5.3 | Einflussparameter | 59 |
| 5.3.1 | Korngröße/Charge | 59 |
| 5.3.2 | Probendurchmesser | 61 |
| 5.3.3 | Spannung | 63 |
| 5.3.4 | Temperaturzyklusparameter | 66 |
| 5.3.5 | Haltezeiten | 68 |
| 5.3.6 | Temperaturänderungsrate | 72 |
| 5.3.7 | Übersicht der Einflussfaktoren | 74 |
| 5.4 | Nachweis von Repriming | 74 |
| 5.5 | Phänomenologische Beschreibung der beschleunigten Kriechdehnung unter TW-Beanspruchung | 79 |
| 5.5.1 | Dehnungsakkumulation über Temperaturinterpolation | 80 |
| 5.5.2 | Innere Rückspannung | 81 |
| 5.5.3 | Entwicklung eines Modellansatzes mit Auswertung der Temperaturänderungsrate | 84 |
| 6..... | Ursachen der beschleunigten Kriechdehnung unter TW-Beanspruchung | 91 |
| 6.1 | Thermische Spannungen | 92 |
| 6.2 | Lokale Spannungsüberhöhung | 94 |
| 6.3 | Oxidation | 97 |
| 6.4 | Mikrostrukturelle Vorgänge bei anisothermer Beanspruchung | 104 |
| 7..... | Beschreibung über einen Strukturparameter | 110 |
| 7.1 | Kriechbeschreibung | 110 |
| 7.2 | Ergebnisse der Berechnungen | 115 |
| 8..... | Zusammenfassung und Ausblick | 121 |
| 8.1 | Zusammenfassung | 121 |
| 8.2 | Ausblick | 122 |
| Anhang A | Warmzugversuche | 125 |
| Anhang B | Modell-Parameter | 128 |
| Literaturverzeichnis | | 130 |
| Abbildungsverzeichnis | | 135 |
| Tabellenverzeichnis | | 144 |

Abkürzungsverzeichnis

Lateinische Kleinbuchstaben

| | |
|------------------------|---|
| t_r | Bruchzeit |
| n | Norton-Exponent |
| b | Burgersvektor |
| v | Geschwindigkeit |
| d_K | Mittlerer Korndurchmesser |
| m | Verfestigungsexponent in Norton-Bailey-Gleichung |
| t_H | Haltezeit im Temperaturzyklus |
| t_{Rampe} | Rampendauer im Temperaturzyklus |
| d_0 | Probendurchmesser in der Prüfzone |
| n_1, n_2, m_1, m_2 | Modellparameter (isotherm) für Kriechmodell über \dot{T} |
| m_T, m_{Td} | Modellparameter (anisotherm) für Kriechmodell über \dot{T} |
| c | Spezifische Wärmekapazität |
| s_e | Strukturparameter |
| s_e^* | Gleichgewichtsstrukturparameter |
| r^*, b, k, n, a, k_d | Temp.abh. Modellparameter für Kriechmodell über Strukturparameter |

Lateinische Großbuchstaben

| | |
|------------------|---|
| T_{max} | Maximaltemperatur eines Temperaturzyklus |
| T_{min} | Minimaltemperatur eines Temperaturzyklus |
| T | Temperatur |
| C | Konstante |
| P | Larson-Miller-Parameter |
| T_m | Schmelztemperatur |
| S_i | Zustandsgröße |
| P_j | Variable zur Beschreibung von Materialeigenschaften |
| G | Schubmodul |
| D_v | Gitterdiffusionskoeffizient |
| K | Proportionalitätsfaktor in Norton-Bailey-Gleichung |
| $R_{p0,2\%}$ | 0,2 %-Streckgrenze |
| R_m | Zugfestigkeit |
| A_u | Bruchdehnung |

| | |
|------------------------|--|
| Z_u | Brucheinschnürung |
| \dot{T} | Temperaturänderungsrate |
| ΔT | Temperaturhub |
| K_1^*, K_2^*, C, K_D | Modellparameter (isotherm) für Kriechmodell über \dot{T} |
| K_T, K_{Td} | Modellparameter (anisotherm) für Kriechmodell über \dot{T} |
| T_∞ | Umgebungstemperatur |
| T_a | Temperatur auf Probenoberfläche |

Griechische Symbole

| | |
|--|---|
| $\varepsilon, \varepsilon_f$ | Kriechdehnung |
| $\dot{\varepsilon}, \dot{\varepsilon}_f$ | Kriechdehnrate |
| $\dot{\varepsilon}_{f,\min}$ | Minimale Kriechdehnrate |
| ε_t | Gesamtdehnung |
| ε_0 | Anfangsdehnung |
| ε_e | Elastische Dehnung |
| ε_i | Inelastische Anfangsdehnung |
| ε_K | Anteil Versetzungskriechen an Gesamtkriechdehnung |
| ε_{KG} | Anteil Korngrenzgleiten an Gesamtkriechdehnung |
| ε_{th} | Thermischer Dehnungsanteil |
| ε_{TW} | Durch Temperaturwechsel verursachter Dehnungsanteil |
| σ | Mechanische Spannung |
| σ_{eff} | Effektive Spannung |
| σ_i | Innere Rückspannung |
| σ_a | Äußere Spannung |
| ρ | Versetzungsdichte |
| $\dot{\rho}$ | Entwicklung der Versetzungsdichte |
| ρ_{sat} | Sättigungsversetzungsdichte |
| ρ_{tot} | Gesamtversetzungsdichte |
| ρ_s | Versetzungen in Subkorngrenzen |
| β | Konstante |
| Φ | Subkorndurchmesser |
| Δ | effektive Korngrenzbreite |
| η_{KG} | Korngrenzviskosität |
| Ω | Atomvolumen |
| σ_n | Lokale Spannung, die parallel zum Burgersvektor wirkt |
| α | Wärmeübergangszahl |
| κ | Wärmeleitfähigkeit |
| γ, τ | Temp.abh. Modellparameter für Kriechmodell über Strukturparameter |

Abkürzungen

| | |
|------|--|
| TW | Temperaturwechsel |
| FEM | Finite Elemente Methode |
| EDX | Energiedispersive Röntgenspektroskopie |
| TEM | Transmissionselektronenmikroskopie |
| REM | Rasterelektronenmikroskopie |
| EBSD | Electron Backscatter Diffraction |
| ECCI | Electron Channeling Contrast Imaging |





1 Einleitung und Motivation

Der Betrieb von thermischen Anlagen und Industrieöfen erfordert den Einsatz äußerst beständiger Materialien. Da Industrieöfen beispielsweise bei der Wärmebehandlung von Metallen zum Einsatz kommen, sind die verbauten Werkstoffe extremen Bedingungen aufgrund sehr hoher Temperaturen in einer häufig oxidierenden Umgebung ausgesetzt. Eine dauerfeste Auslegung der Bauteile ist demnach nicht möglich. Es werden folglich Materialien eingesetzt, deren Funktionsfähigkeit für einen gewissen Zeitraum gewährleistet sein soll. Auf längere Sicht handelt es sich jedoch bei den meisten Ofenbauteilen um austauschbare Komponenten, die nach Erreichen von festgelegten Lebensdauerkriterien ausgetauscht werden.

Während des Betriebs sind diese Werkstoffe neben der oxidativen Atmosphäre zahlreichen Temperaturwechseln (TW) ausgesetzt. Die werkstoffseitige Auslegung von Ofenkomponenten, beispielsweise von Strahlheizrohren, erfolgt nach zulässiger Verformung auf Basis von Werkstoffeigenschaften, die in Kriechversuchen bei konstanter Temperatur ermittelt wurden. Diese dienen als Grundlage der Berechnung für die zu erwartende Dehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung.

Betreiberinnen und Betreiber von thermischen Anlagen schildern jedoch Erfahrungen, wonach die berechnete Vorhersage der Lebensdauer und die tatsächliche Einsatzdauer der Bauteile nicht übereinstimmen, bzw. die Rohre nach kürzeren Laufzeiten erheblich höhere Vorformungen aufweisen, als nach der Bauteilauslegung zu erwarten wäre (Abbildung 1-1).



Abbildung 1-1: Strahlheizrohr nach verfrühtem Ausfall durch starke Verformung und Einbüßen der Funktionsfähigkeit [1]

Die zu erwartende Dehnung wird auf Grundlage von isothermen Versuchen ermittelt. Es wird angenommen, dass die zu erwartende Dehnung unter anisothermen Bedingungen, also unter Temperaturwechsel-Beanspruchung zwischen den beiden isothermen Kriechkurven bei Minimal- und Maximaltemperatur des Zyklus liegen sollte. Dieses Verhalten ist vielfach in der Natur zu beobachten und die Annahme liefert auch in anderen technischen Bereichen hinreichend gute Näherungen für das tatsächliche Verhalten.

Im Fall der Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung wäre dieses Verhalten ebenfalls zu erwarten, wie in Abbildung 1-2 schematisch dargestellt.

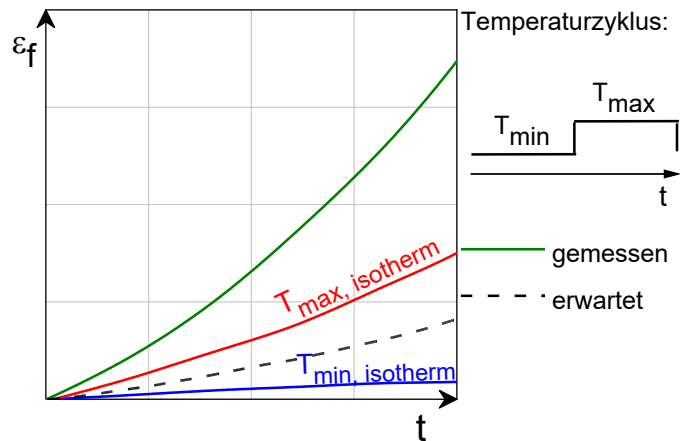


Abbildung 1-2: Schematisch, Kriechdehnung für isotherme Beanspruchung und erwartete Kriechdehnung unter TW-Beanspruchung sowie gemessene anisotherme Kriechdehnung

Untersuchungen haben jedoch herausgestellt, dass die Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung eben nicht, wie erwartet, zwischen den beiden isothermen Kriechkurven verläuft, sondern überraschenderweise oberhalb der isothermen Kriechdehnung bei Maximaltemperatur des Zyklus. Dieses Verhalten ist äußerst ungewöhnlich und in dieser Form bisher nicht erforscht.

Anhand von vier im Ofenbau gebräuchlichen Werkstoffen soll im Rahmen dieser Arbeit das Kriechverhalten unter zyklischer Temperaturbeanspruchung untersucht und der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechseln analysiert und abgegrenzt werden. Die Arbeit soll Aufschluss über den beobachteten Effekt der höheren Kriechverformung bei anisothermer Beanspruchung liefern und das bekannte Wissen über das Verformungsverhalten unter Temperaturbeanspruchung erweitern und vervollständigen.

2 Stand des Wissens und der Technik

Im Folgenden werden zunächst die bei den untersuchten Werkstoffen vorherrschenden Verfestigungs- und Oxidationsmechanismen vorgestellt, bevor in Kapitel 2.2 auf das Verformungsverhalten bei hohen Temperaturen eingegangen wird. Anschließend werden bereits bekannte Modelle zur Beschreibung des Kriechverhaltens vorgestellt. Das letzte Unterkapitel beinhaltet bereits publizierte Forschung zum anisothermen Kriechverhalten sowie ein Konzept zur Beschreibung desselben.

2.1 Werkstoffe im Industrieofenbau

Grundsätzlich können metallische Hochtemperaturwerkstoffe grob nach ihren Hauptlegierungselementen unterteilt werden. So zählen vor allem Legierungen auf Eisen- (Fe-), auf Kobalt-(Co-) oder auf Nickel-(Ni-)Basis zu den für Hochtemperaturanwendungen häufig genutzten Werkstoffklassen (Abbildung 2-1).

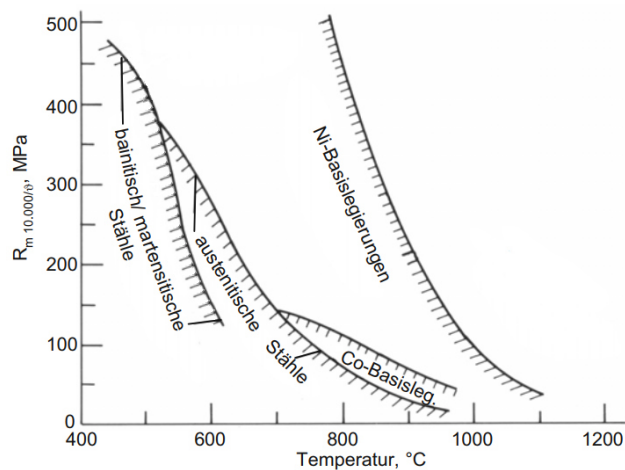


Abbildung 2-1: Zeitstandfestigkeiten für unterschiedliche Werkstoffklassen in Abhängigkeit der Temperatur [2]

Die hohen Anforderungen an die Belastbarkeit von Komponenten im Einsatzbereich von Industrieöfen werden von bestimmten, speziell für diesen Anwendungsbereich entwickelten Werkstoffen erfüllt. Hierbei spielen Nickel-Chrom-Eisen-Legierungen eine besondere Rolle. Sie zeichnen sich durch eine hohe Hitzebeständigkeit mit vergleichsweise guter Warmfestigkeit aus. Außerdem zeigen sie sich durch den hohen Chromanteil oxidations- und korrosionsbeständig.

Die hohen Temperaturen, denen die Werkstoffe ausgesetzt sind, haben allgemein zur Folge, dass thermisch aktivierte Prozesse, wie Diffusionsvorgänge oder auch Versetzungsvorgänge, schneller ablaufen. Auch andere Gefügevorgänge, wie Ausscheidungsvorgänge, Rekristallisation o.ä., werden durch die thermische Aktivierung überhaupt erst möglich.

Mechanische Beanspruchungen zeichnen sich durch statische oder zeitlich veränderliche Spannungen aus, die bei erhöhten Temperaturen Kriechen oder Ermüdung zur Folge haben. Neben hohen Temperaturen und mechanischen Belastungen tritt eine dritte Art der Beanspruchung durch korrosiven Angriff auf. Je nach Form der Korrosion reagieren metallische Ionen mit Bestandteilen aus der umgebenden Atmosphäre. Dadurch kann es zu Oberflächen- und Gefügeveränderungen kommen [2].

Typischerweise im Ofenbau verwendete Werkstoffe sind die Legierungen 2.4633, 2.4879, Centralloy 60 HT R oder 1.4841. Bei der Legierung 2.4633 handelt es sich um eine Schmiedelegierung, während 2.4879 und Centralloy 60 HT R als Gussvarianten bekannt sind. Die Werkstoffnummer 1.4841 steht für einen austenitischen Stahl.

In Abbildung 2-2 ist die Spannung über dem Larson-Miller-Parameter für drei der vier genannten Werkstoffe (2.4879, Centralloy 60 HT R und 2.4633) dargestellt.

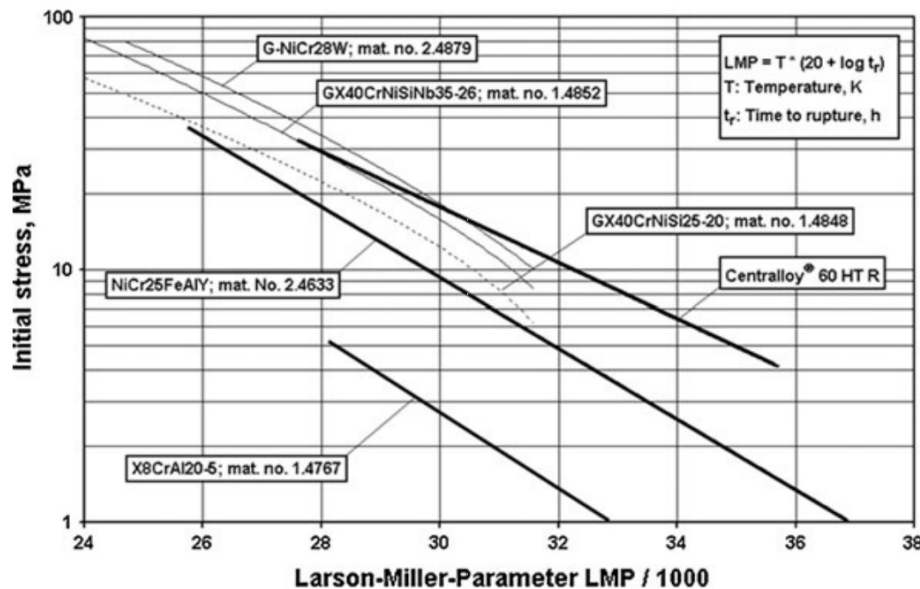


Abbildung 2-2: Larson-Miller-Darstellung für einige bekannte Hochtemperatur-Legierungen, dicke Linien repräsentieren Legierungen, welche Aluminium enthalten [3]

Der Larson-Miller-Parameter errechnet sich nach folgender Gleichung

$$T \cdot (C + \lg t_r) = P \tag{2-1}$$

Bei konstanter Spannung ist der Larson-Miller-Parameter P konstant. Das hat zur Folge, dass zwischen der Temperatur T und der Bruchzeit t_r ein fester Zusammenhang besteht und Versuche mit kürzerer Laufzeit bei höheren Temperaturen zur Auslegung für längere Laufzeiten bei niedrigeren Temperaturen verwendet werden können [2].

Die beiden Gusslegierungen Centralloy 60 HT R und 2.4879 zeigen bei gleichem Larson-Miller-Parameter jeweils etwas höhere ertragbare Spannungen als die Schmiedelegierung 2.4633.

Alle vier Legierungen sind Legierungen mit den Hauptlegierungselementen Eisen, Nickel und Chrom. Sie zeichnen sich durch eine gute Kriechbeständigkeit bis hin zu sehr hohen Temperaturen (1100 °C) und gleichzeitiger guter Korrosionsbeständigkeit aus. Im Folgenden wird auf die spezifischen festigkeitssteigernden Mechanismen der untersuchten Werkstoffe und ihre Korrosionsbeständigkeit genauer eingegangen.

2.1.1 Verfestigungsmechanismen bei den untersuchten Werkstoffen

Der Werkstoff 2.4633 zeigt hohe Festigkeitswerte bis zu Temperaturen von 1200 °C. Neben Nickel sind hohe Werte an Chrom, Aluminium und Kohlenstoff enthalten und die Zusätze von

Titan, Zirkonium und Yttrium zeigen mischkristallverfestigende Wirkung. Der hohe Kohlenstoffgehalt bewirkt die Ausscheidung von homogen verteilten Karbiden. Hohe Festigkeiten werden hier folglich durch Mischkristallverfestigung und Ausscheidungsverfestigung erzielt [4].

Die beiden Gusswerkstoffe 2.4879 und Centralloy 60 HT R zeichnen sich durch große Korngrößen aus. Diese liegen bei beiden Legierungen im Millimeterbereich. Auch bei der Nickel-Chromlegierung 2.4879 spielen die Verfestigungsmechanismen Mischkristallverfestigung und Ausscheidungshärtung bei der Eignung des Werkstoffs für den Hochtemperatureinsatz die entscheidende Rolle. Die enthaltenen Elemente Wolfram, Chrom und Molybdän sind für die Mischkristallverfestigung zuständig. Außerdem bilden sich mit diesen Elementen aufgrund des hohen Gehalts an enthaltenem Kohlenstoff karbidische Ausscheidungen [5]. Die Nickel-Gusslegierung Centralloy 60 HT R hat eine NiCrFe-Matrix und ausgeschiedene Karbide in der Form M_7C_3 und MC , welche sich auf den interdendritischen Grenzen sammeln [6].

Auch beim untersuchten Chrom-Nickel-Stahl 1.4841 ist der dominante Verfestigungsmechanismus die Mischkristallverfestigung [7].

2.1.2 Korrosionsverhalten der untersuchten Werkstoffe

Beim Werkstoff 2.4633 mit circa 25 % Chrom und 2,3 % Aluminium bildet sich bei Temperaturen $>1000\text{ °C}$ eine Deckschicht aus Chromoxid mit darunterliegender inneren Oxidation von Aluminium [8–10]. Bei Temperaturen $>1000\text{ °C}$ ist das Chromoxid (Cr_2O_3) nicht mehr stabil und es kann zur Abdampfung von giftigem sechswertigem CrO_3 und oder $Cr(OH)_2O_2$ kommen [3, 9].

Schiek et al. konnten in Untersuchungen eine dichte Al_2O_3 -Schicht bei einer Vorauslagerung bei 800 °C erzielen, welche dann die Bildung einer Chromoxid-Schicht verhindert und somit auch die innere Oxidation des enthaltenen Aluminiums [11].

Beim Werkstoff 2.4633 kommt es durch die Bildung der Chromoxid-Schicht auf der Probenoberfläche zu einer Verarmung an Chrom im Bereich unterhalb der Oberfläche. Die in der Legierung enthaltenen Chromkarbide vom Typ $M_{23}C_6$ bzw. M_7C_3 lösen sich auf, um den Chromgehalt in der Matrix anzuheben. Der freiwerdende Kohlenstoff diffundiert aufgrund des Konzentrationsgefälles ins Werkstoffinnere und es kommt dort zur Ausscheidung weiterer Karbide [8, 12, 13].

Die beiden Gusswerkstoffe 2.4879 und Centralloy 60 HT R zeichnen sich ebenfalls durch eine gute Oxidationsbeständigkeit aus. Beim Werkstoff 2.4879 bildet sich eine Chromoxidschicht aus, während die höheren Aluminiumgehalte, die in der Gusslegierung Centralloy 60 HT R enthalten sind, zur Bildung einer dünnen, dichten Aluminiumoxid(Al_2O_3)-Schutzschicht neigen [3].

Oxidationsversuche bei 1200 °C für 500 h am Werkstoff 2.4879 zeigen eine deutliche Massenänderung (Abbildung 2-3) [3]. Das Oxidationsverhalten von 2.4879 äußert sich zunächst in einer Massenzunahme nach kurzen Expositionsdauern. Anschließend fällt die totale Massenänderung mit zunehmender Auslagerungsdauer. Dieses Verhalten wird auch Tedmon

Kinetik genannt und zeigt sich, wenn es zur Abdampfung von gasförmigen Oxidationsprodukten kommt. Das Abplatzverhalten der Oxidschicht nimmt annähernd linear mit der Zeit zu [3].

Bei der Legierung 2.4879 handelt es sich um einen Chromoxid-Bildner, auch begründet in den geringen Aluminiumgehalten. Bei hohen Temperaturen und in oxidierender Atmosphäre bildet sich eine Cr_2O_3 -Deckschicht auf der Oberfläche und schützt so das innenliegende Material vor weiterer Oxidierung [3].

Bei Temperaturen über $1000\text{ }^\circ\text{C}$ und oxidierender Atmosphäre besteht die Gefahr der Chromabdampfung. Hierbei können sich, wie bereits beim Werkstoff 2.4633, aus Cr_2O_3 flüchtige Chromverbindungen wie $\text{CrO}_2(\text{OH})_2$ oder CrO_3 bilden.

Die zweite Gusslegierung Centralloy 60 HT R mit Al_2O_3 -Deckschicht zeigt im Gegensatz zur Gusslegierung 2.4879 bei der gravimetrischen Untersuchung keine Massenabnahme mit der Zeit (Abbildung 2-3). Hier nimmt die Masse zu Beginn der Auslagerung zunächst stark zu und anschließend steigt die Masse nur noch leicht weiter an mit zunehmender Auslagerungsdauer. Die Abplatzmengen sind im Vergleich zum Cr_2O_3 -Bildner gering und es kommt nicht zur Abdampfung von beispielsweise Chrom [3].

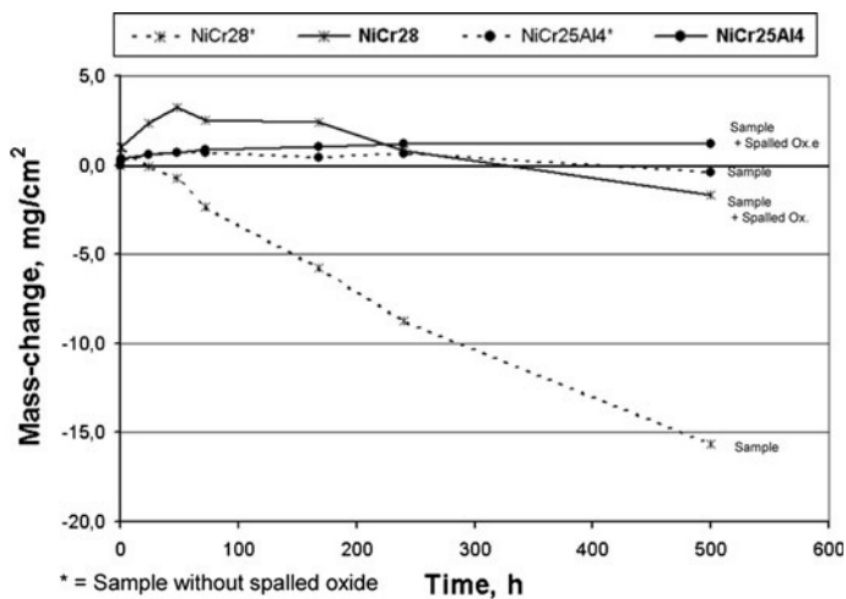


Abbildung 2-3: Gravimetrische Untersuchung der Auslagerungsdauern auf das Oxidationsverhalten von 2.4879 (NiCr28) und Centralloy 60 HT R (NiCr25Al4) [3]

Beim vierten untersuchten Werkstoff, dem austenitischen Stahl 1.4841, kommt es mit Legierungsgehalten von circa 25 % Chrom und 2,5 % Silizium zur Bildung einer Cr_2O_3 -Schicht auf der Substratoberfläche. Bauer et al. [14] konnten nachweisen, dass auf der Außenseite zuerst eine Schicht mit verschiedenen Oxiden (Cr-Oxid, Fe-Oxid und Ni-Oxid) aufwächst, unter der eine Cr_2O_3 -Schicht liegt. Zwischen dieser Oxidschicht und dem Substrat wächst zusätzlich noch eine SiO_2 -Schicht auf (Abbildung 2-4).

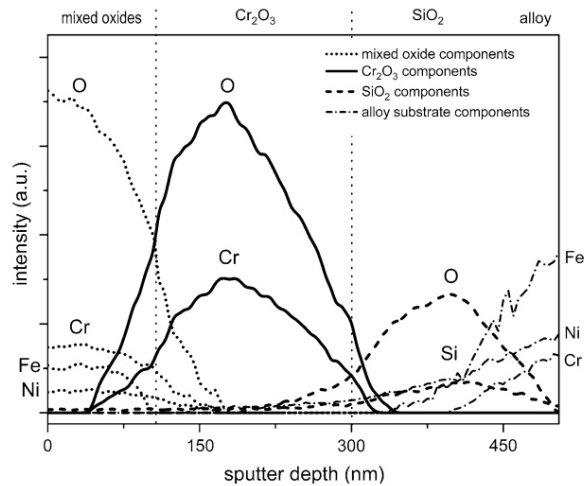


Abbildung 2-4: Auger-Elektronen-Spektroskopie-Sputter-Tiefenprofil der gebildeten Oxid-schichten auf 1.4841 nach 30-minütiger Oxidation bei 1286 K [14]

2.2 Mechanismen der plastischen Verformung

In diesem Kapitel werden die Mechanismen plastischer Verformung bei erhöhten Temperaturen vorgestellt.

2.2.1 Verformungsmechanismus-Karten

Zur Beschreibung des jeweils spezifischen Verformungsmechanismus bei einer gegebenen Temperatur und Spannung eignen sich so genannte Verformungsmechanismus-Karten oder auch Ashby-Maps genannt [15]. Auf der Ordinate ist die mit der Schubspannung normierten Spannung und auf der Abszisse die mit der Schmelztemperatur normalisierte Temperatur aufgetragen. Eine schematische Karte ist in Abbildung 2-5 gezeigt.

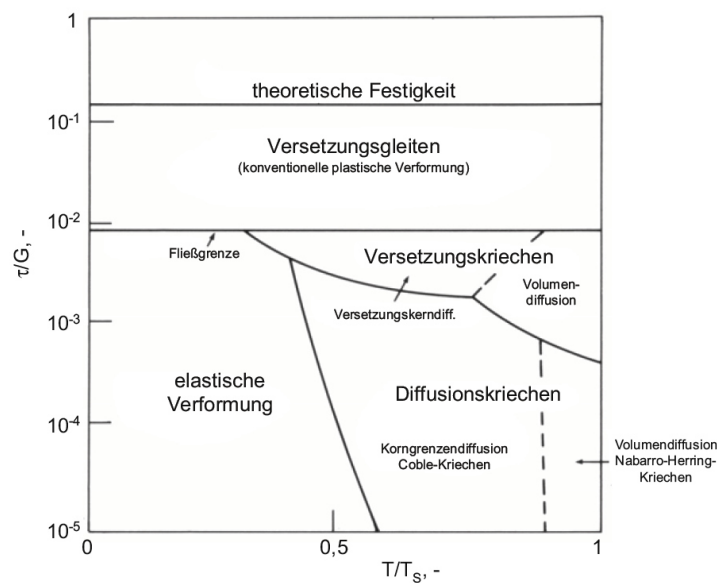


Abbildung 2-5: Schematische Verformungsmechanismus-Karte (Ashby-Map) [2]

In diesen Karten werden Bereiche von Temperaturen und Spannungen angegeben, in welchen ein Verformungsmechanismus jeweils dominant auftritt. Es muss jedoch beachtet werden, dass es sich hierbei um ungefähre Angaben handelt, da diese Karten mit Vereinfachungen berechnet werden und nur vom stationären Zustand ausgehen [2, 16].

In der rechten unteren Ecke des Diagramms werden die verschiedenen Kriechverformungsarten aufgeführt, die abhängig von Temperatur und Spannung jeweils auftreten.

2.2.2 Kriechmechanismen

Oberhalb einer Übergangstemperatur von 30-40 % der Schmelztemperatur (T_m in K) werden die Festigkeits- und Verformungseigenschaften metallischer Werkstoffe zeitabhängig. Plastische Verformungen treten dann bereits bei konstanten mechanischen Lasten unterhalb der Warmstreckgrenze auf. Dieses Verhalten des Werkstoffs wird Kriechen genannt [2, 17].

Die Auftragung der Verformung eines metallischen Werkstoffs bei erhöhter Temperatur und unter konstanter mechanischer Last über der Zeit zeigt einen charakteristischen Verlauf, eine sogenannte Kriechkurve (Abbildung 2-6a). Die anliegende mechanische Spannung und die Temperatur sind hierbei konstant.

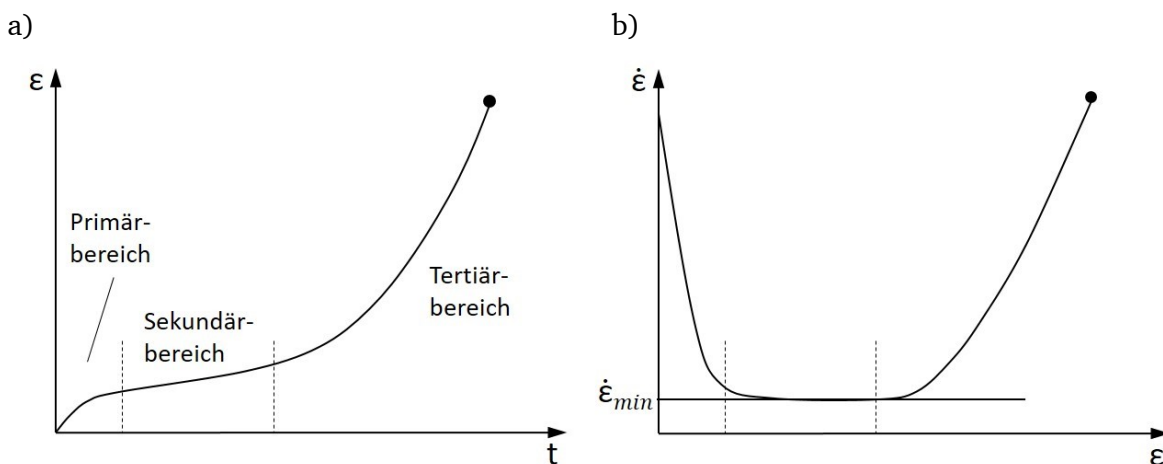


Abbildung 2-6: a) Schematische Kriechkurve, b) Darstellung der zugehörigen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$

In Abbildung 2-6b ist passend zur Kriechkurve in Abbildung 2-6a der Verlauf der Kriechdehnrate $\frac{d\epsilon}{dt} = \dot{\epsilon}$ über der Dehnung aufgetragen. Die Kriechkurve kann in die Bereiche Primär- oder Übergangsbereich, Sekundärbereich oder stationärer Bereich und Tertiärbereich unterteilt werden.

Im Primärbereich nimmt die Dehnrate von anfangs vergleichsweise hohen Werten bis zum Erreichen eines minimalen Werts, der minimalen Kriechgeschwindigkeit, $\dot{\epsilon}_{f, min}$, ab. Auf den Primärbereich folgt der Sekundärkriechbereich, in welchem die Dehnrate im idealen Fall konstant bleibt. Grund hierfür ist die weitgehend konstante Mikrostruktur, auch in Form von Versetzungsdichte und -anordnung, während dieser Kriechphase [17]. Mit zunehmender Kriechdehnung bilden sich Kriechporen, welche die belastbare Querschnittsfläche reduzieren. Die Schädigung schreitet weiter fort.

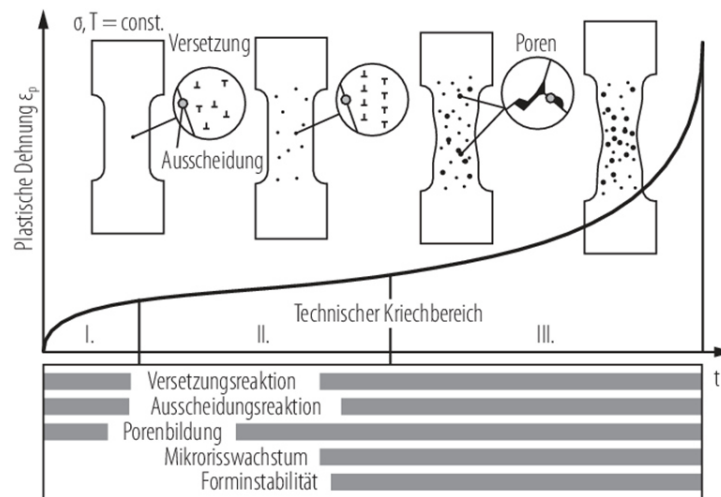


Abbildung 2-7: Schematische Darstellung der Kriechkurve mit den jeweiligen Gefügevorgängen [18, 19]

Im Tertiärbereich steigt die Kriechdehnrate weiter an. Hier kommt es zu Gefügestabilitäten, Porenagglomeration und es bilden sich Kriechrisse. Auch kann es zum Einschnüren des Werkstoffs kommen. Der Probenbruch markiert das Ende dieses Bereichs [20]. Schematisch sind die Gefügevorgänge während des Kriechprozesses in Abbildung 2-7 gezeigt.

Die auftretende Dehnung wird aus unterschiedlichen Bestandteilen zusammengesetzt:

$$\varepsilon_t = \varepsilon_0 + \varepsilon_f = \varepsilon_e + \varepsilon_i + \varepsilon_f \quad 2-2$$

Hierbei ist ε_0 die Anfangsdehnung und ε_t die Kriechdehnung. Diese Anfangsdehnung lässt sich weiter unterteilen in einen elastischen Anteil, ε_e , und einen plastischen, zeitunabhängigen Anteil, die inelastische Anfangsdehnung ε_i . In den meisten technisch relevanten Fällen überwiegt die Kriechdehnung die elastische und die inelastische Anfangsdehnung [2, 21].

Die sich einstellende stationäre Kriechgeschwindigkeit bzw. die minimale Kriechgeschwindigkeit ist ein Maß für die Kriechfestigkeit des Werkstoffs. Je niedriger die Kriechrate, desto höher ist die entsprechende Kriechfestigkeit. Die Zeitstandfestigkeit des Werkstoffs ist der Spannungswert, bei dem bei konstanter Temperatur nach einer bestimmten Dauer der Probenbruch eintritt. Im Vergleich zur Kriechfestigkeit wird bei der Zeitstandfestigkeit auch der tertiäre Kriechbereich, also das Schädigungsverhalten bis zum Bruch mitberücksichtigt [2].

Verformungen im Werkstoff finden zu großen Teilen über Versetzungsbewegungen statt. Bei Aufbringung einer äußeren mechanischen Last σ_a zeigt der Werkstoff eine Reaktion auf eben diese. Es wird eine Gegenspannung oder innere Spannung σ_i erzeugt:

$$\sigma_{eff} + \sigma_i = \sigma_a \quad 2-3$$

σ_{eff} ist hierbei der thermisch aktivierbare Teil (Klettern, Quergleiten oder Schneiden). σ_i , die innere Spannung, ist von der Temperatur (fast) unabhängig. Bei dieser Aufteilung der Spannung findet noch keine Berücksichtigung von weiteren Verfestigungsmechanismen durch Fremdatome oder Teilchen statt [2].

Die sich einstellenden Schubspannungen üben eine Kraft auf die im Material enthaltenen Defekte wie Versetzungen, Leerstellen oder ähnliches aus. Diese Kraft führt dazu, dass sich diese

Defekte im Material bewegen. Die Dehnrates ist demnach abhängig von der Dichte und der Geschwindigkeit der verformungstragenden Defekte [16].

Die Verformung wird über die Dehnung bzw. die Dehnrates beschrieben. Die Beanspruchungsparameter sind Spannung und Temperatur. Die Dehnrates kann über eine kinetische Gleichung beschrieben werden:

$$\dot{\epsilon} = f(\sigma_s, T, S_i, P_j) \quad 2-4$$

σ_s ist hierbei die Spannung, T die Temperatur und S_i sind Zustandsgrößen, welche mikrostrukturelle Zustände beschreiben. Auch Materialeigenschaften wie Gitterparameter, Diffusionskonstanten u. ä. werden mit der Variable P_j beachtet. Diese werden aber als jeweils konstant angenommen [16].

Die Zustandsgrößen S_i unterliegen bei einer Verformung ebenfalls einer Änderung, weshalb auch hier die Beschreibung über eine Änderungsrate stattfindet:

$$\frac{dS_i}{dt} = g_i(\sigma_s, T, S_i, P_j) \quad 2-5$$

Für einen vorliegenden mikrostrukturellen Mechanismus stellt die Kopplung der beiden Gleichungen 2-4 und 2-5 eine konstitutive Regel zur Beschreibung dar. Durch Integration kann dann für eine gegebene Beanspruchung die Dehnung nach einer bestimmten Zeit berechnet werden [16]. Für die Entwicklung der Dehnrates in Gleichung 2-4 finden sich in der Literatur eine Vielzahl an Ansätzen.

Defizite gibt es bislang bei den Entwicklungsgleichungen der Zustandsgrößen. Die Entwicklung der Mikrostruktur bei Kriechbeanspruchung ist noch nicht vollständig verstanden [22]. Aus diesem Grund werden Vereinfachungen bei der Beschreibung der Struktur getroffen. Ein Ansatz für eine vereinfachte Betrachtung ist eine konstante Struktur. In diesem Fall beschreibt die Dehnrates vollständig die Plastizität, das Differential der Zustandsvariablen verschwindet ($\frac{dS_i}{dt} = 0$). Die Dehngeschwindigkeit kann allein als Funktion der Spannung und Temperatur beschrieben werden [16].

Die Beschreibungen zur Kriechverformung sollen im Folgenden weiter ausgeführt werden. Bei niedrigen Temperaturen bleibt die Struktur konstant. Davon kann bei hohen Temperaturen nicht ausgegangen werden. Hier handelt es sich um einen konstanten Zustand, $\frac{dS_i}{dt} = 0$, [16].

Bei hohen Temperaturen ist die Verformungsrate über einen Potenzansatz abhängig von der Spannung. Eine allgemeine Form der Abhängigkeit wird durch folgende Gleichung beschrieben:

$$\dot{\epsilon} \propto \sigma^n \quad 2-6$$

Der Exponent n nimmt im Bereich hoher Temperaturen typischerweise Werte zwischen 3 und 10 an.

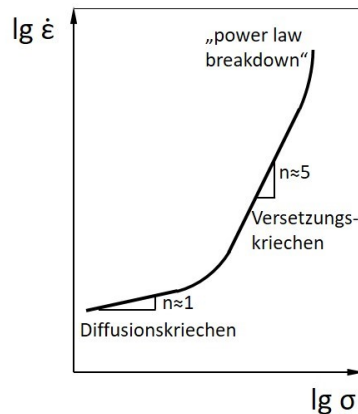


Abbildung 2-8: Nortonplot zur Beschreibung der Spannungsabhängigkeit der Dehnrates [2]

Dieser phänomenologische Zusammenhang wird im sogenannten Norton-Plot dargestellt (Abbildung 2-8). Er bietet sich zur ingenieurmäßigen Beschreibung der Kriechrate in Abhängigkeit der angelegten Spannung an. Der Exponent n kann als Indikator gesehen werden, welche Art von Kriechmechanismus vorliegt. Liegt n zwischen 3 und 5, dominiert Versetzungskletterkontrolliertes Kriechen. Bei $n=2$ wird von Korngrenzgleiten ausgegangen [23] und bei $n=1$ überwiegt der Kriechmechanismus Diffusionskriechen, bei welchem Verformung alleine durch Diffusion von Leerstellen entweder durch das Korn (Nabarro-Herring-Kriechen) oder entlang der Korngrenzen stattfindet (Coble-Kriechen) [22]. Bei sehr hohen Spannungen erfolgt der Übergang vom Potenzansatz zum Exponentialansatz („power law breakdown“).

Im Gegensatz zur Verformung bei niedrigen Temperaturen kann beim Kriechvorgang nicht mehr von einer konstanten Mikrostruktur ausgegangen werden. Beschreibungen, die beim Versetzungsgleiten, also bei Verformungen bei niedrigen Temperaturen gelten, sind zur Verformungsbeschreibung bei hohen Temperaturen nicht mehr ausreichend, da hier auch weitere mikrostrukturelle Mechanismen wie das Klettern aktiviert werden. Verformung bei hohen Temperaturen kann folglich nicht alleine durch die Verformungsansätze, die für niedrige Temperaturen gelten, beschrieben werden. Im Folgenden werden die drei Kriechmechanismen Versetzungskriechen, Korngrenzgleiten und Diffusionskriechen eingängiger beschrieben.

2.2.3 Potenzgesetz-Kriechen / Versetzungskriechen

Der thermisch aktivierbare Teil der Spannung σ_{eff} (Gleichung 2-3) ist bei hohen Temperaturen vollständig aktiviert. Es besteht ein Gleichgewicht zwischen der außen anliegenden Spannung σ_a und der inneren Spannung σ_i . Durch die thermische Aktivierung können Versetzungen nicht nur innerhalb einer Gleitebene gleiten, sondern auch ihre Gleitebene verlassen. Gängige Mechanismen hierbei sind das Klettern von Stufenversetzungen und das Quergleiten von Schraubenversetzungen.

Versetzungen interagieren während des Gleitens untereinander. Dadurch wird der Gleitschritt bzw. die Bewegung der Versetzung begrenzt. Hieraus folgt das Konzept der mittleren Freien Weglänge.

Die schematische Kriechkurve in Abbildung 2-6 kann versetzungsdynamisch erklärt werden. Im Grund- oder Ausgangszustand enthält der Werkstoff gewöhnlich eine geringe Versetzungsdichte. Wird nun eine Last bei einer bestimmten Temperatur ($T > 0,4 T_m$) aufgebracht, so werden im Bereich des Primärkriechens neue Versetzungen gebildet. Die Dehnung steigt an. Die Versetzungsverteilung ist zu diesem Zeitpunkt noch homogen [24]. Mit zunehmender Zeit nimmt die Versetzungsdichte zu, bis sie einen Sättigungswert erreicht hat. Dieser ist von verschiedenen Faktoren abhängig, beispielsweise der Temperatur [22]. Die Versetzungen behindern sich nun gegenseitig in ihrer Bewegung, die Dehnrage nimmt ab und es kommt zu einer Verfestigung des Werkstoffs. Zum Ende des Primärkriechbereichs hat sich eine Versetzungssubstruktur ausgebildet. Der Zeitpunkt oder die Dehnung am Ende des Primärkriechbereichs und zu Beginn des Sekundärkriechbereichs korrelieren mit der gebildeten Substruktur [24]. Das Maximum der Versetzungsdichte ρ_{sat} ist erreicht, wenn sich ein Gleichgewicht zwischen der außen anliegenden Spannung und der durch die gegenseitige Behinderung der Versetzungen entstehenden inneren Rückspannung σ_i eingestellt hat. Gleichzeitig ist damit auch die maximale Verfestigung und somit der stationäre Kriechbereich erreicht [2]. Die Substruktur, die sich zu Beginn der Sekundärkriechphase gebildet hat, ist zumeist unveränderlich im weiteren Dehnungsverlauf [24, 25]. Es kann folgender Zusammenhang zwischen der Spannung und der Versetzungsdichte beschrieben werden:

$$\sigma_a \approx \sigma_{i,max} = \beta \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{sat}} \quad 2-7$$

für $\sigma_{eff} \approx 0$

β ist hierbei eine Konstante, G der Schubmodul und b der Burgersvektor.

Die Kriechgeschwindigkeit im stationären Bereich kann über die Versetzungsdichte ρ und ihre Geschwindigkeit v beschrieben werden [16]:

$$\dot{\epsilon} = \rho b v \quad 2-8$$

In Gleichung 2-6 wurde die Spannungsabhängigkeit der Kriechdehnung über einen Potenzansatz beschrieben. Im stationären Kriechbereich kann die Versetzungsdichte entsprechend über folgende Gleichung beschrieben werden [16]:

$$\rho = \alpha \left(\frac{\sigma}{Gb} \right)^2 \quad 2-9$$

Bei Temperaturen bis circa $0,6 T_m$ findet die zum Klettern notwendige Diffusion entlang der Versetzungskerne statt [2]. Oberhalb dieses Temperaturbereichs findet die Diffusion von Leerstellen durch das Gittervolumen statt [16]. Die Geschwindigkeit, mit welcher eine Stufenversetzung bei diesen Temperaturen klettern kann, kann über folgende Gleichung beschrieben werden [21, 22]

$$v_c \approx \frac{D_v \sigma_n \Omega}{b k_B T} = \frac{D_v b^2 \sigma}{k_B T} \quad 2-10$$

D_v stellt den Gitterdiffusionskoeffizient dar. Außerdem ist das Atomvolumen Ω und σ_n , eine lokale Spannung, die parallel zum Burgersvektor b wirkt, in der Gleichung enthalten.

Entsprechend setzt sich aus Gleichung 2-8, 2-9 und 2-10 eine Kriechdehnrage für den Sekundärkriechbereich zusammen [21]:

$$\dot{\epsilon} = \frac{D G b}{k_B T} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^3 \quad 2-11$$

Die Entwicklung der Versetzungsdichte wird über den Entwicklungsterm der sich bildenden Versetzungen $\dot{\rho}^+$ und dem Erholungsterm $\dot{\rho}^-$ der sich auslöschenden Versetzungen beschrieben.

$$\dot{\rho} = \dot{\rho}^+ - \dot{\rho}^- \quad 2-12$$

Erholung kann auf unterschiedliche Arten stattfinden. Innerhalb eines Kornes können sich Versetzungen mit entgegengesetztem Vorzeichen auslöschen. Dieser Vorgang wird durch den Kletter- oder auch Quergleitschritt in seiner Geschwindigkeit bestimmt. Die genaue Verweildauer der Versetzung vor dem Hindernis ist von der Diffusionsgeschwindigkeit von Einzelatomen oder Leerstellen hin zu dieser Versetzung abhängig. Durch das Anlagern eines Atoms oder einer Leerstelle kann die Versetzung die Gleitebene verlassen. Es herrscht ein dynamisches Gleichgewicht zwischen neu gebildeten und vernichteten Versetzungen [2]:

$$\left| \frac{d\rho^-}{dt} \right| = \frac{d\rho^+}{dt} \quad 2-13$$

$$\rho_{sat} = \frac{1}{(\alpha \cdot b)^2} \cdot \left(\frac{\sigma_i}{G} \right)^2 \approx \frac{4}{b^2} \cdot \left(\frac{\sigma_a}{G} \right)^2 \quad \text{mit } \alpha \approx 0.5 \text{ und } \sigma_i \approx \sigma_a \quad 2-14$$

Während des stationären Kriechens erreicht die Versetzungsdichte einen stationären Wert, es findet keine zeitliche Veränderung mehr statt. Die Erholungsrate und die Verfestigungsrate sind betragsmäßig gleich.

Neben der Annihilierung von Versetzungen kann es auch zur Rekombination kommen. Dabei wird aus den beiden ursprünglichen Burgersvektoren der Versetzungen ein neuer Burgersvektor gebildet. Hierbei wird jedoch nicht die Gesamtversetzungsdichte reduziert [22].

Die bisher vorgestellten Mechanismen der Erholung beziehen sich alleine auf freie Versetzungen. Die Bildung von Subkornstrukturen wurde in den Erläuterungen noch nicht berücksichtigt. Sie hat ebenfalls einen Einfluss auf die Versetzungsdichte und -bewegung und folglich auch auf die Kriechrate [22].

Zu Beginn des Primärkriechbereichs sind noch keine Subkornstrukturen gebildet. Mit zunehmender Versetzungsdichte im Primärkriechbereich kommt es aber zur Ausbildung von Versetzungssubstrukturen. Versetzungen ordnen sich in Unterstrukturen an. Dies ist energetisch günstig, da sie im Kristallgitter Spannungsfelder erzeugen. Entlang von sogenannten Kleinwinkelkorn Grenzen ($<15^\circ$) stapeln sich Versetzungen untereinander und bilden eine Substruktur. Der Anteil der mobilen oder freien Versetzungen sinkt durch die Ausbildung der Strukturen ab, während die Gesamtversetzungsdichte weiter steigt. Für Eisen ist dieser Verlauf beispielhaft in Abbildung 2-9 gezeigt.

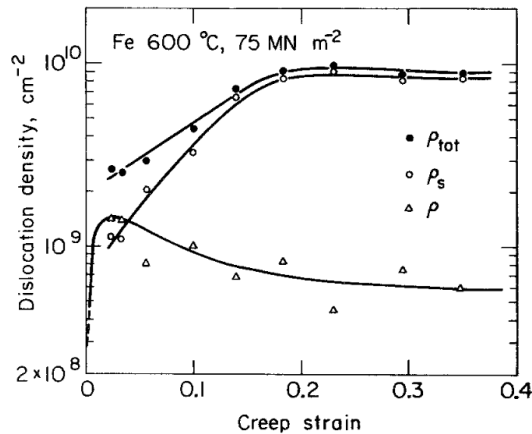


Abbildung 2-9: Änderung der Versetzungsdichte mit der Kriechdehnung, Gesamtversetzungsdichte ρ_{tot} ist die Summe aus Versetzungen in den Subkorn Grenzen ρ_s , und mobilen Versetzungen innerhalb der Subkörner ρ [26]

Die Versetzungsanordnung grenzt entlang der Subkorn Grenzen die Missorientierung untereinander ab. Freie Versetzungen aus dem Inneren der Subkörner können gleiten, bis sie eine Subkorn Grenze erreichen. Hier kommt es zu einem Erholungsmechanismus: Entweder werden die Versetzungen in die Subkorn Struktur „eingestrickt“ oder sie rekombinieren mit einer Versetzung entgegengesetzten Vorzeichens aus der Subkorn Grenze [22].

Eine schematische Darstellung der Substruktur Bildung ist in Abbildung 2-10 gezeigt. Im Bereich des stationären Kriechens kann die Dehnrates in Abhängigkeit der Entwicklung der Versetzungsstruktur beschrieben werden.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{\left| \frac{d\rho^-}{dt} \right|}{\frac{d\rho^+}{d\epsilon}} = \frac{r}{h} = \text{const.} \quad 2-15$$

Der Erholungsterm r (recovery) ist stark temperaturabhängig, da das Klettern zum Auslösen von Versetzungen ein thermisch aktivierter Prozess ist. Der Verfestigungsterm h (hardening) beschreibt die Neubildung von Versetzungen.

Je dichter die Subkorn Grenzen werden, desto weniger Versetzungen können durch diese Begrenzung wandern. Die mittlere freie Weglänge der gleitenden Versetzungen wird weiter herabgesetzt. Sie steht also in Zusammenhang mit der Subkorngröße.

Nach Abschluss der gebildeten Substruktur in Abbildung 2-10d ändert sich diese nicht mehr und behält ihren Subkorn Durchmesser ϕ bei.

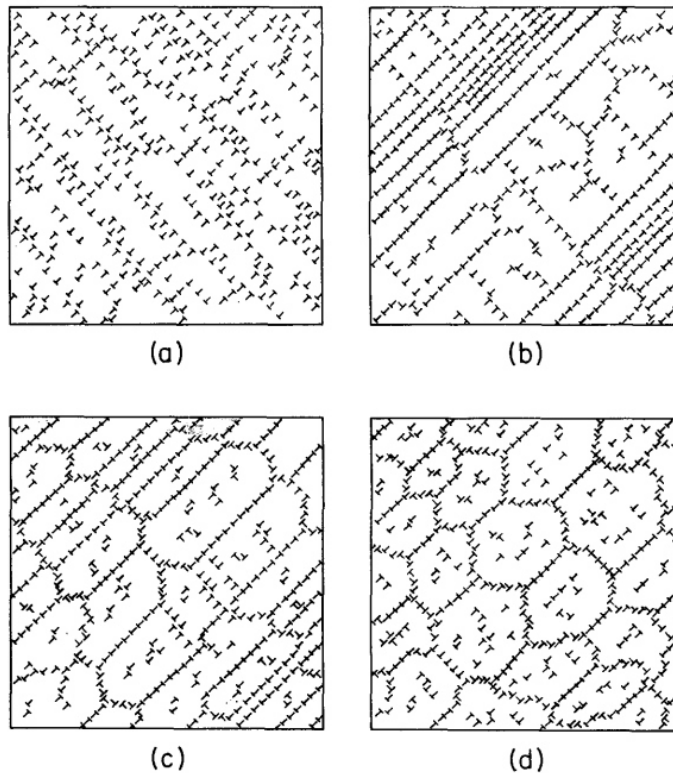


Abbildung 2-10: Schematische Darstellung der Subkornbildung im Primär- bis zum Beginn des Sekundärkriechbereichs [26]

Nach dem Aufbringen einer äußeren mechanischen Spannung und dem Durchschreiten des Primärkriechbereichs hat sich eine Substruktur gebildet, die der äußeren anliegenden Spannung entgegenwirkt. Die effektiv wirkende Spannung wird demnach nach Gleichung 2-3 über die Differenz aus äußerer und innerer Spannung beschrieben. Im stationären Kriechbereich ist diese konstant.

2.2.4 Korngrenzgleiten

Ein weiterer Kriechmechanismus ist das Korngrenzgleiten. Bei hohen Temperaturen und einer äußeren mechanischen Spannung kommt es zum gegenseitigen Abgleiten der Körner entlang ihrer Korngrenze.

Grundsätzlich können zwei Arten von Korngrenzgleiten unterschieden werden. Die erste Form ist das sogenannte „Rachinger Gleiten“. Hierbei behalten die Körner größtenteils ihre Form und die Verformung erfolgt als Abgleiten des ganzen Korns gegenüber dem benachbarten Korn. Das Korngrenzgleiten verursacht Verformungen, die durch Kornvolumenänderungen angepasst werden müssen. Das „Rachinger Gleiten“ ist demnach immer begleitet von einer intergranularen Bewegung von Versetzungen zum Angleichen der abgeglittenen Körner (Akkommodation) [27]. Wird das Korngrenzgleiten nicht von Akkommodation begleitet, kommt es zu starken Spannungsüberhöhungen, welche wiederum zu Rissbildung führen können [2].

Die zweite Form des Korngrenzgleitens ist das sogenannte „Lifshitz-Gleiten“, was nur im Bereich des Diffusionskriechens auftritt. Hierbei lagern sich Leerstellen an Korngrenzen, welche quer zur Belastungsrichtung orientiert sind und es ordnen sich Atome an Korngrenzen an, welche parallel zur Belastungsrichtung liegen [27].

Die Gesamtkriechverformung setzt sich aus drei Anteilen zusammen, da es sich bei der Verformung um ein Zusammenspiel aus mehreren Mechanismen handelt. Ein Anteil der Kriechdehnung kommt durch die Versetzungsbewegungen im Korninneren zustande, dem Versetzungskriechen (ε_K). Ein weiterer Anteil an der Gesamtverformung ist auf das Korngrenzgleiten zurückzuführen (ε_{KG}). Ein dritter Dehnungsanteil geht auf das „Lifshitz-Gleiten“ zurück. Unter den meisten Testbedingungen ist dieser Anteil jedoch vernachlässigbar klein, weshalb meist nur die beiden zuerst genannten Anteile berücksichtigt werden [2, 27].

$$\varepsilon_f = \varepsilon_K + \varepsilon_{KG} \quad 2-16$$

Beim gegenseitigen Abgleiten der Korngrenzen ist die Höhe der anliegenden mechanischen Spannung, bzw. die daraus resultierende Schubspannung im Winkel von 45° zur Normalachse maßgeblich. Korngrenzen, die in der Ebene der maximalen Schubspannung liegen, zeigen die größte Neigung zum gegenseitigen Abgleiten.

Die Beschreibung der Dehnrates unter Korngrenzgleiten erfolgt mit Gleichung 2-17, in die die effektive Korngrenzbreite δ , die Spannung σ mit einem Spannungsexponenten n mit Werten zwischen 2 und 3, die Korngrenzviskosität η_{KG} und der mittlere Korndurchmesser d_k eingehen.

$$\dot{\varepsilon}_{KG} = K \cdot \frac{\delta \cdot \sigma^{n^*}}{\eta_{KG} \cdot d_k} \quad 2-17$$

Gleichung 2-17 enthält auch die Korngrößenabhängigkeit des Mechanismus. Mit Zunahme der Korngröße wird die Kriechdehnrate geringer, die Kriechfestigkeit steigt. Die Viskosität der Korngrenze kann als Festigkeit der Korngrenze gegen das gegenseitige Abgleiten verstanden werden. Je viskoser die Korngrenze ist, desto höher ist die Korngrenzfestigkeit und desto geringer der Kriechanteil, der durch Korngrenzgleiten verursacht wird. Die Viskosität der Korngrenze verhält sich umgekehrt proportional dem Diffusionskoeffizienten der Korngrenze. Der Anteil des Korngrenzgleitens an der Gesamtkriechdehnung steigt mit der Temperatur.

Die Viskosität der Korngrenzen hängt auch von den auf den Korngrenzen liegenden Ausscheidungen ab. Außerdem kommt es durch in den Korngrenzen eingelagerte Fremdatome zu einer Herabsetzung der Korngrenzendiffusion. Die Korngrenze kann auch in Form von Rauheit oder eingebauten Stufen gegen ein Abgleiten gesichert werden. Entsprechend steigt in diesem Fall die Kriechfestigkeit.

Mit zunehmender Spannung sinkt der Korngrenzgleitanteil an der Gesamtverformung, da der Spannungsexponent der Dehnrates beim Korngrenzgleiten geringer ist als der der Kornvolumenverformung.

2.2.5 Diffusionskriechen

Wie der Ashby-Map in Abbildung 2-5 zu entnehmen ist, tritt im Bereich sehr hoher Temperaturen und niedriger mechanischer Spannung Diffusionskriechen auf. Dieser Mechanismus wird bei höheren Spannungen durch das Versetzungsklettern bzw. Korngrenzgleiten überdeckt und trägt deshalb nicht signifikant zur Gesamtverformung bei. Beim Diffusionskriechen sind im Vergleich zu den bisher vorgestellten Verformungsmechanismen nicht mehr Versetzungen die Träger der Verformung. Es basiert auf der Diffusion von Leerstellen, deren Konzentration sich spannungsabhängig einstellt. Dem Leerstellenstrom

gegenüber steht ein entgegengesetzt fließender Materiestrom [2]. Bei kleinen aufgebracht mechanischen Spannungen ist die Versetzungsdichte sehr niedrig. Entsprechend fällt der Anteil des Versetzungskriechens an der Kriechverformung gering aus.

Korngrenzen sind Quellen und Senken für Leerstellen. Unter äußeren Spannungen kommt es zu einer Verarmung an Leerstellen an Korngrenzen, welche unter Druckspannung stehen. Dadurch wird die Leerstellenbildungsenthalpie erhöht. Entgegengesetzt kommt es zu einem Überschuss an Leerstellen entlang der Korngrenzen, welche unter Zugspannung stehen, da hier die Leerstellenbildungsenthalpie verringert ist. Um einen Gleichgewichtszustand herzustellen, diffundieren Leerstellen in Druckbereiche und Materie diffundiert in Zugspannungsbereiche [2, 28, 29]. Die treibende Kraft ist der Gradient der Leerstellenkonzentration. Solange eine äußere mechanische Spannung anliegt, reißt der Diffusionsstrom nicht ab. Die Formänderung geschieht bei diesem Mechanismus durch den entgegengesetzt fließenden Materialtransport. Der Leerstellen- bzw. Materiefluss führt zu einer Verlängerung oder Streckung einzelner Körner in Belastungsrichtung [28].

Ob der Diffusionsweg durch das Korn oder entlang von Korngrenzen geschieht, ist abhängig von der vorliegenden Temperatur und der Korngröße. Diffusion entlang von Korngrenzen wird als Coble-Kriechen bezeichnet [30]. Findet der Diffusionsstrom durch das Korn statt, wird vom Nabarro-Herring-Kriechen gesprochen [31].

Bei sehr hohen Temperaturen von 0,8 bis 0,9 T_m überwiegt das Nabarro-Herring-Kriechen, da im Korninneren mehr Diffusionswege zur Verfügung stehen. Liegen die Temperaturen etwas niedriger, ist das Coble-Kriechen der dominante Mechanismus, da die Korngrenzdifusion energetisch günstiger ist.

Für die Beschreibung der Kriechdehnrate kann eine lineare Abhängigkeit von der Spannung angenommen werden. Die Korngröße spielt bei der Beschreibung eine große Rolle. Für das Nabarro-Herring-Kriechen ist der Zusammenhang zwischen Korngröße und Dehnrate quadratisch, während beim Coble-Kriechen die Korngrößenabhängigkeit mit einem Exponenten von 3 beschrieben wird [2, 29]:

$$\dot{\epsilon}_{NH} \sim d_K^{-2} \quad 2-18$$

$$\dot{\epsilon}_C \sim d_K^{-3} \quad 2-19$$

2.3 Modelle zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens

Ingenieurmäßiges Ziel ist es, das Kriechverhalten mittels analytischer Beziehungen zu beschreiben. Generell kann dafür zwischen zwei Konzepten unterschieden werden.

Sogenannte phänomenologische Kriechbeschreibungen bilden das beobachtete Materialverhalten ab. Physikalische Grundlagen oder Mechanismen spielen hierbei eine untergeordnete Rolle. Phänomenologische Kriechbeschreibungen sind meistens vergleichsweise einfach gehalten und liefern in der Regel eine skalare Antwort unter Verwendung einer kleinen Anzahl von Modellparametern. Die Dehnung wird in der Regel als Funktion von Temperatur, Zeit und Spannung formuliert.

$$\epsilon = f(T, t, \sigma) \quad 2-20$$

Diese Art von Modellen finden in Finite-Elemente (FEM)-Programmen Anwendung, da sie im technisch relevanten Bereich hinreichend gute Ergebnisse liefern bei gleichzeitig überschaubarer Rechendauer aufgrund der vergleichsweise geringen Anzahl an Parametern. Die Herangehensweise kann beschrieben werden als das Finden eines bestmöglichen Fits mit einer minimalen Anzahl an Parametern.

Diesem Konzept gegenüber steht das Konzept der konstitutiven Materialmodelle. Hier lautet die Prämisse eine präzise Beschreibung auf Grundlage physikalisch anerkannter Wirkmechanismen zu finden. Die Beschreibung erfolgt typischerweise in tensorieller Schreibweise. Konstitutive Beschreibungen bestehen in der Regel aus mehreren Differentialgleichungen, auch Evolutionsgleichungen genannt. Die Anzahl der hierfür verwendeten Parameter ist im Vergleich zu den meisten phänomenologischen Gleichungen hoch und entsprechend auch der Aufwand für deren Identifikation. Die Rechenzeit in FEM-Programmen ist bei der Verwendung von konstitutiven Modellen vergleichsweise hoch. Ein Vorteil dieser Modelle liegt in ihrem Vermögen, auch Werkstoffschädigungen und wechselnde Beanspruchungen hinreichend gut beschreiben zu können.

Im Folgenden werden einige bekannte und vielfach eingesetzte phänomenologische Kriechbeschreibungen vorgestellt.

2.3.1 Norton-Bailey-Kriechbeschreibung

Eine der einfachsten und bekanntesten Kriechgleichungen ist die Beschreibung nach Norton-Bailey. Wie bereits in Abbildung 2-8 und in Formel 2-6 eingeführt, kann über den Nortonplot ein Zusammenhang zwischen Dehnrate und Spannung gefunden werden.

$$\dot{\varepsilon}_{min} = A \cdot \sigma^n \quad 2-21$$

Bei der Beschreibung nach Norton-Bailey wird an die Norton-Beschreibung noch eine Zeitfunktion multipliziert.

$$\varepsilon_f = K \cdot \sigma^n \cdot t^m \quad 2-22$$

Durch Logarithmieren kann diese Gleichung in eine Geradengleichung verwandelt werden. Mit der Auftragung von der logarithmierten Dehnung über der logarithmierten Zeit können Kurvenfamilien mit der Steigung m und der charakteristische Parameter $\ln(K) + n \cdot \ln(\sigma)$ dargestellt werden. Der charakteristische Parameter wird über linearer Regression bestimmt.

Außerdem kann die Norton-Bailey-Kriechbeschreibung analytisch von einer expliziten in eine implizite Beschreibung überführt werden.

$$\dot{\varepsilon}_f = m \cdot K \cdot \sigma^n \cdot \left(\frac{\varepsilon_f}{K \cdot \sigma^n} \right)^{\frac{m-1}{m}} \quad 2-23$$

$$\dot{\varepsilon}_f = K' \cdot \sigma^n \cdot \varepsilon_f^{m'}$$

Um eine Verfestigung zu erreichen, muss der Parameter m zwischen 0 und 1 liegen.

$$m' = \frac{m-1}{m} = 1 - \frac{1}{m} < 0 \quad 2-24$$

Die einfache Transformation von der expliziten in die implizite Form ist ein Grund, weshalb die Norton-Bailey-Kriechbeschreibung bereits vielfach in Finite-Elemente-Programmen implementiert ist. Zur Beschreibung von technisch relevanten Dehnungen ist diese Beschreibung oftmals ausreichend, obwohl sie den tertiären Kriechbereich nicht mehr abdeckt.

2.3.2 Graham-Walles-Kriechbeschreibung

Die Graham-Walles-Kriechbeschreibung besteht prinzipiell aus einer Aufsummierung einzelner Norton-Bailey-Gleichungen (Abbildung 2-11)

$$\varepsilon_f = \sum_j K_j \cdot \sigma^{n_j} \cdot t^{m_j} \quad 2-25$$

Mit dieser Kriechbeschreibung kann auch der tertiäre Kriechbereich abgedeckt werden, da durch die Summierung zweier Geraden im Logarithmischen eine gekrümmte Kurve abgebildet wird.

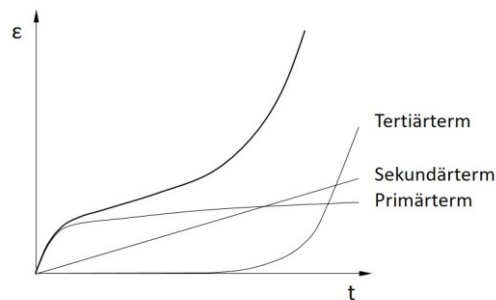


Abbildung 2-11: Schematische Darstellung der Graham-Walles-Kriechbeschreibung als Summe aus drei verschiedenen Norton-Bailey-Termen

Nachteil dieser Beschreibung ist, dass die Parameterbestimmung nicht mehr durch lineare Regression möglich ist.

2.3.3 Hypothese der Zeitverfestigung und Hypothese der Dehnungsverfestigung

Die Hypothesen der Zeitverfestigung und Dehnungsverfestigung werden angewendet, um allgemein das Kriechverhalten nach einem Lastwechsel oder bei veränderlicher Last zu beschreiben. Bei der Dehnungsverfestigungsregel ist die bisher akkumulierte Dehnung für den weiteren Kurvenverlauf relevant, bei der Zeitverfestigungsregel die bisher verstrichene Zeit.

Wird zum Zeitpunkt t_1 ein Lastwechsel der mechanisch anliegenden Spannung σ_1 auf die höhere Spannung σ_2 durchgeführt, gibt es zwei hypothetische Ansätze mit welcher Steigung der Dehnungsverlauf anschließend weiter zunehmen wird (Abbildung 2-12). Im Fall der Zeitverfestigung wird an den Dehnungsverlauf der Kriechkurve bei σ_1 der theoretische Dehnungsverlauf der Kriechkurve bei σ_2 ab dem Zeitpunkt t_1 angehängt.

Bei der Dehnungsverfestigung wird im Zeitpunkt t_1 der theoretische Dehnungsverlauf der Kriechkurve bei σ_2 ab der theoretischen Dehnung, die zum Zeitpunkt t_1 erreicht wurde, angehängt.

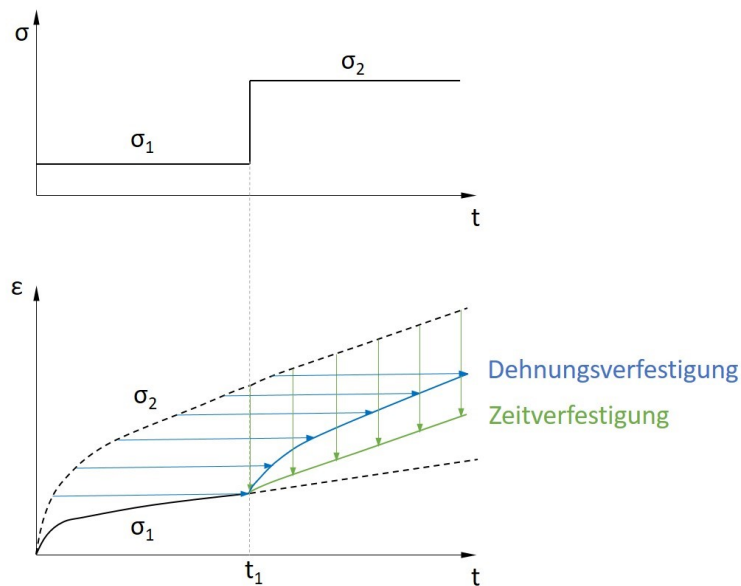


Abbildung 2-12: Schematische Darstellung zum Vergleich der Dehnungsverfestigungshypothese mit der Zeitverfestigungshypothese nach [32]

Beim Vergleich der beiden Hypothesen mit experimentell ermittelten Ergebnissen ist festzustellen, dass in den meisten Fällen eine bessere Übereinstimmung mit der Dehnungsverfestigungshypothese erzielt wird.

2.4 Kriechverhalten unter Temperaturwechsel-Beanspruchung

2.4.1 Zur Relevanz von Temperaturwechsel-Beanspruchungen

Bei der Betriebsweise von Industrieöfen oder Wärmebehandlungsanlagen kommt es aus verschiedenen Gründen zu Temperaturschwankungen. Diese können produktionsbedingt (Batchbetrieb, Bandwechsel) oder anlagenbedingt (Befuerung mit Brennern im Ein-/Aus-Modus) sein.

Ein charakteristisches, in entsprechenden Anlagen verbautes Bauteil ist das Strahlheizrohr, welches von innen mit einem Brenner beheizt wird und Wärme über seine Mantelfläche in Form von Strahlung und Konvektion in den Ofenraum abgibt. Die Wärmebehandlung des zu behandelnden Bauteils ist somit abseits der oxidierenden Atmosphäre innerhalb des Rohrs möglich.

Zwei beispielhafte Temperaturverläufe an einem solchen Strahlheizrohr sind in Abbildung 2-13 gezeigt. Es können zwei Arten von Temperaturwechseln abstrahiert werden. Zum einen entstehen durch die Betriebsweise der verwendeten Brenner, die in Ein-/Aus-Taktung fungieren, höherfrequente Zyklen in Dreiecksform ohne relevante Haltezeiten, Abbildung 2-13a. Bei Erreichen einer festgelegten Maximaltemperatur schaltet der Brenner ab, das Stahlheizrohr kühlt ab. Erreicht es dann eine festgelegte Minimaltemperatur oder auch nach festgelegter Dauer wird der Brenner wieder eingeschaltet. Hierdurch entsteht der charakteristische Temperaturverlauf.

Niederfrequente Zyklen, welche sich durch einen größeren Temperaturhub und eine Art Haltezeit auszeichnen, sind der Temperaturaufzeichnung in Abbildung 2-13b zu entnehmen. Ursache hierfür können Batch-Betrieb oder Bandwechsel sein.

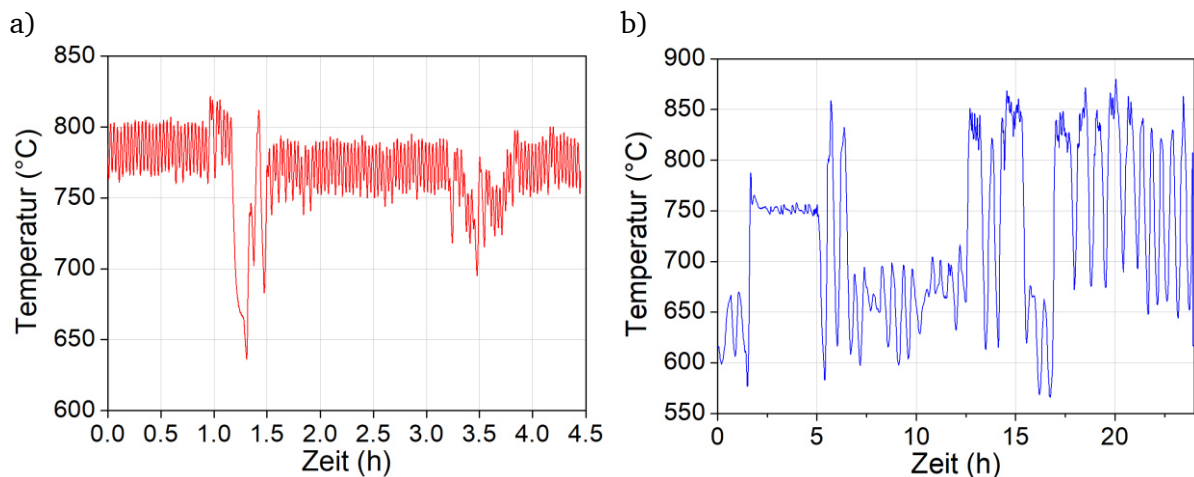


Abbildung 2-13: Beispielhafte Temperaturverläufe eines Strahlheizrohrs, a) schnelle Zyklen verursacht durch Brenner-Ein-/Aus-Taktung, b) niederzyklische Temperaturwechsel mit großem Temperaturhub (24 Stunden-Aufzeichnung) [33]

Wie aus den Aufzeichnungen erkennbar wird, unterliegt das Bauteil Strahlheizrohr während seines täglichen Betriebs folglich zahlreichen Temperaturwechseln unterschiedlicher Art.

Während seines Einsatzes ist dieses Bauteil nur geringen mechanischen Lasten aufgrund seines Eigengewichts ausgesetzt. Die dadurch hervorgerufenen Spannungen sind trotz ihrer niedrigen Beträge im eingesetzten Temperaturbereich für die Verformung relevant.

2.4.2 Kriechversuche unter Temperaturwechsel-Beanspruchung in der Literatur

In der Literatur finden sich einige Quellen, die sich mit dem Materialverhalten unter einer solchen Temperaturwechsel-Beanspruchung befassen. In diesem Kapitel sollen einige der bereits publizierten Ansätze vorgestellt werden.

Boček [34] analysierte die Validität der berechneten Zeit, die mit der Lebensdaueranteilregel bis zum Brechen der Proben unter nicht stationärer Kriechbelastung ermittelt wurde, am Werkstoff Zircaloy. Es wurde festgestellt, dass die Verwendung der Lebensdaueranteilregel für den untersuchten Werkstoff und den untersuchten Temperaturbereich von 600 °C bis 900 °C zuverlässige Werte liefert [34].

In dem von Closs veröffentlichten Beitrag wird das Kriechverhalten des Werkstoffs X8CrNiMoVNb16-13 (1.4988) in Bezug auf konstante und wechselnde Temperaturen untersucht [35]. Es wurden Untersuchungen im Spannungsbereich von 59 MPa bis 196 MPa und im Temperaturbereich von 650 °C bis 700 °C durchgeführt. Da die untersuchten Temperaturänderungsraten vergleichsweise niedrig gewählt wurden und die Haltezeiten zwischen den Temperaturrampen lang waren, ist davon auszugehen, dass die sich bildenden Thermospannungen aufgrund von Temperaturgradienten sehr klein bzw. vernachlässigbar sind. Es wurden zwei Arten von Temperaturzyklen untersucht, zum einen rechteckige Temperaturprofile und zum anderen sägezahnförmige Temperaturzyklen. Die Proben, welche mit dem rechteckigen Temperaturprofil geprüft wurden, zeigten eine erhöhte Kriechgeschwindigkeit.

Bei höheren Spannungen ist der Effekt stärker ausgeprägt. Die experimentellen Ergebnisse bei niedrigeren Spannungen können gut mit den mittels der von ihm entwickelten Kriechbeschreibungen sowohl nach Dehnungs- als auch Zeitverfestigungsregel berechneten Ergebnissen beschrieben werden. Die untersuchten sägezahnförmigen Temperaturprofile zeigten keinen Effekt auf die Kriechgeschwindigkeit. Als mögliche Ursache für die erhöhte Kriechgeschwindigkeit unter Temperaturwechsel-Beanspruchung wird das Ausscheidungsverhalten des Werkstoffs genannt. Durch die Vergrößerung der vorhandenen Ausscheidungen nimmt die Dichte ab im Vergleich zu Proben, welche keiner Temperaturwechsel-Belastung unterlegen sind. Laut Closs kommt es aufgrund der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Ausscheidungen und Matrixmaterial zu lokalen Thermospannungen. Hierdurch erhöht sich wiederum die Leerstellenkonzentration, was wiederum zu einer Erhöhung des Diffusionskoeffizienten führt [35].

Eylon et al [36] untersuchten das Kriechverhalten von α -Eisen unter Temperaturwechsel-Beanspruchung. Der untersuchte Temperaturbereich lag zwischen 450 °C und 550 °C, der Spannungsbereich zwischen 27,5 MPa und 42,2 MPa. Die Temperaturänderungsrate lag mit 50 °C/s sehr hoch. Es zeigte sich, dass entsprechend schnelle Dreieck-Temperaturzyklen mit geringen Temperaturhüben zu langsameren Kriechgeschwindigkeiten führen, als isotherme Versuche. Das Verhalten wurde auch für den Werkstoff Inconel 718 in einer weiteren Untersuchung nachgewiesen [36, 37].

In zwei weiteren Untersuchungen konnten bei Kriechversuchen unter Temperaturwechsel-Beanspruchung erhöhte Kriechdehnraten im Vergleich zu isothermen Vergleichsversuchen festgestellt werden. Riege untersuchte das Kriechverhalten von Nickel und Nimonic 80A [38]. Die Untersuchungen folgern, dass eine lineare Schadensakkumulation zur Berechnung der zu erwartenden Dehnung unter wechselnder Temperaturbeanspruchung keine validen Ergebnisse liefert. Dieser Effekt tritt hier jedoch nur beim Werkstoff Nimonic 80A auf. Ursächlich hierfür sind, laut Riege, unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten zwischen Ausscheidungen und Matrix. Hierdurch kommt es zu lokalen Spannungsüberhöhungen und somit zu vorzeitiger Schädigung. Diese Theorie steht in Einklang mit den Beobachtungen an reinem Nickel, bei welchen der Effekt nicht auftrat.

Zu anderen Ergebnissen kamen Huff et al [39]. Sie sind der Auffassung, dass diese Ursache nicht der alleinige Grund für die beschleunigte Kriechdehnung sein kann. In Untersuchungen an den Werkstoffen Inconel 100 und Nimonic 105 wurde festgestellt, dass bei beiden Werkstoffen für Temperaturwechsel-Kriechversuche, die an Inconel 100 zwischen 650 °C und 900 °C und an Nimonic 105 zwischen 600 °C und 850 °C zyklert wurden, höhere Kriechdehnungen festzustellen sind, als in isothermen Vergleichsversuchen gemessen wurden. Die gemessene Kriechdehnrate unter Temperaturwechsel-Belastung lag teilweise um den Faktor 5 höher als die isotherme Kriechrate.

Es wurde eine Spannungsabhängigkeit des Effekts festgestellt, die jedoch keine einheitliche Tendenz für beide Werkstoffe beschreibt. Mit zunehmender Spannung ist beim Gusswerkstoff Inconel 100 eine Zunahme des Abstands zwischen den Kriechdehnraten der isothermen Versuche und der anisothermen Versuche festzustellen. Bei der Schmiedelegierung Nimonic 105 zeigt sich der gegensätzliche Effekt, die Kriechdehnraten der beiden Kriechkurven (anisotherm zu isotherm) nähern sich mit zunehmender Spannung weiter an.

Eine eindeutige Erklärung oder eine Kriechbeschreibung für den beobachteten Effekt werden in [39] nicht geliefert. Es werden mögliche Erklärungsansätze zu dem beobachteten Effekt genannt. In einem ersten Ansatz wird eine Verlagerung des Gleichgewichts zwischen Auslösen und Neubilden von Versetzungen im stationären Kriechbereich als Begründung angeführt. Ein mikrostruktureller Beleg dafür konnte nicht erbracht werden. Es wird auf die Theorie von Riege [38] eingegangen. Diese besagt, dass es aufgrund von Unterschieden in den thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Matrix und Ausscheidungen zu Thermo- spannungen innerhalb des Gefüges kommt. Huff und Schönfelder erklären jedoch, dass der Einfluss der Thermo- spannung bei ihren Untersuchungen keine Rolle spielt und sie deshalb nicht als alleiniger Grund gelten kann, eine lineare Schadensakkumulation ist deshalb nicht zielführend. Laut Huff et al besteht weiterer Forschungsbedarf bei der Untersuchung metallur- gischer Ursachen, bei der Erweiterung der Datenlage durch die Erweiterung auf weitere Werk- stoffe und der Vergrößerung des Parameterfelds. Außerdem müssen mögliche Gesetzmäßig- keiten gefunden werden [39].

Likhachev [40] untersuchte das Verhalten der Kriechgeschwindigkeit unter dem Einfluss von Temperaturerhöhungen oder -absenkungen. Es wird hierbei von einem „Temperatur- Nacheffekt“ („temperature aftereffect“) gesprochen.

Der „Effekt“ ist das Verhalten der Kriechdehnrate im Falle einer Temperaturänderung nach Erreichen des stationären Kriechbereichs. Mit dem Erreichen des sekundären Kriechbereichs wird ein struktureller, stationärer Ungleichgewichtszustand erreicht. Die Charakteristik der entstandenen Struktur im Bereich des stationären Kriechens ist eine Funktion der Spannung und der Temperatur. Die Veränderung eines der beiden Parameter bewirkt eine Umverteilung der Strukturelemente. Nach der Umkehr der Änderung zurück zur ursprünglichen Temperatur oder Spannung stellt sich auch die Ausgangsstruktur wieder ein.

Weiterhin wird festgestellt, dass es Unterschiede zwischen Werkstoffen mit kubischer und nicht- kubischer Struktur in Bezug auf diesen Temperatur-Nacheffekt gibt. In nicht-kubischen Materialien kommt es aufgrund von Anisotropie im thermischen Ausdehnungskoeffizient zu inneren thermischen Spannungen, die ebenfalls diesen Nacheffekt hervorrufen können. Hier kommt es zu einem starken Kriechratenanstieg im Fall von Aufheizen und Abkühlen der Probe. Kubische Materialien hingegen zeigen einen positiven und negativen Temperatur-Nacheffekt, je nachdem ob die Temperatur erhöht oder verringert wurde. Bei einer Temperaturerhöhung steigt die Kriechdehnung zunächst stärker an, bevor ein neuer stationärer Kriechbereich erreicht wird. Bei einer Temperaturabsenkung hingegen kommt es zu einer Verzögerung der Kriechdehnung. Für eine charakteristische Zeit ist keine Kriechdehnung messbar, bis die Dehnung anschließend wieder ansteigt. Als hauptsächlichen Grund für das Auftreten des Effekts werden weitreichende Spannungsfelder (long range stress fields) genannt [40].

Auch Cormier beschäftigt sich in seinen Arbeiten mit dem anisothermen Kriechverhalten von einkristallinen Nickel-Basis-Superlegierungen. Er bezieht das Kriechverhalten unter Temperaturwechsel-Belastung auf Ausscheidungsvorgänge und Rafting der Mikrostruktur [41– 44]

Walser untersuchte in seiner Arbeit ebenfalls das Kriechverhalten unter Temperaturwechsel- Beanspruchung eines ferritischen Stahlgusses und von reinem Aluminium. Er stellte eine Überschätzung der Lebensdauer bei der Berechnung anhand von isothermen Kriechversuchen

fest. Ergebnis seiner Arbeit ist die Feststellung des Einflusses der Spannung auf das Kriechverhalten unter anisothermen Bedingungen [45].

2.4.3 Konzept von Kaiser und El-Magd zur Beschreibung veränderlicher Belastungen

Der Grundgedanke von Likhachev [40] eines Temperatur-Nacheffekts wurde auch von Kaiser und El Magd in einem Konzept zur Beschreibung der Kriechdehnung unter veränderlichen mechanischen oder thermischen Belastungen aufgegriffen [46]. Ausgangspunkt ist die Abhängigkeit der Kriechdehnrate von der effektiven Spannung σ_{eff} [24].

$$\dot{\varepsilon} = f(\sigma_{eff}) = f(\sigma - \sigma_i) \quad 2-26$$

Während des Primärkriechbereichs stellt sich durch die Zunahme der Versetzungsdichte und das gleichzeitige Aufbau einer Substruktur zunächst eine zunehmende innere Rückspannung ein, die bei Erreichen des Sekundärbereichs einen konstanten Wert erreicht [46]. Mit zunehmender Temperatur sinkt der Wert der inneren Rückspannung σ_i [47].

Während eines Last- oder Temperaturwechsels ändert sich auch die innere Rückspannung mit der Zeit. Schematisch ist das Konzept in Abbildung 2-14 gezeigt.

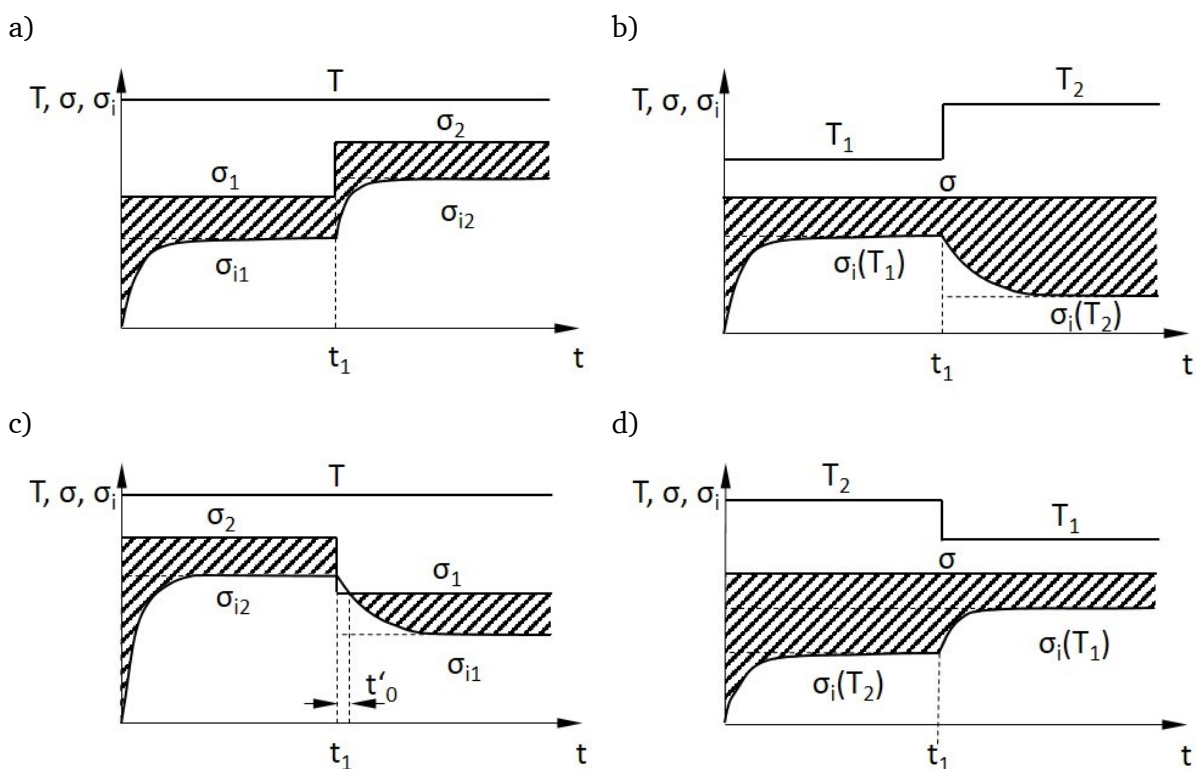


Abbildung 2-14: Konzept zur Änderung der inneren Rückspannung nach Last- oder Temperaturänderung nach (Kaiser und El-Magd 1987), a) Spannungserhöhung, b) Temperaturerhöhung, c) Spannungsabsenkung, d) Temperaturabsenkung

Nach dieser Theorie führt jeder Wechsel der mechanischen Spannung σ oder der Temperatur T zu einer Änderung der inneren Rückspannung σ_i . Diese nähert sich anschließend einem neuen Sättigungswert an. Durch die sich ändernde Differenz zwischen äußerer Spannung und innerer Rückspannung ändert sich auch die effektive Spannung σ_{eff} nach jedem Wechsel.

Eine Spannungserhöhung führt zu einer Erhöhung der inneren Rückspannung (Abbildung 2-14a), während eine Herabsetzung der Spannung eine Herabsetzung der inneren Rückspannung zur Folge hat (Abbildung 2-14c).

Umgekehrt verhält sich die innere Rückspannung nach einer Temperaturänderung. Bei einer Temperaturerhöhung sinkt sie mit der Zeit (Abbildung 2-14b) und bei einer Temperaturabsenkung steigt sie (Abbildung 2-14d).

Da die Dehnrate abhängig von der effektiven Spannung ist und diese wiederum aus der Differenz zwischen äußerer und innerer Spannung bestimmt wird, haben Spannungs- und Temperaturwechsel folglich einen Einfluss auf die Kriechdehnrate.

3 Zielsetzung und Lösungsweg

Während des Betriebs sind Bauteile häufig keinen isothermen Temperaturen, sondern wechselnden thermischen Beanspruchungen ausgesetzt. Kriechversuche unter konstanter mechanischer Last und wechselnden Temperaturen stellen demnach auch in Bezug auf die Übertragbarkeit auf Bauteile einen realistischen Belastungsfall dar und nehmen zunächst keine Sonderstellung ein. Gerade im Kraftwerksbereich bei Dampfturbinen oder ähnlichem kommt es zu zahlreichen Temperaturwechseln während des Betriebs.

Für einen in diesem Bereich eingesetzten Werkstoff, einen 2 %-Chrom-Stahl ist beispielhaft das Kriechverhalten im isothermen und anisothermen Fall in Abbildung 3-1 gezeigt. Die isothermen Kurven wurden bei 500 °C und 550 °C bei Lasten >100 MPa durchgeführt.

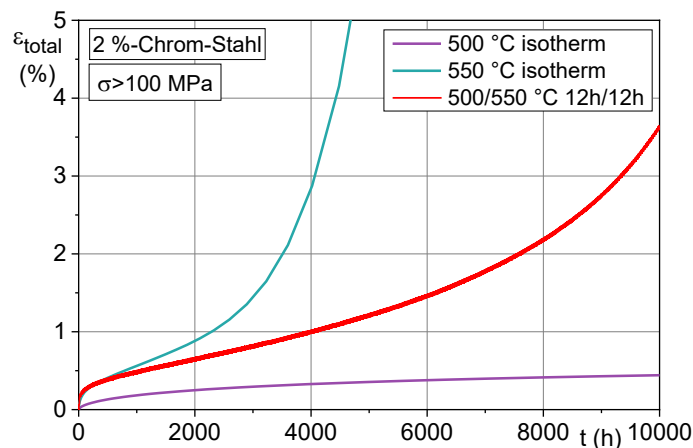


Abbildung 3-1: Kriechversuche an einem 2 %-Chrom-Stahl, isotherme Kriechkurven bei 500 °C (violette Kurve) und 550 °C (türkise Kurve) und ein Temperaturwechsel-Kriechversuch zwischen 500 °C und 550 °C (rote Kurve) [48]

Die beiden isothermen Kurven zeigen ein charakteristisches Verhalten. Die 500 °C-Kriechkurve befindet sich noch im Sekundärkriechbereich, die Dehnrate nimmt noch ab, während die 550 °C-Kriechkurve bereits den Tertiärkriechbereich erreicht hat. Die Kriechgeschwindigkeit hat wieder zugenommen und die Probe steht kurz vor dem Bruch.

Ein Temperaturwechsel-Versuch zwischen den beiden Temperaturen 500 °C und 550 °C zeigt ein zu erwartendes Verhalten. Die Kriechkurve verläuft zwischen den beiden isothermen Kriechkurven.

Zur Auslegung von Bauteilen wird entsprechend mit einer Dehnungsakkumulationsregel aus den beiden isothermen Dehnungsverläufen eine Berechnung der zu erwartenden anisothermen Dehnung des Temperaturwechsel-Versuchs vorgenommen (Abbildung 3-2).

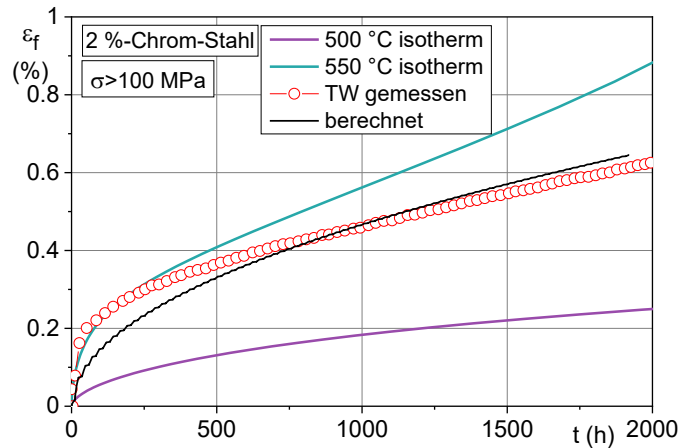


Abbildung 3-2: Mittels Dehnungsakkumulation berechnete, zu erwartende Dehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung und tatsächlich gemessene Dehnung

Es zeigt sich eine tendenziell richtige Übereinstimmung zwischen berechneter und gemessener Temperaturwechsel-Kriechkurve. Beide Kurven verlaufen zwischen den beiden isothermen Kriechkurven bei Minimal- und Maximaltemperatur des Zyklus.

Dieses Verhalten lässt sich jedoch nicht auf das Verhalten der Werkstoffe im Einsatzbereich metallischer Ofenkomponenten übertragen. Bei Untersuchungen zum Kriechverhalten unter thermischen Wechselbelastungen, wie sie im Industrieofenbau auftreten, konnte wiederholt eine kürzere Lebensdauer der eingesetzten Komponenten festgestellt werden als die Bauteil-auslegung auf Basis isothermer Versuche ergeben hatte.

Eine Untersuchung hierzu am für die Fertigung von Strahlheizrohren gebräuchlichen Werkstoff 2.4633 zeigt, dass die Verwendung der Dehnungsakkumulationsregel aus den beiden isothermen Kriechdehnungen das Kriechverhalten unter Temperaturwechsel-Beanspruchung in diesem Fall nicht zuverlässig abbilden kann.

Bei der Berechnung der Kriechdehnung unter anisothermen Bedingungen mit der Dehnungs-anteilregel ergibt sich, wie im Beispiel vorher am 2%-Chromstahl, ein erwarteter Verlauf der Kriechkurve zwischen den beiden isothermen Kriechkurven bei Maximal- und Minimaltemperatur des Zyklus.

In Abbildung 3-3 ist dieser Dehnungsverlauf in der schwarzen Kurve gezeigt. Wie aus Abbildung 3-3 hervorgeht, liegt die im Experiment gemessene Dehnung (rote Kurve) jedoch weit oberhalb der isothermen Kriechkurve bei Maximaltemperatur des untersuchten Zyklus.

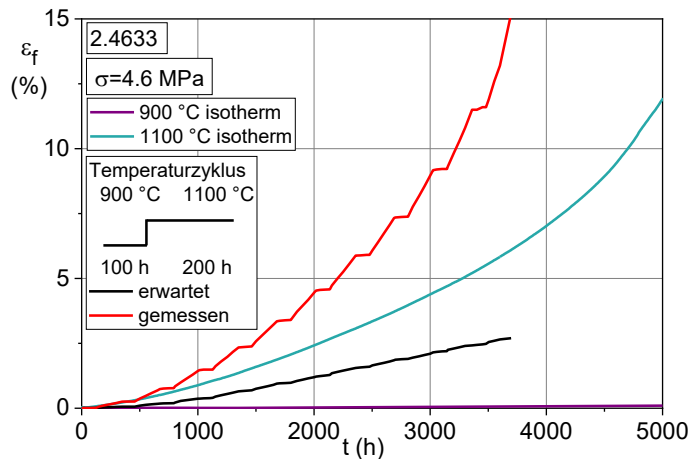


Abbildung 3-3: Berechnete und gemessene Dehnung eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs und isotherme Kriechversuche bei 900 °C und 1100 °C (nach [49])

Dieses Verhalten ist überraschend, da die Verwendung der Dehnungsakkumulation bei Kriechversuchen mit Temperaturzyklen zur Darstellung betriebsnaher Zyklen in der Regel, wie im Beispiel des im Kraftwerksbereich verwendeten 2%-Chromstahls, realitätsnahe Ergebnisse liefert.

Dem gegenüber steht das beobachtete Verhalten, dass unter Temperaturwechsel-Beanspruchung im Fall von Industrieofenkomponenten eine höhere Kriechdehnung auftritt als im isothermen Versuch bei Maximaltemperatur. Dies ist möglicherweise die Ursache für den verfrühten Ausfall der Bauteile.

In der Literatur finden sich bisher nur wenige Untersuchungen zum anisothermen Kriechverhalten bei sehr hohen Temperaturen (circa $0,8 T_m$) und niedrigen mechanischen Lasten an entsprechenden Werkstoffen. Auch die Ursachen für das Auftreten einer beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung wurden noch nicht systematisch untersucht. Entsprechend existiert auch keine einheitliche Vorgehensweise zur Bewertung des Verformungsverhaltens unter wechselnden thermischen Lasten im Hochtemperaturbereich.

Als Problemstellung wurde deshalb eben diese beschleunigte Kriechverformung unter anisothermen Beanspruchungen bei konstanter mechanischer Last identifiziert. Thermische Spannungen, wie sie beispielsweise bei dickwandigen Bauteilen mit Temperaturgradienten auftreten, konnten in diesem Fall als Ursache ausgeschlossen werden. Darauf wird in Kapitel 6.1 genauer eingegangen.

Es ergeben sich folgende zentrale Zielsetzungen, deren Beantwortung zu einem verbesserten Verständnis und einem modifizierten analytischen Ansatz zur Beschreibung des genannten Effekts führen sollen:

Systematischer Nachweis

Es fehlt bisher ein systematischer Nachweis des Effekts einer beschleunigten Kriechdehnung aufgrund einer Temperaturwechsel-Beanspruchung. Dieser soll anhand von Versuchen für verschiedene im Ofenbau gebräuchliche Werkstoffe erarbeitet werden. Zusätzlich soll der Para-

meterraum, in welchem der Effekt auftritt, abgegrenzt werden. Hierzu werden vier unterschiedliche Werkstoffe im Temperaturbereich zwischen 900 °C und 1100 °C bei Spannungen zwischen 2 MPa und 7,1 MPa untersucht.

Außerdem soll eine Einschätzung erfolgen, welche Parameter den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung qualitativ beeinflussen.

Hypothesen zur Ursache des Effekts

Die folgenden möglichen Mechanismen bezüglich der Ursache des Effekts der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung werden untersucht:

- Thermisch induzierte Spannungen (Thermal Ratcheting)
- Lokale Spannungsüberhöhung im Gefüge
- Oxidation
- Mikrostrukturelle Vorgänge bei anisothermer Beanspruchung

Mechanismenbasierte Modellbeschreibung

Auf den experimentellen Ergebnissen und der Ursachenuntersuchung aufbauend wird ein mechanistisches Kriechmodell entwickelt, welches in der Lage ist, das beobachtete Verhalten unter isothermer sowie anisothermer Beanspruchung wiederzugeben.

Zur Beschreibung des genannten Effekts stehen derzeit keine geschlossenen, modelltheoretischen Lösungen zur Verfügung. Neben dem besseren Verständnis möglicher mikrostruktureller Ursachen und anderer Einflussgrößen ist die Entwicklung einer modelltheoretischen Lösung zur Berechnung der Kriechdehnung bei Temperaturwechsel-Beanspruchung eine der zentralen Zielsetzungen der Untersuchungen im Rahmen dieser Forschungsarbeit.

4 Werkstoffe

Im Rahmen dieser Arbeit wurden vier verschiedene Werkstoffe untersucht. Dabei handelt es sich zum einen um die Nickel-Chrom-Eisen-Legierung 2.4633 (NiCr25FeAlY, Nicrofer 6025 HT, Alloy 602 CA), eine Schmiedelegerung zum Einsatz in Hochtemperaturindustriehöfen oder Wärmebehandlungsanlagen. Die zweite untersuchte Legierung ist die Gusslegierung 2.4879 (G-NiCr28W), auch eine Nickel-Chrom-Legierung mit Wolfram-Zusätzen, die ebenfalls im Bereich des Industrieofenbaus Anwendung findet. Die Datenbasis für die Nickelgusslegierung Centralloy 60 HT R und den austenitischen Stahl 1.4841 ist im Umfang etwas geringer als für die anderen Legierungen.

Die Schmiedelegerung 2.4633 und der Stahl 1.4841 liegen im lösungsgeglühten Zustand vor, während die beiden Schleuderguss-Werkstoffe im Gusszustand ohne Wärmebehandlung vorliegen.

4.1 Nickel-Chrom-Eisen-Legierung 2.4633 (NiCr25FeAlY, Nicrofer 6025 HT, Alloy 602 CA)

Beim Werkstoff 2.4633, Handelsnamen Alloy 602 CA oder Nicrofer 6025 HT, handelt es sich um eine Nickellegierung mit hohen Anteilen an Chrom und Eisen. Eine Auflistung der Legierungszusammensetzung der vier im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Schmelzen ist in Tabelle 1 zu finden.

Tabelle 1: Legierungszusammensetzung der untersuchten Schmelzen des Werkstoffs 2.4633

| 2.4633; Prüfzeichen: tLC | | | | | | | | | | | |
|---------------------------------------|------|------|-------|------|------|-------|------|-------|------|------|------|
| Element | C | Cr | Ni | Mn | Ti | Cu | Fe | P | Al | Zr | Y |
| Gew % | 0,17 | 25,3 | R61,9 | 0,06 | 0,14 | 0,01 | 9,7 | ~0,01 | 2,29 | 0,07 | 0,09 |
| 2.4633; Prüfzeichen: tLD | | | | | | | | | | | |
| Element | C | Cr | Ni | Mn | Ti | Cu | Fe | P | Al | Zr | Y |
| Gew % | 0,17 | 25,3 | R62,4 | 0,06 | 0,10 | 0,02 | 9,3 | 0,01 | 2,30 | 0,08 | 0,05 |
| 2.4633; Prüfzeichen: tKO ¹ | | | | | | | | | | | |
| Element | C | Cr | Ni | Mn | Ti | Cu | Fe | P | Al | Zr | Y |
| Gew % | 0,18 | 25,3 | R61,8 | 0,07 | 0,13 | <0,01 | 9,9 | 0,008 | 2,20 | 0,10 | 0,07 |
| 2.4633; Prüfzeichen: tKN ¹ | | | | | | | | | | | |
| Element | C | Cr | Ni | Mn | Ti | Cu | Fe | P | Al | Zr | Y |
| Gew % | 0,16 | 25,3 | R62,3 | 0,08 | 0,15 | 0,01 | 9,35 | 0,006 | 2,30 | 0,09 | 0,06 |

¹Daten aus [49]

Der hohe Chromgehalt von circa 25 Gew % führt in Kombination mit dem ebenfalls für Nickellegierungen vergleichsweise hohen Kohlenstoffgehalt von 0,2 Gew % zur Bildung von

primär ausgeschiedenen $M_{23}C_6$ -Karbiden, welche fein verteilt im Gefüge vorliegen. Diese Karbide sind auch bei Temperaturen von 1250 °C noch stabil und tragen somit neben der Mischkristallverfestigung zur Festigkeit der Legierung bei. Dies ist der Grund für die guten Hochtemperatureigenschaften der Legierung [50]. Die fein verteilten Karbide sind neben der Ausscheidungshärtung auch für eine stabile Korngröße bis zu hohen Temperaturen verantwortlich. Dadurch kann eine Grobkornbildung vermieden werden und die Legierung bleibt duktil [51].

Der Aluminiumgehalt sorgt neben dem enthaltenen Chrom für die Bildung einer stabilen Aluminiumoxid-Deckschicht, die auch bei Temperaturen oberhalb von 1000 °C nicht abdampft [52]. Die Haftung dieser dünnen Oxidschichten wird durch das enthaltene Yttrium verstärkt. So ist die Legierung auch bei sehr hohen Temperaturen noch ausreichend oxidationsbeständig.

Die Kombination aus sehr guter Hochtemperaturfestigkeit und guter Korrosionsbeständigkeit prädestiniert diesen Werkstoff für den Einsatz im Bereich thermischer Anlagen. Dadurch konnte er nach und nach die austenitischen, warmfesten Edelmehle im Bereich Industrieofenbau substituieren [53]. Bauteile wie Strahlheizrohre, Brenngehänge, Transportschienen oder Transportrollen, Drehrohröfen, Muffeln oder ähnliches werden heutzutage vielfach aus 2.4633 gefertigt [54].

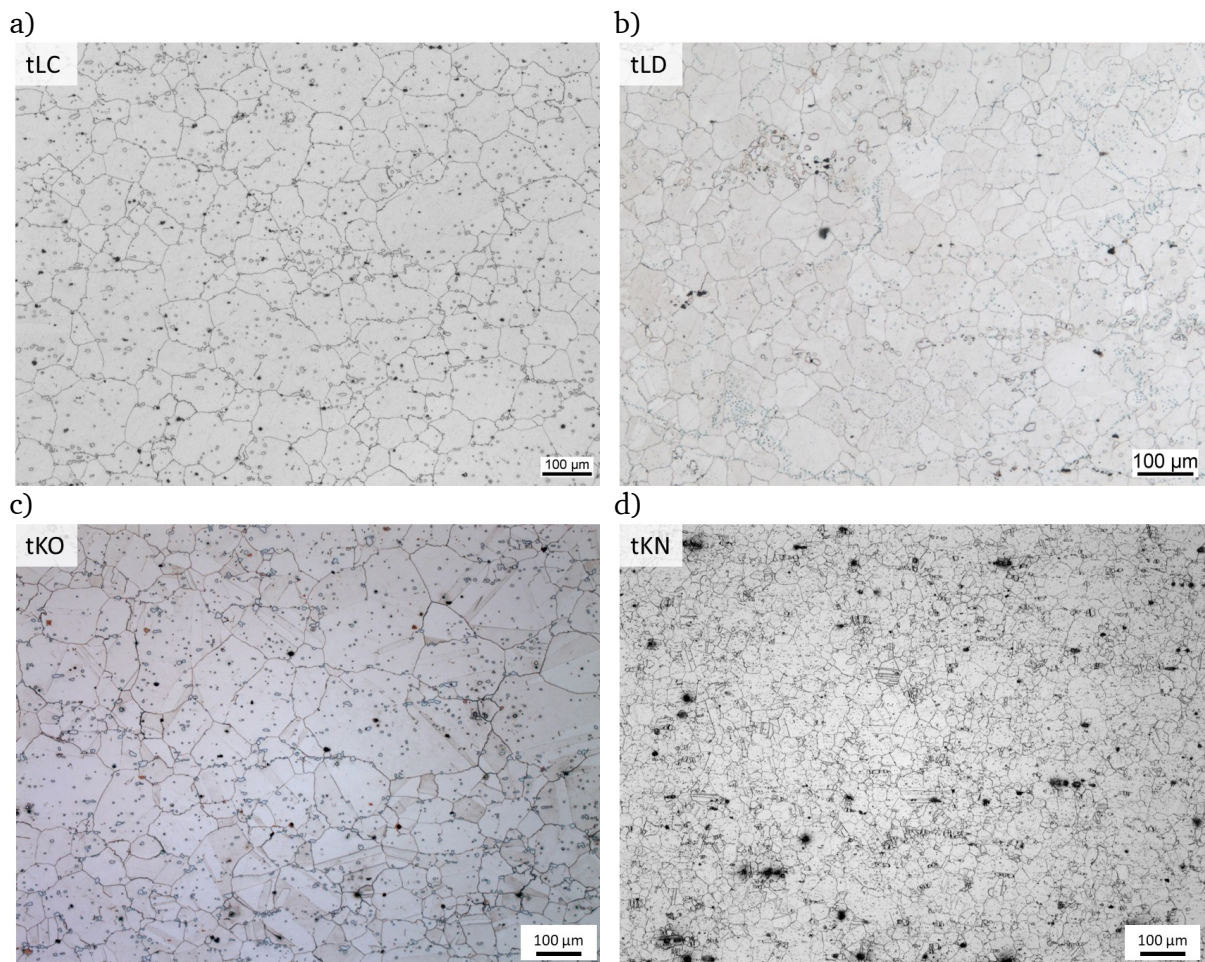


Abbildung 4-1: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Gefüges von 2.4633 im Grundzustand; a) Schmelze tLC, Ätzmittel: V2A-Beize; b) Schmelze tLD, Ätzmittel: V2A-Beize; c) Schmelze tKO, Ätzmittel: Adler(20)/Alkohol(80) [49]; d) Schmelze tKN, Ätzmittel: Adler(20)/Alkohol(80) [49]

Das Gefüge der Legierung ist austenitisch ausgebildet. In Abbildung 4-1 ist jeweils der Grundzustand der vier in dieser Arbeit untersuchten Chargen in einer lichtmikroskopischen Aufnahme dargestellt.

Das Gefüge jeder Charge zeigt gleichachsige Körner mit unterschiedlichen Durchmessern, welche durch unterschiedliche Lösungsglühtemperaturen eingestellt werden können [50]. Auf die mittlere Korngröße jeder Charge wird im nächsten Absatz genauer eingegangen. Neben der austenitischen Matrix sind Ausscheidungen in allen Aufnahmen erkennbar. Hierbei handelt es sich größtenteils um Karbide, die fein verteilt in den Körnern vorliegen. Diese bewegen sich in Größenordnungen von 2 bis 10 μm . Neben den Karbiden sind auch Nitride oder Karbonitride in der Legierung enthalten, die jedoch nur sehr vereinzelt auftreten. Eine entsprechende Aufnahme ist in Abbildung 4-2 dargestellt.

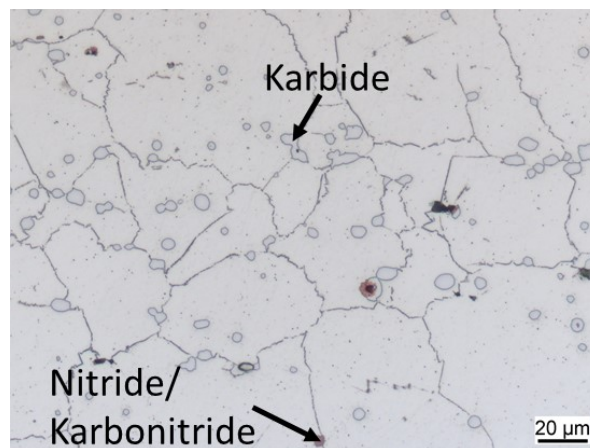


Abbildung 4-2: Detailaufnahme des Grundzustands von 2.4633 (tLC) mit Kennzeichnung verschiedener Ausscheidungsarten, geätzt mit V2A-Beize

Neben den Karbiden sind in allen Aufnahmen Poren oder Hohlräume erkennbar. Die Ursache hierfür ist nicht final geklärt. Es kann sich hierbei auch lediglich um Präparationsfehler handeln, weil die harten Karbide dazu neigen, bei der Schlifferstellung herausgelöst zu werden.

Die Korngröße der vier Chargen unterscheidet sich stark. Für jede Charge wurde sie nach der Norm DIN EN ISO 643 [55] bestimmt. Anhand von fünf unterschiedlichen Aufnahmen wurde mit Hilfe des Linienschnittverfahrens die Korngröße ermittelt.

Eine Übersicht über die mittleren Korndurchmesser der vier untersuchten Chargen ist in Tabelle 2 gegeben.

Tabelle 2: Mittlere Korndurchmesser der verschiedenen Chargen des Werkstoffs 2.4633

| 2.4633 | tLC | tLD | tKO [49] | tKN [49] |
|--|------------|------------|------------|------------|
| Mittlerer Korndurchmesser in μm nach DIN EN ISO 643 | 62,5 (G=5) | 44,2 (G=6) | 85 (G=3-6) | 33 (G=6-8) |

Bei der Betrachtung der Gefüge im Grundzustand fällt auf, dass die Mikrostruktur recht inhomogen ist. Die Korngröße variiert stark. Es sind in allen Chargen sehr kleine und sehr große Körner zu entdecken. Die mittlere Korngröße dient als Orientierungswert. Dennoch kann das Gefüge der Schmelze tKN als deutlich feinkörniger beschrieben werden als das Gefüge der anderen drei Schmelzen. Bei der Schmelze tKO sind vergleichsweise häufig sehr große Körner von bis zu 500 μm zu entdecken. Die Schmelzen tLC und tLD zeigen eine etwas homogenere

Mikrostruktur als tKO, aber auch hier ist bei genauerer Betrachtung festzustellen, dass der mittlere Korndurchmesser von tLD etwas kleiner ist als jener der Schmelze tLC. Auf den Einfluss der Korngröße wird im Ergebnisteil noch genauer eingegangen.

4.2 Nickel-Chrom-Eisen-Gusslegierung 2.4879 (G-NiCr28W)

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Nickel-Chrom-Eisen-Legierung 2.4879 (G-NiCr28W) untersucht. Hierbei handelt es sich im Unterschied zu 2.4633 um einen Gusswerkstoff, der im Schleudergussverfahren zu dickwandigen Rohren verarbeitet wird.

Die Legierungszusammensetzung der untersuchten Schmelze ist in Tabelle 3 aufgelistet.

Tabelle 3: Legierungszusammensetzung der untersuchten Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879

| 2.4879; Charge: cMT | | | | | | | | | | |
|---------------------|-------|-------|-------|------|-----|-----|------|-------|-------|-------|
| Element | Ni | Cr | Fe | W | C | Mn | Si | Al | Mo | Nb |
| Gew % | 47,61 | 28,76 | R15,9 | 4,53 | 0,5 | 1,3 | 1,27 | 0,023 | 0,016 | 0,006 |

Die Schmelze cMT wurde im Ausgangszustand lichtmikroskopisch untersucht. Die Probenentnahme erfolgte in Längsrichtung des Schleudergussrohrs (Abbildung 4-3).

Die Mikrostruktur der Nickel-Gusslegierung zeigt sich als austenitische Matrix mit primär ausgeschiedenen Karbiden im innerdendritischen Raum bzw. auf den Dendritgrenzen. Laut [3] handelt es sich zum einen um schwerere Wolfram-Karbide und zum anderen um leichtere Chrom-Karbide.

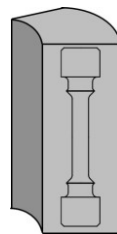
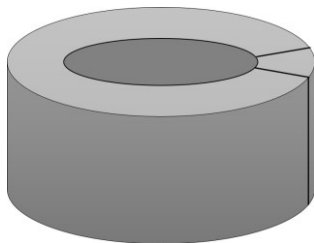


Abbildung 4-3: Schematische Zeichnung des Schleudergussrohrs und der Entnahme der Rohlinge für die Probenfertigung

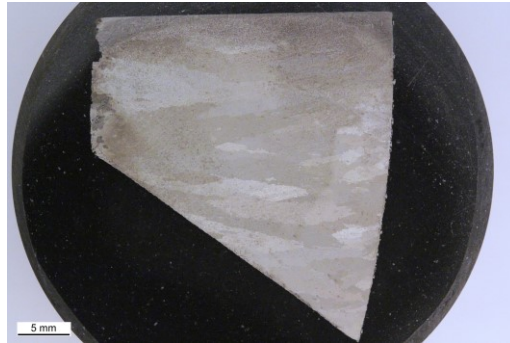
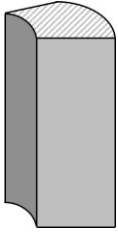


Abbildung 4-4: Lichtmikroskopische Aufnahme der Draufsicht auf entnommenen Gussrohling; Ätzung: V2A-Beize

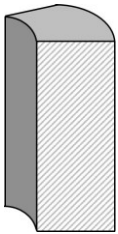


Abbildung 4-5: Lichtmikroskopische Aufnahme des Längsschliffs des entnommenen Gussrohlings; Ätzung: V2A-Beize

In den Übersichtsaufnahmen von Längs- und Querschliff ist kein deutlicher Unterschied bzw. keine eindeutige Richtungsabhängigkeit erkennbar (Abbildung 4-4, Abbildung 4-5). Die Korngröße des Gussgefüges liegt im Millimeterbereich. Die Körner zeigen eine längliche, nadelartige Form in radialer Richtung des Ausgangsrohrs.

Weitere lichtmikroskopische Aufnahmen der untersuchten Schmelze cMT im Ausgangszustand in höheren Auflösungen sind in Abbildung 4-6 gezeigt.

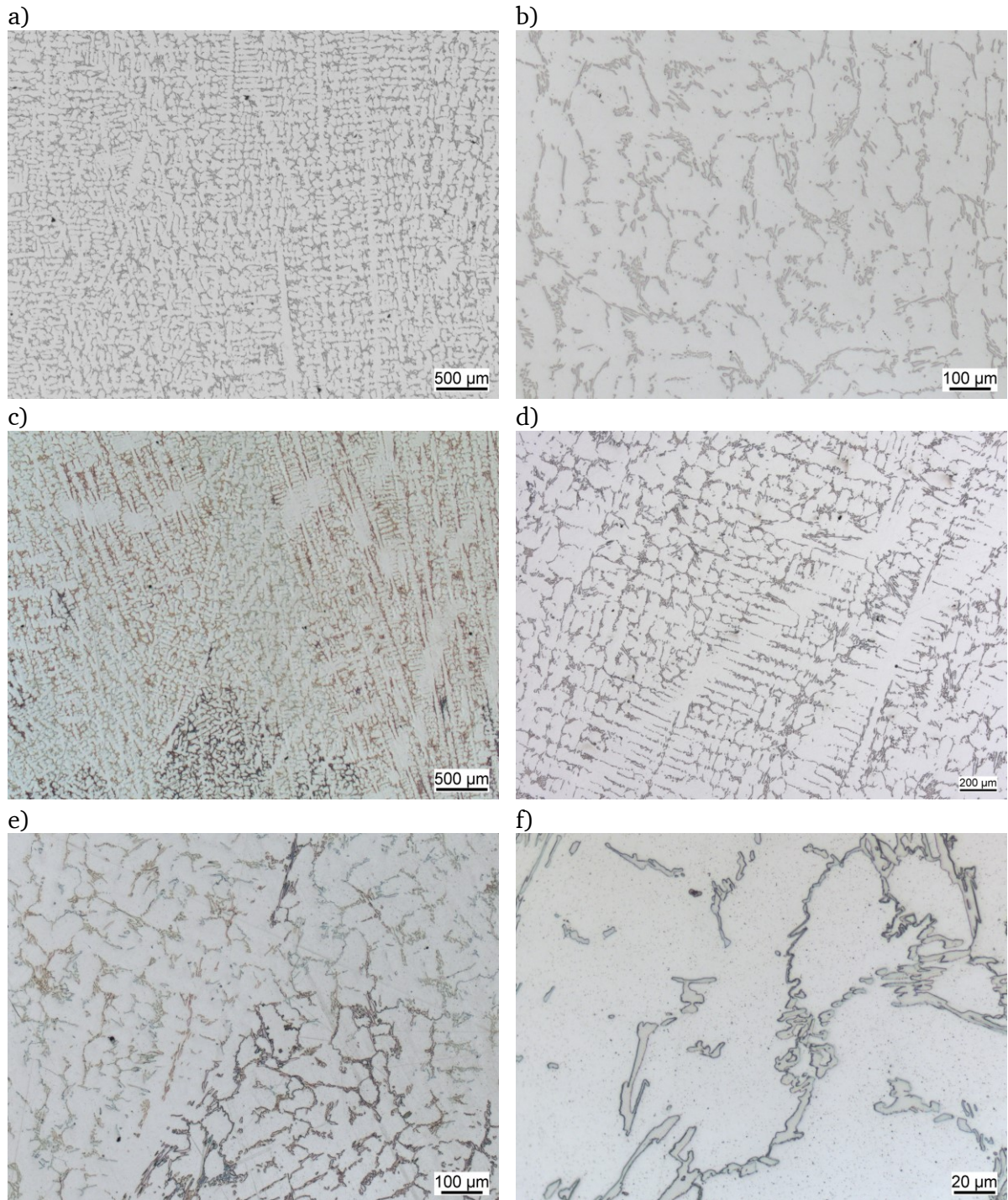


Abbildung 4-6: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Gefüges von 2.4879 (cMT) im Grundzustand; a) und b) Gefügeübersichtsaufnahmen ungeätzt, c), d) und e) Gefügaufnahmen nach Ätzung mit V2A-Beize. f) Detailaufnahme der interdendritisch ausgeschiedenen Karbide, Ätzung V2A-Beize

4.3 Weitere Werkstoffe

Neben den beiden genannten Werkstoffen wurden ausgewählte Untersuchungen an der Nickelgusslegierung Centralloy 60 HTR und dem austenitischen Stahl 1.4841 durchgeführt. Das

weniger umfangreiche Versuchsprogramm an diesen Werkstoffen diene der Absicherung der an den zuvor genannten Werkstoffen gewonnenen Erkenntnisse.

4.3.1 Nickel-Chrom-Gusslegierung Centralloy 60 HT R (G-NiCr25Al4)

Bei der Nickel-Chrom-Eisenlegierung Centralloy 60 HT R handelt es sich ebenfalls um eine Gusslegierung, die im Bereich des Ofenbaus Einsatz findet.

Die Legierung enthält neben den drei Hauptelementen Nickel, Chrom und Eisen noch Zusätze von Aluminium, Wolfram und Niob. Eine typische Zusammensetzung ist in Tabelle 4 aufgelistet.

Tabelle 4: Typische Legierungszusammensetzung des Werkstoffs Centralloy 60 HT R

| Centralloy 60 HT R; Charge: cMS; (typische Zusammensetzung, im Einzelfall leichte Abweichung möglich)[6] | | | | | | | |
|--|------|-------|-----|----|---------|-----|-------|
| Element | Ni | Cr | Fe | W | C | Al | Nb |
| Gew % | Rest | 24-30 | <10 | <5 | 0,3-0,6 | 3-5 | 0,4-1 |

Die Zusammensetzung der vorliegenden Schmelze cMS kann nicht genau angegeben werden, da hier Herstellerangaben fehlen.

Die Mikrostruktur im Ausgangszustand setzt sich zusammen aus einer austenitischen Ni-Cr-Fe-Matrix und primär, interdendritisch ausgeschiedenen M_7C_3 - bzw. MC-Karbiden. Laut Hersteller [6] können im Dendriteninneren sehr feine γ' Ausscheidungen (Ni_3Al) detektiert werden. Diese lösen sich aber bei Einsatztemperatur (900 bis 1100 °C) auf.

Centralloy 60 HT R gehört zu den Aluminium-Oxid-Bildnern, dadurch kann die Legierung sehr gut in oxidierenden und aufkohlenden Atmosphären eingesetzt werden [6].

In Abbildung 4-7 sind lichtmikroskopische Aufnahmen des Ausgangszustands gezeigt. Das grobkörnige Gussgefüge ist auch hier gut erkennbar. In Abbildung 4-7a ist auf der Innenseite die grobe Gushaut mit Poren und kleinen Körnern erkennbar. Nach außen hin wird das Gefüge einheitlicher und grobkörniger. Auch hier liegt die Korngröße im Millimeterbereich und es kann eine nadelige Kornstruktur vom Rohrinternen nach außen festgestellt werden. In Abbildung 4-7b bis d sind die dendritische Struktur und die ausgeschiedenen Karbide erkennbar.

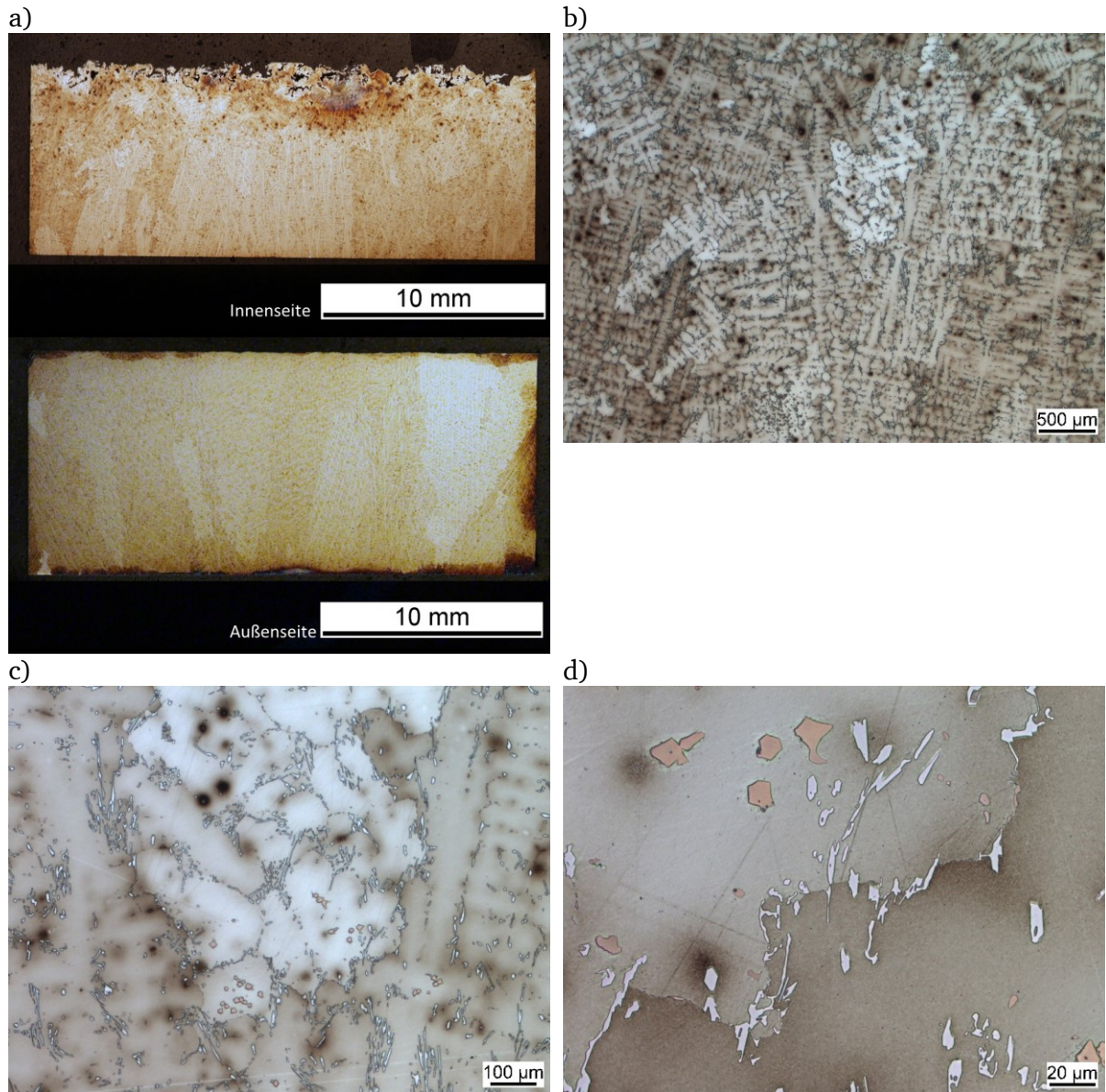


Abbildung 4-7: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Ausgangszustands der Legierung cMS; a) Übersichtsaufnahme b), c) und d) Detailaufnahmen des dendritischen Gefüges mit enthaltenen Karbiden und Nitriden, Ätzmittel: V2A-Beize

4.3.2 Chrom-Nickel-Stahl-Werkstoff 1.4841

Auch der vierte untersuchte Werkstoff, der Chrom-Nickel Stahl 1.4841 findet Anwendung im Bereich des Ofenbaus, aber auch in der chemischen Industrie oder im Maschinenbau.

Die genaue Legierungszusammensetzung der untersuchten Schmelze eLC ist in Tabelle 5 aufgelistet.

Tabelle 5: Legierungszusammensetzung der untersuchten Schmelze eLC des Werkstoffs 1.4841

| 1.4841; Charge: eLC | | | | | | | | | |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|------|------|------|------|------|
| Element | Ni | Cr | Fe | C | Mn | Si | Mo | Cu | Co |
| Gew % | 20,45 | 24,13 | R50,9 | 0,027 | 1,65 | 2,31 | 0,16 | 0,21 | 0,12 |

Auch von diesem Werkstoff wurden Schliffe im Ausgangszustand angefertigt und lichtmikroskopisch untersucht. Entsprechende Aufnahmen sind in Abbildung 4-9 gezeigt. Es handelt sich um einen austenitischen Stahl mit entsprechend kubisch flächenzentriertem (kfz) Gitter. Typisch für diesen Gittertyp ist in den lichtmikroskopischen Aufnahmen Zwillingsbildung erkennbar. Durch die vergleichsweise hohe Anzahl an Gleitebenen im kfz-Gitter und die dadurch begünstigte kaltplastische Verformung, aber auch durch thermische Rekristallisation können Zwillinge im Korn entstehen. Dabei handelt es sich um eine Verkipfung des Gitters. Die Orientierung des Kristalls innerhalb eines Kornes kann entlang der Zwillingsgrenze gespiegelt werden. Die gerade Form innerhalb der Körner spricht für kohärente Zwillingsbildung [56].

Auffällig an der vorliegenden Schmelze in Form von Stangenabschnitten ist die variierende Korngröße. Im äußeren Bereich ist eine vergleichsweise grobe Kornstruktur erkennbar, während zum Stangeninneren hin ein sehr viel feineres Gefüge vorliegt. Da der Durchmesser der Rundrohlinge 20 mm betrug, der Prüfbereich der daraus gefertigten Proben jedoch nur 8,4 mm im Querschnitt hat und die Proben mittig entnommen wurden, kann davon ausgegangen werden, dass in diesem Bereich ein einheitliches, feinkörniges Gefüge vorliegt.

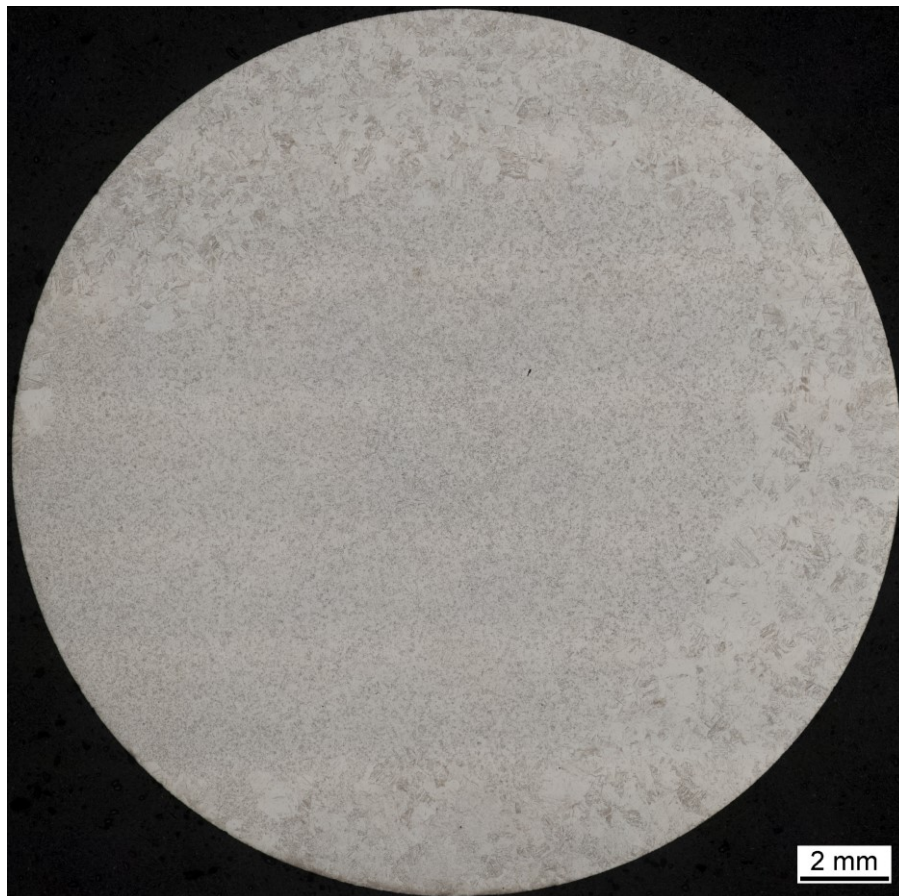


Abbildung 4-8: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Ausgangszustands der Schmelze eLC; Übersichtsaufnahme des Rohlingsquerschnitts

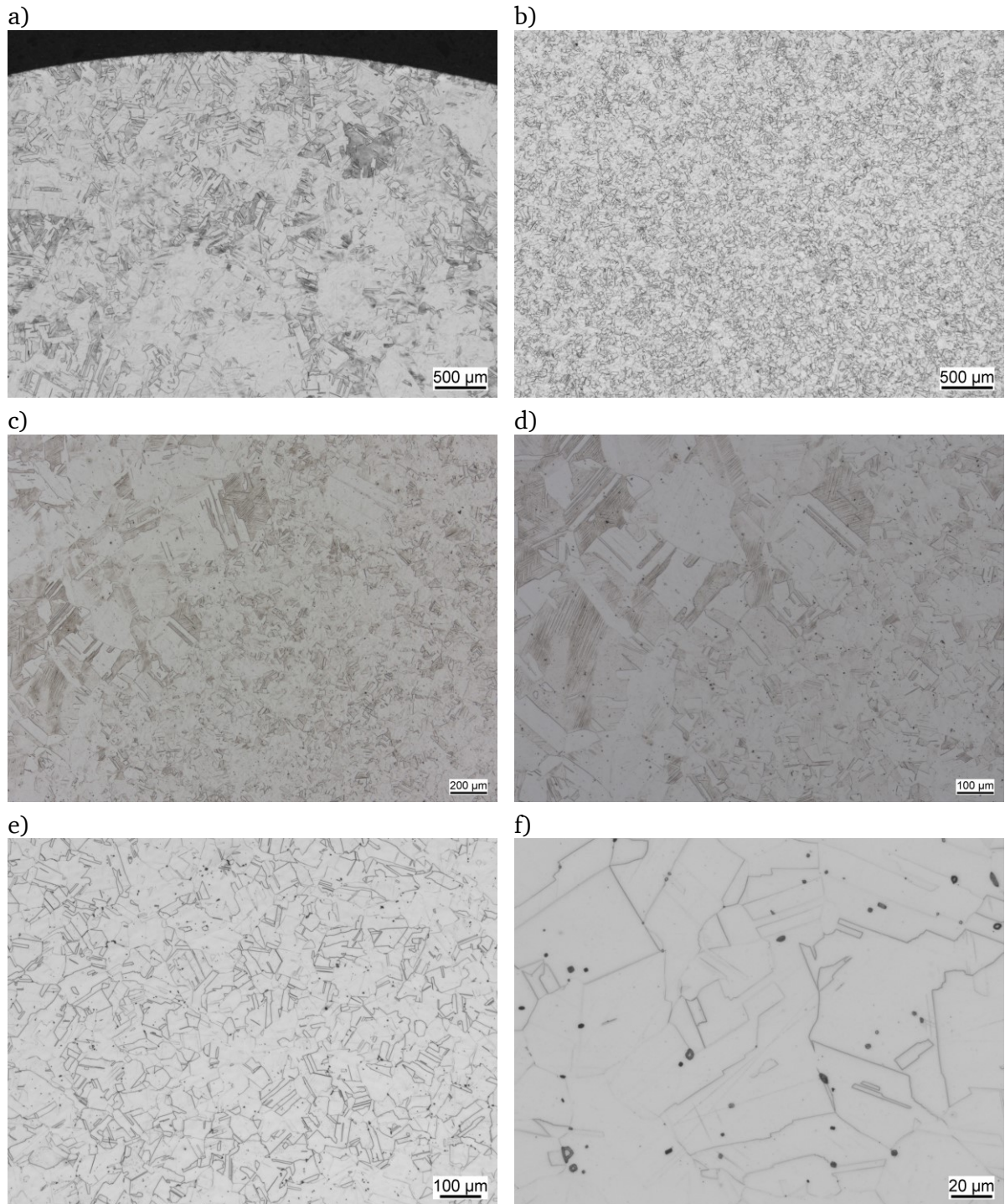


Abbildung 4-9: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Ausgangszustands der Schmelze eLC; a) - f) Detailaufnahmen des Gefüges; Ätzmittel: V2A-Beize

Aufgrund der ausgeprägten Zwillingsbildung ist eine eindeutige Korngrößenbestimmung nicht möglich. Zusätzlich liegt ein großer Unterschied zwischen Randbereich und Stangeninneren vor.

Bei den in Tabelle 6 angegebenen Werten handelt es sich demnach um Schätzwerte, die mit Hilfe einer Vergleichsvorlage bestimmt wurden, die über einen Messeinschub am Mikroskop über das Gefügebild gelegt wurde.

Tabelle 6: Mittlerer Korndurchmesser der Charge eLC des Werkstoffs 1.4841

| | |
|--|--|
| 1.4841 | eLC |
| Mittlerer Korndurchmesser in μm | Rand: 250 (G=1) Inneres: 62,5 (G=5) |

4.4 Warmzugversuche zur Einordnung der Schmelze

An allen untersuchten Schmelzen wurde zur Einordnung in das jeweilige Streuband des Werkstoffs je ein Warmzugversuch bei 900 °C und bei 1100 °C durchgeführt.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 7 aufgelistet.

Tabelle 7: Übersicht über alle durchgeführten Warmzugversuche

| Werkstoff | Temperatur (° C) | Bezeichnung | $R_{p0,2\%}$ (MPa) | E-Modul (GPa) |
|--------------------|------------------|-------------|--------------------|---------------|
| 2.4633 | 900 | tLC9z1 | 103 | 130,7 |
| 2.4633 | 1100 | tLC11z1 | 35 | 101,3 |
| 2.4633 | 900 | tLD9z1 | | 151,1 |
| 2.4633 | 1100 | tLD11z1 | 27 | 93,2 |
| 2.4879 | 900 | cMT9z1 | 108 | 102,6 |
| 2.4879 | 1000 | cMT1z1 | 70 | 100,7 |
| 2.4879 | 1100 | cMT11z1 | 46 | 102,3 |
| 1.4841 | 900 | eLC9z1 | 94 | 100,9 |
| 1.4841 | 1100 | eLC11z1 | 18 | 79,7 |
| Centralloy 60 HT R | 900 | cMS9z5 | 320 | 115,4 |
| Centralloy 60 HT R | 1100 | cMS11z4 | 30 | 91,6 |

Um die untersuchten Werkstoffe und Schmelzen in ihren Festigkeitseigenschaften vergleichen zu können, sind zunächst die Fließkurven der vier Schmelzen bei 900 °C und bei 1100 °C einander gegenübergestellt.

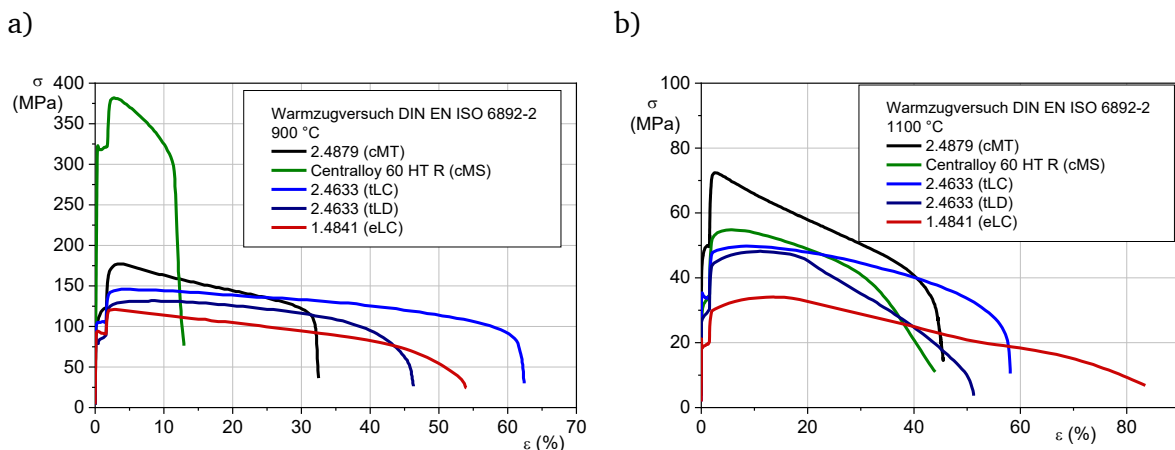


Abbildung 4-10: Fließkurven der untersuchten Schmelzen bei a) 900 °C und b) bei 1100 °C

Bei 900 °C zeigen die Fließkurven der beiden Gusswerkstoffe die höchsten Zugfestigkeiten R_m , wobei der Werkstoff Centralloy 60 HT R mit knapp 375 MPa die Werte der anderen Werkstoffe weit übertrifft. Diese zeichnen sich jedoch mit erheblich höheren Bruchdehnungen von 30-60 % im Vergleich zum Werkstoff Centralloy 60 HT R (circa 12 %) aus.

Bei 1100 °C zeigt der Gusswerkstoff 2.4879 die höchste Festigkeit mit knapp 70 MPa, der Stahl 1.4841 liegt mit einer Festigkeit von circa 30 MPa am niedrigsten, zeigt aber die höchsten Verformungskennwerte mit einer Dehnung von >80 %. Die Dehnung der übrigen Werkstoffe liegt im Bereich zwischen 40 % und 60 %.

Zur Einordnung der jeweils vorliegenden Schmelze in das Streuband des Werkstoffs wurden charakteristische Größen wie die Streckgrenze $R_{p0,2\%}$, die Zugfestigkeit R_m , die Bruchdehnung A_u und die Brucheinschnürung Z_u aus verschiedenen Literaturquellen über der Temperatur aufgetragen und mit den vorliegenden Werten verglichen [6, 57–60].

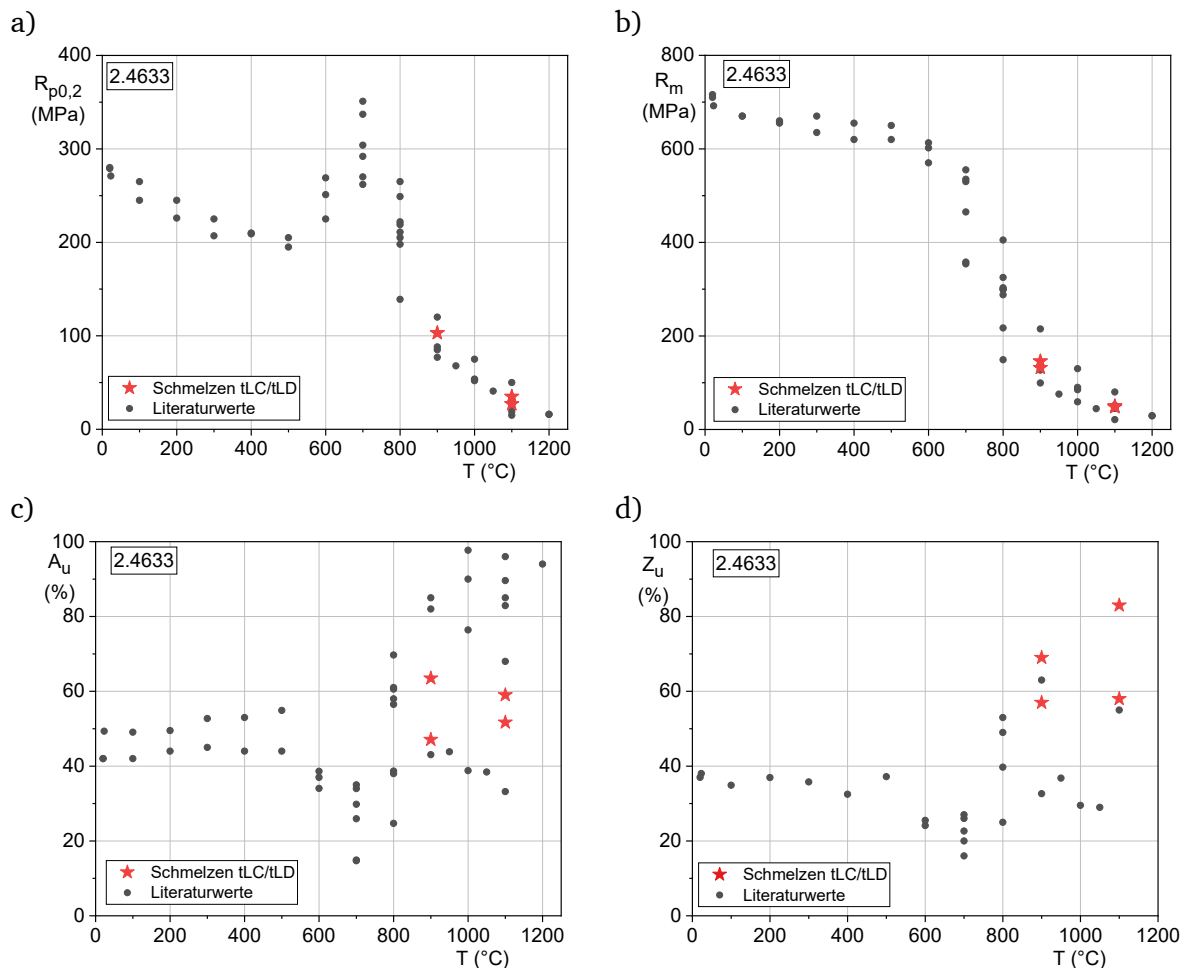


Abbildung 4-11: Einordnung der Materialkennwerte der vorliegenden Schmelzen des Werkstoffs 2.4633 in das vorliegende Streuband des Werkstoffs; a) Streckgrenze $R_{p0,2\%}$, b) Zugfestigkeit R_m , c) Bruchdehnung A_u , d) Brucheinschnürung Z_u [57]

Für den Werkstoff 2.4633 kann anhand der Diagramme festgestellt werden, dass die vorliegenden untersuchten Schmelzen sich im Temperaturbereich der Experimente gut in das vorhandene Werkstoffstreuband einfügen. Die Ergebnisse der nachfolgenden Untersuchungen können daher als für den Werkstoff repräsentativ angesehen werden.

Auch für die Schmelzen der weiteren untersuchten Werkstoffe wurden Herstellerangaben oder andere Literaturangaben für einen Schmelzenvergleich herangezogen. Die Ergebnisse hierzu sind in Anhang A zu finden.

Alle untersuchten Werkstoff-Chargen zeigen zu Literatur- oder Herstellerangaben vergleichbare Werkstoffkennwerte. Die vorliegenden Chargen können demnach als exemplarisch für die jeweilige Werkstoffsorte in Bezug auf Festigkeitseigenschaften im genannten Temperaturbereich angesehen werden.

5 Nachweis, Einflussparameter und phänomenologische Beschreibung

Während isotherme Kriechversuche für die grundlegende Werkstoffcharakterisierung unter Laborbedingungen geeignet sind, stellen anisotherme Versuche das Bindeglied zu den realen Anwendungsbedingungen in Bauteilen dar, bei denen konstante Temperaturen eher die Ausnahme sind.

Im Folgenden werden zunächst die durchgeführten isothermen Kriechversuche vorgestellt und im Anschluss anhand von anisothermen Kriechversuchen der festgestellte Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung genauer analysiert und untersucht und sein Auftreten ein- bzw. abgegrenzt gegen das zu erwartende Kriechverhalten im anisothermen Fall.

5.1 Isotherme Datenbasis

Isotherme Kriechversuche dienen der Ermittlung zeitabhängiger Verformungskennwerte in Abhängigkeit der jeweiligen Spannung und Temperatur.

Bei gleichen thermischen und mechanischen Lasten können isotherme Kriechversuche mit anderen untersuchten Schmelzen verglichen und so in das Streuband des Werkstoffs eingeordnet werden. Das stellt sicher, dass die vorliegende Charge repräsentativ für die jeweilige Werkstoffklasse ist.

Zur Vergleichbarkeit mit den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Temperaturwechsel-Kriechversuchen wurden isotherme Kriechversuche bei den selben thermischen und mechanischen Lasten gefahren. Diese Versuche sind wichtig, um eventuelle Unterschiede in der Kriechantwort des Werkstoffs unter Temperaturwechsel-Belastung zu erkennen und den Einfluss von bestimmten Parametern (wie beispielsweise der Korngröße) einschätzen zu können. Außerdem sind sie Grundlage für die meisten ingenieurmäßigen Auslegungen.

Anhand der isothermen Kriechversuche wird die Eignung der vorgestellten Werkstoffe für den entsprechenden Anwendungsbereich, bzw. die gegebenen Bedingungen (sehr hohe Temperaturen und niedrige mechanische Lasten) deutlich. Die im Ofenbau aufgebrachten mechanischen Spannungen sind in der Regel sehr gering. Die betrachteten Bauteile unterliegen oftmals nur ihrem Eigengewicht. Dafür müssen die Komponenten vergleichsweise hohen Temperaturen ($\sim 0,8 T_m$) standhalten.

Eine Übersicht über die durchgeführten isothermen Kriechversuche ist in Tabelle 8 aufgelistet.

Tabelle 8: Auflistung durchgeführter isothermer Kriechversuche mit den jeweiligen Versuchsparametern

| Schmelze | Spannung in [MPa] | T in [°C] | Probenbezeichnung |
|----------|----------------------|--------------|-------------------|
| tLC | 2 | 900 | tLC9z2 |
| tLC | 2 | 1100 | tLC1.1z4 |
| tLD | 7,1 | 1100 | tLD1.1za31 |
| tLD | 4,6 | 1100 | tLD1.1za20 |
| tLD | 2 | 1100 | tLD1.1za28 |

| | | | |
|-----|-----|------|------------|
| tLD | 4,6 | 1050 | tLD1.1za29 |
| tLD | 4,6 | 1000 | tLD1.1za34 |
| tKN | 4,6 | 1100 | tKN1.1za7 |
| tKN | 2 | 1100 | tKN1.1za8 |
| cMT | 2 | 900 | cMT9z2 |
| cMT | 2 | 1000 | cMT1z2 |
| cMT | 2 | 1100 | cMT1.1z2 |
| eLC | 2 | 900 | eLC9z2 |
| eLC | 2 | 1100 | eLC11z2 |
| eLC | 4,6 | 1100 | eLC1.1za6 |
| cMS | 2 | 900 | cMS9z2 |
| cMS | 2 | 1100 | cMS1.1z6 |
| cMS | 7,1 | 1100 | cMS1.1z9 |

Die Versuche, die Gegenstand der vorliegenden Arbeit sind, wurden entsprechend der Norm DIN EN ISO 204 [61] in Einzelprüfmaschinen mit kontinuierlicher Dehnungsmessung durchgeführt (Abbildung 5-1a).

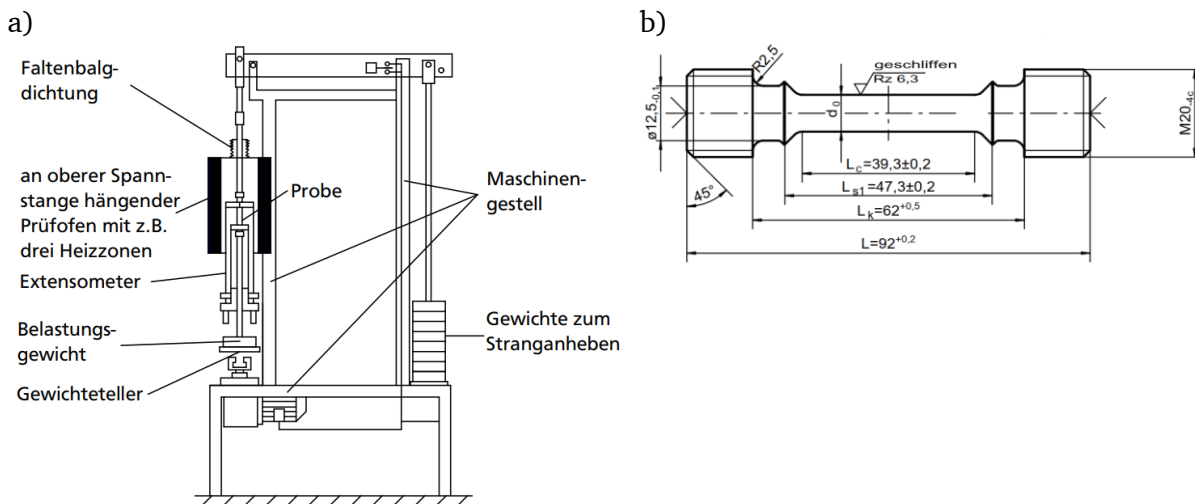


Abbildung 5-1: a) Schematische Darstellung Direkthängevorrichtung nach [62, 63] b) Standard-Probentyp 1

Die Dehnungsmessung erfolgt über axiale Extensometer, die mit Hilfe von Messschalen und Messklötzen an den Messschneiden der Probe (Abbildung 5-1b) angebracht sind und über keramische Extensometerstangen die Verlängerung der Probe unterhalb des Ofens an induktive Weggeber weitergeben.

Die Temperatur an der Probe wird über drei Thermoelemente vom Typ S (Pt-PtRh) gemessen. Ein Thermoelement wird dafür in der Mitte der Probe und je ein weiteres Thermoelement an den Muffen oberhalb und unterhalb der Probe angebunden. In Verbindung mit dem 3-Zonen-Konvektionsofen kann so eine gleichmäßige Temperaturverteilung über die gesamte Probenlänge sichergestellt werden.

In Abbildung 5-2a ist der Versuchsaufbau beispielhaft gezeigt. Rechts in Abbildung 5-2b ist eine Detailaufnahme der eingebauten Probe mit angeschraubten Messklötzen und eingesetzten

keramischen Axialextensometern zu sehen. Auch die angebrungenen Thermoelemente sind deutlich erkennbar.

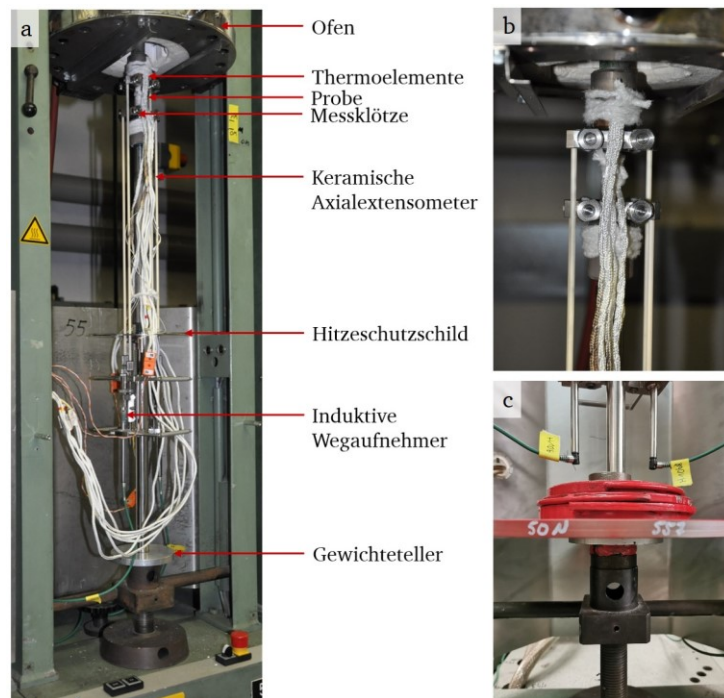


Abbildung 5-2: Beispielhafte Aufnahme eines Direkthängeversuchs, a) Übersichtsaufnahme Probeneinbau, b) Detailaufnahme Probe mit Messklötzen, keramischen Axialextensometern und drei angebrungenen Thermoelementen, c) Detailaufnahme Direkthängevorrichtung aufgesetzt, Gewichteteller mit Gewichten

In Abbildung 5-2c ist eine Detailaufnahme des aufgesetzten Gewichtetellers mit aufgelegten Gewichten zu sehen. Zur Lastaufbringung wird die Spindel, auf welcher der Teller hier noch aufsitzt, abgesenkt, so dass die Gewichte frei hängen.

Die Auftragung der isothermen Kriechkurven der Schmelze tLC des Werkstoffs 2.4633 bei Minimal- und Maximaltemperatur der meisten niederzyklischen Versuche (900 °C und 1100 °C) (Abbildung 5-3) zeigt die Eignung des Werkstoffs für den Einsatz unter den genannten Bedingungen.

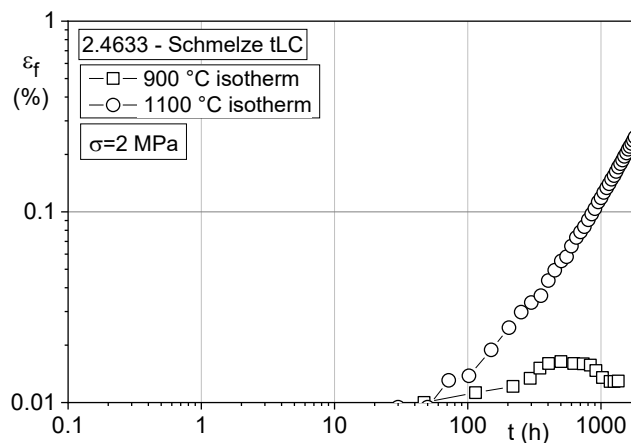


Abbildung 5-3: Isotherme Kriechkurven der Schmelze tLC des Werkstoffs 2.4633 bei unterschiedlichen Temperaturen

Die Kriechkurve des 1100 °C-Versuchs zeigt nach circa 2100 Stunden eine Kriechdehnung von ungefähr 0,35 %. Bei der 900 °C-Probe ist hingegen fast kein Dehnungszuwachs messbar. Kleinere Schwankungen liegen in der Größenordnung der Messunsicherheit von 0,01 % und haben keine systematische Ursache.

Die Eignung des Werkstoffs für die genannte Anwendungsklasse wird auch in einer Darstellung der beiden Versuche in einem 0,2 %-Zeitdehngrenz-Diagramm deutlich (Abbildung 5-4). Hier wurden Isothermen aus bereits vorhandenen Daten für den Werkstoff 2.4633 berechnet und die beiden Versuche eingetragen. Der 1100 °C-Versuch zeigt eine gute Übereinstimmung mit der berechneten Dehngrenzkurve. Die 900 °C-Isotherme liegt bei 2 MPa bei sehr hohen Zeiten. Da der 900 °C-Kriechversuch aber bereits nach 1347 Stunden ausgebaut wurde und zu diesem Zeitpunkt noch keine 0,2 % Dehnung erreicht wurden, ist der Messpunkt mit einem Pfeil versehen.

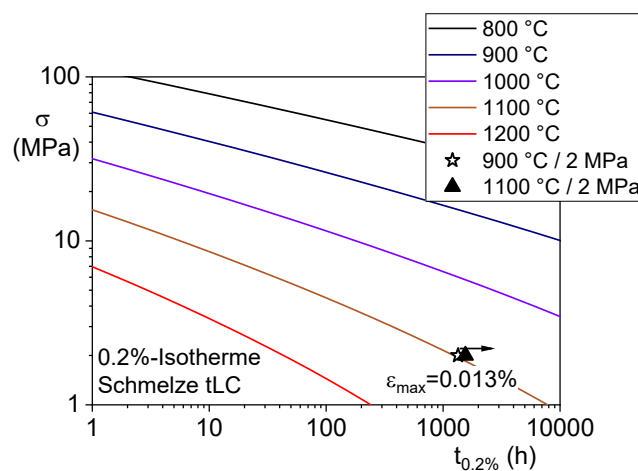


Abbildung 5-4: Berechnete 0,2 %-Dehngrenzen mit Messpunkten der Schmelze tLC für den isothermen 900 °C- und 1100 °C-Kriechversuch

Auch für die Schmelze tLD mit der kleineren Korngröße wurden isotherme Kriechversuche bei 1100 °C, 1050 °C und 1000 °C durchgeführt (Abbildung 5-5a). Die aufgebrachte mechanische Spannung liegt hier mit 4,6 MPa etwas höher. Entsprechend sind auch höhere Dehnungen messbar. Dieses Verhalten zeigt auch der Gusswerkstoff 2.4879 (Abbildung 5-5b).

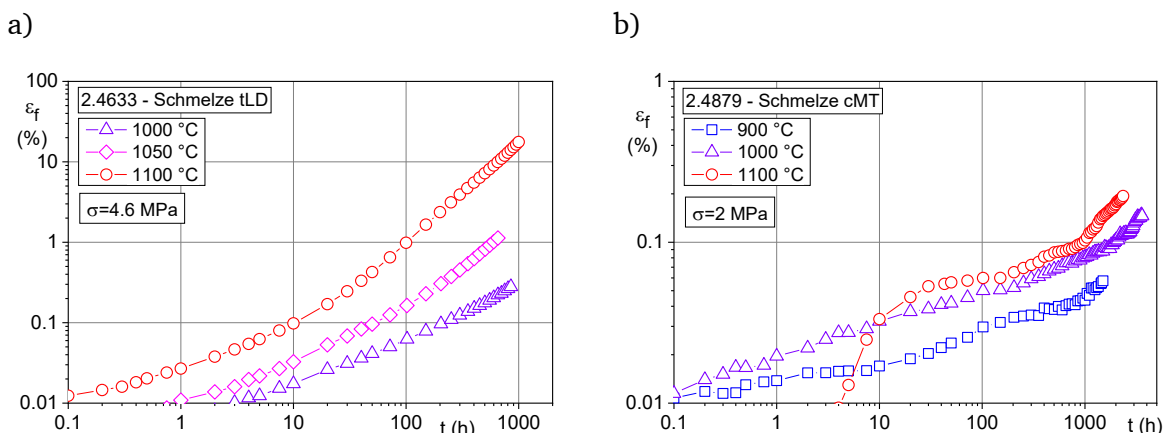


Abbildung 5-5: Vergleich isothermer Kriechkurven bei unterschiedlichen Temperaturen a) für die Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 und b) die Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879

In Abbildung 5-6 zeigt sich der Einfluss der unterschiedlichen Spannungen in einer Staffellung der Kriechkurven für die beiden Werkstoffe 2.4633 und Centralloy 60 HT R.

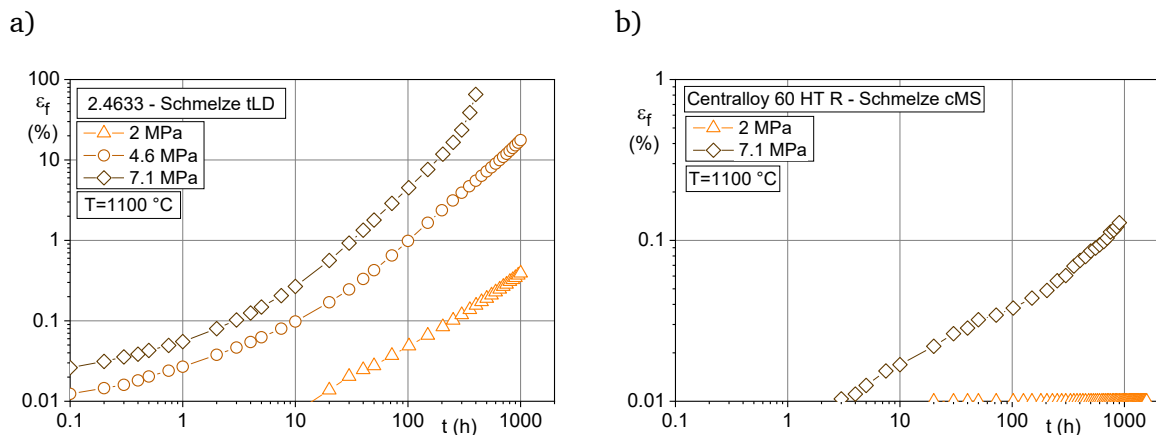


Abbildung 5-6: Vergleich isothermer Kriechkurven bei unterschiedlichen Spannungen a) für die Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 und b) die Schmelze cMS des Werkstoffs Centralloy 60 HT R

Auch der Werkstoff 1.4841 zeigt im isothermen Fall das erwartete Materialverhalten unter Kriechbeanspruchung. Mit zunehmender Temperatur und zunehmender Spannung steigt die gemessene Kriechdehnung (Abbildung 5-7).

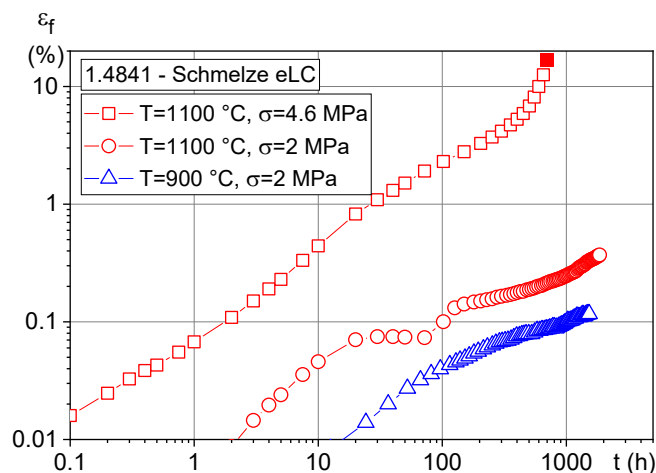


Abbildung 5-7: Vergleich isothermer Kriechversuche des Werkstoffs 1.4841 bei unterschiedlichen Spannungen und Temperaturen

Bei gleicher mechanischer Spannung und Temperatur zeigen die isothermen Kriechversuche unterschiedlicher Schmelzen bei kleineren Korngrößen höhere Kriechdehnungen (Abbildung 5-8).

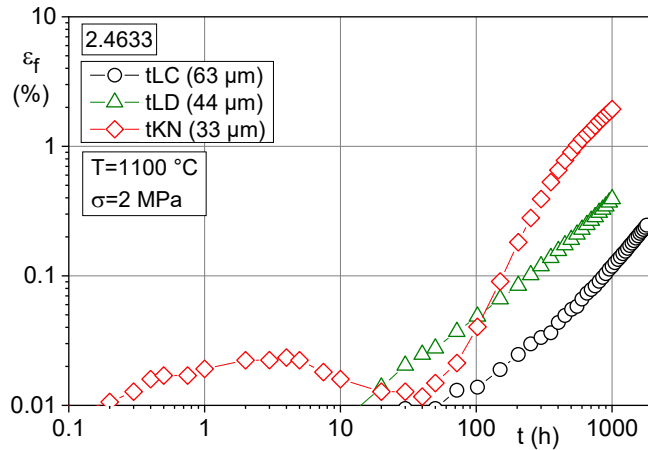


Abbildung 5-8: Vergleich isothermer Kriechkurven des Werkstoffs 2.4633 an unterschiedlichen Schmelzen, bzw. unterschiedlichen Korngrößen

Anhand der isothermen Kriechversuche können festigkeitsspezifische Kennwerte ermittelt werden, welche für die Auslegung von Bauteilen unter thermischer und mechanischer Last benötigt werden. Im Fall dieser Arbeit dienen sie außerdem der Vergleichbarkeit mit den folgenden anisothermen Kriechversuchen. Die Versuche zeigen bekannte Tendenzen im Kriechverhalten, mit zunehmender Temperatur und mechanischer Spannung kann eine höhere Kriechdehnung festgestellt werden. Auch der vielfach beobachtete Zusammenhang zwischen einer zunehmenden Kriechdehnung bei abnehmender Korngröße kann beobachtet werden.

5.2 Nachweis des Effekts

Der Vergleich von isothermen Kriechkurven bei 900 °C und 1100 °C mit einer Kriechkurve einer zwischen diesen Temperaturen zyklierten Probe zeigt ein überraschendes Werkstoffverhalten (Abbildung 5-9).

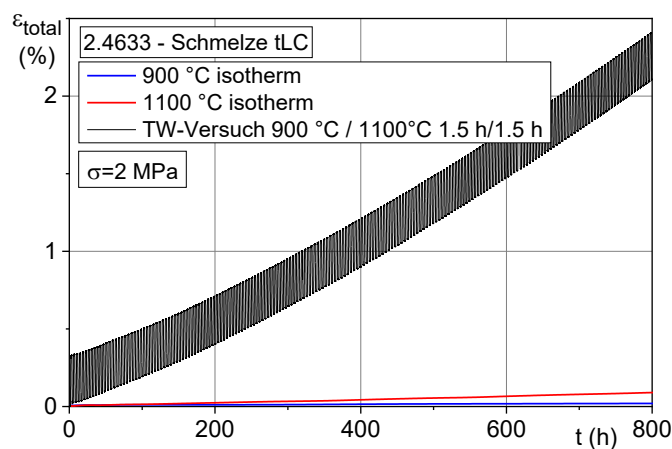


Abbildung 5-9: Kriechversuche an der Nickel-Chrom-Eisenlegierung 2.4633, isotherme Kriechkurven bei 900 °C und 1100 °C und ein Temperaturwechsel-Kriechversuch zwischen 900 °C und 1100 °C

Entgegen den Erwartungen liegt die Kriechkurve des Versuchs mit Temperaturwechselbeanspruchung weit oberhalb der isothermen Kriechkurve bei Maximaltemperatur des verwendeten Zyklus und nicht zwischen den beiden isothermen Kriechverläufen. Dieses Kriechverhalten war bisher wenig bekannt und ist zunächst auch nicht direkt erklärbar. Eine Auslegung von Bauteilen nach Dehnungsverfestigungsregel ist demnach nicht geeignet, beziehungsweise führt zu stark nicht konservativen Ergebnissen. Betriebsähnliche Belastungen, wie sie Bauteile im Industrieofenbereich erfahren, können folglich nicht mit den bisher vorhandenen Berechnungsmethoden erfasst werden.

Dieser Effekt soll im Folgenden weiter untersucht und analysiert werden. Die Durchführung von anisothermen Kriechversuchen stellt demnach den Kern der im Rahmen dieser Forschungsarbeit durchgeführten Experimente dar.

Zyklusarten

Aus vorliegenden Temperaturverläufen an Strahlheizrohren wurden abstrahierte Zyklusformen zur vereinfachten Abbildung der Zyklen am Bauteil entwickelt. Bei den anisothermen Kriechversuchen wird entsprechend unterschieden in niederzyklische Versuche mit Haltephasen und höherzyklische Versuche ohne Haltephasen. In Abbildung 5-10 ist schematisch der Temperaturverlauf für beide Zyklusarten dargestellt. Die mechanische Spannung wird in beiden Zyklusformen konstant gehalten.

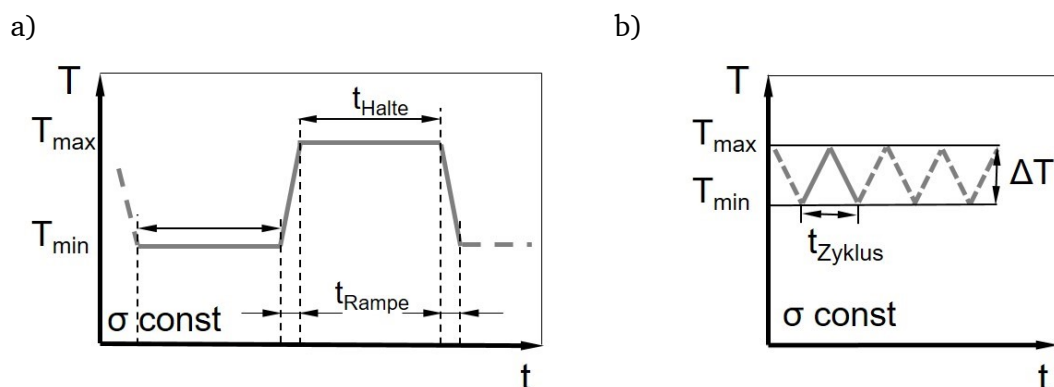


Abbildung 5-10: Schema Zyklusarten, a) niederzyklisch mit Haltezeiten, b) höherzyklisch mit Dreieckszyklus

Die niederzyklischen Versuche werden durch die zuvor genannten Haltezeiten t_{Halte} bei Minimal- und Maximaltemperatur ausgezeichnet. Die Aufheiz- bzw. Abkühlgeschwindigkeit \dot{T} ergibt sich aus dem Temperaturhub ΔT zwischen Minimal- und Maximaltemperatur und der dafür benötigten Zeit t_{Rampe} .

Bei den höherzyklischen Versuchen sind keine Haltezeiten in den Zyklen enthalten. Die Zyklusdauer addiert sich aus der Dauer für das Aufheizen auf Maximaltemperatur und das Abkühlen auf Minimaltemperatur.

Niederzyklische Versuche

Für die niederzyklischen Versuche wurde der gleiche Versuchsaufbau wie für die isothermen Versuche mit Probenerwärmung im Konvektionsofen eingesetzt.

Es wurden verschiedene Temperaturwechsel-Kriechversuche durchgeführt. Diese unterscheiden sich in den Parametern Spannung σ , Maximaltemperatur T_{\max} , Temperaturhub ΔT , Temperaturänderungsrate \dot{T} sowie den jeweiligen Haltezeiten.

Neben den Versuchsparametern wurden auch weitere Einflussgrößen wie die Charge und somit die Korngröße oder die Geometrie bzw. der Durchmesser der Proben variiert.

Die Versuche wurden bis zum Erreichen einer bestimmten Dehnung oder einer bestimmten Laufzeit gefahren und anschließend gestoppt und ausgebaut. Nach dem Probenausbau wurde eine Endvermessung vorgenommen.

Höherzyklische Versuche

Im Vergleich zu den isothermen und niederzyklischen Temperaturwechsel-Kriechversuchen wurde für die Probenerwärmung eine Induktionsheizung verwendet. Hiermit können die höheren Temperaturänderungsraten realisiert werden, weil die Konvektionsöfen hierfür thermisch zu träge sind. In Abbildung 5-11 ist der Aufbau dieser Prüfmaschinenart gezeigt.

Auch hier wurden zur Dehnungsmessung Axialextensometer verwendet. In diesem Versuchsaufbau liegen die Spannteile jedoch innerhalb des Induktors, weshalb hier das gesamte Messgestänge aus keramischem Material gefertigt wurde.

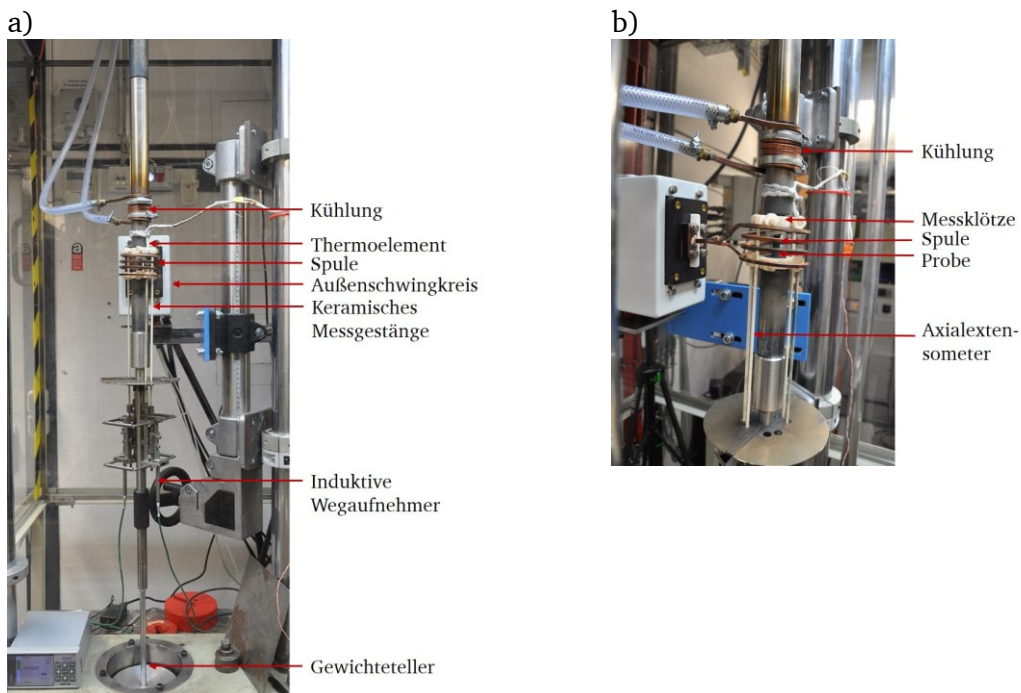


Abbildung 5-11: Aufnahme der Direkthängevorrichtung mit Induktionsheizung, a) Übersichtsaufnahme Probeneinbau, b) Detailaufnahme Probe mit Messklötzen, keramischen Axialextensometern und angebundenem Thermoelement im Induktor

Zur Einstellung einer homogenen Temperaturverteilung über die Probenlänge wurde diese mit einem Thermolack mit definiertem, konstantem Emissionsgrad lackiert. Die Temperaturverteilung wurde mit Hilfe einer Wärmebildkamera möglichst gleichmäßig eingestellt. Nach ISO Norm 12111 sind unter dynamischen Bedingungen in axialer Richtung Temperaturabweichungen von $\pm 2 \% \Delta T$ oder $\pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ zulässig, in radialer Richtung von $\pm 1 \% \Delta T$ oder $\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ [64]. Zur Temperaturregelung wurde ein Thermoelement in der Prüfzone angebunden.

Eine Aufnahme eines laufenden Versuchs ist in Abbildung 5-12 gezeigt.

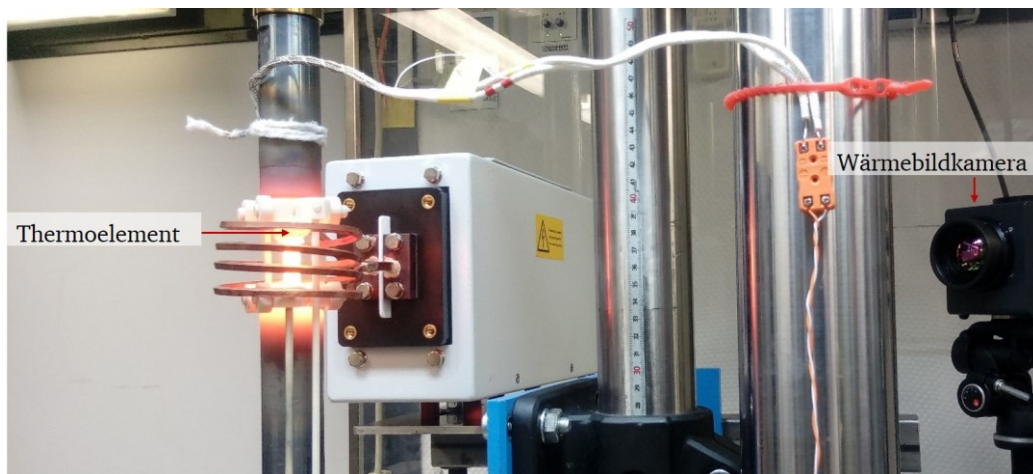


Abbildung 5-12: Aufbau des Versuchsstands für höherzyklische Versuche mit Wärmebildkamera zur Überprüfung der Temperaturverteilung in der Prüfzone

Dehnungsaufzeichnung

Bei Kriechversuchen wird nach dem Aufheizen auf die entsprechende Prüftemperatur die bis dahin entstandene thermische Dehnung genullt, um anschließend nach der Belastung die reine Kriechdehnung zu messen. Bei den anisothermen Versuchen wird nach dem Aufheizen auf Minimaltemperatur die Dehnungsaufnahme genullt, um die thermische Dehnung während des Aufheizprozesses von Raumtemperatur auf die minimale Zyklustemperatur zu eliminieren. Beim Aufheizen auf die höhere Temperatur ist in der aufgezeichneten Dehnung der thermische Anteil der Temperaturdifferenz zwischen Minimal- und Maximaltemperatur des Zyklus enthalten.

Die in dieser Arbeit gezeigten anisothermen Kriechkurven zeigen die untere Einhüllende der aufgezeichneten Gesamtdehnung (Abbildung 5-13). Die Dehnungsaufzeichnung wird nach Erreichen der Minimaltemperatur und nach Durchwärmung von Probe, Messgestänge und Extensometer und vor Versuchsstart auf die untere Zyklustemperatur tariert. Bei Minimaltemperatur sind dadurch im aufgezeichneten Wegmesssignal keine thermischen Dehnungsanteile enthalten.

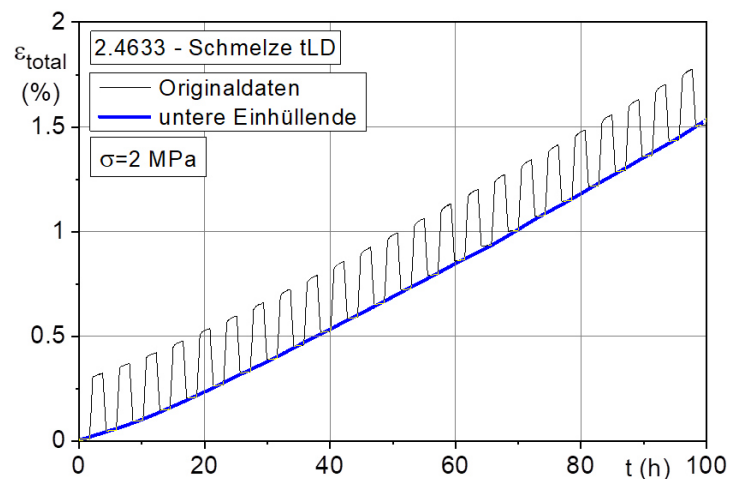


Abbildung 5-13: Untere Kriechkurven-einhüllende bei Temperaturwechsel-Kriechversuchen

Die während einer anisothermen Temperaturführung auftretenden thermischen Dehnungen lassen sich messtechnisch in diesem Versuchsaufbau nicht von der Kriechdehnung trennen. Es wird folglich eine Gesamtdehnung gemessen, die aus thermischen Dehnungsanteilen und der auftretenden Kriechdehnung besteht. Die erhaltenen Dehnungswerte ε setzen sich also zusammen aus:

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_f + \varepsilon_{TW} + [\varepsilon_{th} - \varepsilon_{th}(T_{min})] \quad 5-1$$

ε_e ist der elastische Dehnungsanteil, ε_f der Dehnungsanteil, der durch Kriechvorgänge zustande kommt, ε_{th} ist der thermische Dehnungsanteil und ε_{TW} ist ein zusätzlicher Dehnungsanteil, der durch Temperaturwechsel zustande kommt.

Da diese thermischen Dehnungen reversibel sind, wird der gleiche Betrag der Dehnung der beim Aufheizen entsteht, beim Abkühlen abgezogen. Die untere Kurvenhülle ist demnach von thermischen Dehnungsanteilen bereinigt und kann als reine Kriechdehnungskurve verwendet werden.

Sofern die Messklötze nach Versuchsende noch von den Proben abgelöst werden konnten, wurde an allen Proben nach dem Ausbau noch die bleibende Dehnung bei Raumtemperatur gemessen. Die Ergebnisse hierzu sind mit einem Sternsymbol in den Diagrammen dargestellt.

Parameterkombinationen

Eine Übersicht über die untersuchten Parameterkombinationen der niederzyklischen Versuche ist in Tabelle 9 angegeben.

Tabelle 9: Auflistung untersuchter Versuchsparameterkombinationen der niederzyklischen Kriechversuche

| Schmelze | Spannung in [MPa] | T _{max} in [°C] | ΔT in [K] | \dot{T} in [K/min] | t _{Halte} in [h] | d ₀ in [mm] | Probenbe- zeichnung |
|----------|----------------------|------------------------------|--------------|-------------------------|------------------------------|---------------------------|------------------------|
| tLC | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 3,5 | 8,4 | tLC1.1za2 |
| tLC | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 3,5 | 8,4 | tLC1.1za5 |
| tLC | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 3,5 | 8,4 | tLC1.1za9 |
| tLC | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | tLC1.1za3 |
| tLC | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | tLC1.1za10 |
| tLC | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 7,1 | tLC1.1za7 |
| tLD | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | tLD1.1za17 |
| tLD | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | tLD1.1za4 |
| tLD | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 7,1 | tLD1.1za8 |
| tLD | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,9 | tLD1.1za9 |
| tLD | 4,6 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | tLD1.1za2 |
| tLD | 7,1 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | tLD1.1za18 |
| tLD | 4,6 | 1000 | 100 | 6,67 | 0,25 | 8,4 | tLD1.0za5 |
| tLD | 4,6 | 1100 | 100 | 6,67 | 0,25 | 8,4 | tLD1.1za16 |
| tLD | 4,6 | 1100 | 100 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | tLD1.1za3 |
| tLD | 4,6 | 1100 | 200 | 3,33 | 1,5 | 8,4 | tLD1.1za14 |
| tLD | 4,6 | 1100 | 200 | 13,33 | 1,75 | 8,4 | tLD1.1za6 |
| tLD | 4,6 | 1100 | 200 | 6,67 | 11,5 (Start bei 900 °C) | 8,4 | tLD1.1za19 |

| | | | | | | | |
|-----|-----|------|-----|------|--------------------------|-----|-------------------------|
| tLD | 4,6 | 1050 | 100 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | tLD1.1za27 |
| tLD | 4,6 | 1100 | 200 | 6,67 | 11,5 (Start bei 1100 °C) | 8,4 | tLD1.1za30 |
| tKN | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | - | tKN1.1za6 Flachprobe |
| tKO | 4,6 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | tKO1.1za6 |
| cMT | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 3,5 | 8,4 | cMT1.1za3 |
| cMT | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 3,5 | 8,4 | cMT1.1za8 |
| cMT | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | cMT1.1za9 |
| eLC | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | eLC1.1za3 |
| eLC | 4,6 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | eLC1.1za7 |
| cMS | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | cMS1.1z7 |
| cMS | 7,1 | 1100 | 200 | 6,67 | 3,5 | 8,4 | cMS1.1z2 |
| cMS | 2 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | cMS1.1za81 |
| cMS | 7,1 | 1100 | 200 | 6,67 | 1,5 | 8,4 | cMS1.1z10 |

In Tabelle 10 sind alle durchgeführten höherzyklischen Versuche aufgelistet.

Tabelle 10: Durchgeführte höherzyklische Kriechversuche und deren Parameter

| Schmelze | Spannung in [MPa] | T _{max} in [°C] | ΔT in [K] | \dot{T} in [K/min] | T _{Zyklus} in [min] | Probenbezeichnung |
|----------|-------------------|--------------------------|-----------|----------------------|------------------------------|-------------------|
| tLC | 2 | 1100 | 50 | 50 | 2 | tLC1.1za12 |
| tLC | 2 | 1100 | 50 | 42,8/23,1 | 3,33 | tLC1.1za8 |
| tLD | 2 | 1100 | 200 | 200 | 2 | tLD1.1za10 |
| cMT | 2 | 950 | 50 | 50 | 2 | cMT11za6 |
| cMT | 2 | 1100 | 50 | 50 | 2 | cMT11za13 |

5.2.1 Voraussetzungen für das Auftreten des Effekts

Zunächst soll der Bereich des Auftretens des Effekts der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung genauer klassifiziert werden. In diesem Abschnitt wird zunächst untersucht, bei welchen Beanspruchungsparametern der Effekt auftritt.

Der Nortonplot zeigt, dass bei geringen Spannungen ein linearer Zusammenhang zwischen Dehnrate und Spannung besteht (Abbildung 2-8, Kapitel 2.2.2). Die Kriechgeschwindigkeit ist bei den geringen mechanischen Lasten klein (10^{-5} %/h).

Um den vorliegenden Fall in Bezug auf die untersuchten Temperaturen hinsichtlich des vorherrschenden Kriechmechanismus einordnen zu können, ist in Abbildung 5-14 eine Verformungsmechanismuskarte einer Nickellegierung mit 20 at% Chrom und einer Korngröße von $100 \mu\text{m}$ gezeigt. In der vorliegenden Legierung 2.4633 sind circa 25 % Chrom enthalten und die mittlere Korngröße liegt bei der Schmelze tKO bei ungefähr $85 \mu\text{m}$. Die gezeigte Ashby-Map kann folglich als Beispiel für diesen Werkstoff herangezogen werden, da eine geringe Änderung in der Zusammensetzung oder Korngröße nicht zu einer grundsätzlichen Änderung der gezeigten Mechanismuskarte führt [16]. Der Bereich, welcher bei einer Beanspruchung von 2 MPa und 1100 °C vorliegt, ist durch rote Schraffierung gekennzeichnet.

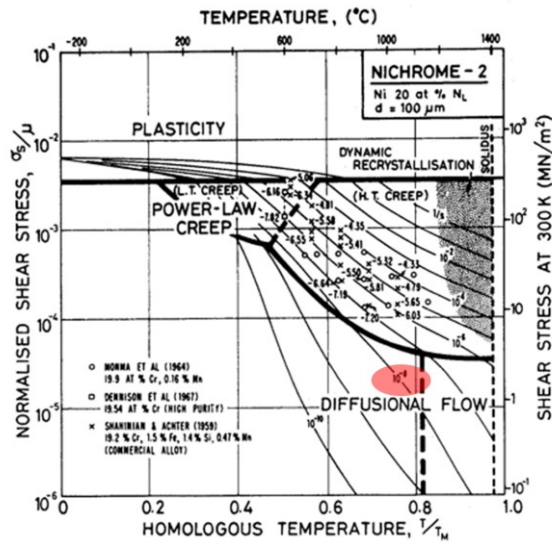


Abbildung 5-14: Verformungsmechanismuskarte für eine Nickel-Chromlegierung mit 20 at% Chrom, [16]

Der markierte Bereich liegt im Bereich des Diffusionskriechens. Dies ist in Übereinstimmung mit den phänomenologischen Beobachtungen zur Erstellung des Nortonplots und kann auch auf den Dehnungsverlauf der isothermen Kriechkurven übertragen werden.

Das beobachtete Verhalten des Werkstoffs unter Temperaturwechsel-Kriechbeanspruchung entspricht nicht dem Verformungsmechanismus „Diffusionskriechen“. Der dominierende Verformungsvorgang hierbei ist die Diffusion von Materie von Korngrenzen, die unter Druckspannung stehen, hin zu Korngrenzen, welche unter Zugspannung stehen. Es handelt sich hierbei um einen sehr langsamen Vorgang. Dies widerspricht dem beschriebenen Effekt.

Der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung spielt im Bereich sehr hoher Temperaturen oberhalb von $0.8 T_m$ und bei sehr niedrigen mechanischen Lasten eine bedeutende Rolle. Dieser Bereich ist bisher nicht Gegenstand von ausreichend Forschung gewesen.

Der Effekt ist im Bereich sehr hoher Temperaturen und niedriger mechanischer Lasten festzustellen.

5.2.2 Reproduzierbarkeit

Weiterhin soll geklärt werden, inwieweit der Effekt reproduzierbar ist. Dies wurde in Form von Wiederholversuchen mit identischen Versuchsparametern realisiert.

Zunächst wurden am Werkstoff 2.4633 zwei Versuche mit Haltezeiten von 1,5 Stunden bei 900 °C und bei 1100 °C durchgeführt (Abbildung 5-15).

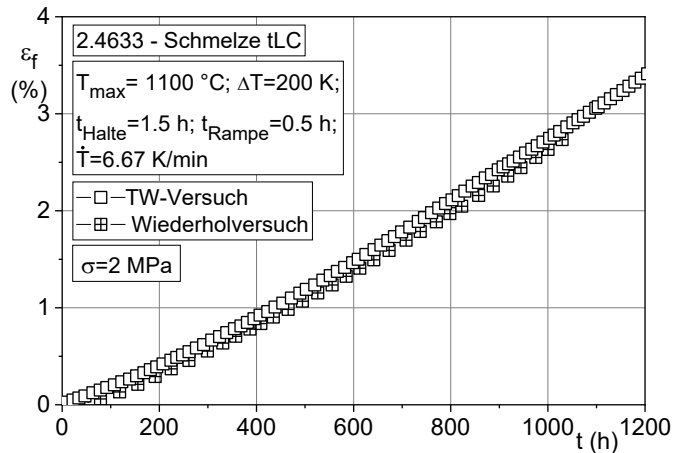


Abbildung 5-15: Überprüfung der Reproduzierbarkeit eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit einer Haltezeit von 1,5 Stunden

Die beiden Kriechkurven sind nahezu deckungsgleich.

Dieses Ergebnis wurde auch beim Wiederholversuch mit einer längeren Haltezeit von 3,5 Stunden erzielt (Abbildung 5-16).

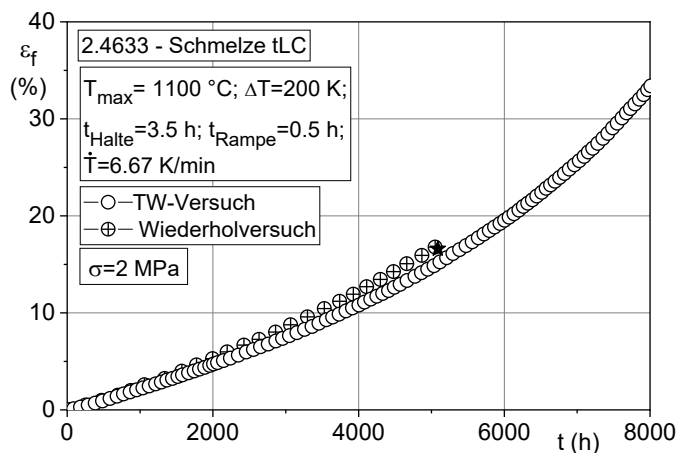


Abbildung 5-16: Überprüfung der Reproduzierbarkeit eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit einer Haltezeit von 3,5 Stunden

Auch hier liegen die beiden Kriechkurven fast deckungsgleich aufeinander.

Die Ergebnisse der Versuche lassen sich reproduzieren. Außerdem tritt der Effekt bei unterschiedlichen Parameterkombinationen auf. Es handelt sich bei der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung nicht um ein messtechnisches Artefakt, das in einzelnen Versuchen auftrat, sondern um einen werkstoffseitigen Effekt.

5.2.3 Werkstoffabhängigkeit

Um weiter zu prüfen, ob es sich um einen werkstoffspezifischen Effekt handelt, der nur an der Legierung 2.4633 auftritt, oder ob es sich um eine werkstoffübergreifende Beobachtung

handelt, wurden an den vier vorgestellten Werkstoffen jeweils Temperaturwechsel-Kriechversuche und isotherme Vergleichsversuche durchgeführt (Abbildung 5-17).

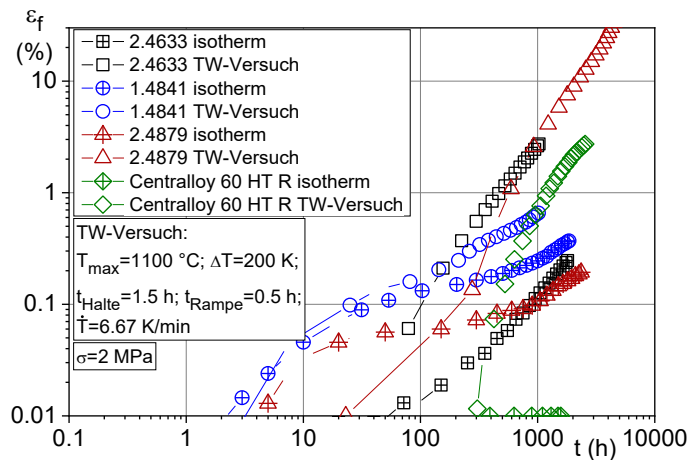


Abbildung 5-17: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Kriechversuchen und isothermen Kriechversuchen an den Werkstoffen 2.4633, 2.4879, 1.4841 und Centralloy 60 HT R

Gezeigt sind jeweils Temperaturwechsel-Kriechversuche mit einer Maximaltemperatur von 1100 °C, einem Temperaturhub von 200 K, einer symmetrischen Haltezeit von 1,5 Stunden und einer Rampendauer von jeweils 0,5 Stunden. Die isothermen Vergleichsversuche wurden jeweils bei 1100 °C durchgeführt. Die mechanische Last betrug in allen Fällen 2 MPa.

Der Werkstoff 2.4633 zeigt den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung bei den gegebenen Bedingungen. Der Vergleich der Temperaturwechsel-Kriechversuche der anderen Werkstoffe mit den jeweiligen isothermen Kriechkurven macht deutlich, dass es sich nicht um einen werkstoffspezifischen Effekt handelt. Wie zuvor beschrieben, wurde er am Werkstoff 2.4633 beobachtet und er tritt sowohl in den Nickel-Gusslegierungen 2.4879 und Centralloy 60 HT R sowie im Stahlwerkstoff 1.4841 auf.

Die Werkstoffe 2.4633 und 2.4879 zeigen ein ähnliches Verhalten auch in Bezug auf das Verhältnis zwischen isothermer Kriechkurve und Kriechkurve des Temperaturwechsel-Kriechversuchs.

Beim Werkstoff 1.4841 liegt die isotherme Kriechkurve bereits auf einem höheren Niveau. Der Unterschied zwischen der isothermen und der anisothermen Kriechkurve ist im Vergleich zu den anderen Werkstoffen geringer.

Auffällig ist das Verhalten des Werkstoffs Centralloy 60 HT R. Im isothermen Fall ist hier keine Dehnung nachweisbar. Der Temperaturwechsel-Kriechversuch zeigt hingegen nach 2500 Stunden eine Dehnung von 2,7 %.

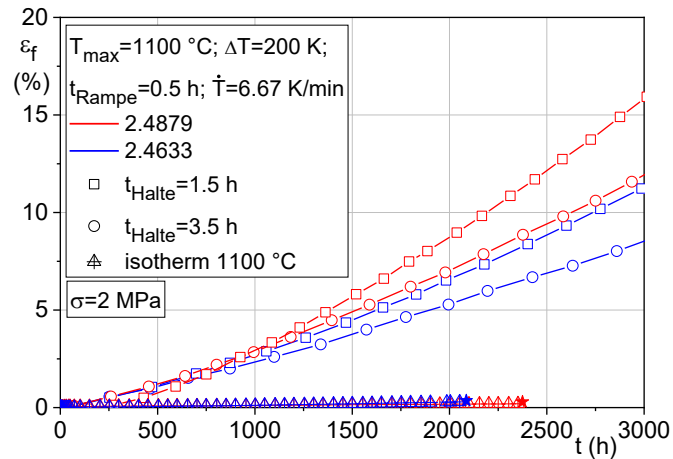


Abbildung 5-18: Vergleich der Kriechkurven der beiden Werkstoffe 2.4633 und 2.4879 bei unterschiedlichen Temperaturwechsel-Beanspruchung und im isothermen Fall bei Maximaltemperatur

Eine lineare Auftragung der Kriechkurven der beiden Werkstoffe 2.4633 und 2.4879 jeweils im isothermen Fall bei 1100 °C und im Fall von zwei Temperaturwechsel-Belastungen mit unterschiedlichen Haltezeiten verdeutlicht noch einmal die Stärke des auftretenden Effekts (Abbildung 5-18). Es ist kaum ein Dehnungszuwachs bei den beiden isothermen Kriechkurven erkennbar, während die Temperaturwechsel-Kriechkurven für beide Werkstoffe deutlich über den isothermen Kriechkurven liegen.

Mit einem Stern-Symbol sind die Datenpunkte der Probenvermessung nach Versuchsende markiert.

Der zweite untersuchte Gusswerkstoff Centralloy 60 HT R zeigt dieses Verhalten ebenfalls (Abbildung 5-19). Alle Versuche hier wurden bei einer Spannung von 7,1 MPa durchgeführt. Auch hier zeigen die beiden Temperaturwechsel-Kriechversuche deutlich höhere Dehnungen als im isothermen Versuch.

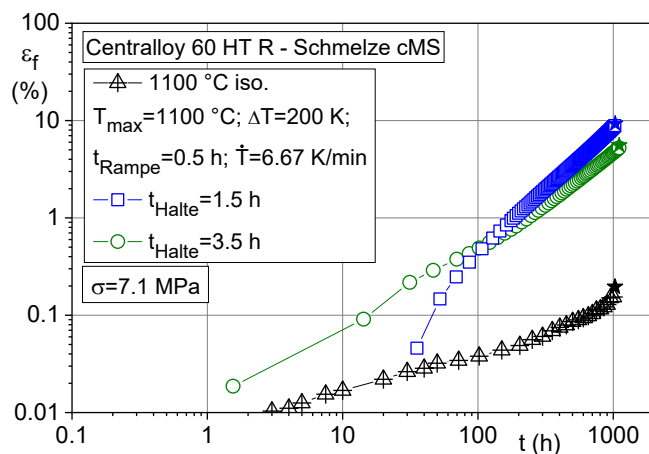


Abbildung 5-19: Vergleich der Kriechkurven des Werkstoffs Centralloy 60 HT R bei unterschiedlichen Temperaturwechsel-Belastungen und im isothermen Fall bei Maximaltemperatur

In allen Temperaturwechsel-Kriechversuchen wurden nach vergleichbaren Versuchsdauern deutlich höhere Dehnungen gemessen als in den isothermen Vergleichsversuchen. Die Kriechkurven mit kürzeren Haltezeiten liegen immer oberhalb der Kriechkurven der Temperaturwechsel-Kriechversuche mit längeren Haltezeiten. Dieses Verhalten wird in Kapitel 5.3.5 noch einmal aufgegriffen und untersucht.

Bei dem beobachteten Effekt der beschleunigten Kriechdehnung handelt es sich nicht um einen werkstoffspezifischen Effekt, der nur im Werkstoff 2.4633 auftritt. Vielmehr ist er bei verschiedenen Werkstoffen in Gussform, als Knetlegierung oder auch in Werkstoffen auf Eisen- oder Nickelbasis feststellbar. Es handelt sich also um einen generischen Werkstoffeffekt mit der Einschränkung, dass er bisher nur an kubisch flächenzentrierten Werkstoffen festgestellt werden konnte.

5.2.4 Zeitabhängigkeit

Zur weiteren Untersuchung des Effekts sind in Abbildung 5-20 die ersten 50 Stunden eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs und eines vergleichbaren isothermen Kriechversuch bei Maximaltemperatur gezeigt. Es ist zu erkennen, dass die Kriechkurve des Temperaturwechsel-Versuchs bereits nach dem ersten Zyklus oberhalb der Dehnung der isothermen Kriechkurve liegt.

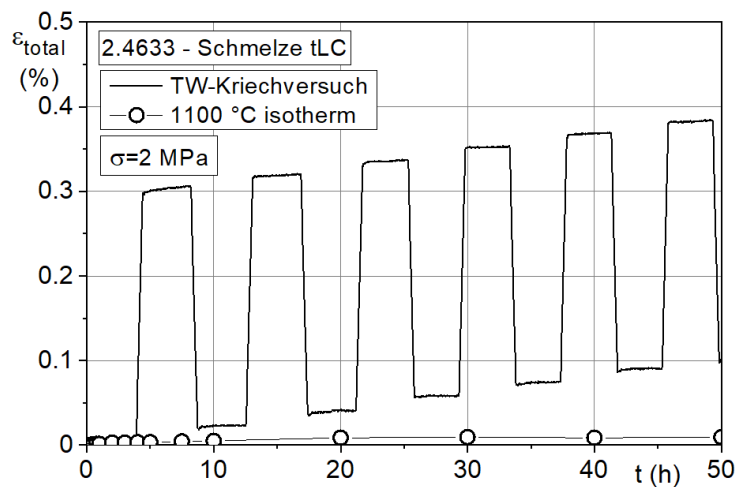


Abbildung 5-20: Erste 50 Stunden eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit einer Zyklusdauer von 8 Stunden im Vergleich zu isothermer 1100 °C-Kriechkurve

Nach circa 50 Stunden und 6 Zyklen liegt die Kurve bereits bei 0,1 % Dehnung, was fast einem Faktor 10 in Bezug auf die isotherme Dehnung bei Maximaltemperatur entspricht.

Der Effekt tritt bereits nach kurzer Zeit/nach wenigen Zyklen auf.

5.3 Einflussparameter

In den vorangegangenen Kapiteln wurde festgestellt, dass es sich bei der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung um einen generischen Werkstoffeffekt handelt, der:

- bei hohen Temperaturen und niedrigen mechanischen Lasten auftritt,
- sich reproduzieren lässt,
- bei mehreren Hochtemperatur-Werkstoffen festgestellt wurde
- und schon nach kurzen Versuchslaufzeiten von wenigen Stunden oder wenigen Zyklen bemerkbar ist.

Darauf aufbauend wurde eine Untersuchung weiterer Einflussgrößen vorgenommen. Neben Eigenschaften des Werkstoffs (Korngröße) und der Probengeometrie wurden die Beanspruchungsparameter Spannung, Temperaturhub, Maximaltemperatur, Haltezeit und Temperaturänderungsrate variiert.

Es handelt sich bei den Untersuchungen um eine zunächst rein qualitative Analyse. Durch die Vielzahl der Parameter und die teilweise wechselseitige Beeinflussung steht noch keine ausreichend große Datenbasis zur Verfügung, um quantitative Aussagen über die Wichtigkeit einzelner Parameter treffen zu können. Eine qualitative Einschätzung ist aber bereits möglich. Zur Übersichtlichkeit ist im Unterkapitel 5.3.7 eine Tabelle enthalten, in welcher die Einflüsse der einzelnen Parameter noch einmal zusammengefasst und aufgelistet sind.

5.3.1 Korngröße/Charge

Als erste mögliche Einflussgröße auf das Kriechverhalten unter Temperaturwechselbeanspruchung ist die Korngröße zu betrachten. In der linearen Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit für isotherme Kriechversuche und Temperaturwechsel-Kriechversuche von verschiedenen Schmelzen kann ein Unterschied zwischen den drei Chargen des Werkstoffs 2.4633 festgestellt werden (Abbildung 5-21).

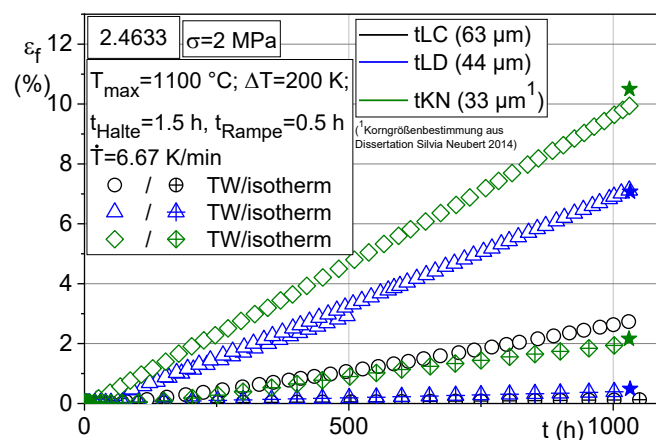


Abbildung 5-21: Temperaturwechsel-Kriechversuche und isotherme Versuche bei 1100 °C, Vergleich Chargen des Werkstoffs 2.4633 mit unterschiedlichen Korngrößen

Die Proben aus dem Werkstoff 2.4633 mit kleinerer Korngröße zeigen eine höhere Kriechdehnung. Dies trifft sowohl auf die Versuche mit isothermer als auch mit anisothermer Temperaturführung zu. Dieses Verhalten steht im Einklang mit dem allgemeinen Wissensstand, wonach eine steigende Korngröße einen positiven Einfluss auf die Kriechfestigkeit hat [2].

Es gilt, wie zuvor im isothermen Fall beschrieben und allgemein anerkannt [2], dass auch unter Temperaturwechsel-Beanspruchung Chargen mit großen Körnern eine höhere Kriechfestigkeit im Vergleich zu Chargen mit kleineren Korngrößen zeigen.

Zur besseren Vergleichbarkeit werden die nach 1000 Stunden erreichten Kriechdehnungen für die drei Schmelzen im isothermen und anisothermen Fall gegeneinander aufgetragen (Abbildung 5-22a). Für abnehmende Korngrößen ist in beiden Fällen eine Zunahme der Kriechdehnung feststellbar.

Es wird in dieser Auftragung jedoch bereits deutlich, dass das Verhältnis zwischen erreichter Dehnung im anisothermen Fall zur erreichten Dehnung im isothermen Fall für die unterschiedlichen Schmelzen nicht gleich ist. Zur Verdeutlichung ist hierzu der Quotient aus der erreichten Dehnung nach 1000 Stunden im anisothermen Fall mit der erreichten Dehnung nach 1000 Stunden im isothermen Fall über den jeweiligen Korngrößen aufgetragen (Abbildung 5-22b). In dieser Auftragung wird deutlich, dass der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung bei großen Körnern stärker ausgeprägt ist als bei kleinen Körnern.

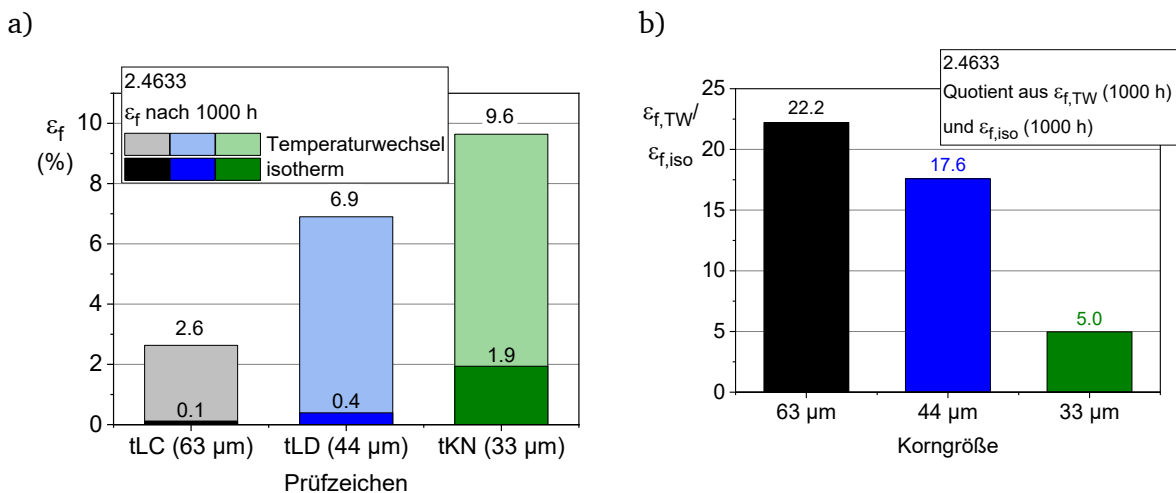


Abbildung 5-22: a) Erreichte Kriechdehnung nach 1000 Stunden für drei verschiedene Chargen jeweils im isothermen und anisothermen Fall, b) Quotienten aus Kriechdehnung des Temperaturwechsel-Kriechversuchs und Kriechdehnung des isothermen Versuchs jeweils nach 1000 Stunden

Auch eine weitere Untersuchung an den Schmelzen tLD und tKO bei einer anderen Spannung zeigt den bereits festgestellten Zusammenhang (Abbildung 5-23). Der Effekt ist bei großen Korngrößen stärker ausgeprägt. Ein Vergleich der beiden isothermen Versuche zeigt, dass der Versuch bei kleinen Korngrößen deutliche höhere Dehnungen zeigt als der Versuch mit der großen Korngröße. Der Temperaturwechsel-Versuch liegt bei der geringeren mittleren Korngröße zwar weiterhin oberhalb des isothermen Versuchs, aber der Abstand zwischen der isothermen Dehnung und der Dehnung des Temperaturwechsel-Versuchs nach gleichen Zeiten ist bei der kleineren Korngröße deutlich geringer als bei der großen mittleren Korngröße.

Die Versuche an der Schmelze tKN wurden an Flachproben durchgeführt, an den Schmelzen tLC und tLD an Rundproben. Der Einfluss der Probengeometrie wird jedoch als gering eingeschätzt und wurde bereits von [49] für die Schmelze tKO untersucht.

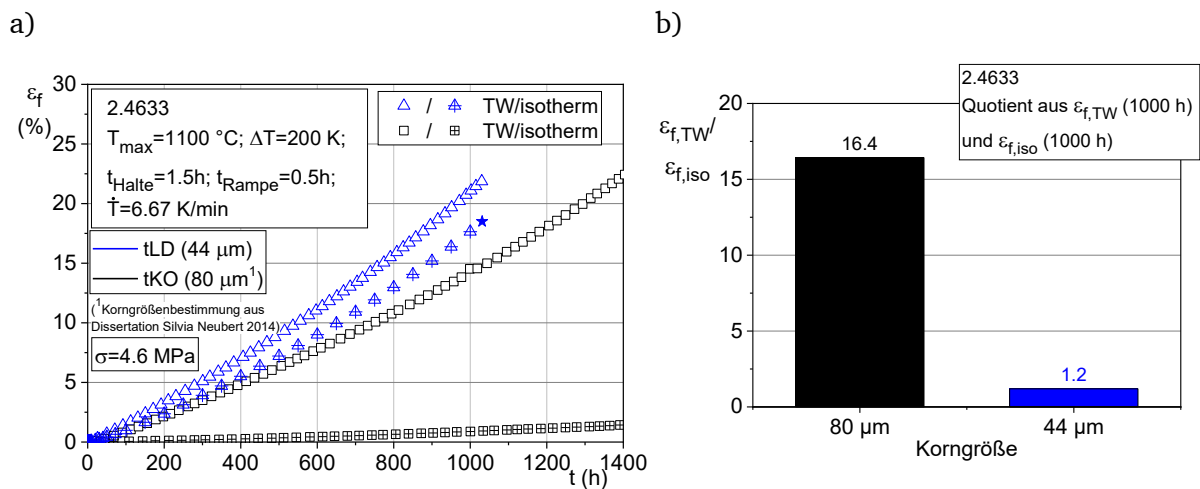


Abbildung 5-23: a) Kriechversuche an Schmelzen tLD und tKO des Werkstoffs 2.4633 (isothermer Versuch der Schmelze tKO aus [49]), b) Quotienten aus Kriechdehnung des Temperaturwechsel-Kriechversuchs und Kriechdehnung des isothermen Versuchs jeweils nach 1000 Stunden

Bei abnehmender Korngröße ist im isothermen wie im anisothermen Fall eine Zunahme der Kriechdehnung festzustellen.

In Bezug auf den Effekt der beschleunigten Dehnung unter Temperaturwechsel-Bedingungen im Vergleich zur Dehnung im isothermen Fall nimmt der Quotient aus der Dehnung des Temperaturwechsel-Versuchs und der Dehnung des isothermen Versuchs nach 1000 Stunden mit abnehmender Korngröße ab. Bei großen Korngrößen ist der Effekt stärker ausgeprägt.

5.3.2 Probendurchmesser

Zur Untersuchung des Einflusses von thermischen Gradienten innerhalb der Probe, bzw. transientem Aufheizverhalten oder auch zur Widerlegung eines Geometrieinflusses oder Größeneffekts wurden an den Schmelzen tLC und tLD Temperaturwechsel-Kriechversuche an Proben mit unterschiedlichen Probendurchmessern durchgeführt. An der Schmelze tLC wurde der Kriechverlauf einer Probe mit Standarddurchmesser von 8,4 mm mit dem einer dünneren Probe (5,6 mm) verglichen. An der Schmelze tLD wurden die Probendurchmesser 7,1 mm, 8,4 mm und 8,9 mm geprüft.

In Abbildung 5-24 sind die Verläufe der beiden Kriechproben der Charge tLC gezeigt. Die Probe mit dem kleinen Durchmesser zeigt bei identischen Versuchsparametern eine höhere Dehnung als die Probe mit dem etwas größeren Durchmesser.

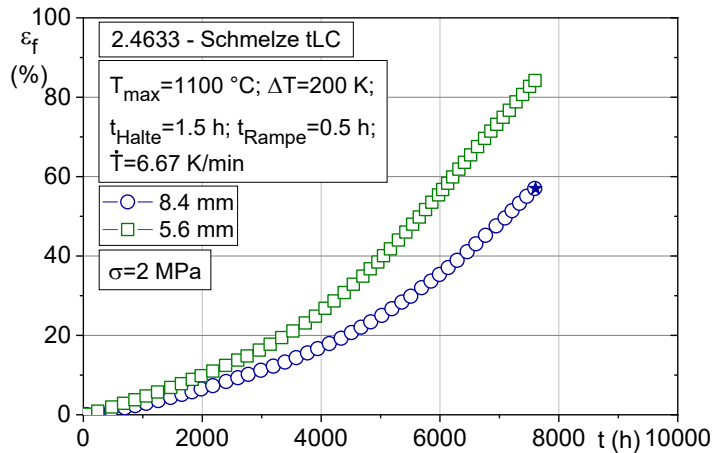


Abbildung 5-24: Kriechkurven von Proben mit unterschiedlichem Probendurchmesser (8,4 mm und 5,6 mm) an der Schmelze tLC

Zum Vergleich wurden auch an der Schmelze tLD Temperaturwechsel-Kriechversuche an Proben unterschiedlicher Durchmesser durchgeführt (Abbildung 5-25). Hier zeigt sich kein eindeutiges Bild. Bei dieser Schmelze liegt die Kriechdehnung der dünneren Probe etwas unter den Dehnungen der beiden dickeren Proben. Die Kriechdehnung der beiden Proben mit Standarddurchmesser 8,4 mm und 8,9 mm ist deckungsgleich.

Allerdings ist der Unterschied zwischen den gemessenen Dehnungen aller drei Proben gering. Die Unterscheidung kann noch im Rahmen der natürlichen Streuung des Werkstoffs liegen. Auch der Unterschied im Durchmesser ist nicht so deutlich wie beim Vergleich der beiden Proben der Schmelze tLC. Auch die längere Versuchsdauer bei der Schmelze tLC verdeutlicht den Unterschied noch einmal stärker als im Fall der Schmelze tLD.

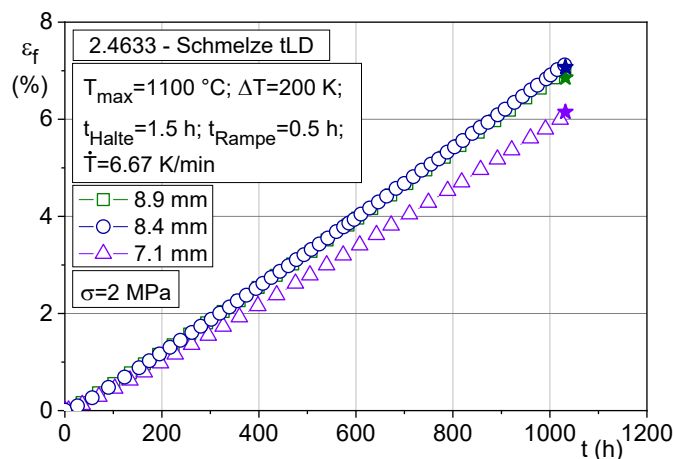


Abbildung 5-25: Kriechkurven von Proben mit unterschiedlichem Probendurchmesser (8,9 mm, 8,4 mm und 5,6 mm) an der Schmelze tLD

In Bezug auf den Probendurchmesser ist kein eindeutiger Einfluss feststellbar. Bei Untersuchungen an Proben der Schmelze tLC mit langen Versuchslaufzeiten zeigt die dünnere Probe nach gleicher Zeit höhere Dehnungen. Bei kürzeren Versuchen an Proben der Schmelze tLD konnte keine eindeutige Tendenz in Bezug auf den Probendurchmesser festgestellt werden.

5.3.3 Spannung

Die Spannungsabhängigkeit der beschleunigten Kriechdehnung unter anisothermer Belastung soll qualitativ anhand verschiedener isothermer Kriechversuche und Temperaturwechsel-Versuche analysiert werden.

An der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 wurden Versuche bei 2 MPa, 4,6 MPa und 7,1 MPa durchgeführt (Abbildung 5-26). Bei isothermer und anisothermer Temperaturführung zeigt sich in Bezug auf die Spannungsabhängigkeit des Kriechverhaltens das zu erwartende Verhalten. Mit zunehmender Spannung zeigen sowohl isotherme als auch anisotherme Versuche höhere Kriechdehnungen.

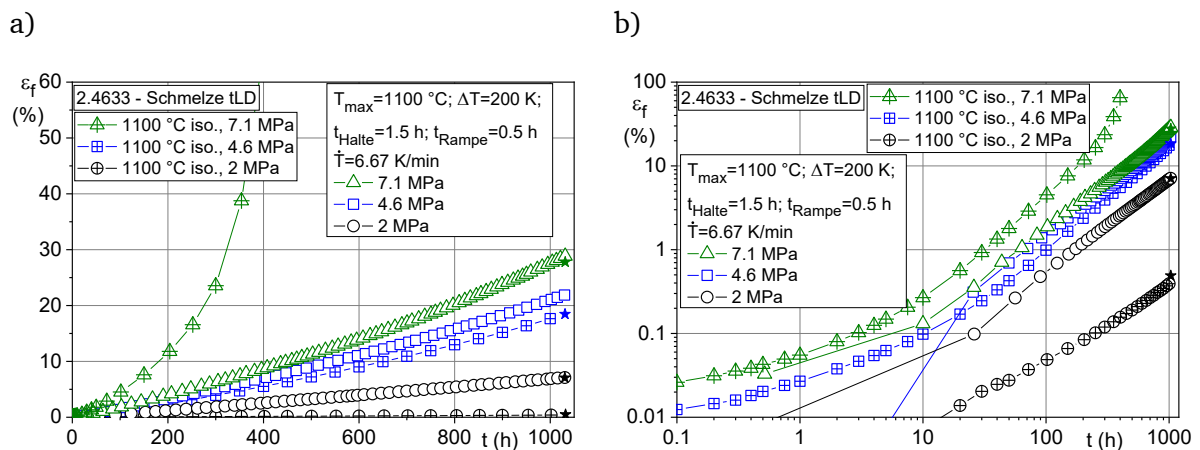
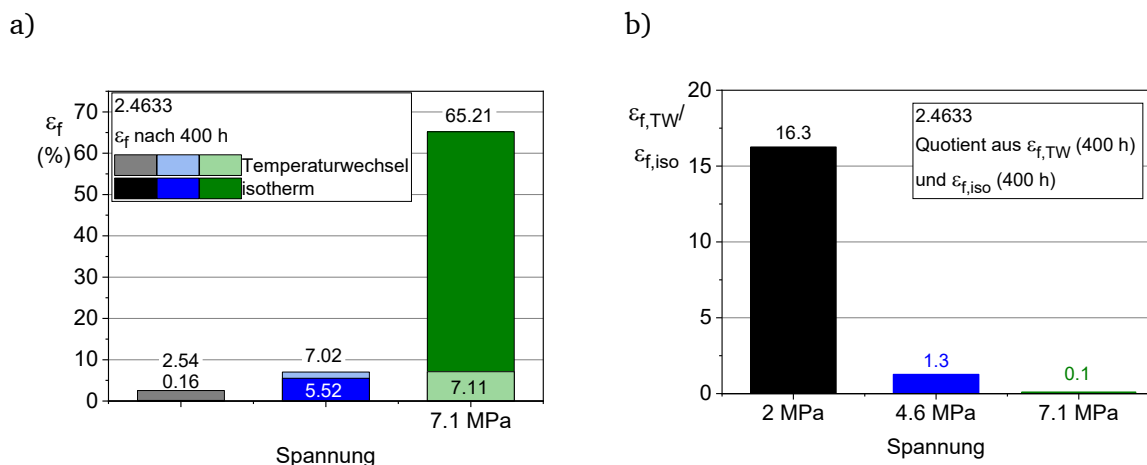


Abbildung 5-26: Isotherme und anisotherme Kriechversuche bei unterschiedlichen Spannungen an der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633, a) lineare Auftragung, b) logarithmische Auftragung

Auch für den Einfluss der Spannung auf den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung wird die Auftragung der erreichten Dehnung nach 400 Stunden und nach 1000 Stunden gewählt (Abbildung 5-27a und c).

Auffällig ist, dass sich bei der höchsten Spannung von 7,1 MPa das beobachtete Verhalten umkehrt und die isotherme Kriechkurve bei Maximaltemperatur des Zyklus wieder oberhalb der Temperaturwechsel-Kriechkurve liegt. Dies entspricht dem eigentlich zu erwartenden und bekannten Verhalten.



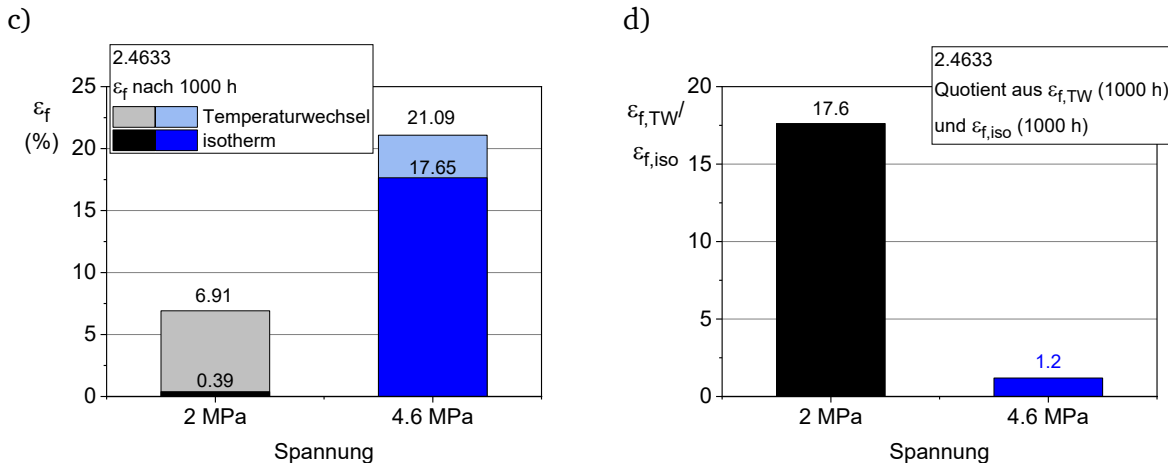


Abbildung 5-27: a) Kriechdehnung nach 400 Stunden und c) nach 1000 Stunden für verschiedene Spannungen im isothermen und anisothermen Fall, b) und d) Auftragung des Quotienten aus Kriechdehnung des anisothermen und isothermen Kriechversuchs jeweils nach 400 bzw. 1000 Stunden

Bei der Auftragung des Quotienten aus erreichter Dehnung im anisothermen Fall mit erreichter Dehnung im isothermen Fall nach vergleichbaren Belastungsdauern über der jeweiligen mechanischen Last zeigt sich, dass der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung überhaupt erst unterhalb einer bestimmten Spannung auftritt, in diesem Fall ab einem Spannungswert kleiner 7,1 MPa und dann mit abnehmender anliegender Spannung zunehmend stärker ausgeprägt ist (Abbildung 5-27b und d).

Der Einfluss der Spannung wurde auch an weiteren Werkstoffen untersucht. Der Stahlwerkstoff 1.4841 wurde bei den Spannungen 2 MPa und 4,6 MPa geprüft (Abbildung 5-28). An diesen Versuchen wird die Spannungsabhängigkeit des Effekts ebenfalls sehr deutlich.

Bei 2 MPa liegt der Temperaturwechsel-Versuch in der Dehnung noch deutlich über dem isothermen Versuch. Bei 4,6 MPa hat sich das Verhalten jedoch umgekehrt. Der isotherme Versuch zeigt eine höhere Dehnung als der Temperaturwechsel-Kriechversuch und bricht sogar bei niedrigerer Versuchslaufzeit.

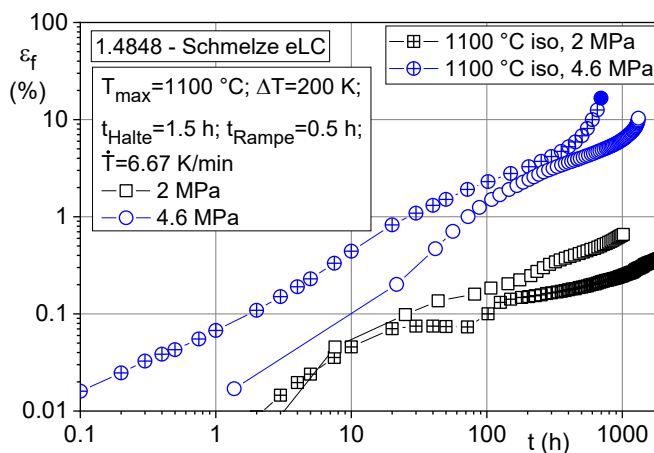


Abbildung 5-28: Isotherme und Temperaturwechsel-Kriechversuche bei 2 MPa und 4,6 MPa an der Schmelze eLC des Werkstoffs 1.4841

Auch am Werkstoff Centralloy 60 HT R wurden Versuche mit unterschiedlichen Spannungen durchgeführt (Abbildung 5-29). Bei beiden Spannungen liegt die Kriechdehnung des anisothermen Versuchs deutlich über der Dehnung des isothermen Versuchs.

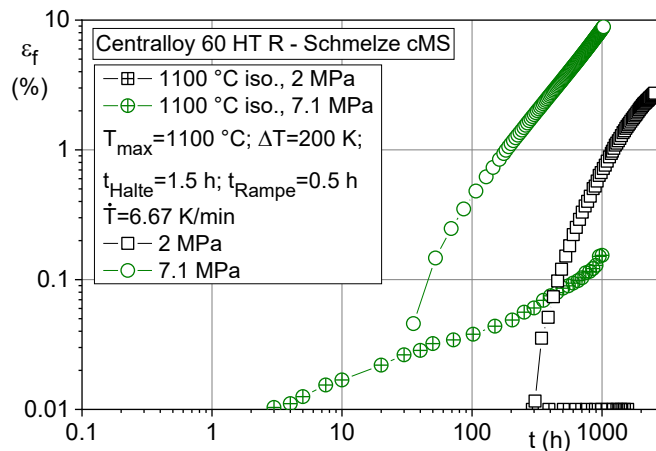


Abbildung 5-29: Isotherme und Temperaturwechsel-Kriechversuche bei 2 MPa und 7,1 MPa an der Schmelze cMS des Werkstoffs Centralloy 60 HT R

Der Vergleich der erreichten Dehnungen nach 1000 Stunden zeigt, dass der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung bei geringeren Spannungen auch bei diesem Werkstoff signifikanter ist (Abbildung 5-30).

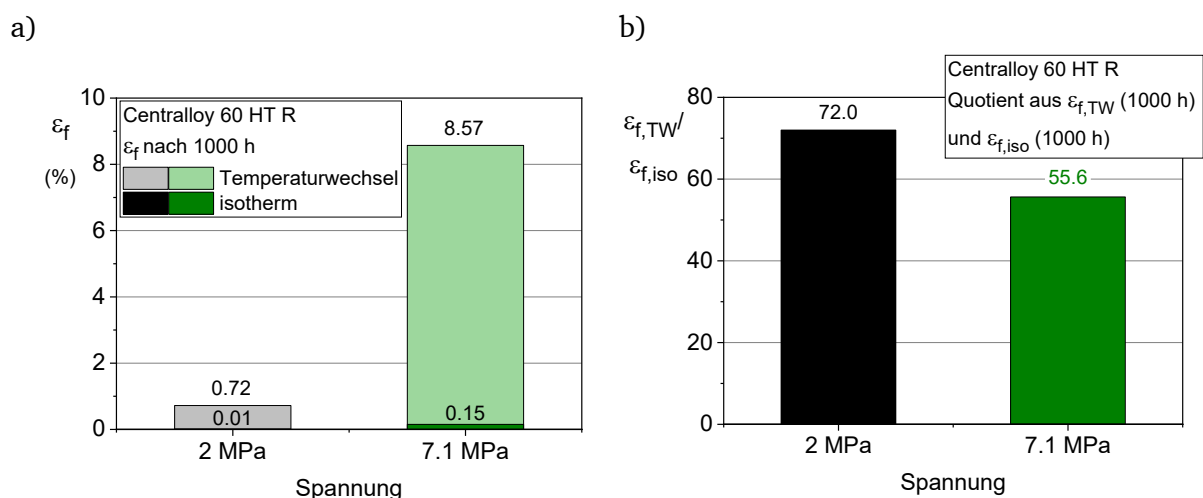


Abbildung 5-30: a) Vergleich der Spannungen nach 1000 Stunden, b) Quotient der anisothermen und isothermen Dehnung nach 1000 Stunden

Es ist bei allen Werkstoffen eine Abhängigkeit des Effekts der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung von der mechanischen Spannung festzustellen. In Bezug auf die erreichte Dehnung im isothermen Fall ist der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung bei niedrigen Spannungen deutlich stärker ausgeprägt als bei höheren Spannungen. Ab einem werkstoffabhängigen Schwellenwert ist mutmaßlich das bekannte Kriechverhalten anisothermer Beanspruchungen beobachtbar. Die Dehnung des Temperaturwechsel-Versuchs liegt dann wieder unterhalb der Dehnung des isothermen Kriechversuchs bei Maximaltemperatur des Zyklus.

5.3.4 Temperaturzyklusparameter

Ein Temperaturwechselzyklus kann mit Hilfe der Maximaltemperatur, des Temperaturhubs und der Temperaturänderungsrate in Bezug auf die Temperaturen eindeutig beschrieben werden. Bei einer Variation des Temperaturhubs bei gleichbleibender Maximaltemperatur folgt eine Änderung der Minimaltemperatur. Gleiches gilt für die Änderung der Maximaltemperatur. Daraus folgt, dass die Temperaturzyklusparameter nicht unabhängig voneinander hinsichtlich ihres Einflusses auf die beschleunigte Kriechdehnung untersucht werden können.

Zur Betrachtung der Parametergröße Temperaturhub wurden Temperaturwechsel-Kriechversuche mit einer Maximaltemperatur von 1100 °C und unterschiedlichen Temperaturhüben durchgeführt (Abbildung 5-31).

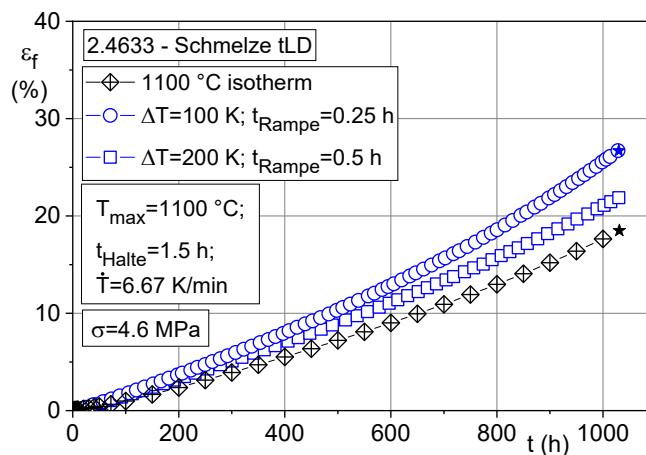


Abbildung 5-31: Einfluss des Temperaturhubs auf den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung im Vergleich zur isothermen Kriechkurve bei 1100 °C

Die Kriechkurve mit dem geringeren Temperaturhub liegt oberhalb der Kurve mit dem höheren Temperaturhub. Die mittlere Temperatur des Zyklus mit kleinerem Temperaturhub liegt bei gleicher Maximaltemperatur jedoch höher als die mittlere Temperatur des größeren Temperaturhubs. Möglicherweise liegt in der insgesamt höheren Temperatur der Grund für die höhere Lage der Kriechkurve bei geringerem Temperaturhub.

In beiden Versuchen wurde die Temperaturänderungsrate konstant gehalten, wodurch sich unterschiedliche Rampendauern und somit auch unterschiedliche Gesamtzyklusdauern ergeben. In der gleichen Versuchslaufzeit erfährt der Versuch mit dem geringeren Temperaturhub eine etwas größere Anzahl an Temperaturzyklen als der Versuch mit dem größeren Temperaturhub. In einer Auftragung über der Zykluszahl sind die Kurven der Kriechdehnung für beide Versuche nahezu deckungsgleich (Abbildung 5-32).

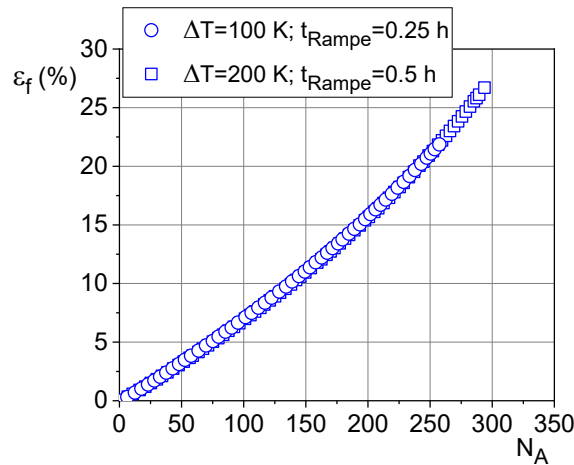


Abbildung 5-32: Kriechdehnung über der Zyklenzahl für die Temperaturwechsel-Versuche aus Abbildung 5-31

Für die Entwicklung der Kriechdehnung ist offensichtlich die Zyklenzahl eher relevant als die mittlere Temperatur. Der Versuch mit kleinerem Temperaturhub und höherer Anzahl an Zyklen nach einer gegebenen Zeit liegt daher in Abbildung 5-30 höher.

An der Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879 wurden zwei höherzyklische Temperaturwechsel-Kriechversuche mit einem Temperaturhub von 50 K ohne Haltezeiten bei unterschiedlichen Maximaltemperaturen durchgeführt. Ein Versuch wurde zwischen 1050 °C und 1100 °C zyklert, ein weiterer zwischen 900 °C und 950 °C. Gemessene isotherme Kriechkurven liegen für 900 °C und 1000 °C vor, zusätzlich wurde eine per Interpolation gerechnete isotherme Kriechkurve für 950 °C hinzugefügt (Abbildung 5-33).

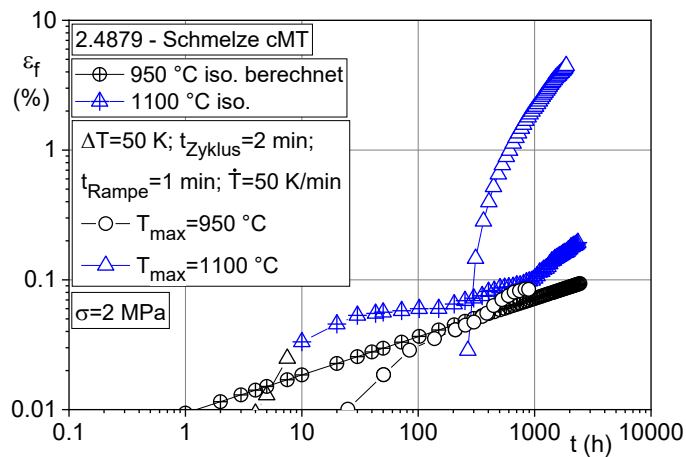


Abbildung 5-33: Vergleich der Maximaltemperatur an der Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879; isotherme 950 °C-Kurve berechnet

Die Kriechkurve für den 1050-1100 °C-Temperaturwechsel-Kriechversuch liegt deutlich über den weiteren Kurven. Die Temperaturwechsel-Kriechkurve mit einer Maximaltemperatur von 950 °C liegt leicht oberhalb der berechneten 950 °C-Kurve. Zur Bewertung des Einflusses der Maximaltemperatur auf die Stärke des Effekts der beschleunigten Kriechdehnung wird das Verhältnis beider Temperaturwechsel-Kriechkurven zu den jeweiligen isothermen Kurven herangezogen (Abbildung 5-34).

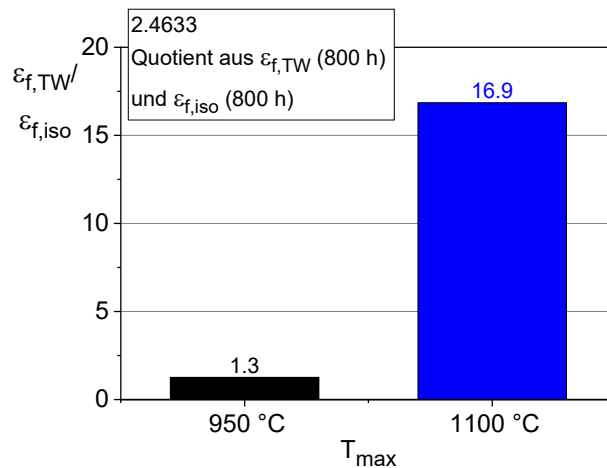


Abbildung 5-34: Quotienten aus der Kriechdehnung des Temperaturwechsel-Kriechversuchs und der isothermen Kriechdehnung nach jeweils 800 Stunden für 900 °C-950 °C- und 1050 °C-1100 °C-Versuch

Aus dem Verhältnis kann abgeleitet werden, dass der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung bei insgesamt höheren Temperaturen stärker auftritt.

Untersuchungen zum Einfluss des Temperaturhubs auf den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung lassen darauf schließen, dass der Temperaturhub eine geringe oder vernachlässigbare Einflussgröße bei sonst gleichbleibenden Zyklustemperaturen darstellt. In diesem Zusammenhang zeigt die Anzahl der durchlaufenen Zyklen einen größeren Einfluss.

Die Maximaltemperatur des Zyklus bzw. der Temperaturbereich, in welchem zyklisiert wird, zeigt einen deutlichen Einfluss. Der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung verstärkt sich mit zunehmender Temperatur.

5.3.5 Haltezeiten

Der Einfluss des Zyklusparameters Haltezeit wurde an unterschiedlichen Schmelzen und mit unterschiedlichen weiteren Parametern untersucht. Bei sonst gleichen Parametern erfährt die Probe in einem Versuch mit längeren Haltezeiten in gegebener Beanspruchungsdauer weniger Zyklen als die in einem Versuch mit kürzeren Haltezeiten.

Zur Untersuchung des Einflusses wurden an der Schmelze tLC Versuche mit Haltezeiten von 1,5 Stunden bzw. 3,5 Stunden bei Minimal- und Maximaltemperatur des Zyklus durchgeführt. Zur Absicherung der Ergebnisse wurden die Versuche mit kürzeren Gesamtversuchslaufzeiten wiederholt (Abbildung 5-35).

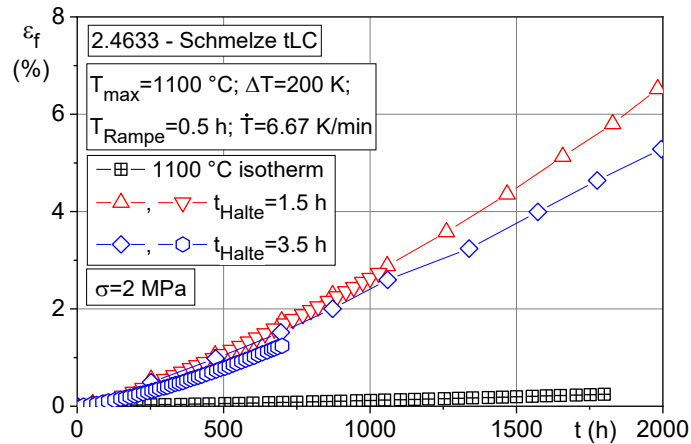


Abbildung 5-35: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Versuchen mit Haltezeiten von 1,5 Stunden und 3,5 Stunden und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C an der Schmelze tLC des Werkstoffs 2.4633

Wie auch bei den zuvor gezeigten Versuchsergebnissen liegt die erreichte Kriechdehnung bei allen Temperaturwechsel-Kriechversuchen deutlich oberhalb der isothermen Kriechkurve. Im unmittelbaren Vergleich der Temperaturwechsel-Versuche konnte bei kürzerer Haltezeit eine höhere Kriechdehnung als bei längerer Haltezeit gemessen werden.

Durch die kürzere Haltezeit werden in der gleichen Zeit mehr Temperaturwechsel bei sonst gleichen Parametern vollzogen. Je mehr Temperaturzyklen in der gleichen Zeitspanne durchgeführt werden, desto stärker ausgeprägt ist der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung. Dieses Verhalten wurde bereits bei der Untersuchung zum Temperaturhub in Kapitel 5.3.4 beobachtet.

Auch am Werkstoff 2.4879 wurden Temperaturwechsel-Kriechversuche mit Haltezeiten von 1,5 Stunden bzw. 3,5 Stunden durchgeführt (Abbildung 5-36). Das Ergebnis ist vergleichbar mit dem an der Schmelze tLC des Werkstoffs 2.4633, wobei an diesem Werkstoff insgesamt höhere Dehnungen unter anisothermer Beanspruchung festgestellt werden können.

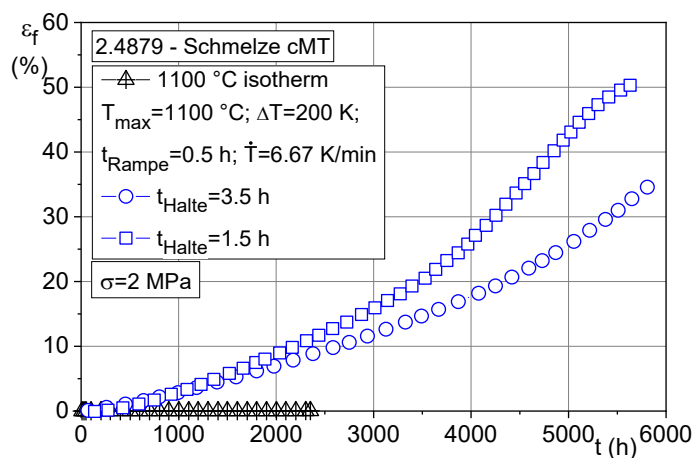


Abbildung 5-36: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Kriechversuchen mit Haltezeiten von 1,5 Stunden und 3,5 Stunden und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C an der Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879

Der Kriechversuch mit Haltezeiten von 1,5 Stunden zeigt eine höhere Dehnung als der Versuch mit 3,5 Stunden Haltezeit. Nach circa 5250 Stunden ist bei dem Versuch mit kürzeren Haltezeiten eine abnehmende Dehnrage festzustellen. Dieses Verhalten wurde bereits in [49, 65] diskutiert und wird hier nicht weiter untersucht.

Das Verhalten, das an Schmelze tLC des Werkstoffs 2.4633 festgestellt wurde, zeigt sich auch beim Vergleich zweier Temperaturwechsel-Kriechversuche an der Schmelze tLD des gleichen Werkstoffs. Die Spannung liegt hier mit 4,6 MPa höher und der Temperaturhub mit 100 K niedriger. Die Haltezeiten betragen 1,5 Stunden und 0,25 Stunden. Auch hier liegt die Kriechdehnung des Versuchs mit der kürzeren Haltezeit nach gleicher Versuchsdauer über der Dehnung des Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit der längeren Haltezeit (Abbildung 5-37).

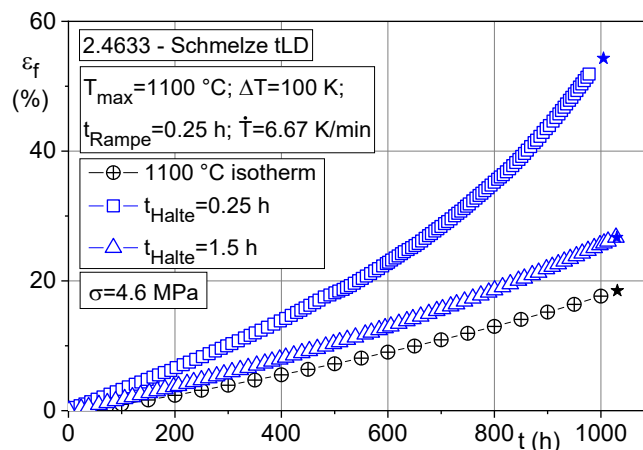


Abbildung 5-37: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Versuchen mit Haltezeiten von 0,25 Stunden und 1,5 Stunden und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C an der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633

An der Schmelze tKO des Werkstoffs 2.4633 wurden ebenfalls Temperaturwechsel-Kriechversuche durchgeführt. Einer dieser Versuche wurde bereits in Kapitel 3, der Zielsetzung dieser Arbeit vorgestellt (Abbildung 3-3). Dieser Versuch wurde mit einem asymmetrischen Zyklus mit 100 Stunden Haltezeit bei 900 °C und 200 Stunden Haltezeit bei 1100 °C durchgeführt [49]. Im Rahmen der aktuellen Forschungsarbeit wurde zusätzlich ein Vergleichsversuch mit symmetrischen Haltezeiten von jeweils 1,5 Stunden bei 900 °C und 1100 °C durchgeführt. Beide Versuche liegen über der Dehnung des isothermen Versuchs bei 1100 °C [49]. Der Vergleichsversuch mit den kürzeren Haltezeiten zeigt deutlich höhere Dehnungen als der Versuch mit den langen Haltezeiten aus [49] (Abbildung 5-38).

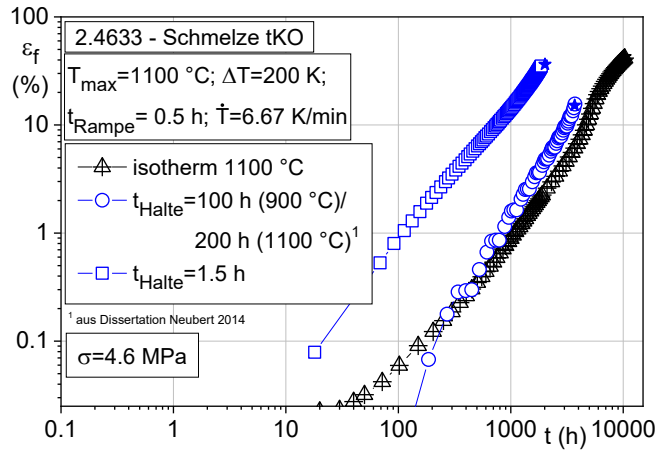


Abbildung 5-38: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Versuchen und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C [49]

Beim Versuch mit den langen Haltezeiten entfallen abzüglich der anteilmäßig kurzen Rampendauern 2/3 der Gesamtdauer auf die Maximaltemperatur von 1100 °C, im Vergleich dazu lediglich zu etwa 1/3 beim Versuch mit den kurzen Haltezeiten. Offensichtlich ist die Anzahl der Zyklen pro Zeiteinheit entscheidender für die Entwicklung der Kriechdehnung als die längere Verweildauer bei Maximaltemperatur.

An der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 wurden weitere Versuche zum Haltezeiteinfluss durchgeführt, und zwar mit kurzen Haltezeiten von 1,5 Stunden wie zuvor in Abbildung 5-37, jedoch mit einem Temperaturhub von 200 K, sowie zwei Versuchen mit einer Haltezeit von 11,5 Stunden. Bei einem der beiden letztgenannten Versuche wurde der Temperaturzyklus wie zuvor bei 900 °C gestartet, bei dem weiteren davon abweichend bei 1100 °C.

Die Kriechkurve des Versuchs mit der kurzen Haltezeit lag, wie aus den bisherigen Untersuchungen zu erwarten, oberhalb des isothermen Versuchs. Überraschenderweise wurden jedoch bei beiden Versuchen mit Haltezeiten von 11,5 Stunden kleinere Dehnungen als im isothermen Fall gemessen (Abbildung 5-39).

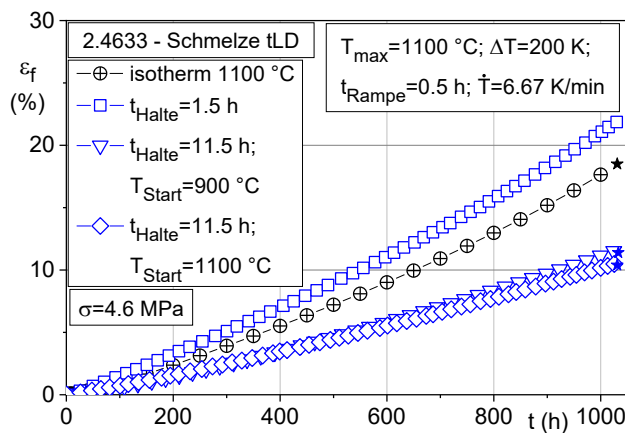


Abbildung 5-39: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Versuchen mit Haltezeiten von 1,5 Stunden und 11,5 Stunden und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C an der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633

Die beiden Temperaturwechsel-Kriechversuche mit Haltezeiten von 11,5 Stunden liegen fast deckungsgleich aufeinander. Bei längeren Versuchslaufzeiten liegt der Versuch, der mit der 1100 °C-Haltephase gestartet wurde, tendenziell etwas niedriger.

Die Beobachtung, dass der Temperaturwechsel-Kriechversuch mit der kürzeren Haltezeit oberhalb des isothermen Versuchs liegt, während die Temperaturwechsel-Kriechversuche mit den längeren Haltezeiten unterhalb liegen, lässt vermuten, dass es einen Korngrößenabhängigen Schwellenwert der Haltezeit gibt, ab dem sich in Kriechversuchen mit Temperaturwechseln eine höhere Dehnung entwickelt als in isothermen Kriechversuchen bei der entsprechenden Maximaltemperatur.

Unter den Schmelzen des Werkstoffs 2.4633 hatte tKO die maximale Korngröße. Hier trat der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung bekanntlich auch bei dem sehr langsamen Zyklus mit 300 Stunden Dauer auf. Bei der Schmelze tLD mit einer circa 50 % kleineren Korngröße trat der Effekt bei Haltezeiten von 1,5 Stunden noch auf, ist aber in den Vergleichsversuchen mit Haltezeiten von 11,5 Stunden nicht mehr feststellbar.

Bei der Untersuchung zum Einfluss der Haltezeiten auf den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung im Fall von Temperaturwechseln konnte festgestellt werden, dass mit kürzeren Haltezeiten die Dehnung nach vergleichbaren Zeiten höher liegt. Bei längeren Haltezeiten ist die Gesamtdauer bei Maximaltemperatur größer im Vergleich zu kürzeren Haltezeiten. Die Anzahl an Temperaturwechseln, welche bei kürzeren Haltezeiten höher liegt, hat jedoch einen stärkeren Einfluss auf den Effekt.

Weiterhin wurde festgestellt, dass es einen Korngrößenabhängigen Schwellenwert der Haltezeit gibt, ab welchem die Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung über der Dehnung des isothermen Kriechversuchs bei Maximaltemperatur liegt. Bei längeren Haltezeiten ist das bisher bekannte Verhalten von Temperaturwechsel-Kriechversuchen zu beobachten.

5.3.6 Temperaturänderungsrate

Zuletzt soll der Einfluss der Temperaturänderungsrate untersucht werden. In einer vergleichenden Auftragung von zwei Temperaturwechsel-Kriechversuchen an der Schmelze tLD mit Temperaturrampen von 3,33 K/min und 6,67 K/min zeigen sich keine nennenswerten Unterschiede (Abbildung 5-40). Bei der höheren Temperaturänderungsrate und dementsprechend kürzeren Rampendauern liegt die Kriechdehnung minimal über der Dehnung des Versuchs mit einer Rate von 3,33 K/min und einer Rampendauer von einer Stunde.

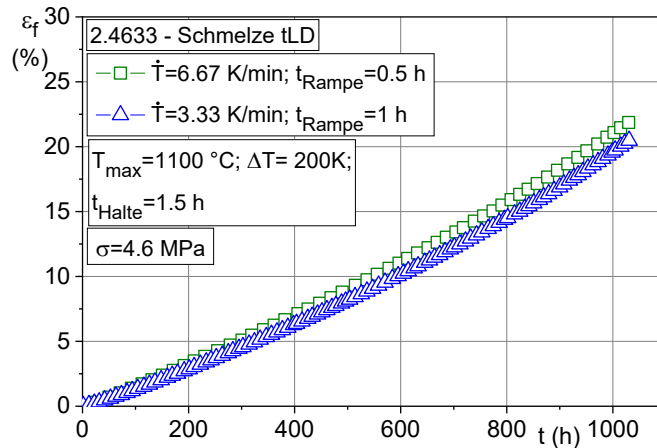


Abbildung 5-40: Temperaturwechsel-Kriechversuche mit unterschiedlichen Temperaturänderungsraten bzw. Rampendauern bei sonst vergleichbaren Zyklusparametern an der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633

Beim Vergleich von jeweils einem niederzyklischen Versuch mit Haltezeiten und Temperaturänderungsraten von 6,67 K/min mit einem höherzyklischen Versuch ohne Haltezeiten und Temperaturänderungsraten von 50 K/min bei der Schmelze tLC bzw. 200 K/min bei der Schmelze tLD sind deutliche Unterschiede erkennbar (Abbildung 5-41). Die höherzyklischen Versuche liegen in beiden Fällen deutlich über den Dehnungen der niederzyklischen Versuche mit Haltezeit.

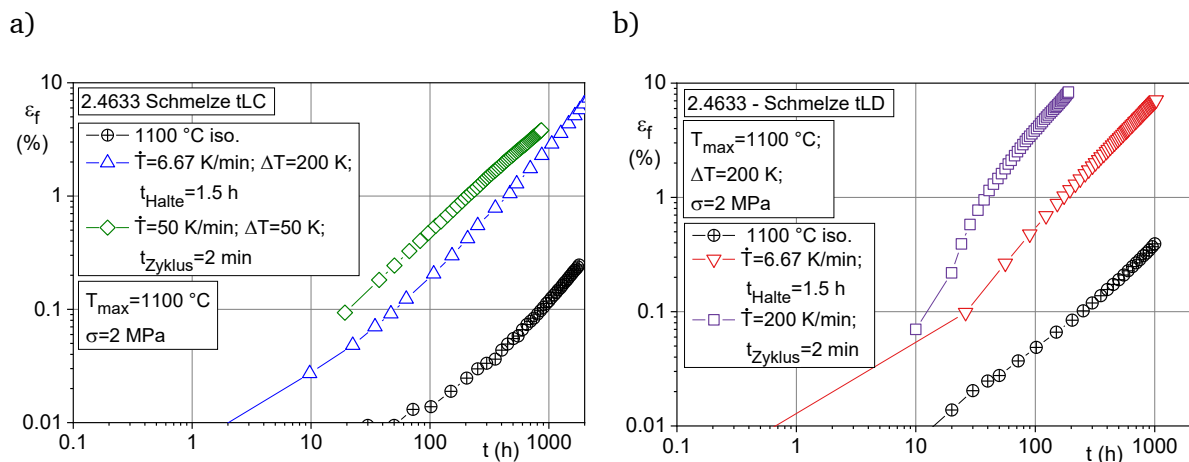


Abbildung 5-41: Vergleich eines niederzyklischen Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit Haltezeit von 1,5 Stunden mit höherzyklischem Temperaturwechsel-Kriechversuch; a) an der Schmelze tLC mit einer Temperaturänderungsrate von 50 K/min, b) an der Schmelze tLD mit einer Temperaturänderungsrate von 200 K/min

Bei Unterschieden in der Temperaturänderungsrate ist kein oder nur ein geringer Einfluss auf den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechselbeanspruchung festzustellen.

Beim Vergleich von niederzyklischen und höherzyklischen Temperaturwechsel-Kriechversuchen lag der höherzyklische Versuch immer über der Dehnung des niederzyklischen Versuchs mit Haltezeiten.

5.3.7 Übersicht der Einflussfaktoren

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung von verschiedenen Parametern unterschiedlich stark beeinflusst wird. Eine Übersicht über die gefundenen Abhängigkeiten ist in Tabelle 11 zusammengefasst.

Tabelle 11: Parameter und deren Einfluss auf den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung

| Einflussgröße | Abhängigkeiten | Qualitativer Einfluss |
|-------------------------|---|---|
| Korngröße/Charge | - | Starke Abhängigkeit; stärkerer Effekt bei größeren Körnern |
| Probendurchmesser | evt. Korngröße | Kein eindeutiger Effekt |
| Mechanische Spannung | - | „Beschleunigungseffekt“ tritt nur bei niedrigen Spannungen auf und dann bei niedrigeren Spannungen stärker als bei höheren |
| Temperaturhub | Bei gleicher Anzahl an Temperaturzyklen | Kein deutlicher Einfluss erkennbar |
| Maximaltemperatur | - | Mit steigender Maximaltemperatur tritt der Effekt stärker auf |
| Haltezeit | Korngröße, Zyklusanzahl | Je kürzer die Haltezeiten, desto höhere Kriechdehnungen; korngrößenabhängiger Schwellenwert der Haltezeit, ab welchem Kriechdehnungen von TW-Versuchen über isothermen Kurven liegen |
| Temperaturänderungsrate | - | Höhere Dehnungen mit größeren Temperaturänderungsraten; Dehnung höherzyklischer Versuche ohne Haltezeit deutlich höher als bei vergleichbaren niederzyklischen Versuchen mit Haltezeit |

Die Untersuchung zum Einfluss der Zyklusparameter ist oftmals nicht trivial, da die Änderung eines Parameters Änderungen anderer Parameter nach sich ziehen kann. Die durchgeführten Versuche sollen einen ersten Hinweis geben, welche Parameter deutlicheren Einfluss zeigen und welche zu vernachlässigen sind. Gerade in Bezug auf die Betriebsweise von beispielsweise Strahlheizrohren können diese Informationen zu den Einflussparametern erste Anhaltspunkte für zukünftige Entwicklungen sein. Dennoch sollten diese Untersuchungen und die gegenseitigen Abhängigkeiten weiter untersucht und erweitert werden, um die gefundenen Abhängigkeiten und deren Signifikanz statistisch abzusichern.

5.4 Nachweis von Repriming

Bei den bisher gezeigten Kriechkurven handelt es sich jeweils um die Darstellung der unteren Kriechkurvenhüllenden. Der Gesamtdehnungsverlauf ist durch die Verwendung der Einhüllenden besser darstellbar, insbesondere in der logarithmischen Auftragung. Um den auftretenden Effekt besser zu verstehen und analysieren zu können, werden die einzelnen Zyklusabschnitte unabhängig vom Gesamtdehnungsverlauf analysiert.

Statt der für die bisher gezeigten Versuche verwendeten Einzelprüfmaschinen mit Axialextensometern, wurden die nun gezeigten Versuche auf einer servohydraulischen Dehnwechsel-Prüfmaschine mit Seitenextensometer durchgeführt. Durch die Verwendung dieser Maschinenart ist es möglich, in „Kraft-Null-Regelung“ den zuvor optimierten Temperaturzyklus abzufahren und die thermische Dehnung, die dabei entsteht, aufzuzeichnen. Der tatsächliche Kriechversuch wird dann in Kraftregelung gefahren. Nach Versuchsende kann dann die zuvor ermittelte thermische Dehnung von jedem Zyklus der aufgezeichneten Gesamtdehnung subtrahiert werden. Somit ist es möglich die „reine Kriechdehnung“ ohne weitere Dehnungsanteile wie thermischer Dehnung der Probe, des Messstrangs etc. zu bestimmen.

In einem ersten Versuch an der Schmelze tLD wurde die Kriechdehnung bei einer konstanten Spannung von 7,1 MPa und Temperaturwechseln zwischen 900 °C und 1100 °C mit Haltephasen von 300 s und Rampendauern von 300 s analysiert. Eine Darstellung des Temperatur- und Spannungsverlaufs ist in Abbildung 5-42 gezeigt.

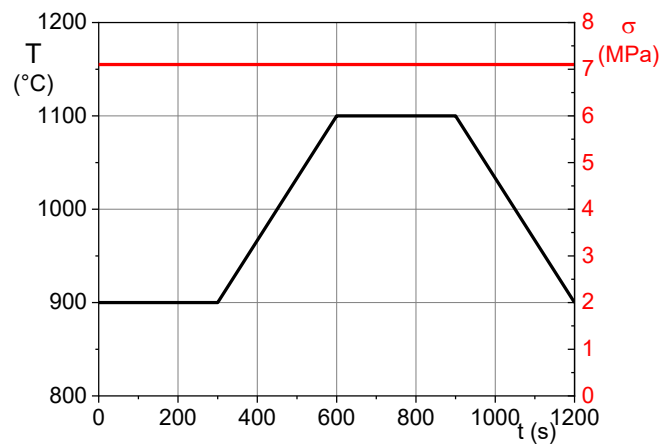


Abbildung 5-42: Kriechversuch an Probe tLD1.0za22, Beanspruchungsparameter

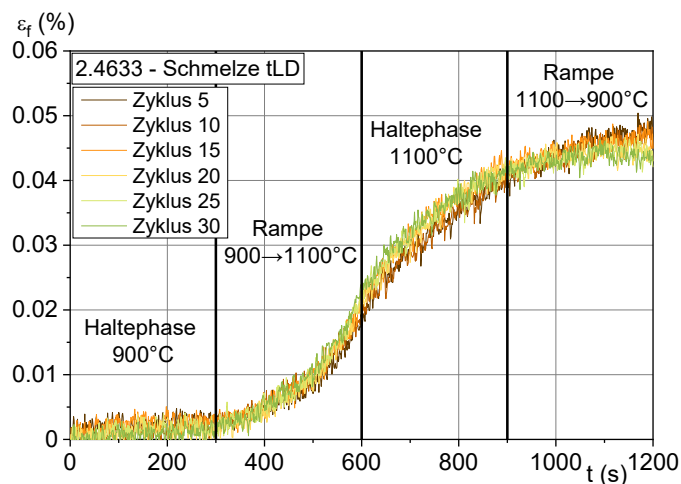


Abbildung 5-43: Kriechversuch an Probe tLD1.0za22; $T_{\max} = 1100 \text{ °C}$, $\Delta T = 200 \text{ K}$, $\sigma = 7,1 \text{ MPa}$, t_{Halte} , $t_{\text{Rampe}} = 300 \text{ s}$, Kriechdehnung ϵ_f

Die in sechs Zyklen aufgezeichnete Kriechdehnung zeigt in einer Auftragung über der Zykluszeit einen charakteristischen Verlauf mit insgesamt vier Phasen von je 300 s Dauer (Abbildung 5-43). Die erste Phase ist die Haltezeit bei 900 °C, die zweite die Temperaturrampe von 900 °C

auf 1100 °C, die dritte die Haltezeit bei 1100 °C. In der abschließenden vierten Phase erfolgt die Abkühlung auf 900 °C.

In Phase 1 ist nur ein geringer Dehnungszuwachs erkennbar, der bei einer höheren Auflösung als eine Art „Primärkriechbereich“ ausgemacht werden kann (Abbildung 5-44a). Dies steht im Widerspruch zu [40, 46], wo von einer verzögerten Dehnungsentwicklung nach einem Wechsel von hoher zu niedriger Temperatur berichtet wird.

Die Dehnungszunahme ist in der zweiten Haltephase bei 1100 °C etwa um den Faktor 10 höher als in der 900 °C-Phase (Abbildung 5-44b).

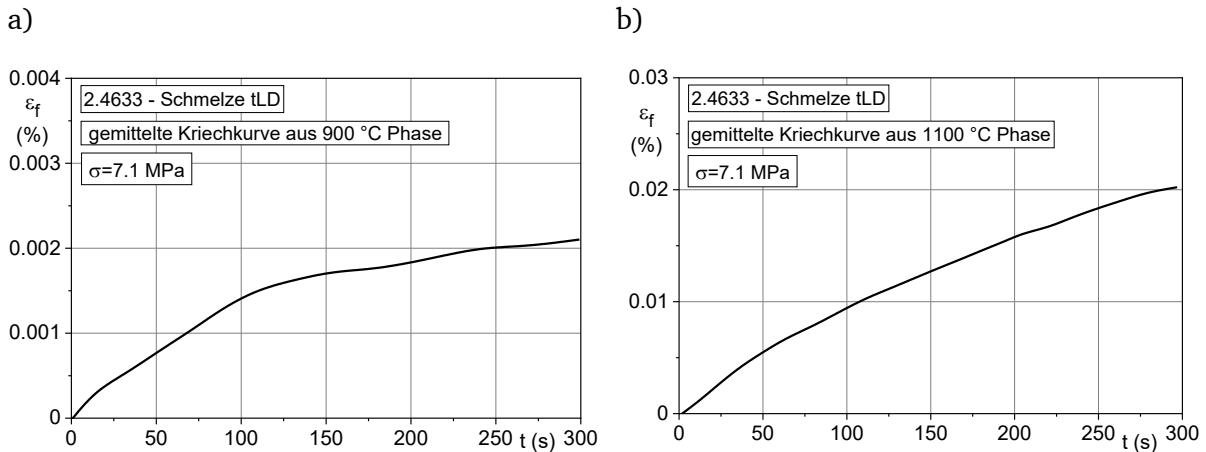


Abbildung 5-44: Gemittelte Kriechkurve der 900 °C-Haltephase, a); 1100 °C-Haltephase, b) des Versuchs an Probe tLD1.0za22; Mittelwertbestimmung aus den Kurvenverläufen der Zyklen 5, 10, 15, 20, 25 und 30

In der Temperaturanstiegsrampe ist eine deutliche Dehnungszunahme mit einem progressiven Verlauf erkennbar. Bei der Abwärtsrampe fällt die Dehnungszunahme zumeist schwach aus.

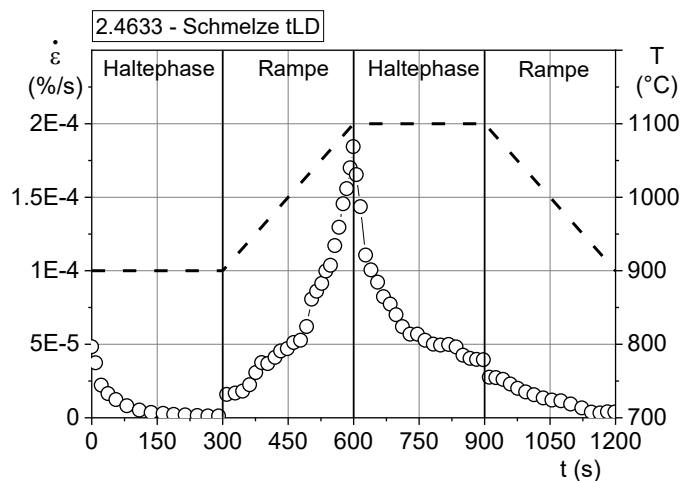


Abbildung 5-45: Gemittelte Kriechdehnrate des Kriechversuchs an tLD1.0za22

Die Auftragung der gemittelten Dehnrate über der Zyklusdauer zeigt, dass in den beiden Haltephasen ein *Repriming* stattfindet (Abbildung 5-45). Das bedeutet, dass in jeder Haltephase ein neuer Primärkriechbereich stattfindet, was zu einer offensichtlichen Beschleunigung der Kriechdehnungsentwicklung führt. Das Phänomen *Repriming* scheint daher ein erster Erklärungsansatz für den Einfluss von Temperaturwechseln auf das Kriechverhalten zu sein. Nach der hohen Dehnrate zu Beginn der Haltephasen nimmt die Dehnrate mit zunehmender

Haltezeit wieder, wie erwartet ab, sowohl in der 900 °C- als auch in der 1100 °C-Haltephase. Aus der Auftragung geht hervor, dass die Kriechgeschwindigkeit in der aufsteigenden Temperaturrampe stark zunimmt, während sie in der abfallenden Rampe leicht fällt. Dies kann rein durch einen temperaturbedingten Anstieg der Kriechdehnrate bei konstant vorgegebener Spannung erklärt werden.

Dieses Repriming wurde verschiedentlich in der Literatur beschrieben. Vor allem bei Kriechversuchen an Nickelbasis-Legierungen kann ein Repriming bei jedem Temperaturzyklus beobachtet werden [42, 66, 67]. Auch Untersuchungen an polykristallinem Zink zeigen einen erneuten Primärkriechbereich nach einem Temperaturwechsel [40]. Auf mögliche Ursachen für das Auftreten eines neuen transienten Kriechbereichs nach einem Temperaturwechsel wird in Kapitel 6.4 näher eingegangen.

Um Kriecheffekte in den Rampen zu vermeiden und zu untersuchen, ob es ebenfalls zum Repriming kommt, wenn die Temperaturänderung lastfrei geschieht, wurde der Zyklus angepasst. Verformungseffekte wie Versetzungsbewegung oder Diffusion sollen in der Rampe unterbunden werden, bzw. soll geprüft werden, ob der beobachtete Effekt bei Temperaturänderung ohne Last ebenfalls in den Haltephasen beobachtet werden kann.

Eine Optimierung der Versuchsführung in Bezug auf Temperatur und mechanische Spannung ist in einem schematischen Diagramm in Abbildung 5-46 dargestellt.

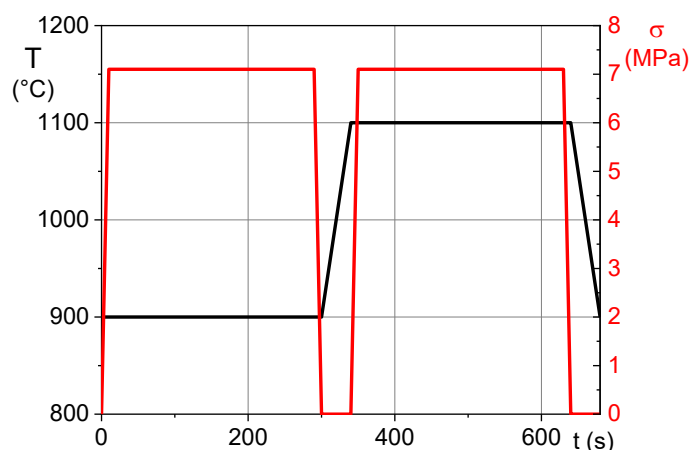


Abbildung 5-46: Kriechversuch an Probe tLD1.0za24, Beanspruchungsparameter

Zu Beginn der 900 °C-Haltephase wird innerhalb der ersten 10 Sekunden die mechanische Last aufgebracht. Die Haltephase hat eine Dauer von insgesamt 300 s. Die Probe wird über die letzten 10 Sekunden der Haltephase wieder entlastet. Anschließend findet das Aufheizen auf 1100 °C innerhalb von 40 Sekunden statt. Nach Erreichen der Maximaltemperatur wird erneut innerhalb von 10 Sekunden die gleiche Last aufgebracht und konstant gehalten bis zur Entlastung während der letzten 10 Sekunden der Haltephase. Die Abkühlrampe findet wieder lastfrei statt.

Als Beispiel der gemessenen Kriechdehnung ist exemplarisch der Dehnungsverlauf von Zyklus 14 gezeigt (Abbildung 5-47). Mit senkrechten Geraden sind die Start- und Endzeitpunkte der Entlastung und Lastaufbringung gekennzeichnet.

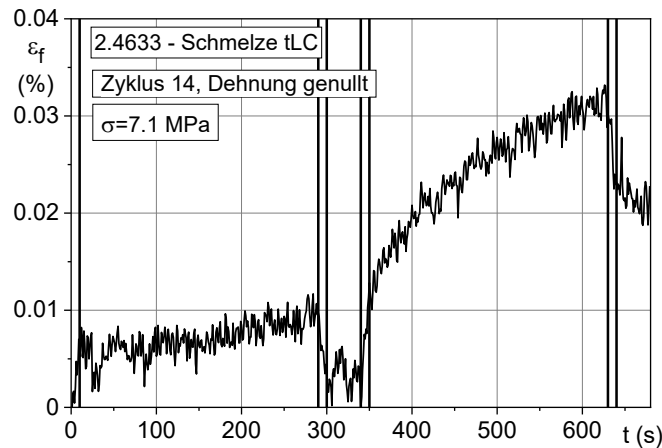


Abbildung 5-47: Exemplarischer Dehnungsverlauf des Zyklus 14 des Versuch tLD1.0za24

Der Gesamtdehnungsanstieg während des Zyklus liegt bei circa 0,03 %. In den beiden Haltephasen ist zu Beginn ein Dehnungsanstieg erkennbar, der anschließend abflacht. Es findet Repriming statt. Während der lastfreien Temperaturrampen ist folglich keine zunehmende Dehnung feststellbar. In jeder weiteren Haltephase kann ein neuer transienter Kriechbereich festgestellt werden.

Bei diesem Versuch wurde die Dehnung in den Haltephasen ebenfalls als Mittelwert aus 11 verschiedenen Zyklen ermittelt. Bei der gemittelten 900 °C-Haltephase ist bis 50 Sekunden ein stärkerer Dehnungsanstieg erkennbar. Dieser fällt danach etwas ab (Abbildung 5-48a). Ein ähnliches Verhalten nur mit deutlicherem Dehnungszuwachs ist auch für die gemittelte Kriechkurve der 1100 °C-Haltephase erkennbar (Abbildung 5-48b).

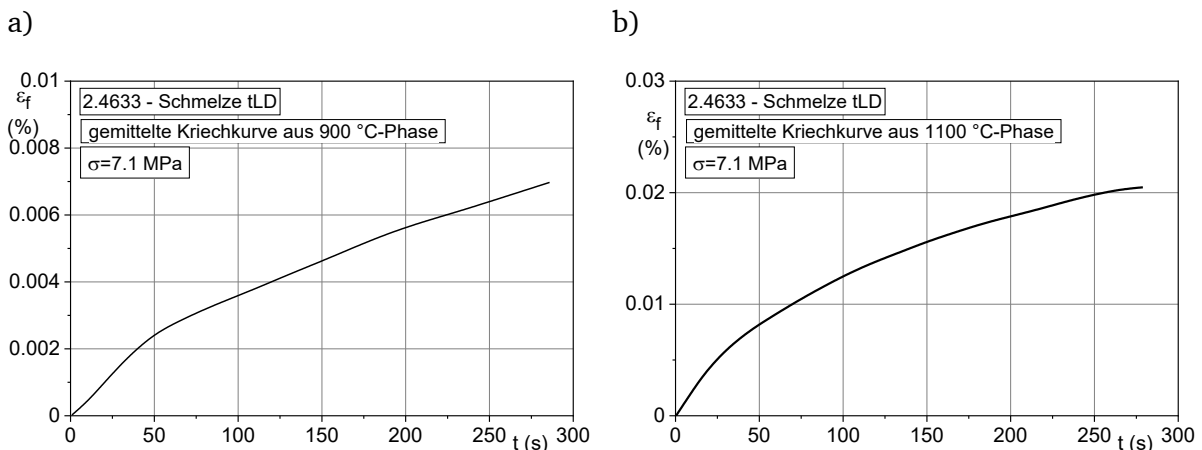


Abbildung 5-48: Gemittelte Kriechkurve a) der 900 °C-Haltephase, bzw. b) der 1100 °C-Haltephase des Versuchs an Probe tLD1.0za24; Mittelwertbestimmung aus den Kurvenverläufen der Zyklen 1, 11, 21, 31, 41, 51, 61, 71, 81, 91 und 101

Alle gemittelten Kurven zeigen nach der Temperaturänderung, unabhängig davon, ob es ein Temperaturanstieg oder ein Temperaturabfall ist, einen neuen transienten Bereich in der Haltephase, bevor die Kriechdehnung weniger stark zunimmt und sich einer konstanten Steigung nähert.

Zum Vergleich wurde der Temperaturwechsel-Kriechversuch an der Schmelze tKO mit den vergleichsweise langen Haltezeiten von 100 und 200 Stunden herangezogen [49]. Bei diesem

Versuch sind die Rampendauern mit einer halben Stunde im Vergleich zu den Haltezeiten sehr kurz. Das transiente Verhalten (Repriming) in den Haltephasen ist vor allem in einer Auftragung der Kriechgeschwindigkeit feststellbar (Abbildung 5-49b).

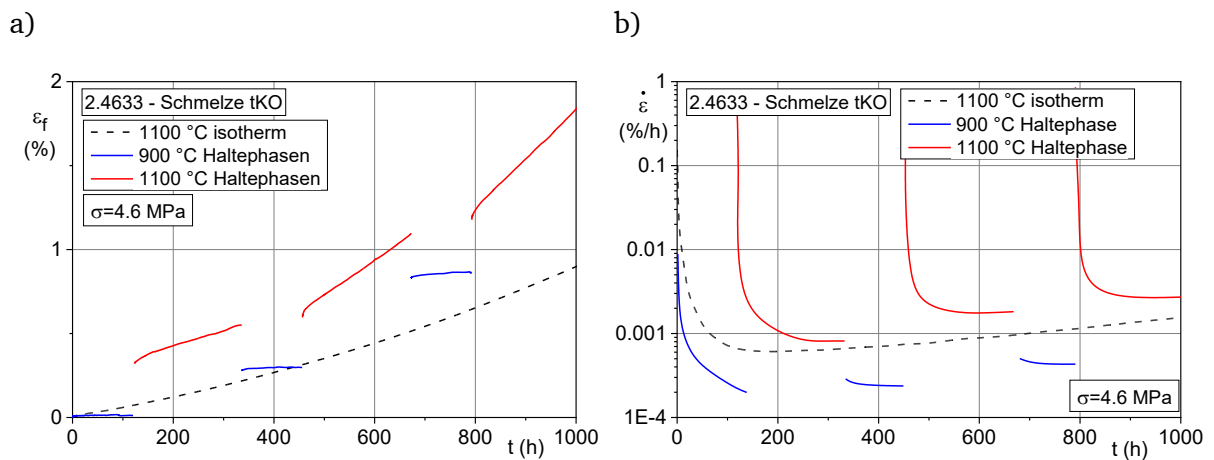


Abbildung 5-49: a) Kriechdehnung und b) Kriechgeschwindigkeit aufgetragen über der Zeit für einen Temperaturwechsel-Versuch mit langen Haltezeiten (100/200 Stunden) und vergleichsweise kurzen Rampendauern (0,5 h)

In der Auftragung ist außerdem erkennbar, dass die Dehnrates von Zyklus zu Zyklus weiter ansteigt. Nachdem ein erneuter Primärkriechbereich durchschritten wurde, liegt die neue konstante Dehnrates in jedem Zyklus höher als in dem vorherigen.

Nach der detaillierten Untersuchung der einzelnen Zyklusabschnitte konnte in den Haltephasen ein Repriming festgestellt werden. Nach jedem Wechsel, unabhängig davon ob Temperaturanstieg oder -abfall bildet sich ein neuer primärer Kriechbereich mit zunächst höherer Kriechdehnrates aus.

5.5 Phänomenologische Beschreibung der beschleunigten Kriechdehnung unter TW-Beanspruchung

Da das Kriechverhalten aufgrund seiner komplexen mikrostrukturellen Vorgänge noch nicht vollständig verstanden ist, werden in der Literatur und in der Industrie hauptsächlich phänomenologische Modelle zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens verwendet [22]. Diese zeigen im stationären Kriechbereich eine gute Übereinstimmung mit experimentellen Daten und liefern eine zuverlässige Methode, Kriechdehnungen mit geringem Aufwand (wenigen Modellparametern) zu berechnen. Mit der Einbindung der phänomenologischen Kriechbeschreibungen in FEM-Berechnungen können auch komplexe Bauteilstrukturen hinsichtlich des Kriechverhaltens bewertet werden.

Nach der experimentellen Untersuchung des Effekts soll nun zunächst versucht werden, den Effekt durch Kriechbeschreibungen mathematisch darzustellen, ohne die Ursache des Effekts näher diskutiert zu haben. Hierzu eignen sich phänomenologische Modelle, da sie die Kriechkurve rein mathematisch beschreiben ohne einen Mechanismus oder eine mikrostrukturelle Ursache zu hinterlegen.

5.5.1 Dehnungsakkumulation über Temperaturinterpolation

Für die Beschreibung des Kriechverhaltens unter Dehnungsverfestigung wird ein Ansatz nach Norton-Bailey verwendet (Gleichung 2-22). In der Norton-Bailey-Kriechbeschreibung ist kein Term für die Abbildung der Temperaturabhängigkeit enthalten. Für Berechnungen ist daher für jede Anwendungstemperatur ein Modellparametersatz erforderlich.

In der Praxis erfolgt die Bestimmung der Modellparameter anhand der vorliegenden experimentellen Datenbasis für diskrete Temperaturen, beispielsweise im Abstand von 50 K. Das Kriechverhalten bei Zwischentemperaturen wird dann typischerweise per Dehnrateninterpolation abgeschätzt:

$$\dot{\epsilon}(T) = \exp \left[\ln(\dot{\epsilon}(T_0)) + \frac{T - T_0}{T_1 - T_0} \cdot (\ln(\dot{\epsilon}(T_1)) - \ln(\dot{\epsilon}(T_0))) \right] \quad 5-2$$

T_0 und T_1 in Gleichung 5-2 bezeichnen die Temperaturen der benachbarten Stützstellen für die Interpolation und T die Temperatur, für die die Dehnraten berechnet wird. Von einer Parameterinterpolation ist grundsätzlich abzuraten.

Die Anpassung erfolgte an die erste 900 °C-Phase des Temperaturwechsel-Kriechversuchs, weil kein isothermer Kriechversuch bei 900 °C und 4,6 MPa zur Verfügung stand. Der Verlauf des vorliegenden isothermen 1100 °C-Versuchs zeigt keinen ausgemachten Primärkriechbereich. Die Norton-Bailey-Anpassung wurde daher erstellt mit dem Ziel, das mittlere Verhalten in den ersten 1000 Stunden wiederzugeben (Abbildung 5-50) (Parameter siehe Anhang B, Tabelle 12).

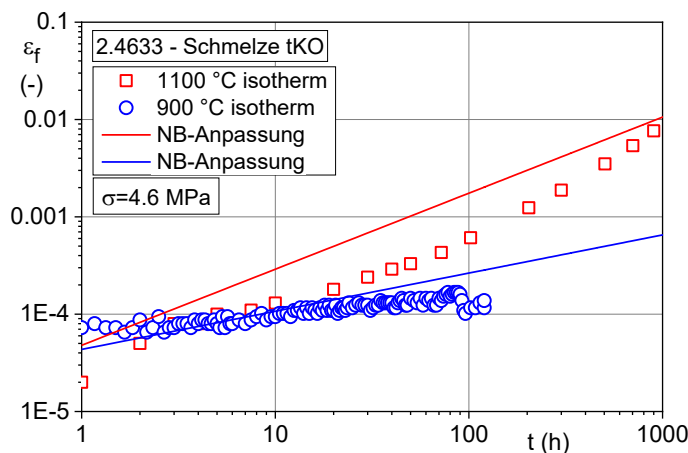


Abbildung 5-50: Norton-Bailey (NB)-Anpassung an isotherme Kriechkurven der Schmelze tKO

Die Berechnung des Kriechverhaltens unter Temperaturwechsel-Beanspruchung mit dieser Art Dehnungsakkumulationsregel ist in Abbildung 5-51 dargestellt.

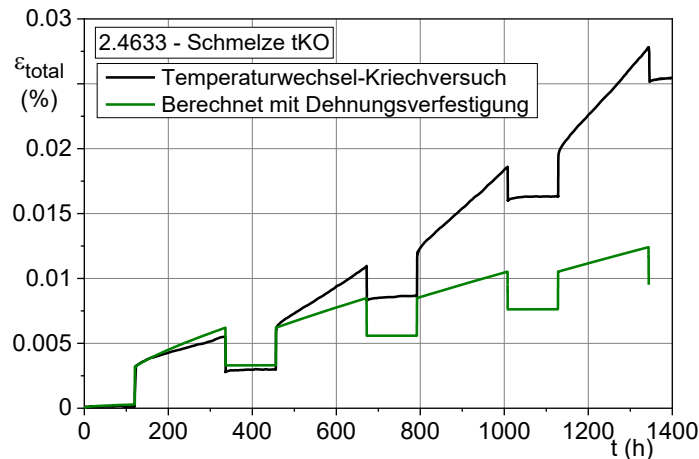


Abbildung 5-51: Vergleich von gemessener und mit der Dehnungsverfestigungsregel berechneten Kriechdehnung

Im ersten Zyklus ist noch eine vergleichsweise gute Übereinstimmung zwischen den Messdaten und der Berechnung festzustellen. Mit zunehmender Versuchsdauer verläuft die gemessene Kriechdehnung jedoch viel steiler als die berechnete. Obwohl die Anpassung für 1100°C isotherm anfänglich sehr konservativ ist, ist die Nachrechnung des Temperaturwechsel-Versuchs bereits nach der dritten Haltephase zu flach. Die zunehmende Steigung der gemessenen Kriechkurve kann nicht abgebildet werden.

Die Dehnungsverfestigungsregel mit einem Ansatz nach Norton-Bailey ohne Schädigungsterm ist nicht geeignet, um den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung zu beschreiben.

5.5.2 Innere Rückspannung

Das Konzept der inneren Rückspannung aus dem Beitrag von Kaiser und El-Magd [46] (Kapitel 2.4.3) basiert auf der Modellvorstellung, dass sich die innere Spannung nach jedem Temperaturwechsel einem neuen Sättigungswert annähert. Dabei ist die Änderung der inneren Spannung σ_i zeitabhängig (Gleichung 5-3). Die Höhe der inneren Spannung σ_i ergibt sich durch Integration (Gleichung 5-4).

$$\frac{d\sigma_i}{dt} = (\sigma_{i,satt} - \sigma_i) \cdot K_2 \quad 5-3$$

$$\sigma_{i(t)} = \int_{t_0}^{t_1} \dot{\sigma}_i \cdot d\tau \quad 5-4$$

Nach Gleichung 2-26 ist die Dehnrates von der effektiven Spannung abhängig. Diese berechnet sich aus der Differenz der äußeren Spannung und der inneren Rückspannung.

Bei einem Temperaturwechsel strebt σ_i einem neuen Sättigungswert entgegen. Die Auswirkungen auf die Dehnrates sind davon abhängig, ob es sich um einen Temperaturwechsel von hoher zu niedriger Temperatur oder um einen Wechsel von niedriger zu hoher Temperatur handelt.

Untersuchung eines Temperaturwechsels von T_{\max} nach T_{\min}

Zunächst soll bei konstanter anliegender Spannung σ der Wechsel von einer hohen (T_2) zu einer niedrigen Temperatur (T_1) betrachtet werden. Die resultierende Kriechdehnrate und Kriechdehnung nach der Modellvorstellung von Kaiser und El-Magd sind schematisch in Abbildung 5-52 dargestellt.

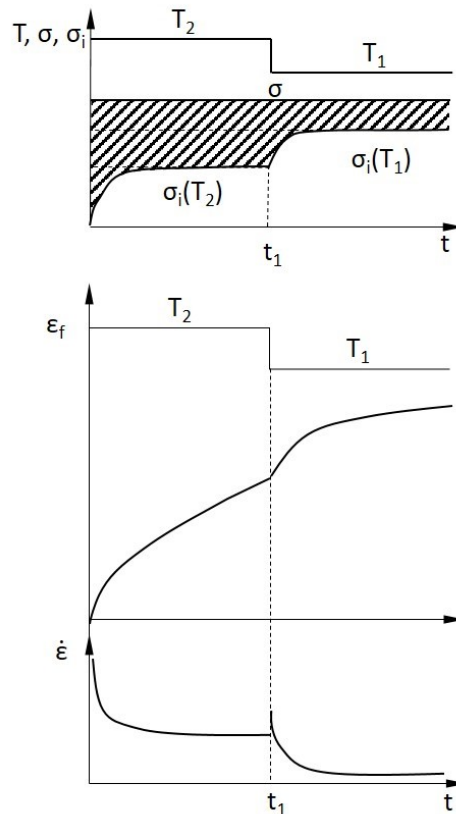


Abbildung 5-52: Modellvorstellung eines Temperaturwechsels von T_2 nach T_1 nach Kaiser und El-Magd [46] mit daraus resultierender Kriechdehnung und Kriechdehnrate

Bei T_2 steigt die innere Rückspannung σ_i bis zum Erreichen eines Sättigungswerts an. Unter Anwendung einer Kriechbeschreibung, die von der effektiven Spannung (schraffierte Fläche in Abbildung 5-52) abhängig ist, steigt auch die Kriechdehnung im Primärkriechbereich bis zum Erreichen eines stationären Bereichs stark an. Die Kriechgeschwindigkeit nimmt entsprechend ab, bis sich ein stationärer Zustand mit einer konstanten Dehnrate eingestellt hat.

Zum Zeitpunkt t_1 findet eine Temperaturabsenkung auf T_1 statt, welche eine Erhöhung des Sättigungswerts der inneren Rückspannung bewirkt. In der Folge strebt die innere Rückspannung als Funktion der Zeit diesen neuen Sättigungswert an. Die Dehnrate zeigt eine Art neuen „Primärkriechbereich“, also ein Repriming, mit zunächst höherer Kriechgeschwindigkeit, nimmt dann aber nach und nach weiter ab. Die daraus abgeleitete Kriechdehnung steigt zunächst stärker an, die Steigung wird mit dem Annähern der inneren Rückspannung an den Sättigungswert und der damit verbundenen Abnahme der effektiven Spannung flacher.

Das Konzept der inneren Rückspannung nach Kaiser und El-Magd stimmt beim Temperaturwechsel von hoher zu niedriger Temperatur mit den beobachteten Ergebnissen überein. Auch

hier findet Repriming statt. Nach dem Temperaturwechsel handelt es sich um einen zeitabhängigen Übergangszustand, bis die innere Rückspannung einen neuen Sättigungswert erreicht hat. Die Dehnrate zeigt das Repriming durch eine abnehmende Tendenz.

Es kann von einer Übereinstimmung zwischen der Modellvorstellung von Kaiser und El-Magd und den Versuchsbeobachtungen unter Temperaturwechselbeanspruchung im vorliegenden Fall gesprochen werden.

Das theoretische Modell von Kaiser und El-Magd entspricht beim Wechsel T_{max} nach T_{min} der Dehnungsentwicklung im Versuch.

Untersuchung eines Temperaturwechsels von T_{min} nach T_{max}

Der Temperaturwechsel von einer niedrigen Temperatur T_1 zu einer höheren Temperatur T_2 wurde ebenfalls von Kaiser und El-Magd untersucht [46]. Zur Darstellung dieser Modellvorstellung wurde die Kriechdehnung und die entsprechende Kriechdehnrate schematisch über der Zeit aufgetragen (Abbildung 5-53).

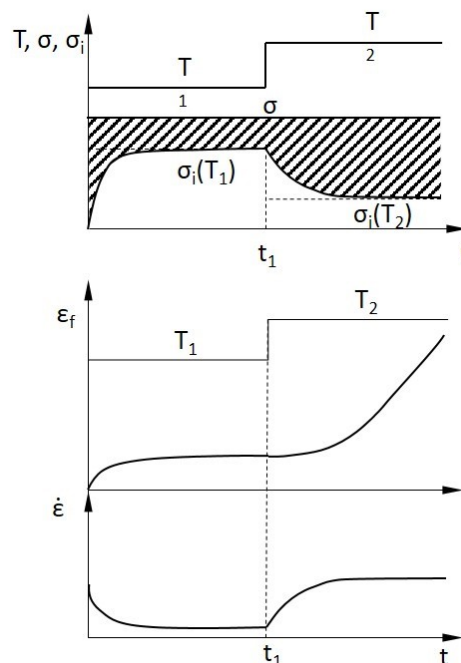


Abbildung 5-53: Modellvorstellung eines Temperaturwechsels von T_1 nach T_2 nach Kaiser und El-Magd [46] mit daraus resultierender Kriechdehnung und Kriechdehnrate

Auch hier strebt die innere Rückspannung einen Sättigungswert an. Die Kriechdehnung steigt zunächst stark an und behält mit Erreichen des Sekundärkriechbereichs eine konstante Steigung. Die Kriechgeschwindigkeit fällt bis zum Erreichen des Minimalwerts ab und bleibt dann konstant.

Zum Zeitpunkt t_1 findet ein Temperaturwechsel von der niedrigen Temperatur T_1 auf die höheren Temperatur T_2 statt. Die innere Spannung nähert sich mit der Zeit dem neuen Sättigungswert an. Die effektive Spannung ist nach dem Wechsel zunächst niedrig und steigt mit fortschreitender Zeit an, ebenso die Dehnrate. Dadurch kommt es bei diesem Wechsel nicht zum Repriming.

Das mit Hilfe der Theorie von Kaiser und El-Magd beschriebene Kriechverhalten bei einem Wechsel von T_{\min} nach T_{\max} entspricht nicht den experimentellen Ergebnissen der vorliegenden Arbeit. Die Dehnungsentwicklung, die im Rahmen der hier durchgeführten Versuche beobachtet wurde, zeigte gerade nach einem Wechsel von niedriger zu hoher Temperatur einen ausgeprägten Primärkriechbereich zu Beginn der Haltephase bei T_{\max} . Das theoretische Modell lässt sich nicht auf den beschriebenen Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung anwenden.

Die mit dem Modell nach Kaiser und El-Magd berechnete Kriechdehnung bei einer Temperaturwechsel-Belastung liegt zwischen den beiden isothermen Versuchen (Abbildung 5-54).

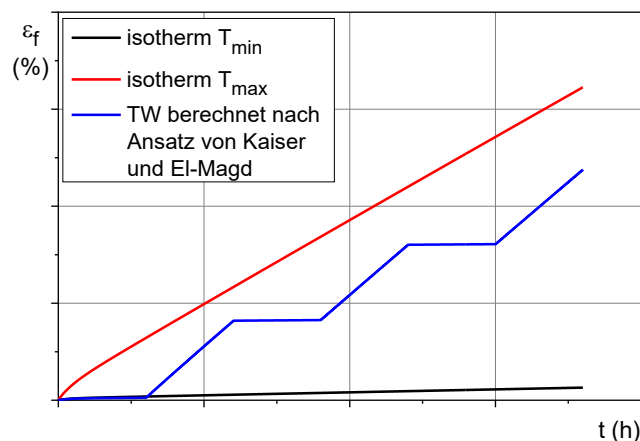


Abbildung 5-54: Schematische Darstellung der TW-Kriechkurve nach dem Modell der inneren Rückspannung nach [46]

Eine mit diesem Modell berechnete Kriechdehnung für alternierende Temperaturen liegt grundsätzlich zwischen den mit oberer und unterer Zyklustemperatur isotherm berechneten Dehnungen, unabhängig davon, wie stark die beiden Arten von Temperaturwechsel jeweils bewertet werden. Damit ist das Konzept nach Kaiser und El-Magd in dieser Form für die Beschreibung des im Rahmen dieser Arbeit beobachteten Effekts nicht geeignet.

Das theoretische Modell von Kaiser und El-Magd kann das bei einem Wechsel von T_{\min} nach T_{\max} in den durchgeführten Versuchen beobachtete Verhalten nicht beschreiben. Auch die Kombination aus den beiden vorstellten Temperaturwechsel-Arten ist nicht in der Lage, eine Kriechkurve zu beschreiben, die oberhalb der isothermen Kriechkurve bei Maximaltemperatur des Zyklus liegt.

5.5.3 Entwicklung eines Modellansatzes mit Auswertung der Temperaturänderungsrate

Zur Abbildung des Effekts der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung wurde eine neue phänomenologische Kriechbeschreibung entwickelt, die auf dem Graham-Walles Modell (Kapitel 2.3.2) basiert [68, 69]. Mit diesem Ansatz ist es möglich, den Primär-, Sekundär- und Tertiärkriechbereich abzubilden.

Die Gleichung ist in impliziter Form $\dot{\varepsilon} = f(\sigma, \varepsilon, T)$ notiert. Die Lösung der Gleichung ist somit nur durch numerische Integration möglich. Außerdem ist in der Gleichung eine integrierte Temperaturabhängigkeit enthalten. Die alternierende Belastung in Form von Temperaturwechseln wird in der Gleichung berücksichtigt.

$$\dot{\varepsilon} = K_1 \cdot \left(\frac{\sigma}{1-D}\right)^{n_1} \cdot \varepsilon^{m_1} + K_2 \cdot \left(\frac{\sigma}{1-D}\right)^{n_2} \cdot \varepsilon^{m_2} + |\dot{T}| \cdot K_T \cdot \sigma \cdot \varepsilon^{m_T} \quad 5-5$$

Die Beschreibung berücksichtigt zum einen den Dehnungszuwachs durch Temperaturwechsel bereits nach wenigen Zyklen. Zum anderen wird die mittel- bis langfristig festzustellende Zunahme der Kriechgeschwindigkeit durch eine Schädigungsgröße im Modell abgebildet.

Bei dem hier entwickelten Modell handelt es sich um eine zweigliedrige Beschreibung mit einem zusätzlichen Term, der bei Temperaturwechseln über die Temperaturänderungsrate ein zusätzliches Dehnungsinkrement addiert.

Dieser Modellansatz enthält eine über die Spannung eingebrachte Schädigung, D , in Anlehnung an die Modellvorstellung von Kachanov und Rabotnov [70, 71]. Im Ausgangszustand beträgt die Schädigungsvariable D Null. Mit zunehmender Schädigung erhöht sich die effektive Spannung als treibende Kraft für den Dehnungszuwachs und die Entwicklung der Schädigung um den Faktor $\frac{1}{1-D}$. Die Schädigungsvariable D ist demnach ein quantitatives Maß zur Beschreibung des Verlusts des tragenden Querschnitts. Die Schädigung selbst wird als homogen bzw. kontinuierlich über das Volumen des Werkstoffs verteilt angenommen.

$$\dot{D} = K_D \cdot \left(\frac{\sigma}{1-D}\right) + |\dot{T}| \cdot K_{Td} \cdot \varepsilon^{m_{Td}} \quad 5-6$$

Die Temperaturabhängigkeit der Proportionalkonstanten werden mit Arrhenius-Termen abgebildet.

$$K_1, K_2 = K_1^* \cdot e^{\frac{T(K)}{c}}, K_2^* \cdot e^{\frac{T(K)}{c}} \quad 5-7$$

Dieses gekoppelte Differentialgleichungssystem aus einer Beschreibung der Dehnrates und der Schädigungsentwicklung enthält 12 Modellparameter.

Eine schematische Darstellung zur Ermittlung der Modellparameter ist in Abbildung 5-55 gezeigt. Die schwarzen Punkte sind beispielhafte Versuchsdatenpunkte. Die Anpassung der Kriechgleichung erfolgt über die Addition zweier Geraden in der logarithmischen Auftragung der Dehnrates über der Dehnung.

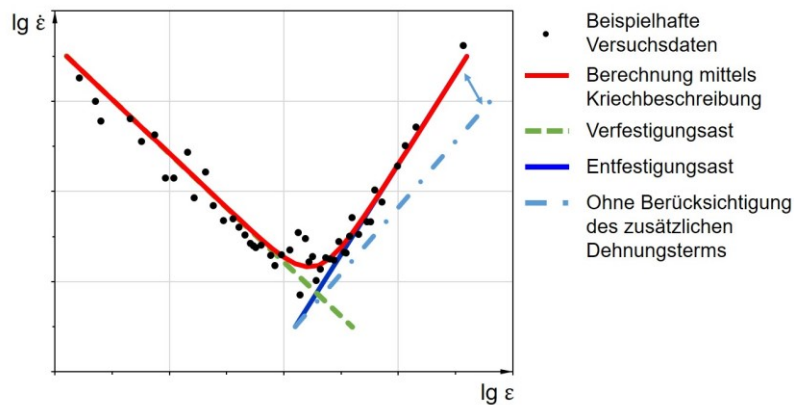


Abbildung 5-55: Schematisch: Kriechgeschwindigkeit aufgetragen über der Kriechdehnung und Adaption mit zweigliedriger Beschreibung

Der erste Term der Dehnungsentwicklung in Gleichung 5-5 beschreibt eine Abnahme der Dehnrate, die durch den Verfestigungsast repräsentiert wird. Nach dem Erreichen der minimalen Kriechdehnrate, nimmt die Dehnrate wieder zu. Dies wird durch den zweiten Term in Gleichung 5-5 und den hellblauen Entfestigungsast ohne Berücksichtigung des zusätzlichen Dehnungsterms in Abbildung 5-55 beschrieben.

Im dritten Term der Dehnungsentwicklung (Gleichung 5-5) ist die Temperaturänderungsrate \dot{T} enthalten. Dieser Term erzeugt bei jedem Temperaturwechsel ein zusätzliches Dehnungsinkrement. Auch in der Schädigungsentwicklung in Gleichung 5-6 führt der Term mit der Temperaturänderungsrate zu einem zusätzlichen Schädigungsinkrement. Nach jedem Temperaturwechsel wächst der Term und die zweite Teilgerade (Entfestigungsast) in Abbildung 5-55 verläuft steiler (blaue Gerade statt hellblauer Punkt-Strich-Gerade).

Das über dieses Gleichungssystem beschriebene Kriechmodell kann auch für die Berechnung isothermer Kriechkurven verwendet werden. In diesem Fall wird die Temperaturänderungsrate zu Null und der jeweils letzte Term in den Gleichungen 5-5 und 5-6 entfällt.

Modellparameter wurden in zwei voneinander unabhängigen Schritten zunächst an isothermen und anschließend an anisothermen Kriechkurven ermittelt. Bei den isothermen Parametern handelt es sich um die Parameter K_1^* , C , n_1 , m_1 , K_2^* , n_2 , m_2 , und K_D . Eine analytische Parameteridentifikation ist nicht möglich. Stattdessen müssen numerische Methoden zum Einsatz kommen. Hierfür wurde ein Pythonprogramm entwickelt, welches über das Nelder-Mead-Verfahren die Parameter bestimmt. Das Optimierungsziel ist dabei die Minimierung der Residuen aus berechneten und gemessenen Kriechdehnungen.

Die zweistufige Durchführung der Parameteridentifizierung erwies sich auf Grund der geringeren Rechenzeit und der numerischen Stabilität als vorteilhaft. Insbesondere die Qualität der Startwerte und die Schrittweitensteuerung haben einen entscheidenden Einfluss auf die Berechnungsdauer. Eine geeignete Wahl ermöglicht die Parameterbestimmung der isothermen Beanspruchung in akzeptablen Zeiten. Für die Ermittlung der anisothermen Parameter ist die Größe der Schrittweite durch die Zeitspanne bis zur nächsten Temperaturänderung begrenzt. Die Berechnung nimmt entsprechend ein Vielfaches an Rechenzeit in Anspruch.

Als „Creep-Subroutine“ kann der Modellansatz in FEM-Systeme zur Berechnung des Bauteilverhaltens komplexer Komponenten unter entsprechenden Belastungssituationen eingebunden werden.

Der entsprechende Workflow ist in Abbildung 5-56 schematisch dargestellt.

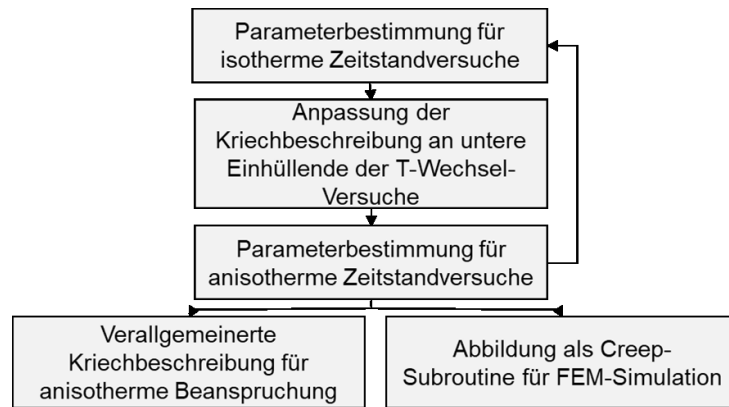


Abbildung 5-56: Schema zur Parameteridentifikation des Kriechgleichungssystems zur Beschreibung über die Temperaturänderungsrate

Die Anpassung der gefundenen Kriechgleichung erfolgte im isothermen Fall an Kriechkurven bei verschiedenen Temperaturen und Spannungen für die Werkstoffe 2.4633 und 2.4879. Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Spannungs- und Temperaturkombinationen wurden durch weitere Kriechversuche ergänzt [49].

Für den isothermen Fall wurde ein Spannungsbereich zwischen 1 MPa und 14 MPa und ein Temperaturbereich zwischen 900 °C und 1100 °C abgedeckt (Abbildung 5-57). Die gefundenen Parameter sind in Tabelle 13 in Anhang B zu finden.

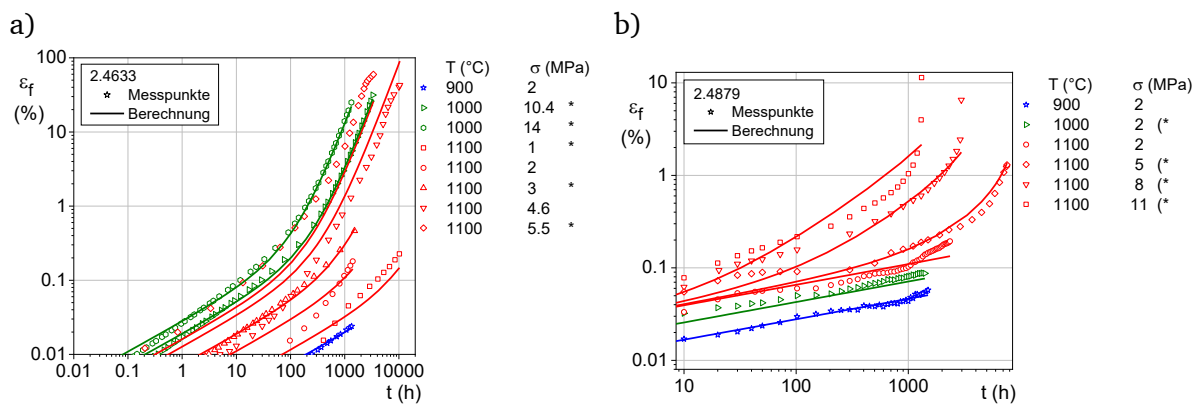


Abbildung 5-57: Anpassung der Kriechgleichung an isotherme Kriechkurven a) des Werkstoffs 2.4633 und b) des Werkstoffs 2.4879 (* [49])

Um die Qualität der Anpassung zu bewerten, wurde die berechnete Dehnung über der gemessenen Dehnung in einem sogenannten 45°-Diagramm aufgetragen (Abbildung 5-58). Für den Werkstoff 2.4633 liegt der 95 %-Streubandfaktor bei 2,8 und für den Werkstoff 2.4879 bei 2,1. Diese Werte sind im Rahmen der Eigenschaftsstreuung des Werks als hinreichend gut zu bewerten.

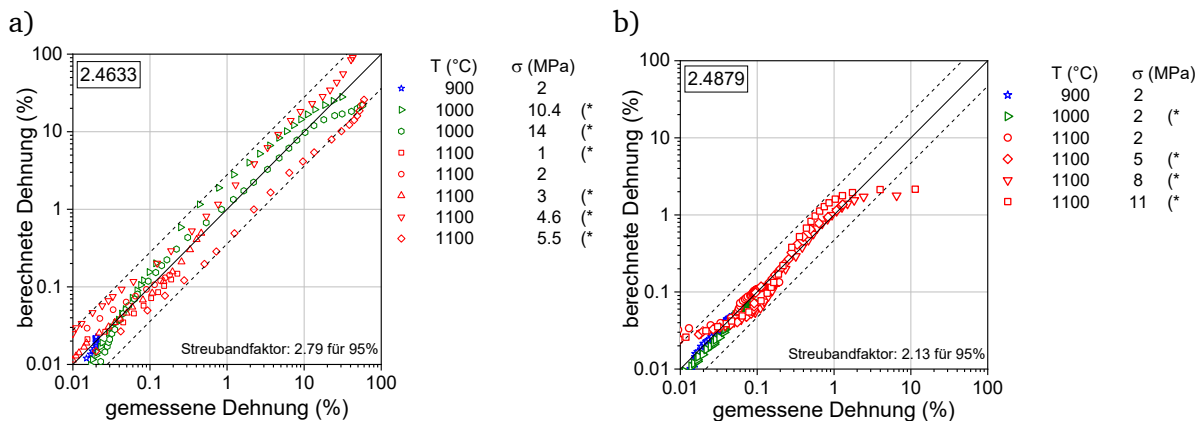


Abbildung 5-58: Vergleich berechnete zu gemessener Kriechdehnung für a) den Werkstoff 2.4633 und b) den Werkstoff 2.4879 (* [49])

Im nächsten Schritt folgt die Anpassung der Kriechbeschreibung an Ergebnisse der Temperaturwechsel-Kriechversuche. Dabei werden die Parameter, die zuvor anhand der isothermen Kriechkurven ermittelt wurden, beibehalten und ausschließlich die verbleibenden Parameter K_T , m_T , K_{Td} , m_{Td} optimiert.

Das Ergebnis der Anpassung an eine Temperaturwechsel-Kriechkurve mit einer Zyklusdauer von 8 Stunden (Haltephase 3,5 Stunden) zeigt eine hinreichend genaue Übereinstimmung (Abbildung 5-59). Gezeigt ist die gemessene und berechnete Gesamtdehnung inklusive der auf die Minimaltemperatur des Zyklus bezogenen thermischen Dehnungsanteile. Berechnet wurde dieser thermische Anteil mit einem aus der Literatur entnommenen thermischen Ausdehnungskoeffizienten [57].

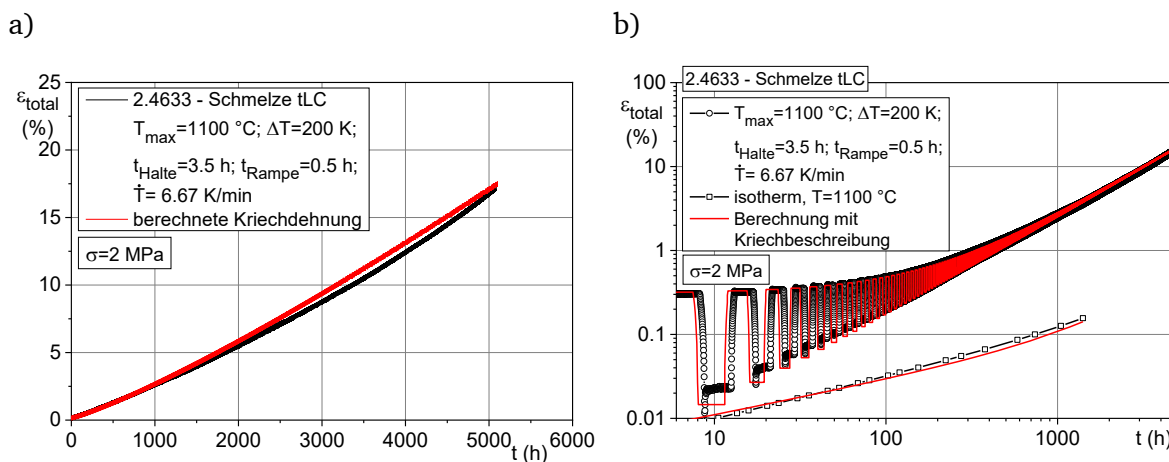


Abbildung 5-59: a) Anpassung des Kriechgleichungssystems an einen Temperaturwechsel-Versuch mit einer Zyklusdauer von 8 h, b) logarithmische Auftragung und Vergleich mit isothermem Versuch bei 1100 °C

In Abbildung 5-59b) ist zum Vergleich neben der Temperaturwechsel-Kriechkurve mit Anpassung auch die isotherme Kriechkurve bei 1100 °C mit Anpassung abgebildet. Die Übereinstimmung zwischen gemessenen und berechneten Kriechkurven ist in beiden Fällen gegeben.

Für einen Temperaturwechsel-Kriechversuch mit kürzerer Haltephase (1,5 Stunden) wurde eine weitere Parameteranpassung mittels des beschriebenen Gleichungssystems vorgenommen (Abbildung 5-60). Die anisothermen Parametersätze zur Berechnung des 8 Stunden- und des 4 Stunden-Zyklus sind in Tabelle 14 im Anhang B zu finden.

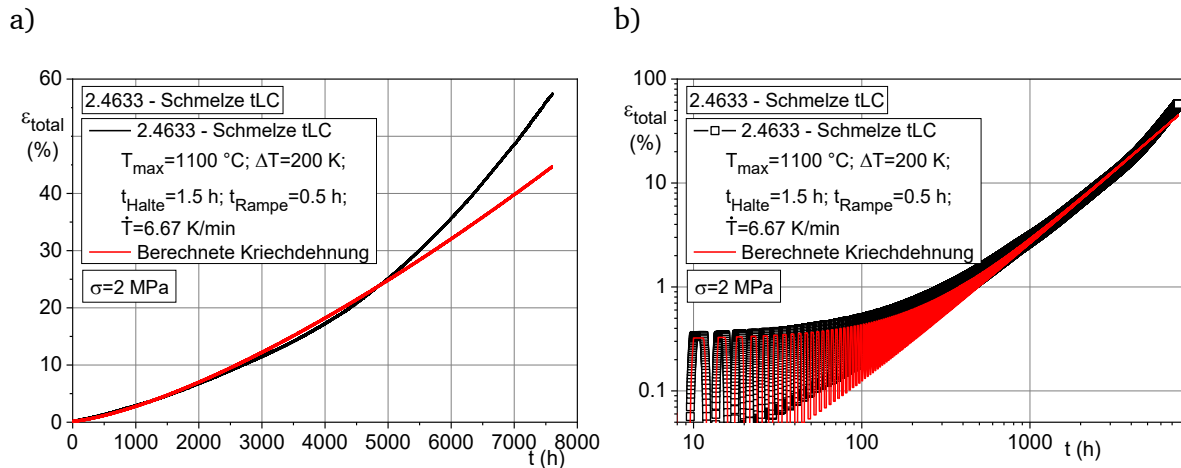


Abbildung 5-60: Anpassung der Kriechgleichung an den Werkstoff 2.4633 mit einer Zyklusdauer von 4 Stunden a) in linearer Auftragung und b) logarithmischer Auftragung, b)

In dem für industrielle Anwendungen relevanten Bereich bis 10 % Dehnung kann eine ausreichende Übereinstimmung zwischen Berechnung und Messung erzielt werden. Erst an Dehnungen oberhalb von etwa 25 % ist in der linearen Auftragung eine größere Abweichung von berechneter und gemessener Dehnung zu erkennen.

Eine weitere Modellparameteranpassung wurde für einen Temperaturwechsel-Kriechversuch des Werkstoffs 2.4633 mit einer Zyklusdauer von 2 Minuten durchgeführt (Abbildung 5-61). Auch bei dieser Zyklusart mit schnellem Temperaturhub und ohne Haltezeiten konnte eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Dehnungen erzielt werden. Auch dieser Parametersatz ist in Tabelle 14 in Anhang B zu finden.

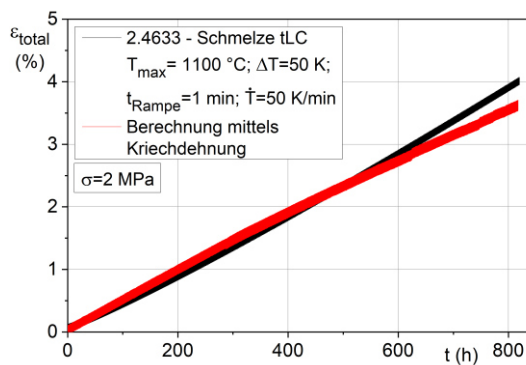
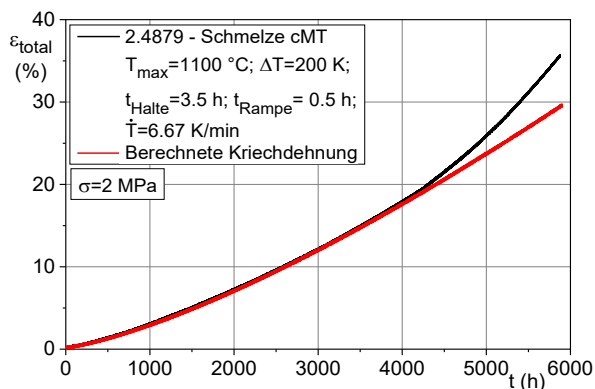


Abbildung 5-61: Anpassung der Kriechgleichung an einen Temperaturwechsel-Kriechversuch mit Zyklusdauer 2 Minuten

Für den Werkstoff 2.4879 wurden jeweils Parametersätze für Temperaturwechsel-Kriechversuche mit Haltephasen von 3,5 Stunden (Zyklusdauer 8 Stunden) und 1,5 Stunden (Zyklusdauer 4 Stunden) bestimmt (Abbildung 5-62).

a)



b)

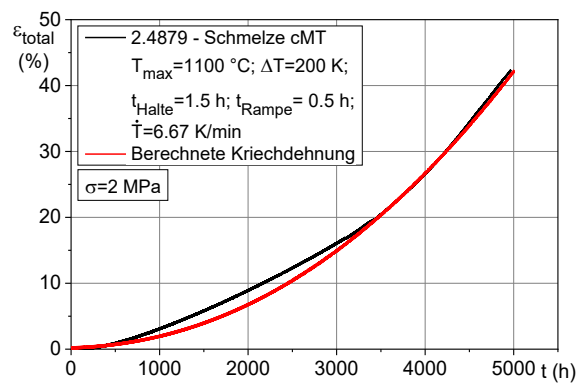


Abbildung 5-62: Anpassung der Kriechgleichung an Temperaturwechsel-Kriechversuche am Werkstoff 2.4879 mit Zyklusdauern von a) 8 Stunden und b) 4 Stunden

Für Zyklusdauern von 8 Stunden kann auch beim Werkstoff 2.4879 von einer guten Übereinstimmung bis zu einer Dehnung von etwa 20 % gesprochen werden. Der technisch relevante Bereich ist auch hier mit dieser Kriechbeschreibung abgedeckt. Die Parametersätze zur Berechnung dieser Temperaturzyklen sind ebenfalls in Anhang B in Tabelle 15 aufgelistet.

Die Anpassung an den Temperaturwechsel-Kriechversuch am Gusswerkstoff 2.4879 mit einer Zyklusdauer von 4 Stunden zeigt nach weiterer Parameteroptimierung ebenfalls eine gute Übereinstimmung. Der qualitative Verlauf beider Kurven passt gut zusammen.

Aufgrund der beschränkten Datenbasis konnten für die Werkstoffe 1.4841 und Centralloy 60 HT R keine Modellparameter bestimmt werden. Grundsätzlich kann das beschriebene Vorgehen auch auf diese Werkstoffe übertragen werden.

Zur Beschreibung des Kriechverhaltens unter Temperaturwechsel-Beanspruchung bei hohen Temperaturen und niedrigen mechanischen Lasten wurde ein phänomenologisches Kriechgleichungssystem entwickelt, welches in der Lage ist sowohl isotherme als auch anisotherme Kriechversuche mit einer hinreichenden Genauigkeit nachzurechnen. Parameterbestimmungen an zwei Werkstoffen liefern zufriedenstellende Ergebnisse.

Für unterschiedliche Arten von Temperaturzyklen müssen jedoch jeweils neue Parametersätze gefunden werden. Die Übertragbarkeit des Kriechmodells ist demnach nur sehr eingeschränkt möglich.

6 Ursachen der beschleunigten Kriechdehnung unter TW-Beanspruchung

Der Effekt einer beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung wurde in den Kapiteln 5.2, 5.3 und 5.4 anhand von verschiedenen experimentellen Untersuchungen analysiert. An anisothermen Kriechversuchen wurde festgestellt, dass dieser Effekt bei sehr hohen Temperaturen ($T > 0,8 T_m$) und vergleichsweise geringen mechanischen Lasten ($< 7,1 \text{ MPa}$) auftritt und bereits nach dem ersten Temperaturwechsel feststellbar ist. Weiterhin konnte dieses Verhalten in unterschiedlichen Werkstoffen reproduzierbar beobachtet werden. Es handelt sich somit um ein generisches Werkstoffverhalten, das an verschiedenen kubisch flächenzentrierten Werkstoffen nachgewiesen wurde.

Somit kann sein Auftreten nicht mit dem spezifischen Materialverhalten eines bestimmten Werkstoffs oder einer Werkstoffklasse begründet werden, sondern mit einem allgemein auftretenden, werkstoffunabhängigen Effekt. Daher werden im Folgenden verschiedene Thesen aufgeführt, die anschließend analysiert und eingeordnet werden.

- **Thermisch induzierte Spannungen:**
Während der Aufheiz- und Abkühlphase der Temperaturwechsel treten über den Probenquerschnitt Temperaturgradienten auf, die zur Ausbildung von thermischen Spannungen führen. Durch das thermische Zyklieren kommt es zu einer Art „thermischem Ratcheting“, das die Ursache der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung ist.
- **Lokale Spannungsüberhöhung:**
In [38] werden als Ursache für heterogenes Kriechverhalten unter Temperaturwechsel-Belastung lokale Spannungsüberhöhungen genannt. Durch die wechselnde Temperatur und die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten kommt es zwischen Ausscheidungen und Matrix zu lokalen Spannungsüberhöhungen. Daraus resultiert eine verfrühte Poren- und anschließende Kriechrisbildung.
- **Oxidation:**
In dem vorliegenden Temperaturbereich zwischen 900 °C und 1100 °C treten Oxidationseffekte verstärkt auf und können das Werkstoffverhalten beeinflussen. Auf der Probenoberfläche bilden sich Oxidschichten. Dabei unterscheiden sich die thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Oxidschicht und Substrat, sodass durch Temperaturwechsel Spannungen an der Grenzfläche auftreten und die Oxidschicht abplatzt. Es bildet sich eine neue Oxidschicht aus, die wiederum nach einiger Zeit abplatzt. In einem diffusionsgetriebenen, zeitabhängigen Vorgang resultiert daraus von der Oberfläche ausgehend eine Verarmung an bestimmten Legierungselementen und Ausscheidungen. Dies führt letztendlich zu einer Herabsetzung der Kriechfestigkeit und der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung. Weiterhin kann ein kontinuierliches Abplatzen der Oberflächen aufgrund von Temperaturzyklen zu einer Querschnittsreduzierung führen und so die effektive Spannung im Probenquerschnitt über die Versuchsdauer erhöhen.
- **Mikrostrukturelle Vorgänge bei anisothermer Beanspruchung**
Im isothermen Fall stellt sich während des primären Kriechbereichs ein von der Temperatur abhängiger Gleichgewichtszustand in der Mikrostruktur ein.

Die Temperaturwechsel verhindern die Ausbildung einer stabilen Substruktur, bzw. die gebildete Substruktur ist aufgrund der niedrigen mechanischen Spannung und der damit verknüpften geringeren Versetzungsdichte nicht ausreichend stabil gegenüber einem Temperaturwechsel. Im stationären Kriechbereich entsteht eine dynamische, statistisch unveränderte Struktur, die sich mit fortschreitender Dehnung weiter stabilisiert. Durch einen Temperaturwechsel ändert sich der zuvor in der Haltephase angestrebte Gleichgewichtszustand. Die entstandene Substruktur wird gestört, da bestimmte Parameter der Mikrostruktur (z.B. Versetzungsdichte, Subkorndurchmesser, Missorientierungswinkel) von der Temperatur abhängig sind und sich somit bei einem Temperaturwechsel ändern.

In diesem Kapitel sollen die formulierten Hypothesen hinsichtlich der Ursache der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung geprüft und diskutiert werden.

6.1 Thermische Spannungen

Thermisch induzierte Spannungen sind die Folge von Temperaturgradienten über den Probenquerschnitt.

Ursache für das Auftreten von Thermospannungen sind entweder die Dicke des Bauteils oder der Probe oder sehr hohe Temperatur-Änderungsraten. Beides trifft im vorliegenden Fall nicht zu, dennoch sollen die entstehenden Thermospannungen abgeschätzt werden.

Mithilfe einer FEM-Berechnung wurde zunächst das Temperaturfeld in einer Probe während eines Aufheizvorgangs bestimmt. Für die Prüfzone wurde die bei den Versuchen größtenteils eingesetzte Probengeometrie mit Rundquerschnitt von 8,4 mm Durchmesser verwendet. Die meisten niederzyklischen Versuche in Konvektionsöfen wurden mit einer Temperaturänderungsrate von 6,67 K/min durchgeführt. Schnellere Änderungsraten wurden induktiv erzeugt und sind deshalb unkritisch, da diese Erwärmungsart volumetrisch wirkt.

Die Umgebungstemperatur T_{∞} wurde als Rampe mit einer halben Stunde Dauer von T_{\min} auf T_{\max} aufgegeben. Die Wärmeübergangszahl α wurde so angepasst, dass zum Ende der Aufheizrampe die Temperatur der Probenoberfläche T_a nahezu die Umgebungstemperatur T_{∞} erreicht. Für die spezifische Wärmekapazität c und die Wärmeleitfähigkeit λ wurden Tabellenwerte des Werkstoffs 2.4633 verwendet [57] (Abbildung 6-1).

Nicht abgebildet wird in der Berechnung eine Wärmeabfuhr in Axialrichtung über die Einspannteile. Dadurch ist das berechnete Temperaturfeld auch für die vollständige Zylinderlänge homogen und nicht von der Axialposition abhängig. Das radiale Temperaturfeld wird dagegen mithilfe der Simulationsrechnung bestimmt.

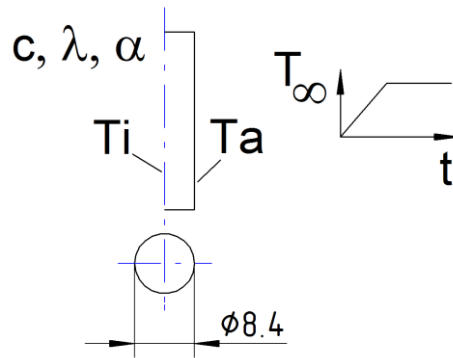


Abbildung 6-1: Simulationsrechnung Temperaturfeld in Rundprobe, schematisch

Entsprechend der Vorgabe erreicht die Umgebungstemperatur in der Simulationsrechnung nach 1800 Sekunden ihren Maximalwert. Die Temperaturfeldberechnung ergibt, dass sich während der Aufheizphase eine Temperaturdifferenz zwischen der Außenoberfläche und dem Probenkern in der Größenordnung von $<0,1$ K einstellt. Etwa 300 Sekunden später ist die Probe vollständig durchgewärmt und die Temperaturdifferenz verschwindet (Abbildung 6-2a).

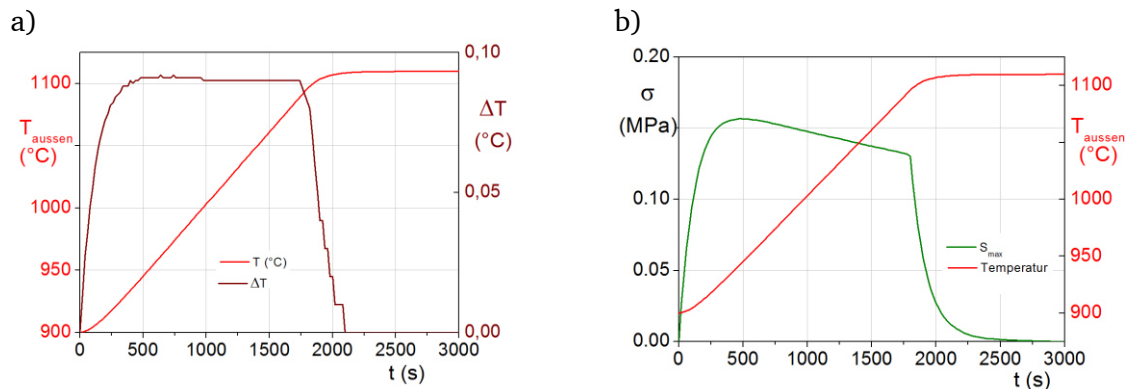


Abbildung 6-2: a) Simulation radialer Temperaturgradient in Rundprobe, schematisch, b) Abschätzung der auftretenden Thermospannungen, Aufheizen von 900 °C auf 1100 °C in 0,5 h, elastische Berechnung

Unter der Annahme eines elastischen Werkstoffverhaltens ergibt sich ein Maximalwert von 0,16 MPa für die Thermospannung S11 (in Axialrichtung), welche somit um den Faktor 12 kleiner ist als die niedrigste in den Versuchen angelegte Prüfspannung von 2 MPa. Der Einfluss der durch Temperaturgradienten in der Prüfzone der Probe induzierten Thermospannungen kann demnach als vernachlässigbar gering betrachtet werden.

Bei schlankeren Probenquerschnitten ist qualitativ mit noch geringeren Temperaturgradienten und entsprechend geringeren Thermospannungen zu rechnen. Bei den zuvor in Abschnitt 5.3.2 beschriebenen Vergleichsversuchen an einer Probe der Schmelze tLC des Werkstoffs 2.4633 mit kleinerem Durchmesser wurde dagegen sogar eine etwas höhere Kriechdehnung gemessen (Abbildung 5-24). Dies ist ursächlich nicht mit einer thermisch induzierten Spannung zu erklären, sondern hat andere Ursachen wie z. B. die Eigenschaftsstreuung des Werkstoffs.

Makroskopisch auftretende, thermisch induzierte Spannungen können als Ursache für den beobachteten Effekt ausgeschlossen werden. Die Temperaturänderungsrate ist in den meisten untersuchten Versuchen so gering, dass die auftretenden thermisch induzierten Spannungen im Vergleich zur äußeren mechanischen Spannung vernachlässigbar klein sind.

6.2 Lokale Spannungsüberhöhung

Lokale Spannungsüberhöhungen entstehen laut [38] zwischen Ausscheidungen und Matrix beim Abkühlen auf niedrigere Temperaturen. Nach der Theorie entstehen aufgrund der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Ausscheidungen (Karbiden oder ähnlichem) und Matrix thermische Spannungen. Diese überlagern sich den inneren Rückspannungen und wirken so auf die aufgestauten Versetzungen. Die Klettergeschwindigkeit dieser Versetzungen wird entsprechend heraufgesetzt und bei einem Wechsel von höherer zu niedriger Temperatur tritt eine erhöhte Kriechdehnung auf. Voraussetzung ist jedoch eine relativ hohe Temperaturänderungsrate im Bereich von K/s und eine sehr feine Ausscheidungsverteilung mit geringen Abständen der Ausscheidungen untereinander [38].

Bei den hier durchgeführten Versuchen ist jedoch davon auszugehen, dass die Temperaturänderungsrate mit vorwiegend 6,67 K/min viel zu gering ist, um entsprechende lokale Spannungen zu verursachen.

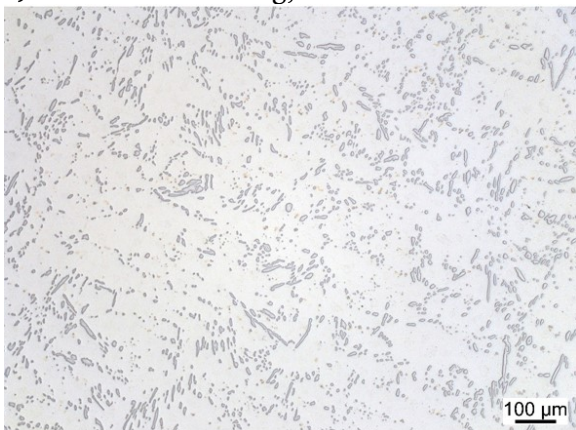
a) nach isothermer Belastung, 1538 h



b)



c) nach TW-Belastung, 2542 h



d)



Abbildung 6-3: Lichtmikroskopische Aufnahmen von Schliffen an Proben des Werkstoffs Centralloy 60 HT R, $\sigma=2$ MPa, Probe cMS11z6: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1538 h, a) ungeätzt und b) mit V2A-Beize geätzt; Probe cMS11z7: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit 2542 h, c) ungeätzt und d) mit V2A-Beize geätzt

Sollten die genannten lokalen Spannungsüberhöhungen dennoch der Versagensmechanismus sein, müsste dies auch dem Schadensbild eindeutig zuzuordnen sein. Vergleichende Mikrostrukturuntersuchungen von isotherm und anisotherm geprüften Kriechproben zeigen aber, dass im anisothermen Fall selbst nach längerer Versuchsdauer und einer um den Faktor 200

höheren Kriechdehnung keine Poren oder Rissbildung in der Mikrostruktur erkennbar sind (Abbildung 6-3).

Auch beim Werkstoff 2.4633 sind zwischen Ausgangszustand und geprüften Proben keine starken Unterschiede in der Mikrostruktur erkennbar (Abbildung 6-4). Bereits im Ausgangszustand sind in dieser Legierung Poren vorhanden. Die Versuche an den beiden Kriechproben wurden nach gleicher Beanspruchungsdauer von 1030 Stunden abgebrochen. Zwischen den Schliffen der isotherm und der anisotherm geprüften Probe sind keine signifikanten Unterschiede in der Mikrostruktur oder in der Porenbildung erkennbar. Anhand des Vergleichs der Gefüge kann in einer lichtmikroskopischen Untersuchung keine Ursache für die beschleunigte Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung gefunden werden.

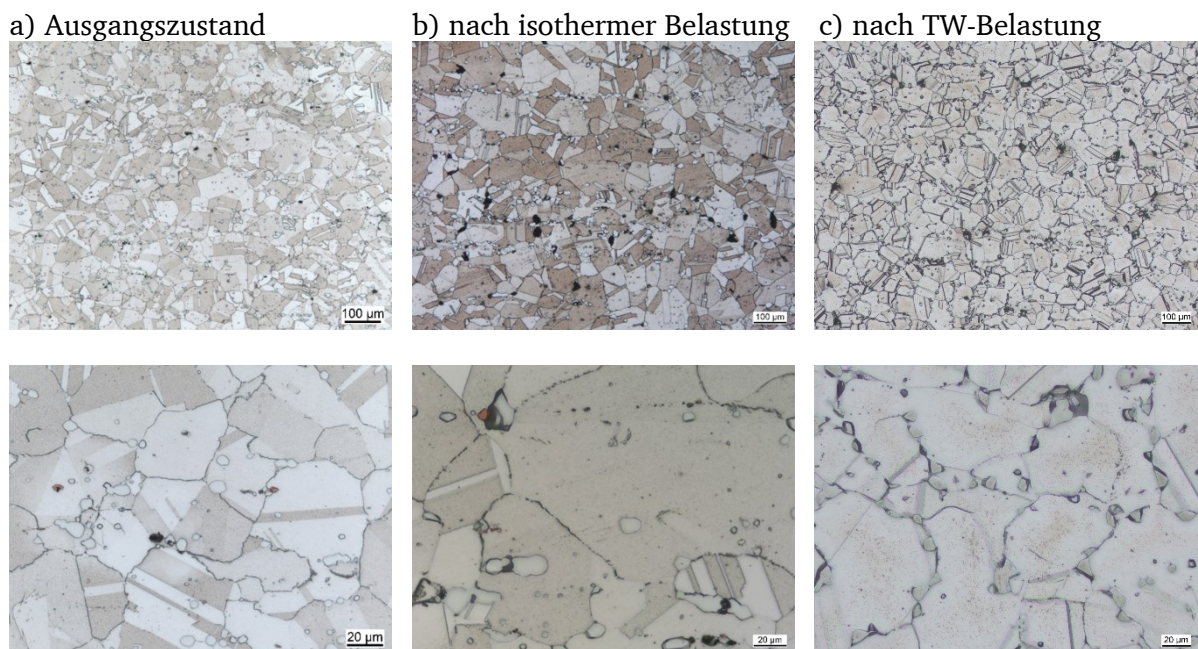


Abbildung 6-4: Lichtmikroskopische Aufnahmen von Schliffen an Proben des Werkstoffs 2.4633, $\sigma=4,6$ MPa, Ätzung: V2A-Beize; a) Ausgangszustand; b) Probe tLD11za20: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1030 h; c) Probe tLD11za2: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit 1031 h

Die Theorie von [38] basiert auf der Beobachtung, dass die erhöhte Kriechgeschwindigkeit beim Werkstoff Nimonic 80A auftritt, nicht aber bei dem ebenfalls untersuchten reinen Nickel. Als mögliche Ursache für das Verhalten wird die Mikrostruktur des Werkstoffs genannt. Nimonic 80A ist im Gegensatz zu reinem Nickel eine ausscheidungsgehärtete Legierung.

Bei der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Legierung 1.4841 sind kaum Ausscheidungen erkennbar, bzw. liegen diese im Nanometerbereich (Abbildung 6-5). Dennoch tritt der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung hier auf. Dies unterstützt die Theorie, dass lokale Spannungsüberhöhungen zumindest nicht die dominante Ursache für die beschleunigte Kriechdehnung sind.

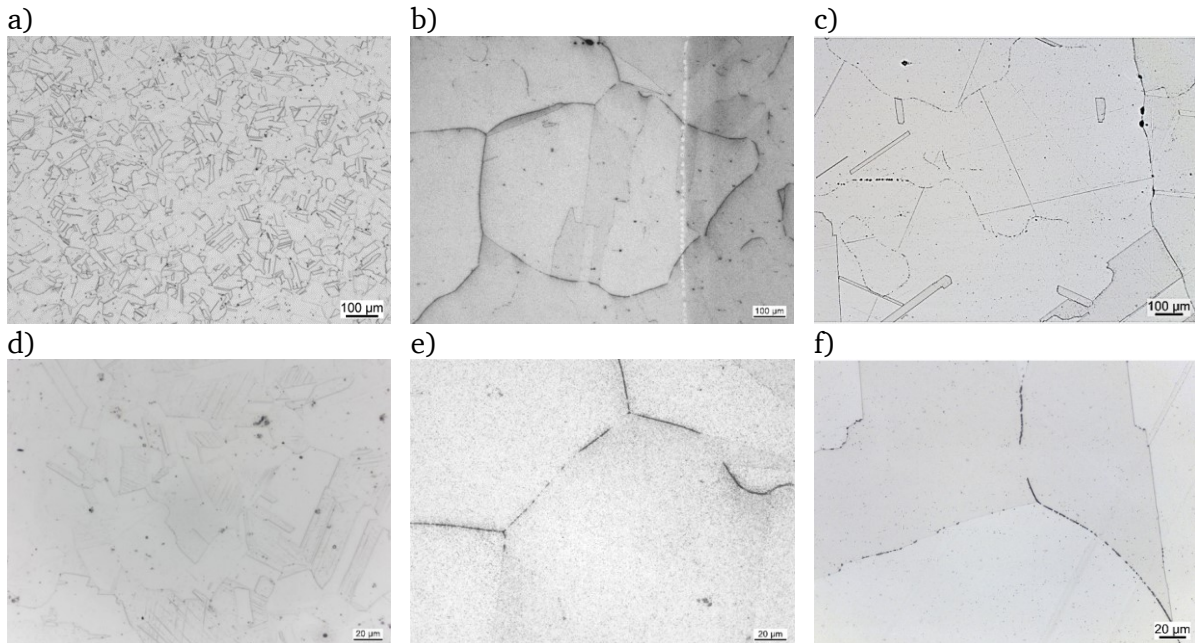


Abbildung 6-5: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Probeninneren von Schlifflen an Proben des Werkstoffs 1.4841 im geätzten Zustand, $\sigma=2$ MPa, a) und c) Ausgangszustand, b) und e) Probe eLC11z2: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1867 h, c) und f) Probe eLC11za3: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min

Riege [38] beschreibt in seiner Theorie, dass es bei einem Temperaturabfall von T_{\max} auf eine niedrigere Temperatur zu einer Druckspannung in radialer Richtung um die Ausscheidung kommt. Diese wirkt zusätzlich auf die Versetzungen und beschleunigt den Kletterschritt. Bei einem Temperaturanstieg muss es folglich zur umgekehrten Spannungsentwicklung um die Ausscheidungen kommen. Hierdurch würde sich das Vorzeichen der entstehenden thermischen Spannung zwischen Ausscheidung und Matrix umkehren und der Effekt der Beschleunigung würde ins Gegenteil verkehrt.

Bei den untersuchten Temperaturwechsel-Versuchen wurde jedoch nach jedem Wechsel unabhängig von der Richtung ein Repriming festgestellt. Der im Rahmen dieser Arbeit beobachtete Effekt der beschleunigten Kriechdehnung kann durch die Theorie von Riege nicht hinreichend erklärt werden. Außerdem können über diese Theorie die gefundenen Einflüsse bestimmter Parameter nicht hinreichend erklärt werden (Haltezeiten, Korngröße, ...).

Die Theorie, dass es aufgrund von Unterschieden in den thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Ausscheidungen und Matrix zu lokalen Spannungsüberhöhungen komme und diese dann für die beschleunigte Kriechdehnung unter anisothermer Beanspruchung verantwortlich seien, wird von den in dieser Forschungsarbeit durchgeführten Untersuchungen nicht gestützt. Der Effekt tritt auch bei Legierungen auf, welche nur sehr fein verteilte und lichtmikroskopische kaum erfassbare Ausscheidungen enthalten. Außerdem sind die im Rahmen dieser Forschungsarbeit untersuchten Temperaturänderungsraten mit Werten um 7 K/min um ein Vielfaches kleiner, als die von Riege [38] untersuchten Änderungsraten (K/s). Zudem lassen sich bestimmte Beobachtungen zu den Einflussgrößen auf den Effekt nicht plausibel mit dieser Theorie erklären.

6.3 Oxidation

Anhand von lichtmikroskopischen Aufnahmen an verschiedenen Proben wurde die Hypothese überprüft, ob das Oxidationsverhalten unter Temperaturwechsel-Beanspruchung für das Auftreten der beschleunigten Kriechdehnung verantwortlich sei.

Die Oxidation scheint nicht als alleinige Ursache für die beschleunigte Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung in Frage zu kommen. Dies kann zunächst damit erklärt werden, dass die erhöhte Kriechdehnung durch Temperaturwechsel im Vergleich zum isothermen Versuch schon nach dem ersten Zyklus auftritt und nach 50 Stunden bereits stark ausgeprägt ist (Abbildung 6-6).

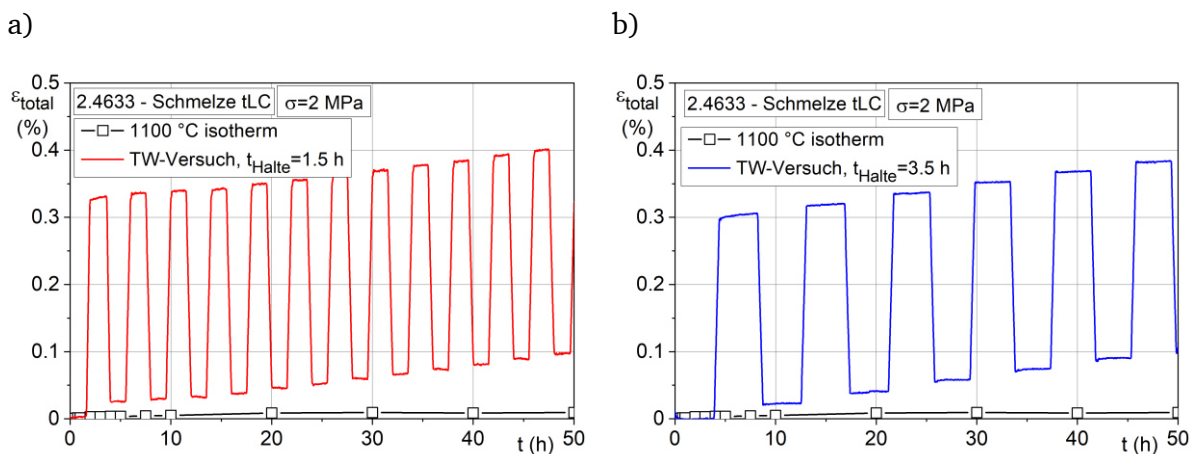


Abbildung 6-6: Vergleich der ersten 50 Stunden zwischen einem isothermen und einem Temperaturwechsel-Kriechversuch, a) mit kürzerer Haltezeit und b) mit längerer Haltezeit

Sollten oxidative Prozesse die Hauptursache sein, müsste nach dem ersten Temperaturwechsel entweder bereits eine starke Verarmung an Legierungselementen stattgefunden haben oder der Probenquerschnitt durch eine abgeplatzte Oxidschicht so stark verringert worden sein, dass durch einen der beiden Mechanismen der deutliche Dehnungsanstieg nach dem ersten Temperaturwechsel erklärt werden kann.

Eine Verarmung an bestimmten Legierungselementen innerhalb weniger Stunden und eine damit verbundene deutliche Änderung der Festigkeitseigenschaften des Werkstoffs sind sehr unwahrscheinlich.

Auch die Bildung einer sehr dicken Oxidschicht innerhalb kürzester Zeit, die durch den Temperaturwechsel abplatzen und die Probenquerschnittsfläche entsprechend so drastisch reduzieren müsste, dass es damit einhergehend zu einem starken Spannungsanstieg bezogen auf die Querschnittsfläche käme, lässt sich ausschließen.

Zyklische Oxidationsversuche am Werkstoff 2.4633 zeigen, dass es nach 1000 Stunden Versuchsdauer mit einem 24 h-Zyklus und einer Zyklustemperatur von 1100 °C zu keiner messbaren Massenänderung kommt (Abbildung 6-7) [72]. Auch weitere Quellen berichten von guten zyklischen Oxidationseigenschaften des Werkstoffs 2.4633 [73].

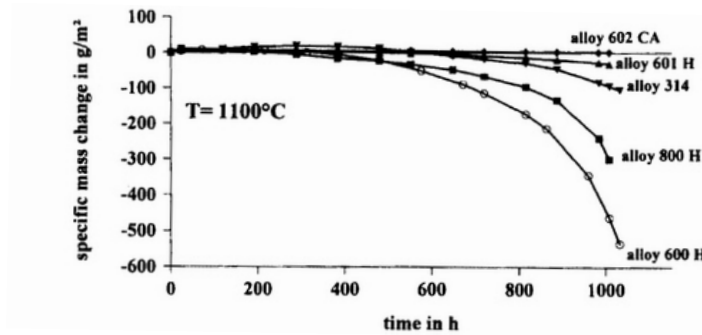
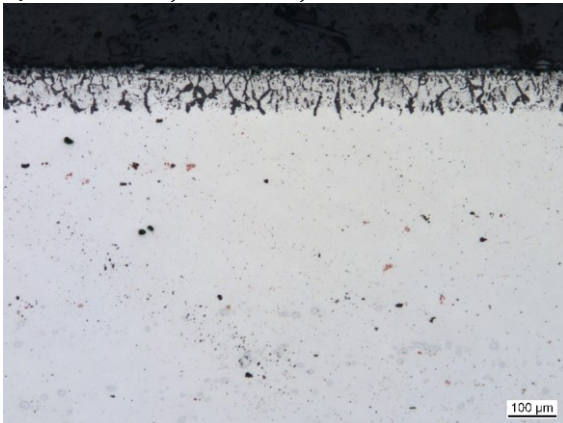


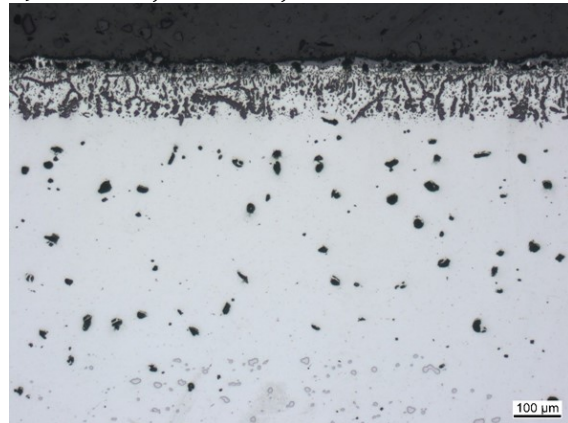
Abbildung 6-7: Spezifische Massenänderung hitzebeständiger Materialien während einer zyklischen Belastung in trockener Luft (24 h-Zyklus) als Funktion der Auslagerungsdauer bei 1100 °C [72]

Um die These der Oxidation als Hauptursache weiter zu widerlegen, wurden außerdem lichtmikroskopische Aufnahmen von geprüften isothermen und anisothermen Proben erstellt, um eventuelle Unterschiede zu identifizieren.

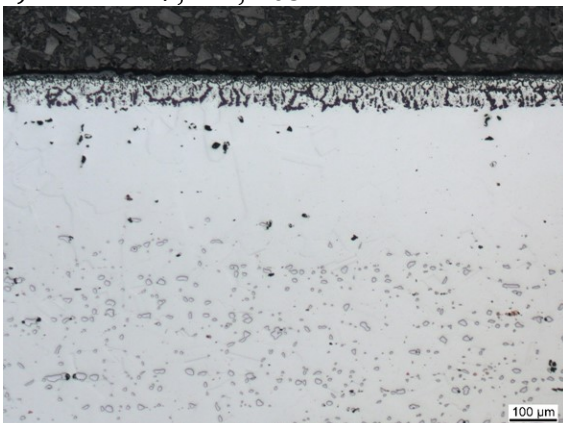
a) tLD11za28, isotherm, 1030 h



b) tLC11z4, isotherm, 1812 h



c) tLD11za17, TW, 1032 h



d) tLC11za10, TW, 1029 h

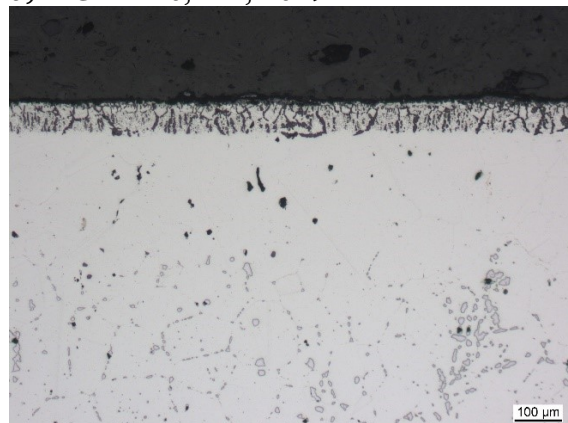


Abbildung 6-8: Lichtmikroskopische Aufnahmen, Werkstoff 2.4633 ungeätzt, $\sigma=2$ MPa, a) Probe tLD1.1za28: isotherm 1100 °C, Laufzeit: 1030 h, b) Probe tLC11z4: isotherm 1100 °C, Laufzeit: 1812 h, c) Probe tLD11za17: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 1032 h, d) Probe tLC11za10: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 1029 h

Beim Werkstoff 2.4633 zeigt die lichtmikroskopische Analyse des Randbereichs der Proben einen karbidverarmten Bereich und das Auftreten von innerer Oxidation (Abbildung 6-8).

Zusätzlich lösen sich die Karbide unterhalb der Oberfläche auf und es bilden sich Poren. Die isotherm bei 1100 °C geprüfte Probe der Schmelze tLD (Abbildung 6-8a) zeigt nach 1030 Stunden eine Karbidverarmung im Oberflächenbereich mit einer Tiefe von circa 350 μm bis 450 μm . Der verarmte Bereich liegt bei den beiden Temperaturwechsel-Kriechproben nach vergleichbarer Versuchsdauer bei ungefähr 300 μm . An der isothermen geprüften Probe der Schmelze tLC (Abbildung 6-8b) wurde nach rund 1800 Stunden eine karbidverarmte Zone von circa 600 μm Dicke beobachtet. Tendenziell weist die isotherm geprüfte Probe nach vergleichbarer Versuchsdauer eine breitere Verarmungszone auf als die Probe unter anisothermer Beanspruchung.

Die Übersichtsaufnahme einer Temperaturwechsel-Kriechprobe an der Schmelze tLC nach rund 5000 Stunden zeigt, dass die Karbidverarmung im Randbereich zu einer ausgeprägten Poren- und Rissbildung führt (Abbildung 6-9). Im Probeninneren sind nach dieser Belastung und Belastungsdauer auch Schädigungen in Form von Poren und Mikrorissen erkennbar, jedoch in einem geringeren Ausmaß. Mit zunehmender Belastungsdauer ist auch die Verarmungszone mit einer Tiefe von 600 μm bis 700 μm weiter gewachsen.

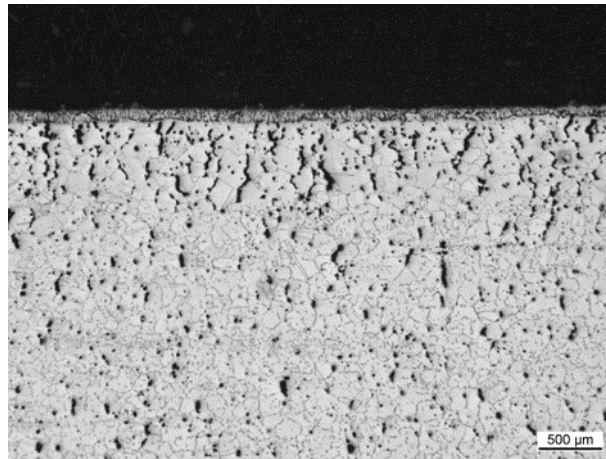


Abbildung 6-9: Übersichtsaufnahme Temperaturwechsel-Kriechprobe tLC11z2, $\sigma=2$ MPa, nach 5085 h, ($T_{\text{max}}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=3,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h)

Für die Charakterisierung der Oxidschichten im Oberflächenbereich wurde eine isotherm geprüfte Probe mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) untersucht. Die oberste Schicht besteht vor allem aus Chromoxiden. Zusätzlich wurden Nickel-, Aluminium- und vereinzelt Chromoxide identifiziert (Abbildung 6-10). Unterhalb dieser Schicht sind dendritenartig vorliegende Aluminiumoxide zu erkennen.

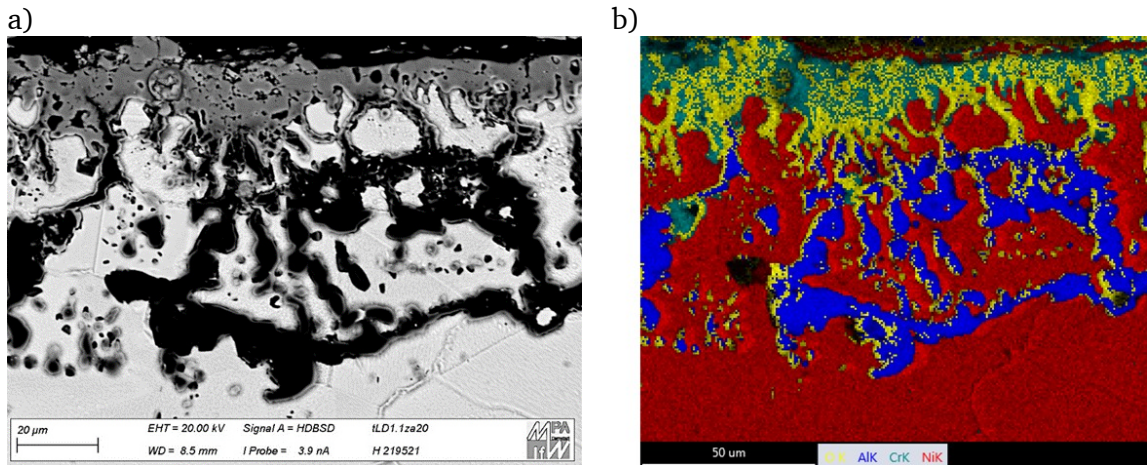


Abbildung 6-10: EDX-Aufnahme a) im BSE-Kontrast und b) im Elemente-Mapping der Probe tLD1.1za20: isotherm 1100 °C mit 4,6 MPa nach 1031 h

Eine lichtmikroskopische Aufnahme an einer anisotherm geprüften Probe zeigt nach der gleichen Belastungsdauer ein vergleichbares Bild im Oberflächenbereich (Abbildung 6-11). Im obersten Bereich hat sich eine fast dichte Oxidschicht gebildet, während im darunterliegenden Bereich vereinzelt Oxide erkennbar sind.

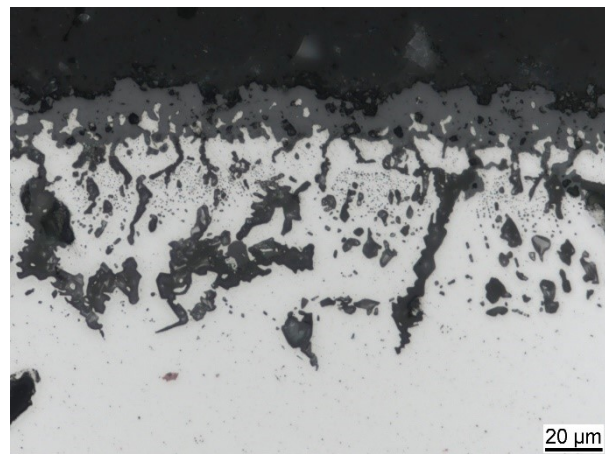


Abbildung 6-11: Lichtmikroskopische Aufnahme des Randbereichs der Probe tLD1.1za3, $\sigma=4,6$ MPa, nach 1029 h, ($T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=100$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,25$ h)

Am Werkstoff 2.4633 sind demnach keine starken Unterschiede zwischen dem Oxidationsverhalten im isothermen und anisothermen Fall feststellbar. Die Untersuchungen an der Probe der Schmelze tKO mit langen Haltezeiten (100 h/900 °C und 200 h/1100 °C) ergaben ferner, dass der Querschnitt unter Annahme von Volumenkonstanz nach circa 2700 Stunden nur um 0,6 % reduziert wurde [49]. Die damit verbundene Spannungserhöhung liegt lediglich bei circa 1 % und liefert keine ausreichende Erklärung für den beobachteten Effekt der Kriechbeschleunigung.

Auch der Gusswerkstoff 2.4879 zeigt unterhalb der Probenoberfläche eine karbidverarmte Zone von ungefähr 200 µm Dicke (Abbildung 6-12). Die aufgelösten Karbide führen ebenfalls zu einer Porenbildung im Randbereich, wie im Schlifffbild der isotherm geprüften Probe nach 3625 Stunden zu erkennen ist (Abbildung 6-12a). Die Probe cMT11za8 zeigt nach rund 700 Stunden unter Temperaturwechsel-Belastung eine schwach ausgebildete Verarmungszone von maximal 50 µm Dicke (Abbildung 6-12b). Dies gilt ebenso für die Probe cMT11za3 nach

einer Laufzeit von rund 6000 Stunden. Hier ist die Werkstoffschädigung insgesamt recht weit fortgeschritten, sodass sich die Porenbildung nicht nur auf den Randbereich beschränkt, wie es unter isothermer, kürzerer Beanspruchung der Fall ist.

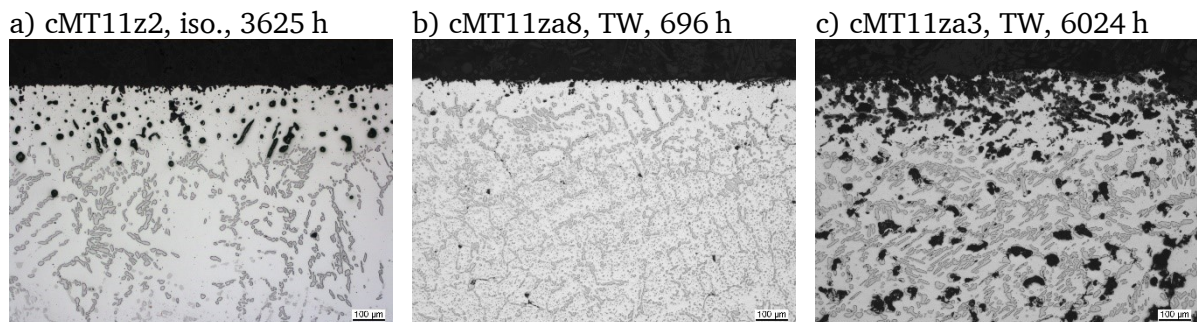


Abbildung 6-12: Lichtmikroskopische Aufnahmen von Schlifflinien an Proben des Werkstoffs 2.4879 im ungeätzten Zustand, $\sigma=2$ MPa, a) Probe cMT11z2: isotherm 1100 °C, Laufzeit 3625 h, b) Probe cMT11za8: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=3,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 696 h, c) Probe cMT11za3: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=3,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 6024 h

Eine dichte Oxidschicht bildet sich bei diesem Werkstoff weder bei isothermer noch bei anisothermer Beanspruchung aus. Nach einer Temperaturwechsel-Belastung von knapp 6000 Stunden kommt es zur Oxidation der gebildeten Poren im Randbereich der Probe. Im Probeninneren ist nach dieser Zeit keine Oxidation an den Porenoberflächen feststellbar (Abbildung 6-13).

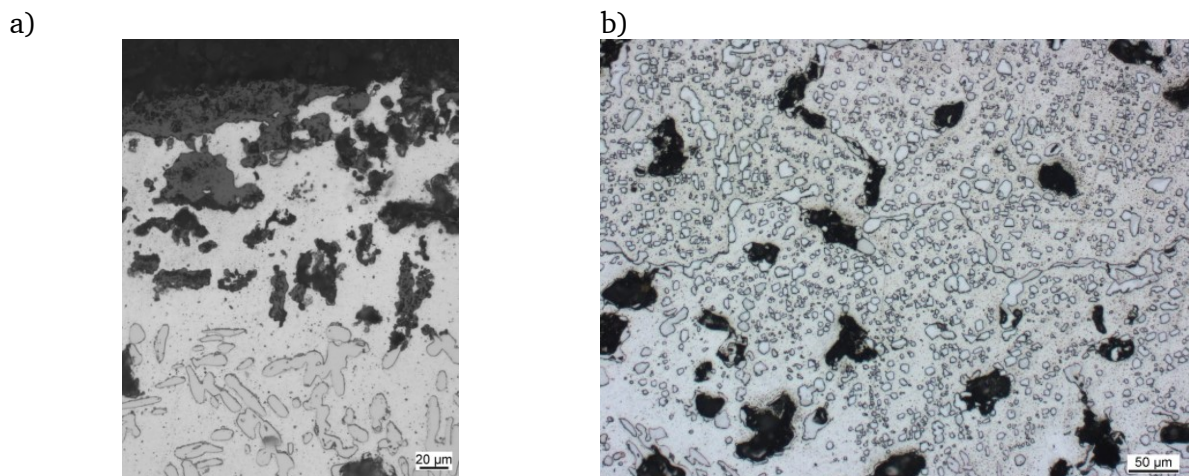


Abbildung 6-13: Detailaufnahmen der Probe cMT11za3 des Werkstoffs 2.4879 ($T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=3,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, $\sigma=2$ MPa, $t=5876$ h) a) Randbereich, b) Probeninneres

Der zweite untersuchte Gusswerkstoff Centralloy 60 HT R zeigt hingegen keine Verarmungszone im Randbereich der Proben. Sowohl nach isothermer Belastung bei 1100 °C und 1538 Stunden, als auch unter Temperaturwechsel-Beanspruchung nach 2542 Stunden sind unterhalb der Probenoberfläche keine ausscheidungsverarmten Bereiche zu erkennen (Abbildung 6-14).

a) cMS11z6, isotherm, 1538 h



b) cMS11z7, TW, 2542 h

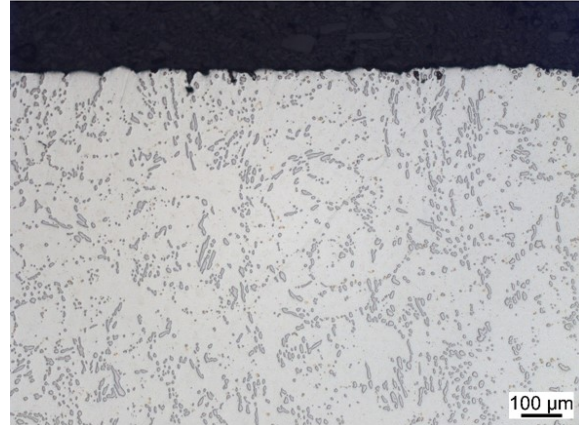


Abbildung 6-14: Lichtmikroskopische Aufnahmen von Schliffen an Proben des Werkstoffs Centralloy 60 HT R im ungeätzten Zustand, $\sigma=2$ MPa, a) Probe cMS11z6: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1538 h, b) Probe cMS11z7: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit 2542 h

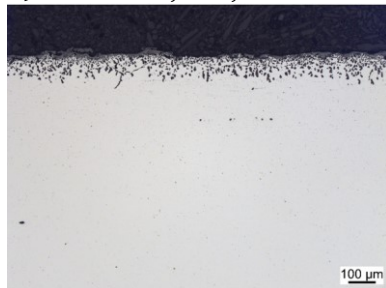
Bei diesem Gusswerkstoff ist weder im isothermen noch im anisothermen Fall eine ausgeprägte Oxidschicht auf der Probenoberfläche zu erkennen. Da keine Verarmungszone erkennbar ist, ist nicht davon auszugehen, dass die Oxidschicht durch den Abkühlprozess oder die Probenpräparation abgeplatzt ist.

Der Werkstoff 1.4841 zeigt, wie bereits der Schmiedewerkstoff 2.4633 das Auftreten von innerer Oxidation in den oberflächennahen Bereichen. Dabei weisen die Randschichten im isothermen und anisothermen Fall ein ähnliches Verhalten auf (Abbildung 6-15a und b). Erst nach circa 8600 Stunden anisothermer Beanspruchung konnte eine stark zerklüftete Oberfläche und ein verarmter Bereich unterhalb der oxidierten Randschichtzone festgestellt werden (Abbildung 6-15c).

a) eLC11z2, iso., 1867 h



b) eLC11za3, TW, 1028 h



c) eLC11za5, TW, 8595 h

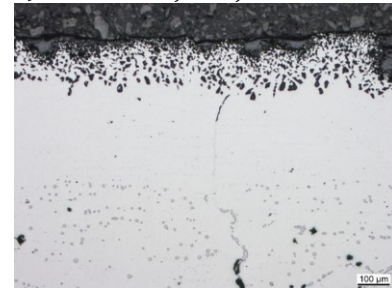


Abbildung 6-15: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Probenoberfläche von Schliffen an Proben des Werkstoffs 1.4841 im ungeätzten Zustand, $\sigma=2$ MPa, a) Probe eLC11z2: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1867 h, b) Probe eLC11za3: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 1028 h, c) Probe eLC11za5: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $\dot{T}=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 8595 h

Eine Übersichtsaufnahme der Probe eLC11za5 zeigt im Randbereich eine geringere Porenbildung als im Probeninneren (Abbildung 6-16).

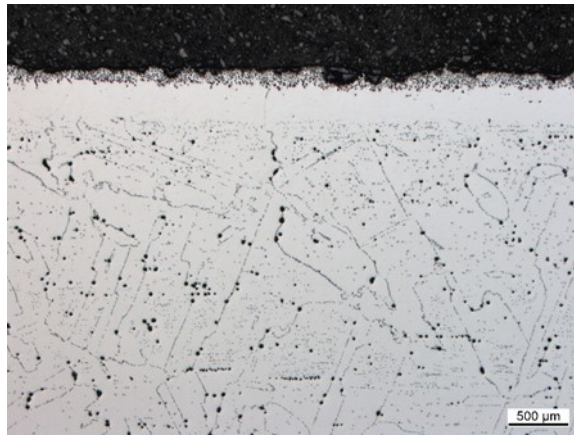


Abbildung 6-16: Übersichtsaufnahme des Randbereichs von Probe eLC11za5

Die Untersuchung der verschiedenen Werkstoffe hat keinen Hinweis auf Oxidation als maßgebliche Ursache für die beschleunigte Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung ergeben. Es sind keine signifikanten Unterschiede zwischen isotherm und anisotherm geprüften Proben feststellbar. Die untersuchten Werkstoffe weisen einen hohen Widerstand gegenüber Oxidation auf. Daher zeigen die Schlifffbilder selbst nach langer und hoher Temperaturbelastung keine oder nur schwach ausgeprägte Oxidationseffekte.

Oxidationseffekte finden in dem betrachteten Fall an der Grenzfläche Metall/Luft, also an der Probenoberfläche statt. Kriechen ist dagegen ein volumenabhängiger Vorgang. Daher ist nicht davon auszugehen, dass die Eigenschaften der Randschicht einen signifikanten Einfluss auf das Kriechverhalten haben.

Außerdem kann die vorliegende Spannungsabhängigkeit des Effekts der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung nicht anhand von Oxidationseffekten erklärt werden.

Auch konnte keine deutliche Volumenreduktion aufgrund von abplatzenden Oxidschichten an der Probenoberfläche festgestellt werden. Das geprüfte Volumen kann als quasi konstant betrachtet werden.

Bei längeren Versuchsdauern spielt Oxidation höchstwahrscheinlich in Bezug auf fortschreitende Werkstoffschädigung eine Rolle. Sie ist jedoch nicht ursächlich verantwortlich für die beschleunigte Kriechdehnung unter anisothermen Versuchsbedingungen.

Oxidation kann als hauptsächliche Ursache des Effekts der beschleunigten Kriechdehnung unter anisothermer Temperaturführung ausgeschlossen werden. Ein eindeutiges Argument gegen die These, dass oxidative Prozesse zu einer beschleunigten Kriechdehnung führen, ist die Zeitabhängigkeit. Bereits nach dem ersten Zyklus ist die beschleunigte Dehnung feststellbar. Auch die lichtmikroskopischen Untersuchungen lassen keinen Rückschluss auf eine oxidative Ursache des Effekts zu. Dennoch sind Oxidationseffekte bei sehr hohen Temperaturen nicht zu vernachlässigen und tragen somit zur allgemeinen Schädigung bei. Um sie als Ursache vollständig ausschließen zu können, wären Kriechversuche in inerter Atmosphäre durchzuführen. Dies ist jedoch anlagentechnisch an diesem Institut nicht möglich.

6.4 Mikrostrukturelle Vorgänge bei anisothermer Beanspruchung

In der Literatur finden sich bisher nur wenige Beiträge zur mikrostrukturellen Untersuchung des primären Kriechbereichs im Bereich sehr hoher Temperaturen und niedriger mechanischer Last. Speziell das Verhalten unter Temperaturwechseln in diesem Parameterbereich ist, vermutlich auch aufgrund der bisher seltenen technischen Relevanz, nur unzureichend untersucht. Mit der Theorie der inneren Rückspannungen alleine (Kapitel 5.5.2) kann das beobachtete Verhalten der beschleunigten Kriechdehnung bei Temperaturwechsel-Beanspruchung nicht erklärt werden.

Der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung tritt bei einer Temperatur- und Spannungscombination auf, die in der Ashby-Map im Randbereich zwischen Versetzungskriechen und Diffusionskriechen liegt (Abbildung 5-14). Es stellt sich demnach die Frage, ob Versetzungsbewegung oder Diffusionsströme der dominante Mechanismus bei der Verformung sind. Für einen hauptsächlich Diffusionskriechprozess sind die gemessenen Dehnraten zu hoch. Da der Effekt durch eine *beschleunigte* Dehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung definiert wird, kann davon ausgegangen werden, dass Versetzungen in dieser Belastungskombination dominanter Träger der Verformung sind, auch lassen sich die gefundenen Abhängigkeiten nicht mit Diffusionsvorgängen erklären.

Im Folgenden werden zunächst die mikrostrukturellen Vorgänge beim Kriechen unter isothermer Belastung beschrieben. Daraus werden Erklärungen zu den Gefügevorgängen im anisothermen Fall abgeleitet.

Als Reaktion des Werkstoffs auf die Lastaufbringung kommt es zu einer Zunahme an Versetzungen. Diese liegen statistisch verteilt homogen vor. Durch die erhöhte Dichte an Versetzungen findet während der Versetzungsbewegung ein gegenseitiges Blockieren statt. Dies führt dazu, dass die Dehnraten im primären Kriechbereich abnimmt. Je mehr Versetzungen im System sind, desto geringer wird die mittlere freie Weglänge, welche eine Versetzung im Durchschnitt zurücklegen kann, ohne von einer weiteren Versetzung blockiert oder gehindert zu werden. Durch das gegenseitige Behindern der Versetzungen kommt es zu einer Verfestigung. Diese Erhöhung des Kriechwiderstands führt zum Abbremsen der Dehnung.

Im Vergleich zur Verformung bei niedrigen Temperaturen können Versetzungen aufgrund der höheren Temperaturen klettern. Durch die Diffusion von Leerstellen zu einer Versetzung kann diese das Hindernis (z.B. eine Ausscheidung oder eine andere Versetzung) „überklettern“ [74]. Durch das Verlassen der ursprünglichen Gleitebene beim Klettern können sich Versetzungen mit entgegengesetzten Vorzeichen gegenseitig auslöschen oder annihilieren [75]. Diese Möglichkeit zu klettern ist der Grund für den mit der Verfestigung gleichzeitig einsetzenden Erholungsvorgang. Dieser Mechanismus führt dazu, dass anschließend wieder neue Versetzungen gebildet werden können. Mit dem Erreichen des stationären Kriechbereichs stellt sich ein Gleichgewicht zwischen den Erholungs- und Verfestigungsraten ein.

Auf mikrostruktureller Ebene erklärt sich der primäre Kriechbereich mit der Ausbildung einer Substruktur. Die zunächst gleichmäßig, homogen verteilt vorliegenden Versetzungen beginnen sich im transienten Bereich zu strukturieren. Es folgt eine heterogene Versetzungsstruktur bestehend aus Bereichen mit dichten, länglichen Subkörnern mit parallelen Subkorn Grenzen und Bereichen mit groben, zellartigen Strukturen, in welchen kaum Subkorn Grenzen vorhanden sind (vgl. Abbildung 2-10) [26, 76–78]. Die Kriechdehnraten in den gröberen, zellartigen Strukturen liegt höher als in den dichteren, gelängten Subkörnern [77] (Abbildung 6-17a).

Diese ersten Substrukturen, die sich in frühen Kriechphasen bilden, werden in späteren Verformungsphasen instabil [76].

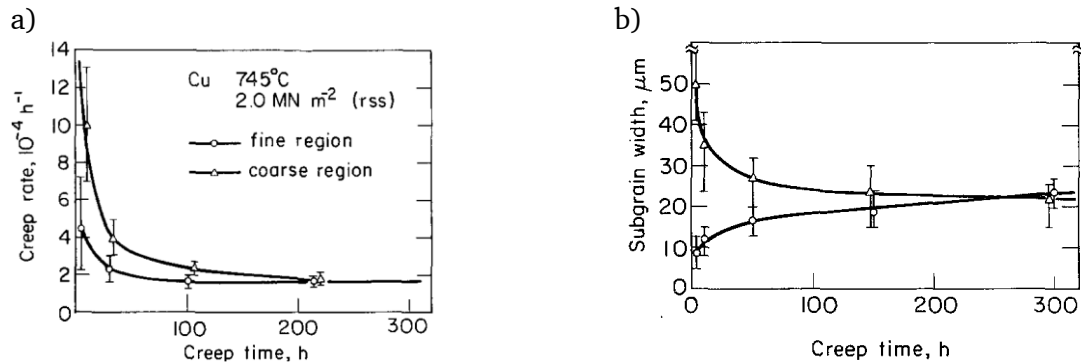


Abbildung 6-17: a) Unterschiede in der Kriechdehnrate in groben und feinen Strukturen im primären Kriechbereich aufgetragen über der Kriechdauer, b) Zu- und Abnahme der Subkornbreite mit zunehmender Kriechdauer [26, 77]

Mit zunehmender Kriechdauer kommt es zur Ausbildung einer homogenen Substruktur. Die bereits gebildeten länglichen Subkörner formen sich in eine globulare Form und in den Bereichen, in welchen nur eine lose Zellbildung vorlag, entstehen mit zunehmender Belastungsdauer ebenfalls globular ausgebildete Subkornstrukturen (Abbildung 6-17b).

Orlova et al analysieren in ihren Forschungen ebenfalls den primären und den stationären Kriechbereich an unterschiedlichen Materialien [79, 80]. Die Mikrostruktur- bzw. Subkornstruktur-Kenngrößen Versetzungsdichte, Subkorndurchmesser und Missorientierungswinkel sind im primären Kriechbereich noch in keinem stationären Gleichgewichtszustand. Erst mit Erreichen des sekundären Kriechbereichs bleiben Versetzungsdichte und deren Anordnung als Subkörner, der mittlere Subkorndurchmesser und die Missorientierung der Subkörner statistisch unverändert (Abbildung 6-18) [79].

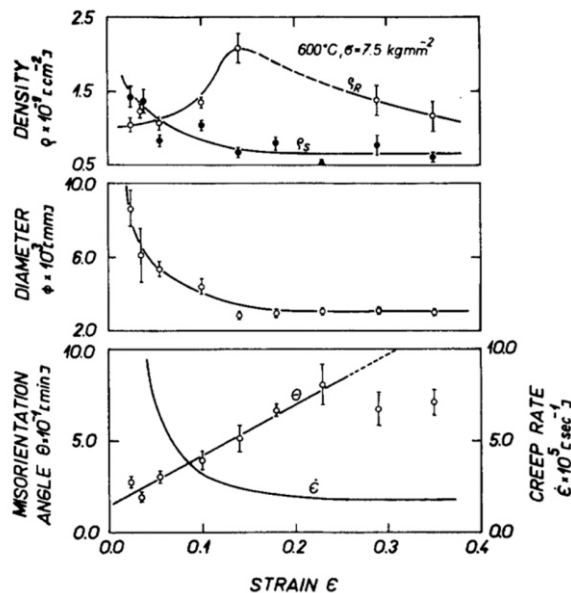


Abbildung 6-18: Entwicklung der mobilen Versetzungsdichten (ρ_R in Bereichen ohne Substruktur; ρ_S in Bereichen mit bereits vorhandener Substruktur), des Subkorndurchmessers ϕ und des Missorientierungswinkels θ im Bereich des Primärkriechens aufgetragen über der Dehnung [79]

Da die Erholungsrate beim Kriechen eine starke Temperaturabhängigkeit zeigt [2], kann angenommen werden, dass auch andere mikrostrukturelle Parameter eine Temperaturabhängigkeit zeigen. Zumindest ist davon auszugehen, dass der Gleichgewichtszustand, der sich beim Erreichen der stationären Kriechdehnrate einstellt, über die Abhängigkeit von der Erholungsrate auch temperaturabhängig ist.

In einer isothermen Phase wird folglich ein temperaturabhängiger Gleichgewichtszustand angestrebt. Dieser Grenzwert kann gleichgesetzt werden mit dem Erreichen der minimalen Kriechdehnrate und dem Erreichen des stationären Kriechbereichs. Eine ausgebildete Subkornstruktur beschreibt das Erreichen des Gleichgewichtszustands, der sich über die Parameter Versetzungsdichte, Subkorndurchmesser und Missorientierungswinkel beschreiben lässt.

Das Kriechverhalten unter Temperaturwechsel-Belastung kann mit folgender Hypothese beschrieben werden: Eine Veränderung des isothermen Zustands durch einen Temperaturwechsel stört den eingestellten Zustand bzw. bringt diesen aus dem Gleichgewicht. Dieser Gleichgewichtszustand setzt sich zusammen aus den bereits genannten Parametern zur Beschreibung der Subkornstruktur (Versetzungsdichte, Subkorndurchmesser und Missorientierungswinkel) und ist temperaturabhängig. Der bisherige Aufbau einer Substruktur oder die bis zum Zeitpunkt des Temperaturwechsels entstandene Ordnung wird durch die Änderung der Temperatur gestört und ein neuer Gleichgewichtszustand angestrebt. Es kommt zu einer Umordnung oder Neustrukturierung der Versetzungsgebilde bzw. Substruktur. Hierdurch wäre die Beobachtung des Repriming nach jedem Temperaturwechsel zu erklären. Jede Temperaturänderung bewirkt das erneute Einstellen einer homogenen, geordneten Versetzungsstruktur abhängig von der neuen Temperatur.

Dieser Hypothese weiter folgend ist noch einmal festzuhalten, dass der Sättigungszustand temperaturabhängig ist. Die Differenz zwischen dem temperaturabhängigen mikrostrukturellen Gleichgewichtszustand und der aktuell vorliegenden substrukturellen Ordnung kann im Allgemeinen proportional abhängig zur Kriechgeschwindigkeit aufgefasst werden. Folglich wäre eine Änderung des Sättigungszustands der Grund für eine weitere Versetzungsbewegung bzw. einen erneuten primären Kriechbereich nach jedem Temperaturwechsel. Dies würde über Umordnungs- oder Umstrukturierungsprozesse zu erklären sein.

Die Versetzungsdichte alleine zeigt bei [79] eine starke Abhängigkeit von der äußeren Spannung. Ein deutlicher Einfluss der Temperatur ist in Bezug auf die Versetzungsdichte als Funktion der Spannung im stationären Kriechbereich nicht festzustellen. Allerdings zeigen sich Unterschiede bei der Auftragung der Versetzungsdichte über der effektiven Spannung und der inneren Spannung. Hier scheint es eine zusätzliche Temperaturabhängigkeit zu geben. Auch bei den Parametern Subkorndurchmesser und Missorientierungswinkel ist im stationären Kriechbereich eine Abhängigkeit alleine von den Spannungsparametern (äußere Spannung, effektive Spannung und innere Rückspannung) zur Beschreibung nicht ausreichend. Es tritt auch eine Abhängigkeit von der Temperatur auf (Abbildung 6-19) [79].

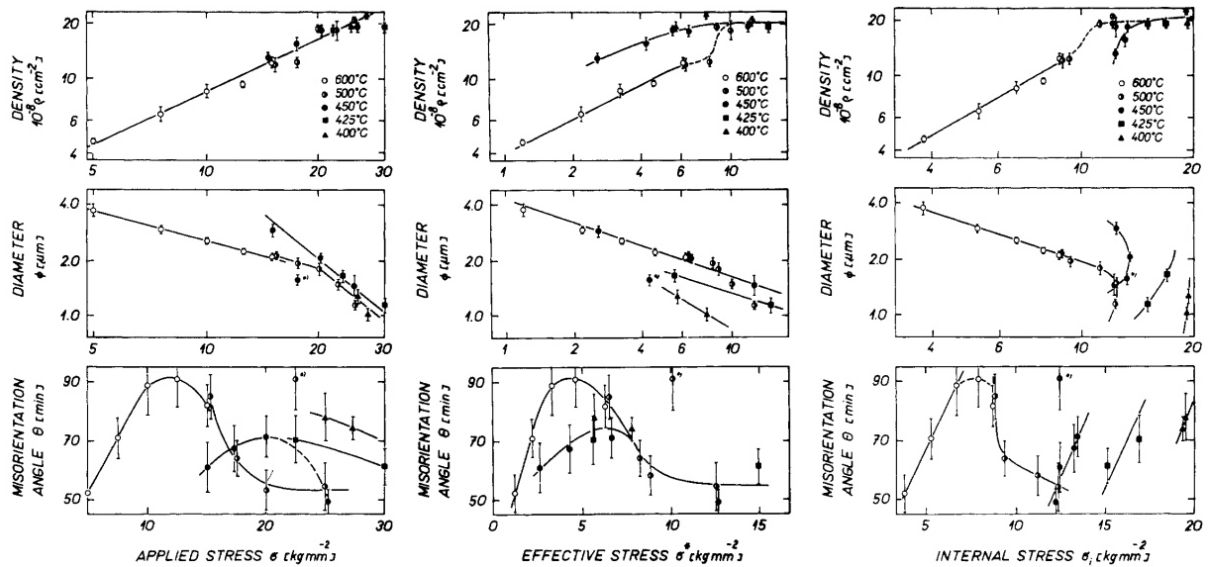


Abbildung 6-19: Versetzungsdichte ρ , Subkorngröße ϕ und Missorientierungswinkel θ im stationären Kriechbereich aufgetragen über der äußeren Spannung, der effektiven Spannung und der inneren Spannung [79]

Diese Untersuchungen zeigen, dass die sich bildende Substruktur nicht alleine von der anliegenden Spannung, sondern gleichwohl auch eine Funktion der vorherrschenden Temperatur ist. Eine Änderung der Temperatur kann folglich zu einer Umstrukturierung bzw. Änderung bestimmter Strukturparameter führen, was einen Einfluss auf die sich ausbildende Gleichgewichts-Substruktur hat. Bei veränderlichen Temperaturen kann demnach, anders als im isothermen Fall, keine stabile, statistisch konstante Substruktur ausgebildet werden.

Für diese Theorie spricht die Beobachtung, dass der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter anisothermer Belastung, bei sonst gleichen Beanspruchungsparametern, bei Versuchen mit längeren Haltezeiten weniger stark bis gar nicht mehr auftritt (siehe z.B. Abbildung 5-37, Abbildung 5-38, Abbildung 5-39). Durch die längeren Haltezeiten können sich stabilere Substrukturen ausbilden bzw. ist die Versetzungsanordnung bereits so weit vorangeschritten, dass ein Temperaturwechsel nicht mehr zu einer Störung des bereits erreichten Zustands führen kann. Die entstandene Struktur ist gefestigt. Der Einfluss der Haltezeiten ist jedoch nicht getrennt von dem Einfluss der Spannung zu betrachten, wie die experimentellen Untersuchungen gezeigt haben.

Der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung zeigt eine reziproke Spannungsabhängigkeit. Unterhalb eines bestimmten, werkstoffabhängigen Schwellenwerts tritt der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung überhaupt erst auf. Außerdem ist er bei niedrigen Spannungen stärker ausgeprägt. Der Subkorndurchmesser ist eine Funktion der Spannung [81] und folglich der Versetzungsdichte. Bei höheren mechanischen Spannungen werden mehr Versetzungen erzeugt. Entsprechend können sich bei höheren Spannungen stabilere Substrukturen ausbilden [82]. Diese Erkenntnisse könnten als mögliche Ursache für das unterschiedliche Kriechverhalten unter Temperaturwechsel-Beanspruchung bei niedrigen und höheren Spannungen gelten. Bei höheren Spannungen kann die angestrebte Substruktur schneller aufgebaut werden bzw. stehen mehr Versetzungen zur Verfügung, um eine stabilere Struktur zu erzeugen. Bei niedrigen Spannungen wird der Gleichgewichtszustand folglich nicht so schnell erreicht bzw. ist nicht so stabil ausgebildet.

Um die Stabilität der bis zum Erreichen der minimalen Kriechdehnrate gebildeten Substruktur zu bewerten, wurde eine Probe mit 2 MPa bei 1100 °C isotherm bis zum Erreichen von $\dot{\epsilon}_{\min}$ geprüft. Anschließend wurden Temperaturwechsel zwischen 900 °C und 1100 °C gestartet (Abbildung 6-20).

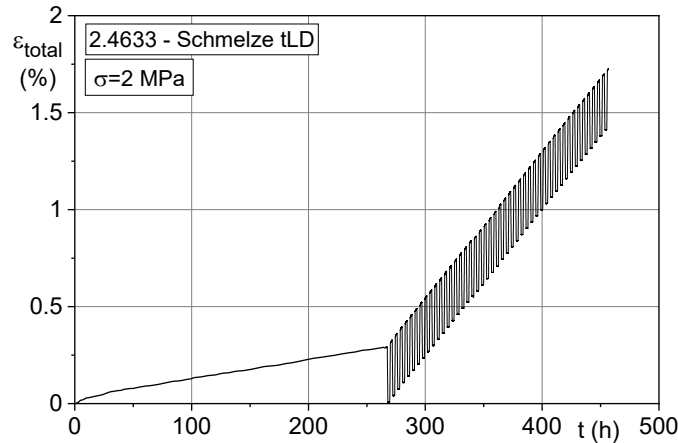


Abbildung 6-20: Kriechversuch zunächst isotherm bis zum Erreichen der minimalen Kriechdehnrate, anschließend Start der Temperaturwechsel-Belastung

Die Kriechgeschwindigkeit ist nach dem Start der Temperaturzyklen deutlich höher als zuvor während der isothermen Beanspruchung.

Eine vergrößerte Darstellung des Übergangsbereichs zwischen isothermer und anisothermer Temperaturführung zeigt, dass die Dehnraten bereits in der ersten oberen Haltephase bei 1100 °C deutlich höher ist als zum Ende des isothermen Bereichs (Abbildung 6-21a). Dies wird auch beim Vergleich der Kriechgeschwindigkeit des isothermen Bereichs vor dem Start der Temperaturwechsel-Belastung mit der Kriechgeschwindigkeit in der ersten Haltephase bei 1100 °C nach einem Temperaturwechsel deutlich (Abbildung 6-21b).

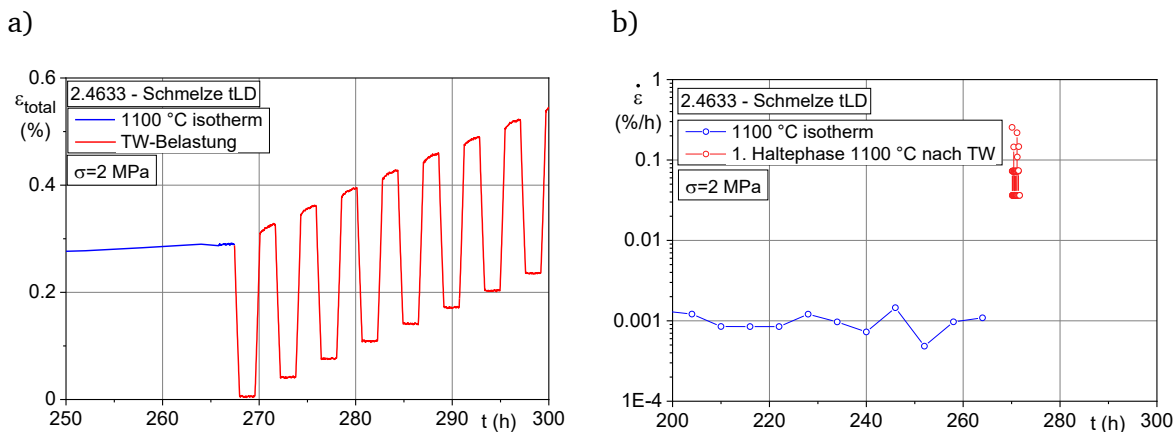


Abbildung 6-21: a) Vergrößerte Darstellung des Übergangsbereichs von isothermer zu anisothermer Belastung, b) Auftragung der Dehnraten am Ende des isothermen Versuchsabschnitts und in der ersten Haltephase bei 1100 °C nach dem ersten Temperaturwechsel

Das beobachtete Verhalten passt zur beschriebenen Theorie, dass sich aufgrund der geringen mechanischen Spannung keine stabile Substruktur ausbilden kann. Ein Temperaturwechsel

zerstört den eingenommenen Zustand und es kommt zur Um- oder Neubildung einer Unterstruktur.

Weiter wurde eine Abhängigkeit des Effekts der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung von der Korngröße festgestellt. Bei gleicher Beanspruchung tritt der Beschleunigungseffekt bei größeren Korngrößen ausgeprägter auf als bei kleineren Korngrößen (Abbildung 5-21, Abbildung 5-22, Abbildung 5-23).

Grundsätzlich ist der Kriechmechanismus des Versetzungskriechens von der Korngröße unabhängig. Bei dem beobachteten Effekt handelt es sich um ein Phänomen auf Basis der Versetzungsstruktur und demnach auch auf Basis des Versetzungskriechens. Die Subkorngröße stellt sich als Funktion der Spannung ein, nicht aber als Funktion der Korngröße [81].

Ein möglicher Erklärungsansatz, weshalb der Effekt trotz der Korngrößenunabhängigkeit des Versetzungskriechens bei größeren Korngrößen stärker ausgeprägt ist, ist der Einfluss des Korngrenzgleitens, der bei kleinen Korngrößen stark ins Gewicht fällt. Bei den großen Korngrößen nimmt der Anteil von Korngrenzgleiten an der Gesamtdehnung ab [83]. Der Anteil des Versetzungskriechens ist dominant. Dies dient auch als weiteres Indiz dafür, dass die Ursache des beobachteten Effekts in den Gesetzmäßigkeiten und Mechanismen des Versetzungskriechens zu finden ist.

Die genannten Abhängigkeiten von Haltezeit, Spannung und Korngröße sind werkstoffabhängig und beeinflussen sich gegenseitig.

Von den vier Hypothesen konnte eine Hypothese nicht widerlegt werden. Diese stellt sich wie folgt dar: Durch Temperaturwechsel kommt es zu einer Störung des sich während des Primärkriechens ausbildenden, temperaturabhängigen Gleichgewichtszustands der Substruktur. Bei vergleichsweise niedriger Spannung kann ein Temperaturwechsel die Stabilität der bereits gebildeten Struktur stören. Ein neuer temperaturabhängiger Gleichgewichtszustand wird angestrebt. Es wird eine Temperaturabhängigkeit bestimmter Strukturparameter wie Versetzungsdichte, Subkorndurchmesser oder Missorientierungswinkel vermutet.

Die beobachteten Abhängigkeiten des Effekts der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Belastung von der mechanischen Spannung, der Korngröße und der Haltezeiten lassen sich mit dieser Theorie erklären.

7 Beschreibung über einen Strukturparameter

7.1 Kriechbeschreibung

Die gefundenen Erkenntnisse werden genutzt, um eine Kriechbeschreibung zu entwickeln, welche die beschleunigte Kriechdehnung bei anisothermer Kriechbeanspruchung nicht mehr rein phänomenologisch, wie bereits in Kapitel 5.5.3 geschehen, beschreibt, sondern in welcher die zuvor beschriebene mechanistische Modellvorstellung mathematisch erfasst wird.

Im isothermen Fall zeigt die Kriechkurve zu Beginn des primären Kriechbereichs einen steilen Dehnungsanstieg, der sich weiter abflacht mit der Ausbildung der beschriebenen Substruktur (Abbildung 7-1a).

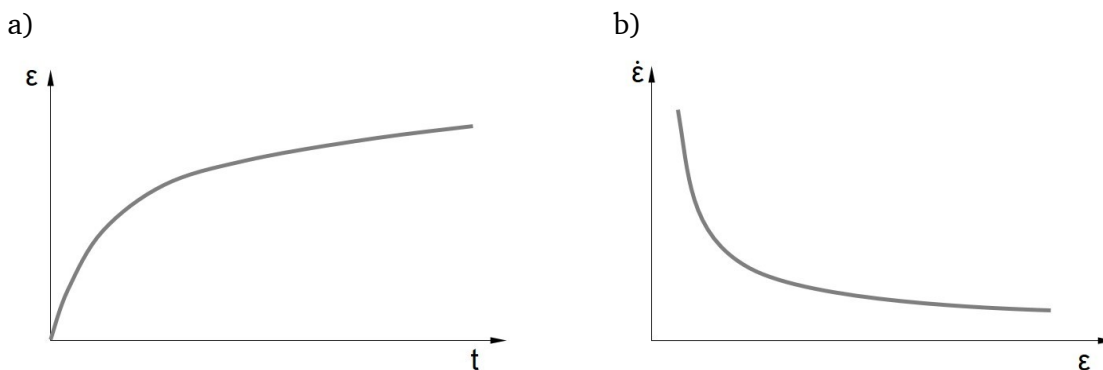


Abbildung 7-1: Schematisch: Primärer Kriechbereich; a) Kriechdehnung, b) Kriechdehnrate

Dieses Verhalten kann auch über die Entwicklung der zugehörigen Dehnrate $\dot{\epsilon}$ beschrieben werden (Abbildung 7-1b). Bei einer Verfestigung, wie sie im primären Kriechbereich auftritt, gilt:

$$\frac{d\dot{\epsilon}}{d\epsilon} < 0 \quad 7-1$$

Um dieses Verhalten zu beschreiben, werden häufig phänomenologische Potenzansätze mit einem Exponenten $m < 0$ gewählt:

$$\dot{\epsilon} \propto \epsilon^m \quad 7-2$$

Bei Verwendung der Dehnungsverfestigungsregel im Bereich mittlerer Temperaturen und höherer mechanischer Lasten ist zur Abbildung zyklischer Kriechkurven die erreichte plastische Dehnung das Maß der Berechnung. Das Auftreten einer beschleunigten Kriechdehnung unter anisothermen Beanspruchungen bei hohen Temperaturen und niedrigen mechanischen Lasten konnte nicht mit der Dehnungsverfestigung (Kapitel 5.5.1) beschrieben werden. Unter dieser Art Temperaturwechsel-Belastung wurde jedoch eine höhere Dehnung gemessen, als anhand der Dehnungsverfestigungsregel aus der Kombination zweier isothermer Dehnungsanteile berechnet werden kann.

In Analogie an das Konzept der Dehnungsverfestigung ist im neu entwickelten Modell folglich nicht die akkumulierte Dehnung maßgeblich. Stattdessen wird ein Strukturparameter s_e eingeführt, der den aktuellen Verfestigungszustand des Werkstoffs repräsentiert. Bei diesem Parameter handelt es sich zunächst um eine konzeptionelle Größe, die den aktuellen Werkstoffzustand beschreibt. Eine unmittelbare Zuordnung zu einer einzelnen mikrostrukturellen Größe ist bisher noch nicht gegeben.

Grund hierfür ist, dass es im betrachteten Temperaturbereich zwischen 900 und 1100 °C bisher keine Untersuchungen zur Temperaturabhängigkeit einzelner mikrostruktureller Parameter bei konstanter Spannung gibt. Um eine Aussage über einen konkreten Parameter treffen zu können, sind Untersuchungen zur Temperaturabhängigkeit des einzelnen Parameters bei sonst gleichen Bedingungen nötig. Die Abhängigkeit einzelner Parameter von der Temperatur und ihre Entwicklung im primären Kriechbereich wurden bisher nicht untersucht.

Im Rahmen des neu entwickelten Kriechmodells strebt der Strukturparameter s_e einem temperaturabhängigen, mikrostrukturellen Gleichgewichtsstrukturparameter s_e^* entgegen. Die Differenz zwischen dem aktuell vorliegenden Ist-Wert s_e und dem Gleichgewichtsparameter s_e^* ist ein Maß für den Widerstand des Werkstoffs gegen die Kriechverformung (Abbildung 7-2). Bei gleicher Spannung erzielt eine große Differenz eine höhere Dehnrate als eine kleine.

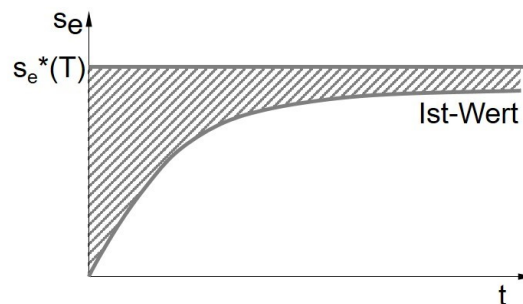


Abbildung 7-2: Schematisch: Strukturparameter s_e

Mit der Ausbildung einer Substruktur nähert sich der aktuelle Strukturparameter s_e dem Gleichgewichtsparameter s_e^* an. Die Differenz wird mit zunehmender Dauer bei konstanter Spannung und Temperatur geringer. Dies hat einen direkten Einfluss auf die Dehnung, die Kriechgeschwindigkeit nimmt ab. Es wird ein primärer Kriechbereich abgebildet. Im isothermen Kriechversuch ändert sich die Kriechgeschwindigkeit nach Erreichen des Gleichgewichtsparameters s_e^* nicht mehr.

Nach einem Temperaturwechsel liegt der Ist-Wert zunächst noch näher am vorherigen Gleichgewichtsparameter, nähert sich dann aber erst schnell und mit zunehmender Haltedauer langsamer werdend dem neuen Gleichgewichtsstrukturparameter an. Die Differenz zwischen dem Ist-Wert s_e und dem von der neuen Temperatur abhängigen Gleichgewichtsstrukturparameter s_e^* ermöglicht einen neuen primären Kriechbereich nach dem Temperaturwechsel, wodurch das beobachtete Repriming abgebildet werden kann (Abbildung 7-3).

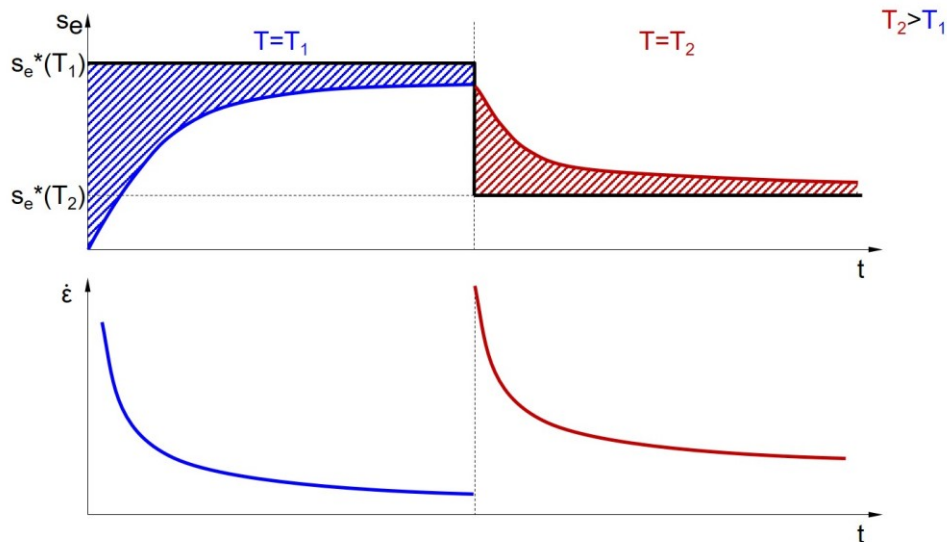


Abbildung 7-3: Schematisch: Entwicklung des Strukturparameters s_e und der entsprechenden Dehnrate nach einem Temperaturwechsel

Repriming wurde sowohl beim Temperaturwechsel von niedriger zu höherer Temperatur als auch von höherer zu niedriger Temperatur beobachtet. Aus diesem Grund ist es nötig, die Betragsfunktion der Differenz der beiden Parameter s_e und s_e^* zu verwenden. Dadurch kann das Repriming gleichermaßen nach beiden Arten von Temperaturwechseln abgebildet werden (Abbildung 7-4).

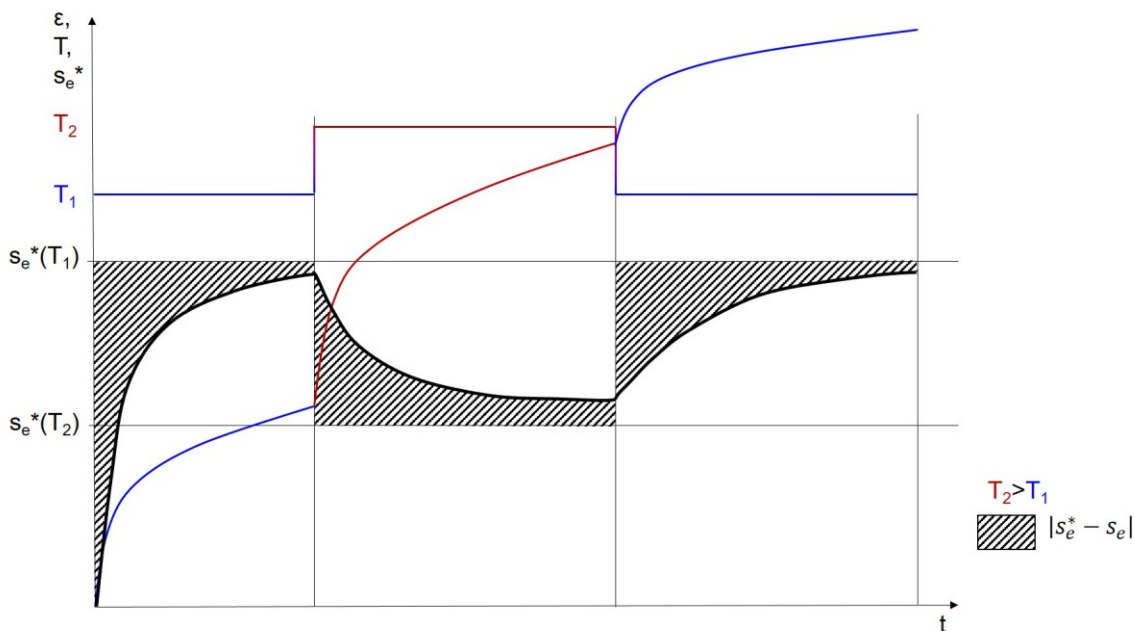


Abbildung 7-4: Schematisch: Temperaturabhängiger, mikrostruktureller Gleichgewichtsparameter s_e^*

Ähnlich dem Modell von Kaiser und El-Magd, [46], in welchem die Differenz zwischen äußerer Spannung und innerer Rückspannung die effektive Spannung darstellt, stellt die schraffierte Fläche in diesem Modell die Differenz zwischen dem Ist-Wert des Strukturparameters s_e und dem temperaturabhängigen Gleichgewichtsstrukturparameter s_e^* dar. Durch die größere Differenz nach einem Temperaturwechsel steigt die Kriechdehnung zunächst stärker an. Ein

neuer primärer Kriechbereich entsteht, unabhängig davon, ob der Wechsel von niedriger zu höherer Temperatur oder umgekehrt geschieht.

Um das bereits Beschriebene in ein mathematisches Modell zu formen, wird wie bei der Dehnungsverfestigungsregel ein Potenzansatz zur Beschreibung der Dehnrates gewählt (vgl. Gleichung 7-2). Bei der Dehnungsverfestigungsregel ist die Basis die akkumulierte Dehnung. Hier wird die Differenz zwischen dem Ist-Wert s_e und dem Gleichgewichtsstrukturparameter s_e^* verwendet:

$$\dot{\epsilon} \propto (r^* + |s_e^*(T) - s_e|)^{b(T)} \quad 7-3$$

In Gleichung 7-3 steuert der temperaturabhängige Exponent b das Maß, in dem sich die Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Differenz ändert. Es handelt sich demnach um einen Verfestigungsexponenten.

Die Größe r^* ($r^* > 0$) ist proportional zur minimalen Kriechgeschwindigkeit bei Angleichung von s_e und s_e^* .

$$\ln(\dot{\epsilon}) \propto b(T) \cdot \ln(r^* + |s_e^* - s_e|) \quad 7-4$$

Die enthaltene Spannungsabhängigkeit erfolgt in Anlehnung an die Norton-Bailey-Kriechbeschreibung.

$$\dot{\epsilon}(T, \sigma, s_e) \propto k(T) \cdot \left(\frac{\sigma}{1-D}\right)^{n(T)} \quad 7-5$$

Der Parameter k und der Spannungsexponent n sind temperaturabhängige Modellparameter.

Über den Spannungsterm wird die Schädigung in Form eines über eine Entwicklungsgleichung beschriebenen Schädigungsparameters D eingebracht. Dieser Ansatz erfolgt, wie bereits bei dem in Kapitel 5.5.3 vorgestellten Ansatz in Anlehnung an das Kriechmodell nach Kachanov-Rabotnov [70, 71]. Die Formulierung beschreibt eine homogene Reduktion des effektiven Querschnitts durch das Auftreten von Schädigungen und die damit verbundene effektive Spannungserhöhung.

Die vollständige Entwicklungsgleichung des Kriechmodells für die Dehnrates ist in Gleichung 7-6 abgebildet.

$$\dot{\epsilon}(T, \sigma, s_e) = k(T) \cdot \left(\frac{\sigma}{1-D}\right)^{n(T)} \cdot (r^* + |s_e^*(T) - s_e|)^{b(T)} \quad 7-6$$

Die Entwicklung des Strukturparameters s_e ist ebenfalls an die Differenz zwischen Ist-Wert und Gleichgewichtswert s_e^* gekoppelt. Aus einer Gleichung der Form

$$\dot{s}_e = \text{const} \cdot (s_e^* - s_e) \quad 7-7$$

kann durch analytische Integration ein exponentieller Zusammenhang

$$s_e = s_e^* \cdot (1 - \exp(-\text{const} \cdot t)) \quad 7-8$$

hergeleitet werden. Bei der Anpassung der Modellparameter an die vorliegenden experimentellen Daten hat sich die Notwendigkeit ergeben, die Abhängigkeit der Änderungsrate des Strukturparameters von der Differenz zwischen Ist-Wert s_e und Gleichgewichtsparameter s_e^* mit einem temperaturabhängigen Exponenten γ zu steuern. Die Proportionalitätskonstante in

Gleichung 7-7 ist ebenfalls temperaturabhängig. Beim Ist-Wert s_e handelt es sich um einen auf den Bereich zwischen 0 und 1 normierten Wert.

Da Potenzfunktionen mit gebrochenem Exponenten für negative Argumente mathematisch nicht erklärt sind (bzw. ein komplexes Ergebnis haben), wird wiederum der Betrag der Differenz verwendet. Die Richtungsabhängigkeit der Änderung wird mit der Signum-Funktion abgebildet. Die vollständige Entwicklungsgleichung des Strukturparameters s_e lautet somit

$$\dot{s}_e(T, \sigma) = a(T, \sigma) \cdot |s_e^*(T) - s_e|^{\gamma(T)} \cdot \text{sign}(s_e^*(T) - s_e) \quad 7-9$$

Über diese Entwicklungsgleichung wird der Kurvenverlauf des Parameters s_e in Abbildung 7-4 realisiert. Da der strukturelle Gleichgewichtsparameter s_e^* abhängig von der Temperatur ist, hat eine Änderung dieser auch eine Änderung des Parameters s_e zur Folge. Der Ist-Wert strebt dem Gleichgewichtswert s_e^* entgegen, was zu einer Annäherung mit der Zeit und einer Abnahme der Differenz der beiden Werte führt.

Die Kriechschädigung, welche auch im isothermen Fall auftritt, wird durch die höhere Kriechdehnrate im anisothermen Fall beschleunigt. Zu den Schädigungsmechanismen zählen die Porenbildung und das Agglomerieren von Poren, die daraus resultierende Rissbildung und auch Oxidationseffekt können hierbei eine Rolle spielen. Durch Voranschreiten der aus den ständigen Wechseln zwischen den Gleichgewichtszuständen resultierenden Dehnung, schreitet auch die Werkstoffschädigung weiter bzw. schneller fort.

Der bereits angesprochene Schädigungsparameter D wird über eine Entwicklungsgleichung beschrieben. Im zuvor genannten Kriechmodell über die Temperaturänderungsrate in Kapitel 5.5.3 ist die Schädigungsentwicklung in Anlehnung an Kachanov-Rabotnov an die plastische Bogenlänge gekoppelt. Diese Formulierung hat sich während der Entwicklung des neuen Kriechmodells aber zur Abbildung des Werkstoffverhaltens bei Temperaturwechsel-Beanspruchung als unzureichend erwiesen. Stattdessen wurde eine Darstellung der Form

$$\dot{D}(T, s_e) = k_d \cdot (|s_e^*(T) - s_e|)^{\tau} \quad 7-10$$

gewählt. Das Anstreben des momentanen Werts des Strukturparameters an den Sättigungswert erzeugt somit ein Schädigungsinkrement. Bei isothermer Temperaturführung ist dies einmalig der Fall bis zum Erreichen des Sekundärkriechbereichs. Bei Temperaturwechsel-Beanspruchung steigt die Schädigung wegen der wiederholten Angleichvorgänge dagegen stärker an als bei isothermer Beanspruchung.

Die Gleichungen für die Kriechgeschwindigkeit, die Entwicklung des Strukturparameters und die Schädigungsentwicklung bilden ein gekoppeltes Differentialgleichungssystem, welches numerisch integriert werden kann.

Ohne die Abbildung von Temperaturabhängigkeiten sind in der Beschreibung 9 Modellparameter enthalten. Grundsätzlich wird bei Erstellung von Kriechbeschreibungen ein Modell mit einer möglichst geringen Anzahl an Parametern angestrebt. Je weniger Abhängigkeiten in einem Berechnungsmodell enthalten sind, desto robuster wird es. Robustheit beschreibt qualitativ das Verhalten eines Berechnungsmodells, bei der kleine Änderungen der enthaltenen Modellparameter oder der Eingangsgrößen ebenfalls nur kleine Änderungen in den berechneten Ausgangsgrößen bewirken. Es dürfen keine Sprünge oder Polstellen im relevanten Parameterbereich auftreten. Für die Abbildung der Temperaturabhängigkeiten werden daher

lineare bzw. in logarithmischer Darstellung lineare Beziehungen mit jeweils zwei Modellkonstanten eingesetzt. Temperaturen sind grundsätzlich in Kelvin einzusetzen.

$$k(T) = k_0 \cdot k_1^T \quad 7-11$$

Der Proportionalitätsfaktor k steigt mit zunehmender Temperatur.

Der Norton-Exponent n fällt typischerweise mit zunehmender Temperatur ab.

$$n = n_1 \cdot T + n_0 \quad 7-12$$

$$n_1 < 0$$

Auch der Gleichgewichtsstrukturparameter s_e^* wird über eine lineare Temperaturabhängigkeit beschrieben.

$$s_e^* = s_{e,1}^* \cdot T + s_{e,2}^* \quad 7-13$$

$$s_{e,1}^* < 0$$

Bei hohen Spannungen wird der Gleichgewichtszustand schneller erreicht werden als bei niedrigen. Die Spannungsabhängigkeit des in der Entwicklungsgleichung des Strukturparameters enthaltenen Parameters a und die darin enthaltene Temperaturabhängigkeit sind in Gleichung 7-14 wiedergegeben.

$$a_\sigma = a_0(T) + a_1 \cdot \sigma \quad 7-14$$

$$a_0 = a_{01} \cdot T + a_{00}$$

Bei den beiden Parametern b und γ wurde eine Temperaturabhängigkeit erarbeitet. Hiermit ist es möglich, die Dynamik der Dehnratenentwicklung zu steuern.

$$b = b_1 \cdot T + b_0 \quad 7-15$$

$$\gamma = \gamma_1 \cdot T + \gamma_0 \quad 7-16$$

Eine Temperaturabhängigkeit des Parameters τ kann vermutet werden, für die Integration in das Modell ist die Datenbasis jedoch zu gering. Aus Robustheitsgründen wird darauf zunächst verzichtet.

Einschließlich der Abbildung der zuvor genannten Temperatur- und Spannungsabhängigkeiten enthält das Berechnungsmodell insgesamt 16 Parameter.

7.2 Ergebnisse der Berechnungen

Die zur Anwendung benötigten Modellparameter wurden auf der Basis von isothermen und anisothermen Kriechkurven bestimmt. Das Optimierungsziel war dabei eine Minimierung der Residuen zwischen gemessenen und berechneten Dehnungen in logarithmischer Skalierung unter Anwendung des Nelder-Mead-Algorithmus [84].

Die Ermittlung der für den eigentlichen Optimierungsvorgang benötigten Startwerte erfolgt im ersten Schritt über konventionelle Norton-Bailey-Anpassungen für isotherme Kriechkurven. Per Analogiebetrachtung ergeben sich daraus in der Größenordnung richtige Werte für die

Proportionalitätskonstante k , den Spannungsexponenten n sowie für den Exponenten b in Gleichung 7-6. Damit kann in einem ersten Optimierungsschritt eine Anpassung der Modellparameter für die Nachrechnung der isothermen Kriechkurven erfolgen. Nach Überprüfung der Konvergenz werden abschließend in einem gemeinsamen Schritt sowohl isotherme als auch anisotherme Versuchsdaten gleichzeitig herangezogen. Das Ergebnis der Anwendung des gefundenen Kriechmodells auf einen isothermen und den Temperaturwechsel-Kriechversuch aus Abbildung 3-3 ist in Abbildung 7-5 gezeigt. Neben der isothermen Kriechkurve für 1100 °C, wurde auch eine isotherme Kriechkurve für 900 °C berechnet. Die Modellparameter für die Schmelze tKO sind im Anhang B in Tabelle 16 aufgelistet.

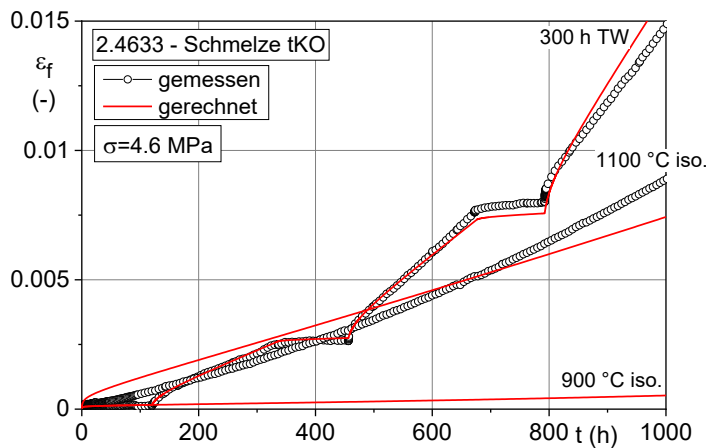


Abbildung 7-5: Gemessene und berechnete Kriechkurven, Schmelze tKO des Werkstoffs 2.4633
Die berechnete und die gemessene Kurve des Temperaturwechsel-Versuchs zeigen eine sehr gute Übereinstimmung. Der isotherme 1100 °C-Versuch wird in der Tendenz richtig getroffen. Das Modell ist demnach in der Lage sowohl isotherme als auch anisotherme Kriechversuche abzubilden.

In Abbildung 7-6 sind die ermittelte Kriechdehnrates $\dot{\epsilon}$ und der Verlauf des Strukturparameters s_e aufgetragen.

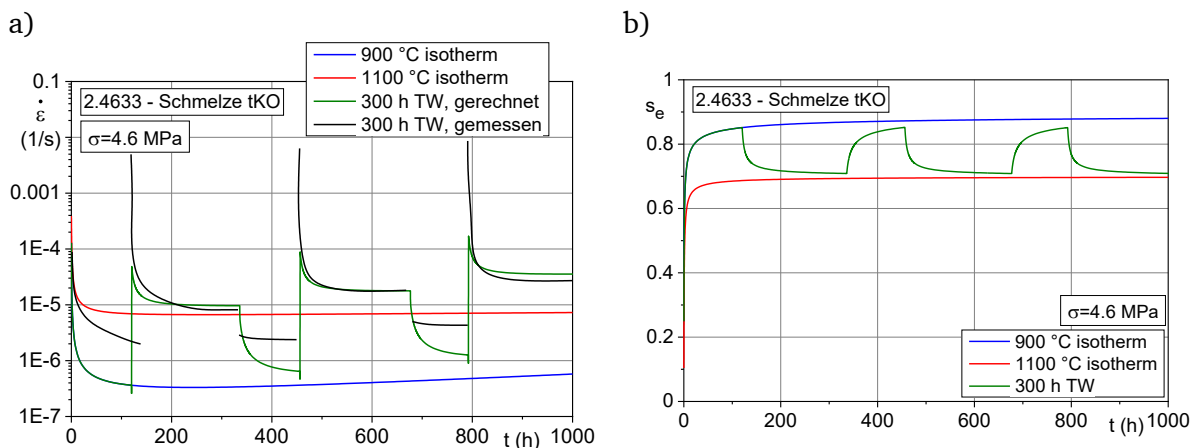


Abbildung 7-6: a) Kriechdehnrates und b) Strukturparameter zu den Kriechversuchen aus Abbildung 7-5

Die Dehnrates der beiden isothermen Versuche zeigen den erwarteten Verlauf. Beide Kurven zeigen zu Beginn des Versuchs eine Abnahme, bis ein stationärer Bereich erreicht wird.

Im Fall des Temperaturwechsel-Kriechversuchs folgt das Modell zunächst dem Verlauf der isothermen 900 °C-Kurve. Nach dem Wechsel zeigt sich in der oberen Haltephase aber ein neuer primärer Kriechbereich. Das gleiche Verhalten ist beim Wechsel von Maximal- zu Minimaltemperatur zu beobachten. Entsprechend den Kriechdehnungsverläufen ist auch zwischen den gemessenen und berechneten Kriechdehnraten eine gute Übereinstimmung festzustellen. Die Kriechgeschwindigkeit in den Haltephasen bei 900 °C ist sehr gering und liegt im Bereich der Messunsicherheit. Daher sind die Abweichungen zwischen Experiment und der berechneten Dehnrate nicht relevant.

Weiterhin steigt im Experiment von Zyklus zu Zyklus die Kriechdehnrate.

Die Kurven der isothermen Versuche bei 900 °C und 1100 °C streben jeweils den temperaturabhängigen Sättigungswert des Strukturparameters in Abbildung 7-6b an. Bei der Temperaturwechsel-Beanspruchung kommt es dagegen zu einem zyklischen Verlauf zwischen den beiden Sättigungswerten. Das schematische Verhalten aus Abbildung 7-4 wird folglich mit dieser Kriechbeschreibung richtig wiedergegeben.

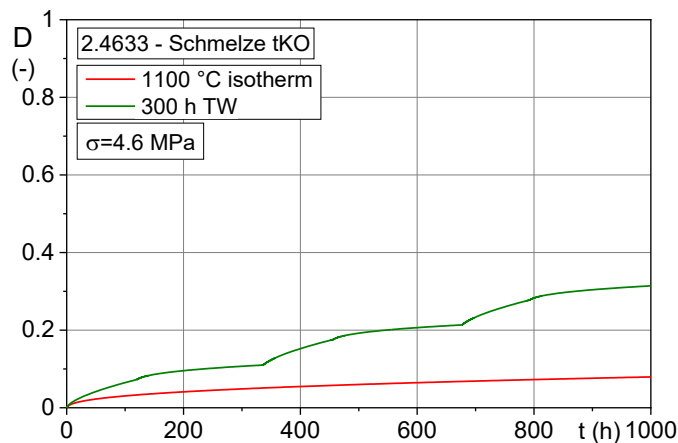


Abbildung 7-7: Berechnete Schädigungsgröße D für Kriechversuche an der Schmelze tKO

Die mittels des Kriechmodells berechnete Schädigungsgröße D ist für den isothermen Kriechversuch bei 1100 °C und den Temperaturwechsel-Kriechversuch in Abbildung 7-7 aufgetragen. Beim Temperaturwechsel-Kriechversuch kommt es aufgrund des ständigen Wechsels zwischen den strukturellen Gleichgewichtszuständen zu einem fortlaufend steigenden Schädigungswert.

Bei der Nachrechnung des isothermen Versuchs strebt D dagegen einen Grenzwert an. Dadurch ist das Berechnungsmodell in der vorliegenden Form nicht in der Lage, den Tertiärbereich abzubilden. Diese Einschränkung wird im Ausblick in Kapitel 8.2 adressiert werden.

Für die Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 wurde ein weiterer Satz von Modellparametern bestimmt, da sich deren Eigenschaften wegen des zuvor beschriebenen Einflusses der Korngröße von der Schmelze tKO unterscheiden. Diese sind in Tabelle 17 im Anhang B aufgelistet. Die Nachrechnung von drei isothermen Versuchen bei 1000 °C, 1050 °C und 1100 °C sowie eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit einer Haltezeit von 1,5 Stunden ist in Abbildung 7-8 gezeigt.

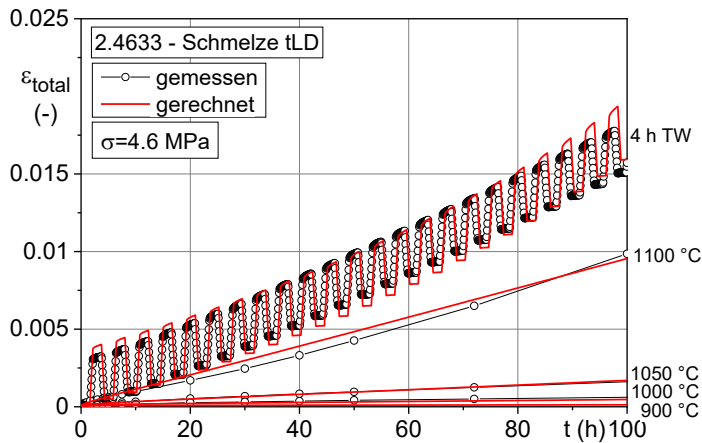


Abbildung 7-8: Gerechnete und gemessene Kriechdehnung von isothermen und anisothermen Kriechversuchen an der Schmelze tLD

In diesem Fall ist die Gesamtdéhnung inklusive der auf die untere Zyklustemperatur von 900 °C bezogenen thermischen Déhnung aufgetragen. Auch hier ist eine gute Übereinstimmung zwischen den gemessenen und den berechneten Déhnungswerten erkennbar.

Mit Hilfe des ermittelten Modellparametersatzes wurde ein weiterer Temperaturwechsel-Kriechversuch mit Haltezeiten von circa 12 Stunden nachgerechnet und den Messergebnissen gegenübergestellt. Das Ergebnis hierzu ist in Abbildung 7-9 dargestellt.

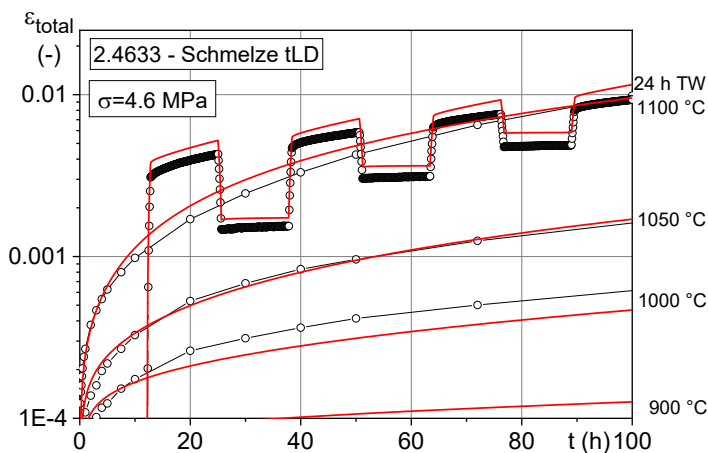


Abbildung 7-9: Gemessene und berechnete Kriechkurven, Versuch mit 12 Stunden Haltezeit

Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung der Nachrechnung mit den gemessenen Werten. Dies ist insofern bemerkenswert, als die Daten dieses Versuchs mit 12 Stunden Haltezeit nicht zur Anpassung der Modellparameter herangezogen werden. Generell ist das Modell in der Lage, Temperaturwechsel-Kriechversuche in ihrer Tendenz richtig wiederzugeben.

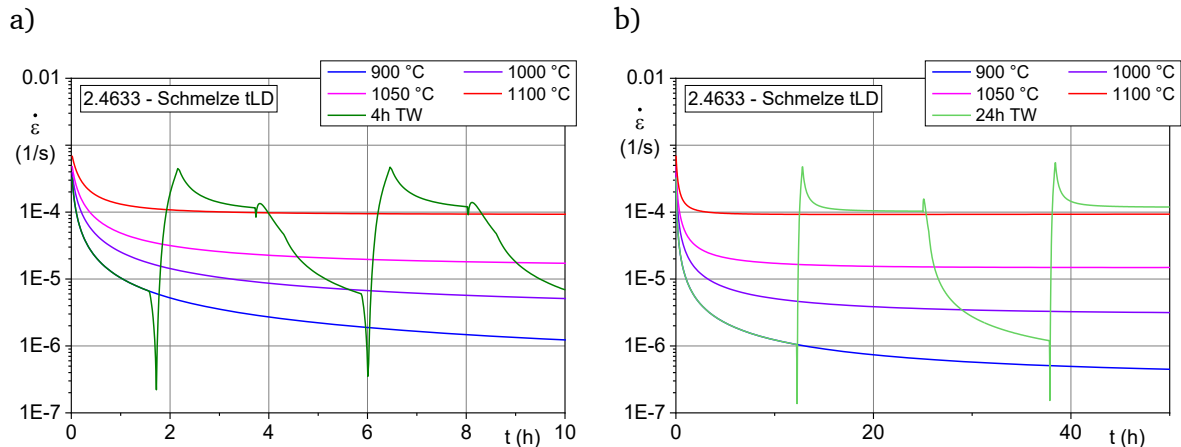


Abbildung 7-10: Berechnete Kriechdehnraten der Versuche mit a) 4 Stunden-Zyklus, b) 25 Stunden-Zyklus und Dehnraten der isothermen Kriechversuche an der Schmelze tLD

Die berechneten Dehnraten der isothermen Kriechversuche zeigen in den Haltephasen einen abfallenden Verlauf (Abbildung 7-10), auch hier wird das Repriming durch das Kriechmodell richtig beschrieben.

In der ansteigenden Temperaturrampe erreicht die Dehnrade kurzzeitig ihren Minimalwert, wenn der Strukturparameter s_e den Wert des Sättigungswerts s_e^* annimmt. Am Ende der Haltephase bei 900 °C ist s_e noch niedriger als s_e^* , in der anschließenden Temperaturrampe auf 1100 °C kommt es dann zu einem Vorzeichenwechsel der Differenz $s_e^* - s_e$. Dadurch schneiden sich die Verläufe von s_e und s_e^* und die Differenz $s_e^* - s_e$ verschwindet kurzzeitig. Zuvor wurde erläutert, dass der Wert der minimalen Dehnrade dem Modellparameter r^* in Gleichung 7-3 proportional ist. Im weiteren Verlauf der Temperaturrampe steigt die Dehnrade dann wieder an. Weil das kurzzeitige Absinken der Dehnrade keinen offensichtlichen Einfluss auf die Anpassungsgüte der Kriechbeschreibung an die experimentellen Daten hat, kann es als numerisches Artefakt ohne weitere Bedeutung ignoriert werden.

In der abfallenden Temperaturrampe wird eine fallende Dehnrade berechnet. Dieses Verhalten stimmt mit den Beobachtungen der Kriechgeschwindigkeit aus Kapitel 5.4 überein.

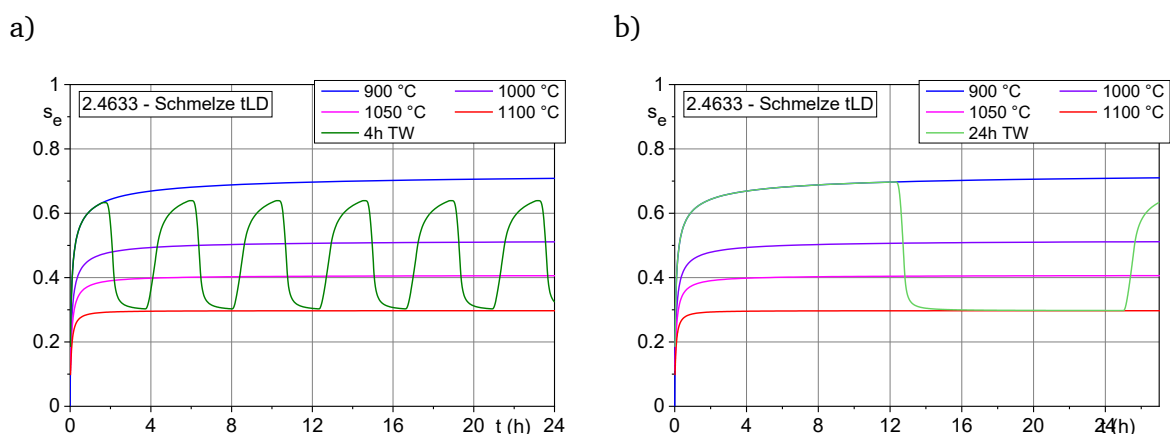


Abbildung 7-11: Strukturparameter, a) 4 Stunden-Zyklus, b) 25 Stunden-Zyklus im Vergleich zu isothermen Versuchen an der Schmelze tLD

Der Verlauf des Strukturparameters s_e zeigt, wie bereits zuvor bei der Schmelze tKO, den erwarteten Verlauf. Durch den Temperaturwechsel ändert sich der Gleichgewichtsstrukturparameter s_e^* , welchem der Ist-Wert s_e entgegenstrebt. Beim Versuch mit der kürzeren Haltezeit

ist die Differenz zum Ende der Haltephase entsprechend noch größer als beim Versuch mit der längeren Haltezeit. Für Temperaturwechsel-Beanspruchungen mit kürzeren Haltezeiten und einer entsprechend höheren Zyklenzahl in der gleichen Zeiteinheit berechnet das Modell daher höhere Kriechdehnungen als für längere Haltezeiten. Die in den Versuchen beobachtete Tendenz wird durch das Modell richtig wiedergegeben.

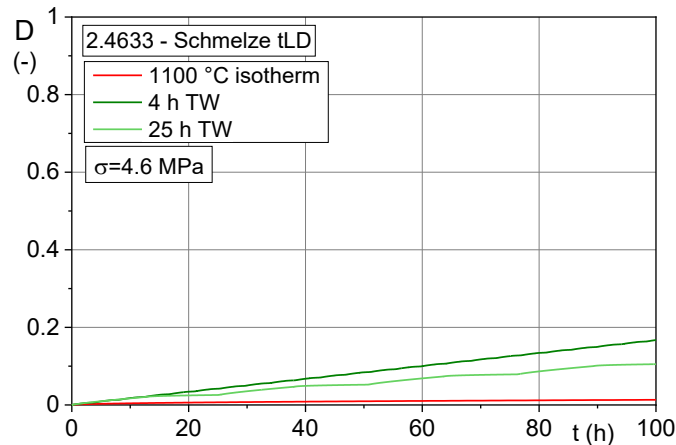


Abbildung 7-12: Berechnete Schädigungsgröße D für Kriechversuche an der Schmelze tLD

Die Entwicklung der Schädigungsgröße D ist an die Differenz der Strukturparameter gekoppelt. Die Darstellung (Abbildung 7-12) zeigt für die beiden Temperaturwechsel-Versuche und den isothermen Kriechversuch bei Maximaltemperatur des Zyklus die erwartete Staffelung. Je kürzer die Haltezeit, desto stärker der Anstieg der Schädigungsgröße D .

Die Anwendung des Kriechmodells zeigt dessen Eignung, das experimentell beobachtete Verhalten bei Temperaturwechsel-Beanspruchung abzubilden. Die Tendenzen bezüglich der Unterschiede zwischen isothermen und anisothermen Kriechversuchen und auch die Unterschiede in der Kriechantwort auf unterschiedliche Haltezeiten werden vom Modell richtig abgebildet. Die berechneten Dehnraten zeigen zu Beginn jeder neuen Haltephase nach einem Temperaturwechsel einen erneuten Primärkriechbereich. Dies entspricht den in Kapitel 5.4 beschriebenen Beobachtungen. Es ist gelungen, den Verlauf des temperaturabhängigen Strukturparameters entsprechend der Modellvorstellung zu entwickeln.

8 Zusammenfassung und Ausblick

8.1 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung untersucht. Es konnte festgestellt werden, dass der Effekt bei sehr hohen Temperaturen und niedrigen mechanischen Lasten auftritt. Außerdem konnte er bei verschiedenen Werkstoffen nachgewiesen werden, was auf ein generisches Verhalten der Werkstoffe hinweist. Die beschleunigte Kriechdehnung wird bereits nach dem ersten Temperaturzyklus festgestellt.

Es konnte gezeigt werden, dass die anfängliche Kriechdehnrate in der Haltephase nach jedem Temperaturwechsel höher ist als die Kriechgeschwindigkeit zum Ende der letzten Haltephase. Das bedeutet, dass zu Beginn jeder Haltephase ein neuer Primärkriechbereich entsteht, es kommt zum Repriming.

Der Effekt zeigt Abhängigkeiten von der mechanischen Spannung, der Korngröße und der Haltezeit. In Bezug auf die mechanische Spannung wurde festgestellt, dass der Effekt in Bezug auf die im isothermen Fall gemessene Dehnung überhaupt erst unterhalb eines werkstoffabhängigen Schwellenwerts auftritt und dann mit abnehmender Spannung ausgeprägter ist. Mit zunehmender Korngröße tritt eine stärkere beschleunigte Kriechdehnung in Bezug auf den isothermen Dehnungswert bei Maximaltemperatur des Zyklus auf. Weiter wurde bei Temperaturwechsel-Beanspruchungen mit kürzeren Haltezeiten ein stärkerer Effekt als bei längeren Haltezeiten gemessen. Abhängig von der Korngröße tritt der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung bei langen Haltezeiten gar nicht mehr auf.

Es wurden im Rahmen der Arbeit verschiedene Hypothesen zur Ursache des Effekts aufgestellt und geprüft. Dabei konnten thermische Spannungen in den durchgeführten Versuchen aufgrund von Temperaturgradienten als Ursache der beschleunigten Kriechverformung ausgeschlossen werden. Diese Hypothese wurde sowohl durch numerische Berechnung der auftretenden Spannungen als auch mittels experimentellen Untersuchungen widerlegt.

Auch oxidative Gründe als Ursache der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung konnten ausgeschlossen werden. Zum einen tritt der Effekt bereits deutlich nach nur einem Temperaturzyklus auf, zum anderen kann in Bezug auf lichtmikroskopische Untersuchungen der Oberflächenregion und des Probenquerschnitts kein essenzieller Unterschied zu den isotherm geprüften Proben bei Maximaltemperatur des Zyklus festgestellt werden.

Die Untersuchungen legen nahe, dass es sich bei der beschleunigten Kriechdehnung um einen mikrostrukturellen Effekt in Bezug auf die Versetzungsstruktur handelt. Da sich der Effekt gerade durch hohe Kriechdehnraten im Vergleich zu isothermen Vergleichsversuchen bei Maximaltemperatur des Zyklus auszeichnet, ist davon auszugehen, dass vorrangig Versetzungen Träger der Verformung sind.

Die Untersuchungen legen nahe, dass die am Ende des Primärkriechbereichs gebildete Substruktur bei sehr hohen Temperaturen und niedrigen mechanischen Lasten einem Temperaturwechsel gegenüber nicht stabil ist. Die gebildete Substruktur strebt nach einem Temperaturwechsel einem neuen, von der Temperatur abhängigen Sättigungswert entgegen. Auch das

Repriming und die beobachteten Abhängigkeiten lassen sich mit dieser Theorie erklären. Durch das Annähern an einen temperaturabhängigen Sättigungsparameter kommt es nach jedem Temperaturwechsel zur Ausbildung eines neuen primären Kriechbereichs.

Die Spannungsabhängigkeit kann über die Stabilität der gebildeten Substruktur erklärt werden. Je geringer die anliegende Spannung ist, desto weniger Versetzungen werden im System erzeugt und entsprechend instabiler sind die daraus gebildeten Substrukturen. Temperaturwechsel können diese leichter zerstören oder umstrukturieren. Damit ist die abnehmende Stärke des Effekts bei zunehmender Spannung zu erklären.

Auch längere Haltezeiten führen zur Bildung einer stabileren Substruktur. Kurze Haltezeiten führen entsprechend zum stärkeren Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung.

Die Abhängigkeit von der Korngröße lässt sich dadurch erklären, dass bei kleinen Körnern der Anteil des Korngrenzgleitens signifikant größer ist und den Effekt überdecken kann.

Die vorgestellte Theorie dient als Grundlage für die Entwicklung einer neuen Modellbeschreibung für das isotherme und anisotherme Kriechverhalten. Zur Abbildung der Verfestigung wird die Differenz zwischen dem Ist-Wert des Strukturparameters s_e und dem temperaturabhängigen Sättigungswert des Strukturparameters s_e^* ausgewertet. Für die Kriechdehnrate $\dot{\epsilon}$, den Strukturparameter s_e und die außerdem enthaltene Schädigungsgröße D wurden Entwicklungsgleichungen aufgestellt. Mit dieser Kriechbeschreibung ist es möglich, das Kriechverhalten im isothermen Fall sowie unter Temperaturwechsel-Beanspruchung mit hinreichender Genauigkeit zu beschreiben.

8.2 Ausblick

Die vorgestellten Arbeiten liefern bereits eine sichere Basis und eine für die Praxis brauchbare Grundlage zur Beschreibung und zur Analyse des beobachteten Effekts der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung. Eine breitere Datenbasis an Versuchen könnte noch genauer Aufschluss darüber geben, ob und wie weitere Zyklusparameter Einfluss auf die Kriechdehnung nehmen. Mit einem entsprechend großen Datenpool könnten dann auch Aussagen über quantitative Zusammenhänge zwischen dem Effekt und einzelnen Parametern getroffen werden. Möglicherweise lassen sich mit einer Auswertung mittels künstlicher neuronaler Netze Erkenntnisse über sich gegenseitig beeinflussende Parameter, Abhängigkeiten und Proportionalitäten gewinnen.

Weiterhin sind zusätzliche mikrostrukturelle Untersuchungen zum Einfluss von Temperaturwechseln auf Versetzungsstrukturen wünschenswert. Wie bereits beschrieben, finden sich in der Literatur keine Untersuchungen zur Temperaturabhängigkeit und der Entwicklung der Versetzungsdichte, des Subkorndurchmessers und des Missorientierungswinkels bei sehr hohen Temperaturen und niedrigen mechanischen Lasten. Weiterführende mikrostrukturelle Untersuchungen dieser Parameter können Aufschluss über ihre Sensitivität gegenüber Temperaturwechseln geben.

Um die Ursache der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung auf mikrostruktureller Ebene zu verifizieren, können Proben aus abgebrochenen Versuchen verwendet werden. Ein Teil des zu untersuchenden Probenmaterials wurde bereits im Rahmen

dieser Arbeit erzeugt. Unter Verwendung eines Doppelprobeneinbaus wurden die Versuche nach einer bestimmten Laufzeit unterbrochen. Nach dem Erreichen der minimalen Kriechdehnrate wurden die Proben einem Temperaturwechsel ausgesetzt und bei Maximaltemperatur des Zyklus gestoppt. Als Referenz werden isotherme Versuche herangezogen, bei denen die Proben nach dem Erreichen der minimalen Kriechdehnrate ausgebaut wurden (vergleichbar mit den Untersuchungen in Abbildung 6-20 und Abbildung 6-21). Außerdem wurden diese Versuche bei unterschiedlichen Spannungsniveaus durchgeführt, um den Einfluss der Spannung weiter zu charakterisieren.

Eine der beiden Proben kann dann für eine weitere mechanische Untersuchung, zum Beispiel einen Zugversuch bei Raumtemperatur verwendet werden. Hierbei sollen eventuelle Festigkeitsunterschiede, die aufgrund von Versetzungsdichte und -strukturbildung in den verschiedenen Proben variieren können, festgestellt werden.

Die jeweils zweite Probe aus dem Doppelprobeneinbau, die die gleiche Belastungshistorie besitzt wie die erste Probe, kann dann für eine vergleichende Mikrostrukturuntersuchung herangezogen werden. Hierzu stehen verschiedene Methoden zur Verfügung. Transmissions-elektronenmikroskopische (TEM)-Untersuchungen sind im Rahmen des noch laufenden Forschungsvorhabens nicht geplant. Jedoch sollen Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop (REM), in Form von Electron-Backscatter-Diffraction-Messungen (EBSD) zur Untersuchung von Subkornstrukturen, aber auch Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI)-Messungen an geprüften Proben durchgeführt werden.

Außerdem sind mikrostrukturelle Untersuchungen von Proben geplant, die in unterschiedlichen Phasen des Zyklus gestoppt und ausgebaut werden. Damit können die experimentellen Kriechergebnisse aus Kapitel 5.4 mit mikrostrukturellen Vorgängen innerhalb eines Zyklus in Beziehung gesetzt werden.

Diese mikrostrukturellen Nachuntersuchungen werden innerhalb eines aktuell laufenden Forschungsvorhabens gegenfinanziert stattfinden.

In Bezug auf das neu entwickelte Kriechmodell fand die Anpassung der Modellparameter schmelzenabhängig statt. Wie in Kapitel 7.2 gezeigt, liefert das Modell für isotherme Kriechversuche und Kriechversuche unter Temperaturwechsel-Belastung an der jeweiligen Schmelze hinreichend gute Ergebnisse. Mit der Erweiterung der bislang noch kleinen Datenbasis um Versuche an weiteren Schmelzen kann die Basis für die Anpassung der Modellparameter an die Werkstoffsorte geschaffen werden. Mit einer derartigen schmelzenübergreifenden Modellierung ist zwar typischerweise bei der Nachrechnung einzelner Versuche von höheren Abweichungen zu den experimentell ermittelten Daten auszugehen, andererseits wird das mittlere Verhalten der Werkstoffsorte im Allgemeinen besser getroffen. Insbesondere muss aber bei Verfügbarkeit einer weiteren Schmelze keine neue Modellierung angefertigt werden.

In den Experimenten hat sich gezeigt, dass der Effekt der beschleunigten Kriechdehnung bei Temperaturwechsel-Beanspruchung im Vergleich zu isothermer Temperaturführung für niedrige Spannungen stärker ausgeprägt ist als für hohe Spannungen. Ein möglicher Ansatz zur Abbildung dieses Verhaltens liegt in der Integration der bisher noch nicht realisierten Spannungsabhängigkeit des Exponenten b in der Entwicklungsgleichung der Kriechdehnung. Da aber die Datenbasis in Bezug auf den abgedeckten Spannungsbereich bei Temperaturwechsel-Versuchen derzeit noch klein ist, kann diese Modifizierung des Berechnungsmodells erst nach Verfügbarkeit weiterer experimenteller Daten erfolgen.

Die Untersuchungen der einzelnen Zyklusabschnitte in Kapitel 5.4 hat ergeben, dass der Dehnungsanstieg in den aufsteigenden Temperaturrampen größer ausfällt als in den absteigenden. Um diesen Unterschied in die Kriechbeschreibung einzuarbeiten, könnte die Betragsfunktion in der Entwicklungsgleichung des Strukturparameters s_e je nach Vorzeichen der Differenz zwischen s_e^* und s_e mit unterschiedlichen Faktoren multipliziert werden (Abbildung 8-1).

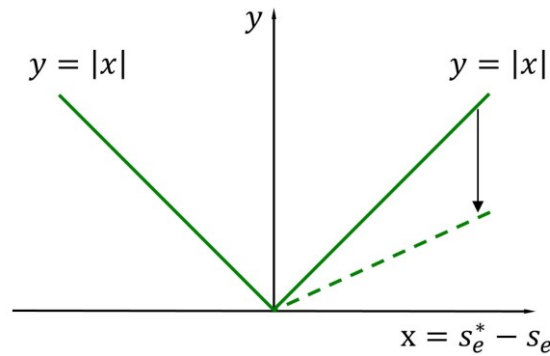


Abbildung 8-1: Schematische Darstellung der Gewichtung der Betragsfunktion in den Temperaturrampen

Das Berechnungsmodell mit einer ausschließlich an den Strukturparameter gekoppelten Schädigungsgröße D kann in der jetzigen Form bei isothermer Beanspruchung noch keinen tertiären Kriechbereich abdecken. Ein Ansatz ist die Einführung eines weiteren Beitrags zur Schädigung als Funktion der Dehnung. Wie in Kapitel 7.2 gezeigt, erweisen sich mit der Schädigungsentwicklung in ihrer jetzigen Form aber bereits die Tendenzen zwischen isothermen und anisothermen Versuchen als richtig.

Grundsätzlich ist das vorgestellte Kriechmodell bereits in der Lage das beobachtete Kriechverhalten sowohl unter isothermer als auch unter anisothermer Beanspruchung tendenziell richtig abzubilden. Mit der Verfügbarkeit einer erweiterten experimentellen Datenbasis werden kleinere Modifikationen möglich sein, von denen eine weitere Verbesserung der Anpassungsgüte des Modells erwartet werden kann.

Anhang A Warmzugversuche

Die Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879 zeigt bei den Kennwerten Streckgrenze, Zugfestigkeit, Bruchdehnung und Brucheinschnürung eine gute Übereinstimmung mit den Herstellerangaben (Abbildung A-1) [60].

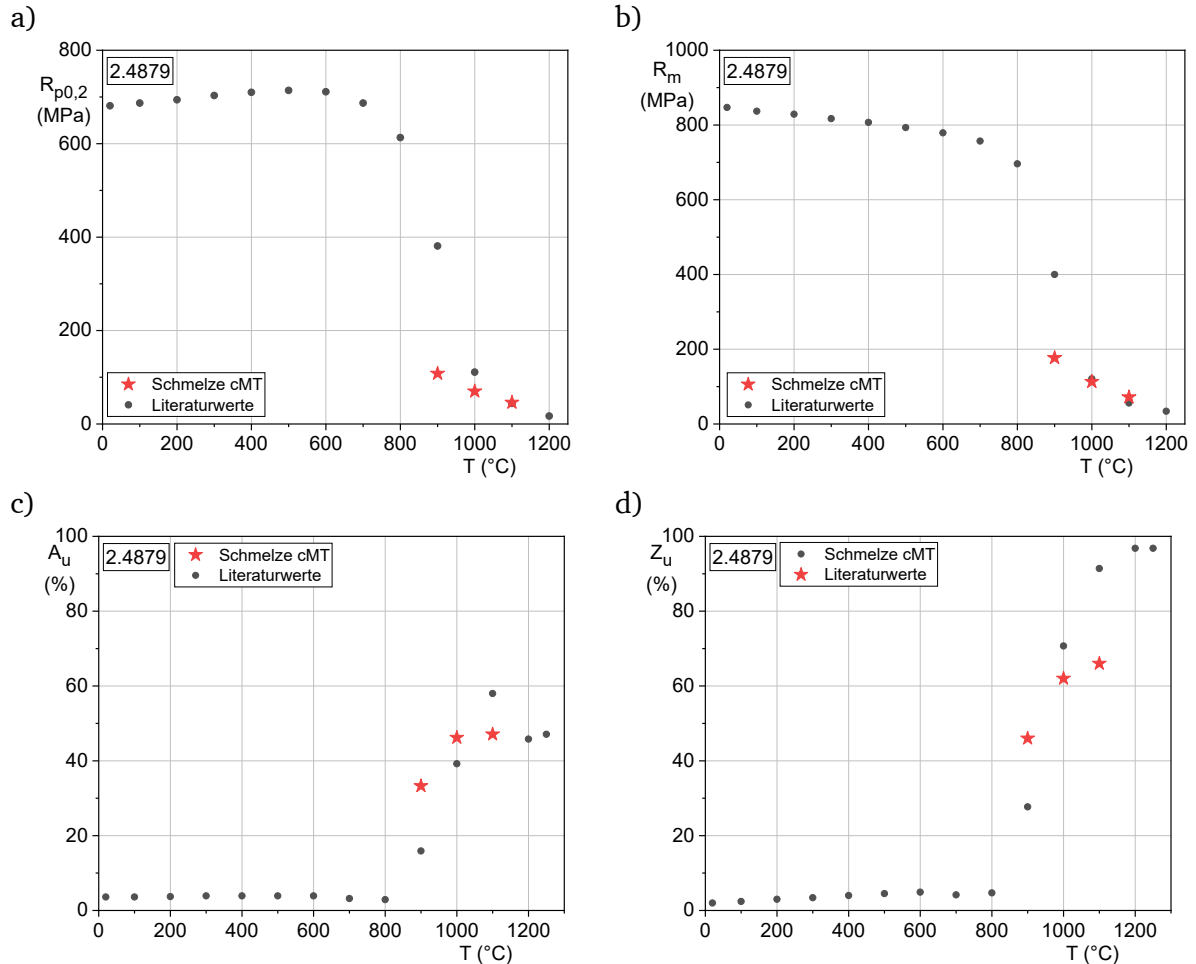


Abbildung A-1: Einordnung der Materialkennwerte der vorliegenden Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879 in das vorliegende Streuband des Werkstoffs; a) Streckgrenze $R_{p0,2\%}$; b) Zugfestigkeit R_m ; c) Bruchdehnung A_u ; d) Brucheinschnürung Z_u [60]

Für die Schmelze eLC des Werkstoffs 1.4841 wurde zum Vergleich auf Literaturangaben zurückgegriffen [58, 59]. Die Tendenz der Literaturwerte zeigt, dass die an der Schmelze eLC ermittelten Werte im zu erwartenden Bereich liegen (Abbildung A-2).

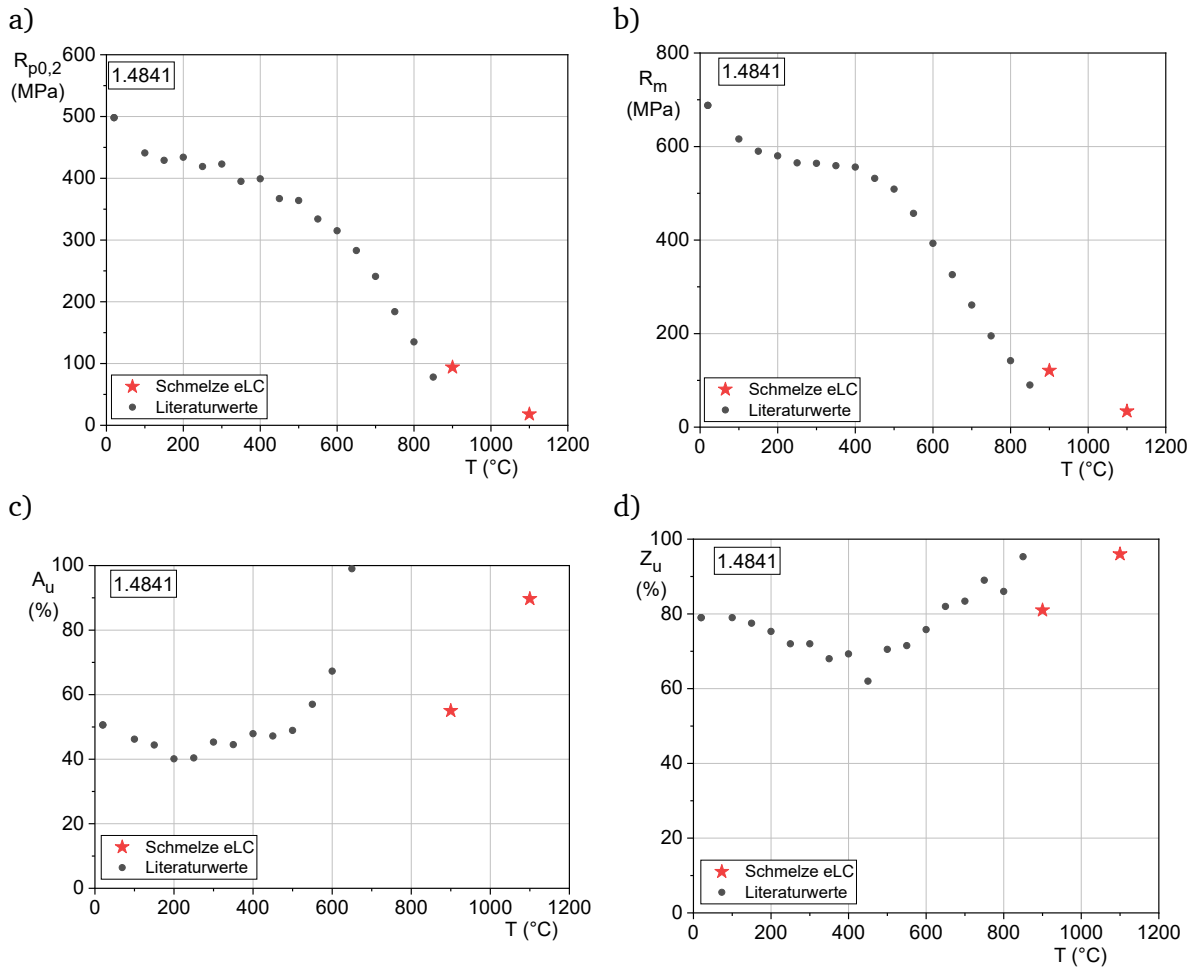
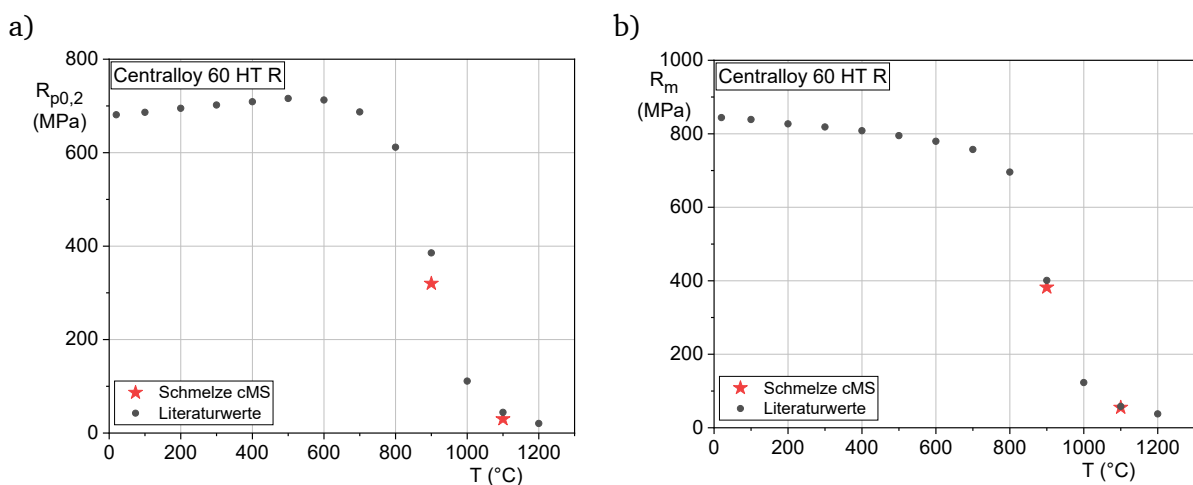


Abbildung A-2: Einordnung der Materialkennwerte der vorliegenden Schmelze eLC des Werkstoffs 1.4841 in das vorliegende Streuband des Werkstoffs; a) Streckgrenze $R_{p0,2\%}$; b) Zugfestigkeit R_m ; c) Bruchdehnung A_u ; d) Brucheinschnürung Z_u [58, 59]

Auch die ermittelten Festigkeits- und Verformungswerte des vierten untersuchten Werkstoffs Centralloy 60 HT R reihen sich in die vom Hersteller angegebenen Werte ein (Abbildung A-3) [6].



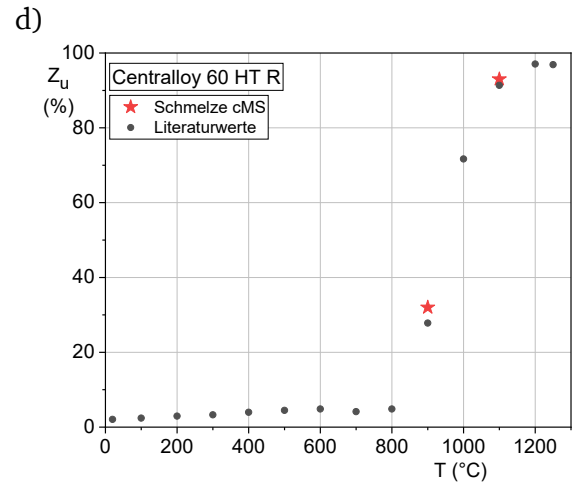
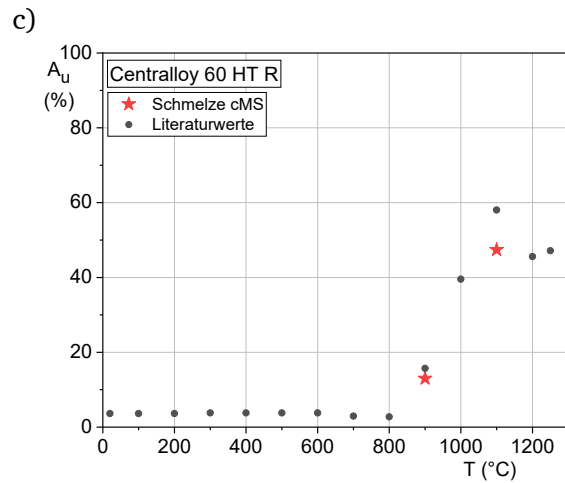


Abbildung A-3: Einordnung der Materialkennwerte der vorliegenden Schmelze cMS des Werkstoffs Centralloy 60 HT R in das vorliegende Streuband des Werkstoffs; a) Streckgrenze $R_{p0,2\%}$; b) Zugfestigkeit R_m ; c) Bruchdehnung A_u ; d) Brucheinschnürung Z_u [6]

Anhang B Modell-Parameter

Parameter - Dehnungsakkumulation über Temperaturinterpolation

Tabelle 12: Norton-Bailey-Parameter für Dehnungsakkumulation über Temperaturinterpolation; ($\dot{\epsilon}$ [-/s], T[K], σ [MPa])

| Parameter | Werte für 900 °C | Werte für 1100 °C |
|-----------|------------------|-------------------|
| K | 4,4636E-07 | 8,3013E-07 |
| n | 3 | 2,6575 |
| m | 0,3921 | 0,7814 |

Parameter – Modellansatz mit Auswertung der Temperaturänderungsrate

Die isothermen Parameter K_1^* , C, n_1 , m_1 , K_2^* , n_2 , m_2 , und K_D für die Werkstoffe 2.4633 und 2.4879 sind in Tabelle 13 aufgelistet. Bei den Werteangaben handelt es sich um Rohwerte, weshalb alle ermittelten Nachkommastellen angegeben werden.

Tabelle 13: Isotherme Parameter für die Werkstoffe 2.4633 und 2.4879; ($\dot{\epsilon}$ [-/s], T[K], σ [MPa])

| Parameter | Werte für 2.4633 | Werte für 2.4879 |
|-----------|------------------|------------------|
| K_1^* | 5,6247E-26 | 6,2329E-33 |
| C | 62,3861 | 51,5790 |
| n_1 | 3,1807 | 0,0808 |
| m_1 | -1,4705 | -3,5260 |
| K_2^* | 2,5182E-19 | 1,3596E-25 |
| n_2 | 2,6174 | 4,2151 |
| m_2 | 0,5014 | -0,2065 |
| K_D | 1,2542E-12 | 2,5998E-09 |

In Tabelle 14 sind die ermittelten Parameter für die drei angepassten Temperaturwechsel-Kriechversuche am Werkstoff 2.4633 aufgelistet.

Tabelle 14: Parameter der Anpassung der Kriechgleichung an anisotherme Kriechversuche am Werkstoff 2.4633 (Zyklusdauern von 8 Stunden, 4 Stunden und 2 Minuten); ($\dot{\epsilon}$ [-/s], T[K], σ [MPa])

| Parameter | Zyklusdauer 8 h | Zyklusdauer 4 h | Zyklusdauer 2 min |
|-----------|-----------------|-----------------|-------------------|
| K_T | 4,4843E-07 | 4,9888E-07 | 1,1541E-08 |
| m_T | 0,1392 | 0,2788 | 0,0937 |
| K_{Td} | 3,4637E-09 | 7,1995E-09 | 3,0164E-08 |
| m_{Td} | 203,6924 | 95,9799 | 239,2879 |

Die gefundenen Parameter für die beiden anisothermen Kriechversuche am Werkstoff 2.4879 sind in Tabelle 15 aufgelistet.

Tabelle 15: Parameter der Anpassung der Kriechgleichung an anisotherme Kriechversuche am Werkstoff 2.4879 (Zyklusdauern von 8 Stunden und 4 Stunden); ($\dot{\epsilon}$ [-/s], T[K], σ [MPa])

| Parameter | Zyklusdauer 8 h | Zyklusdauer 4 h |
|-----------|-----------------|-----------------|
| K_T | 9,6645E-07 | 1,4428E-06 |
| m_T | 0,2622 | 0,5358 |
| K_{Td} | 1,1339E-06 | 5,2331E-09 |
| m_{Td} | 9,8690E-09 | 79,4263 |

Parameter – Kriechbeschreibung über Strukturparameter

Die Parameter für die Schmelze tKO des Werkstoffs 2.4633 für die mechanismenbasierte Kriechbeschreibung sind in Tabelle 16 aufgelistet.

Tabelle 16: Parameter für die mechanismenbasierte Kriechbeschreibung an der Schmelze tKO; ($\dot{\epsilon}$ [-/s], T[K], σ [MPa])

| Parameter | Schmelze tKO |
|-------------|--------------|
| $\ln(k_1)$ | 0,0044 |
| $\ln(k_0)$ | -20,6679 |
| b_1 | -0,0081 |
| b_0 | 13,6530 |
| a_{01} | -0,0077 |
| a_{00} | 13,6289 |
| γ_1 | -0,0046 |
| γ_0 | 8,7596 |
| r^* | 0,1226 |
| k_d | 0,0058 |
| τ | 0,9018 |
| $s_{e,1}^*$ | 2,073 |
| $s_{e,2}^*$ | -0,001 |
| a_1 | 0 |
| n | 5 |

Entsprechend sind in Tabelle 17 die Parameter für die Schmelze tLD gezeigt.

Tabelle 17: Parameter für die mechanismenbasierte Kriechbeschreibung an der Schmelze tLD; ($\dot{\epsilon}$ [-/s], T[K], σ [MPa])

| Parameter | Schmelze tLD |
|-------------|--------------|
| $\ln(k_1)$ | 0,0044 |
| $\ln(k_0)$ | -19,9190 |
| b_1 | -0,0089 |
| b_0 | 12,9869 |
| a_{01} | 0,0081 |
| a_{00} | 28,1474 |
| γ_1 | -0,0072 |
| γ_0 | 11,5851 |
| r^* | 0,0155 |
| k_d | 0,0049 |
| τ | 0,4121 |
| $s_{e,1}^*$ | 3,3338 |
| $s_{e,2}^*$ | -0,0022 |
| a_1 | 0,0058 |
| n_0 | 6,7730 |
| n_1 | -0,0012 |

Literaturverzeichnis

1. Karthik NK, Schmitz N, Pfeifer H, Schwing R, Linn S, Kontermann C, Oechsner M (2019) Einfluss von Temperaturwechselbeanspruchung auf das Verformungsverhalten von Ofenkomponenten und deren Lebensdauer. *Berg Huettenmaenn Monatsh* 164(9):364–371. doi:10.1007/s00501-019-0882-5
2. Bürgel R, Maier HJ, Niendorf T (2011) *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*. Vieweg+Teubner, Wiesbaden
3. Asteman H, Hartnagel W, Jakobi D (2013) The Influence of Al Content on the High Temperature Oxidation Properties of State-of-the-Art Cast Ni-base Alloys. *Oxid Met* 80(1-2):3–12. doi:10.1007/s11085-013-9381-3
4. Agarwal DC, Brill U (2002) Combatting high temperature corrosion with Alloy 602CA in various environments and industries. *Corrosion*
5. Kisasöz A (2019) Influence of solution treatment on microstructure, corrosion resistance, and oxidation behavior of cast G-NiCr28W alloy. *China Foundry* 16(1):63–70. doi:10.1007/s41230-019-8161-3
6. Schmidt + Clemens GmbH und Co. KG Centralloy 60 HT R Material Data Sheet. Designation: G-NiCr25Fe10Al
7. Kelly JC (1992) Heat Resistant Alloy Performance in the Heat Treatment Industry. *MSF* 102-104:53–62. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.102-104.53
8. Chyrkin A, Pillai R, Ackermann H, Hattendorf H, Richter S, Nowak W, Grüner D, Quadackers WJ (2015) Modeling carbide dissolution in alloy 602 CA during high temperature oxidation. *Corrosion Science* 96:32–41. doi:10.1016/j.corsci.2015.03.019
9. Chyrkin A, Pillai R, Galiullin T, Wessel E, Grüner D, Quadackers WJ (2017) External α -Al₂O₃ scale on Ni-base alloy 602 CA. – Part I: Formation and long-term stability. *Corrosion Science* 124:138–149. doi:10.1016/j.corsci.2017.05.017
10. Pillai R, Chyrkin A, Galiullin T, Wessel E, Grüner D, Quadackers WJ (2017) External α -Al₂O₃ scale on Ni-base alloy 602 CA – Part II: Microstructural evolution. *Corrosion Science* 127:27–38. doi:10.1016/j.corsci.2017.07.021
11. Schiek M, Niewolak L, Nowak W, Meier GH, Vaßen R, Quadackers WJ (2015) Scale Formation of Alloy 602 CA During Isothermal Oxidation at 800–1100 °C in Different Types of Water Vapor Containing Atmospheres. *Oxid Met* 84(5-6):661–694. doi:10.1007/s11085-015-9595-7
12. Pillai R, Ackermann H, Hattendorf H, Richter S (2013) Evolution of carbides and chromium depletion profiles during oxidation of Alloy 602 CA. *Corrosion Science* 75:28–37. doi:10.1016/j.corsci.2013.05.013
13. Chyrkin A, Swadźba R, Pillai R, Galiullin T, Wessel E, Grüner D, Quadackers WJ (2018) Stability of External α -Al₂O₃ Scales on Alloy 602 CA at 1100–1200 °C. *Oxid Met* 90(1-2):119–133. doi:10.1007/s11085-017-9827-0
14. Bauer R, Baccalaro M, Jeurgens LPH, Pohl M, Mittermeijer EJ (2008) Oxidation Behavior of Fe–25Cr–20Ni–2.8Si During Isothermal Oxidation at 1,286 K; Life-time Prediction. *Oxid Met* 69(3-4):265–285. doi:10.1007/s11085-008-9097-y
15. Gottstein G (2014) *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. Physikalische Grundlagen*. 4., neu bearbeitete Auflage 2014, 4. Aufl. Springer Vieweg, Berlin Heidelberg
16. Frost HJ, Ashby FM (1982) *Deformation-Mechanism Maps. The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Pergamon Press
17. Ilschner B, Singer RF (2010) *Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg

18. Granacher J (1991) Zur Übertragung von Hochtemperaturkennwerten auf Bauteile
19. Oechsner M, Berger C, Kloos K-H (2020) Werkstoff- und Bauteileigenschaften. In: Bender B, Göhlich D (Hrsg) *Dubbel Taschenbuch für den Maschinenbau 1: Grundlagen und Tabellen*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, S 475–519
20. Köster W, Ilschner B (1973) *Hochtemperatur-Plastizität*, Bd 23. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg
21. Blum W, Eisenlohr P, Breutinger F (2002) Understanding creep—a review. *Metall and Mat Trans A* 33(2):291–303. doi:10.1007/s11661-002-0090-9
22. Blum W, Eisenlohr P (2009) Dislocation mechanics of creep. *Materials Science and Engineering: A* 510-511:7–13. doi:10.1016/j.msea.2008.04.110
23. Langdon TG (2005) Identifying creep mechanisms in plastic flow. *International Journal of Materials Research* 96(6):522–531
24. El-Magd E, Pantelakis S (1985) Abhängigkeit der inneren Rückspannung von den Kriechbedingungen bei Reinkupfer und bei den Stählen X 6 CrNi 18 11 und X 8 CrNiMoNb 16 16. *Steel Research* 56(8):439–444. doi:10.1002/srin.198500662
25. El-Magd E, Kranz A (2000) Ermittlung der inneren Rückspannung der Aluminiumlegierung AA2024 bei Kriechbelastung. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech* 31(1):96–101. doi:10.1002/(SICI)1521-4052(200001)31:1<96::AID-MAWE96>3.0.CO;2-3
26. Takeuchi S, Argon AS (1976) Review Steady-state creep of single-phase crystalline matter at high temperature. *Journal of Materials Science* (11):1542–1566
27. Langdon TG (2006) Grain boundary sliding revisited: Developments in sliding over four decades. *J Mater Sci* 41(3):597–609. doi:10.1007/s10853-006-6476-0
28. Langdon TG (2002) Creep at low stresses: An evaluation of diffusion creep and Harper-Dorn creep as viable creep mechanisms. *Metall and Mat Trans A* 33(2):249–259. doi:10.1007/s11661-002-0087-4
29. Langdon TG (2000) Identifying creep mechanisms at low stresses. *Materials Science and Engineering: A* 283(1-2):266–273. doi:10.1016/S0921-5093(00)00624-9
30. Coble RL (1963) A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials. *Journal of Applied Physics* 34(6):1679–1682. doi:10.1063/1.1702656
31. Herring C (1950) Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid. *Journal of Applied Physics* 21(5):437–445. doi:10.1063/1.1699681
32. Dorn JE, Shanley FR (Hrsg) (1961) *Mechanical behavior of materials at elevated temperatures*. McGraw-Hill, New York
33. Schwing R, Linn S, Kontermann C, Oechsner M (2019) AiF-Vorhaben 19068 N - Einfluss thermischer Lastwechsel auf die Lebensdauer hochbelasteter Ofenkomponenten aus metallischen Hochtemperatur-Werkstoffen. *Teilbericht: Untersuchung des Werkstoffverhaltens unter Temperaturwechselbeanspruchung anhand von Kriechversuchen und Modellierung des Kriechverhaltens*, Aachen
34. Boček M Creep Rupture at Non Stationary Stress and Temperature Loading Conditions. In: Haasen P, Gerold V, Kostorz G (Hrsg) *Strength of Metals and Alloys - Proceedings of the 5th International Conference Aachen*, Vol. 1, S 417–424
35. Closs K-D (1975) Untersuchungen zum Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahls X8 CrNiMoVNb 1613 (W.-Nr. 1.4988) bei konstanten und wechselnden Temperaturen. *Dissertation*, Universität Karlsruhe
36. Eylon D, Rosen A, Brandon DG (1973) The effect of rapid thermal cycling on the creep properties of Alpha Iron. *Metallurgical Transactions* (Vol. 4):1791–1798

-
37. Nir N, Eylon D, Rosen A (1971) The effect of rapid thermal fluctuations on the creep rate in Inconel 718. *MMTB* 2(8):2237–2241. doi:10.1007/BF02917556
 38. Riege H (1967) Das Formänderungsverhalten von Nickel und Nimonic 80A unter mechanischer Zugspannungsbeanspruchung und zeitlich konstanten oder veränderlichen Temperaturen. Dissertation, Technische Hochschule München
 39. Huff H, Schönfelder W (1974) Zum Einfluß wechselnder Temperaturen auf das Zeitstandverhalten von Nickellegierungen. *Zeitschrift für Werkstofftechnik, Journal of Materials Technologie* 5(5):258–262
 40. Likhachev VA, Myshlyaev MM, Vladimirova GV (1973) Temperature aftereffect in metals. *Strength Mater* 5(6):663–670. doi:10.1007/BF00762994
 41. Cormier J, Jouiad M, Hamon F, Villechaise P, Milhet X (2010) Very high temperature creep behavior of a single crystal Ni-based superalloy under complex thermal cycling conditions. *Philosophical Magazine Letters* 90(8):611–620. doi:10.1080/09500839.2010.489887
 42. Cormier J, Milhet X, Champion J-L, Mendez J (2008) Simulation of Very High Temperature Overheating During Isothermal Creep of Single Crystal Ni-Base Superalloy. *Adv. Eng. Mater.* 10(1-2):56–61. doi:10.1002/adem.200700248
 43. Cormier J, Milhet X, Mendez J (2007) Non-isothermal creep at very high temperature of the nickel-based single crystal superalloy MC2. *Acta Materialia* 55(18):6250–6259. doi:10.1016/j.actamat.2007.07.048
 44. Cormier J, Milhet X, Mendez J (2007) Effect of very high temperature short exposures on the dissolution of the γ' phase in single crystal MC2 superalloy. *J Mater Sci* 42(18):7780–7786. doi:10.1007/s10853-007-1645-3
 45. Walser B (1974) Der Einfluss von periodischen Temperaturwechseln auf das Kriechen von Metallen. Dissertation, Eidgenössische technische Hochschule Zürich
 46. Kaiser T, El-Magd E (1987) Internal back stress of high-temperature alloys under creep conditions. In: Wilshire B, Evans RW (Hrsg) *Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures. Proceedings of the Third International Conference held at University College, Swansea.* The Institut of Metals, London, S 839–851
 47. El-Magd E, Shaker C (1990) Determination of internal back stress under time-dependent creep-conditions. In: Wilshire B, Evans RW (Hrsg) *Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures.* The Institut of Metals, London, S 119–129
 48. Kontermann C, Kölzow F, Linn S (2020) "Rechnergestützte Analyse und Bewertung von aktuellen und zukünftigen Lastfahrprofilen mit verbesserten Methoden" : fachlicher Abschlussbericht : Verbundprojekt ECOFlex-Turbo : Teilverbundprojekt-Nr. 4 Expansion : Laufzeit: 01.01.2017-31.12.2019. Zentrum für Konstruktionswerkstoffe, Staatliche Materialprüfungsanstalt Darmstadt, Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde
 49. Neubert S (2014) Hochtemperaturverhalten von Nickel-Chrom-Aluminium-Legierungen für den industriellen Ofen- und Apparatebau. Dissertation, TU Darmstadt
 50. El-Magd E, Gebhard J, Stuhmann J (2007) Effect of temperature on the creep behavior of a Ni–Cr–Fe–Al alloy: a comparison of the experimental data and a model. *J Mater Sci* 42(14):5666–5670. doi:10.1007/s10853-006-0733-0
 51. Brill U (1994) Eigenschaften und Einsatzgebiete der neuen warmfesten Legierung Nicrofer 6025 HT. *STAHL* (3):32–35
 52. Brill U (2005) Advanced Nickel-based and Nickel-Iron-based superalloys for civil engineering applications. *ACTA METALLURGICA SINICA* 18(4):453–462

53. Brill U (1999) Neue Ergebnisse mit dem Werkstoff Nicrofer 6025 HT im Ofen- und Wärmebehandlungsanlagenbau. STAHL (3):54–56
54. Brill U (1995) Praktische Erfahrungen mit dem neuen Werkstoff Nicrofer 6025 HT im Ofen- und Wärmebehandlungsanlagenbau. STAHL (6):37–40
55. Deutsches Institut für Normung e.V. Mikrophotographische Bestimmung der scheinbaren Korngröße (DIN EN ISO 643:2003). Beuth Verlag GmbH, Berlin
56. Henkel G, Stieneker F, Wesch M (2013) Lexikon der Pharma-Technologie. Werkstoffe und Verfahren, 2. Aufl. Der Pharmazeutische Betrieb, Bd 49. ECV Editio-Cantor-Verl., Aulendorf
57. VDM Metals GmbH (2007) VDM (R) Alloy 602 CA Nicrofer 6025 HT. Werkstoffdatenblatt Nr. 4137, Werdohl
58. Brnic J, Turkalj G, Canadija M, Krscanski S, Brcic M, Lanc D (2015) Deformation behaviour and material properties of austenitic heat-resistant steel X15CrNiSi25-20 subjected to high temperatures and creep. Materials & Design 69:219–229. doi:10.1016/j.matdes.2014.12.062
59. Brnic J, Turkalj G, Krscanski S, Vukelic G, Canadija M (2017) Uniaxial Properties versus Temperature, Creep and Impact Energy of an Austenitic Steel. High Temperature Materials and Processes 36(2):135–143. doi:10.1515/htmp-2015-0174
60. Schmidt + Clemens GmbH und Co. KG Centralloy G 4879 Material Data Sheet. Designation: G-NiCr28W
61. DIN-Normenausschuss Materialprüfung (2019) Metallische Werkstoffe – Einachsiger Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung. Prüfverfahren (ISO 204:2018); Deutsche Fassung EN ISO 204:2018, 04. Aufl 77.040.10(DIN EN ISO 204:2019-04). Beuth Verlag GmbH, Berlin
62. Kloos KH, Granacher J, Scholz A, Tscheuschner R (1988) Prüfung metallischer Werkstoffe bei hohen Temperaturen, Teil 1 bis 4. Materialprüfung (30):93-98, 151-155, 202-204, 225-230
63. Scholz A, Schwienheer M, Berger C Hochtemperaturprüfung metallischer Werkstoffe - Prüftechnik, Normung, Datenmanagement und Auswertung 25 FVWHT Vortragsveranstaltung 2002, Bd 25
64. ISO (2011) Metallic materials - Fatigue testing - Strain-controlled thermomechanical fatigue testign method 77.040.10(ISO 12111:2011(E)). Beuth Verlag GmbH, Genf
65. Schwing R, Linn S, Kontermann C, Neubert S, Oechsner M (2021) Isothermal and anisothermal creep behavior of the nickel base Alloy 602 CA. Mat.-wiss. u. Werkstofftech 52(2):231–247. doi:10.1002/mawe.202000248
66. Viguier B, Touratier F, Andrieu E (2011) High-temperature creep of single-crystal nickel-based superalloy: microstructural changes and effects of thermal cycling. Philosophical Magazine 91(35):4427–4446. doi:10.1080/14786435.2011.609151
67. Raffaitin A, Monceau D, Crabos F, Andrieu E (2007) The effect of thermal cycling on the high-temperature creep behaviour of a single crystal nickel-based superalloy. Scripta Materialia 56(4):277–280. doi:10.1016/j.scriptamat.2006.10.026
68. Schwing R, Linn S, Kontermann C, Oechsner M (2018) Zum Einfluss von Temperaturwechselbeanspruchungen auf das Kriechverhalten von hochwarmfesten metallischen Werkstoffen. Tagungsband 41. Vortragsveranstaltung Langzeitverhalten warmfester Stähle und Hochtemperaturwerkstoffe der Forschungsvereinigung Warmfeste Stähle und Hochtemperaturwerkstoffe

-
69. Schwing R, Linn S, Kontermann C, Oechsner M (2019) Lebensdauer metallischen Ofenkomponenten bei Temperaturwechselbeanspruchung (Teil 3). *Prozesswärme : Thermoprozesstechnik, Wärmebehandlung, Anlagenbau und -betrieb* (7):63–69
 70. Kachanov LM (1967) *The theory of creep*, Boston Spa, UK
 71. Rabotnov IN, Leckie FA (1969) *Creep problems in structural members*. North-Holland Publishing Company
 72. Heubner U, Brill U (Hrsg) (1998) *Nickel alloys. Mechanical engineering*, Bd 129. Marcel Dekker, New York, NY
 73. Li B (2003) Long-term cyclic oxidation behavior of wrought commercial alloys at high temperatures
 74. Gottstein G (2007) *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, 3. Aufl. Springer-Lehrbuch. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg
 75. Bürgel R (2005) *Festigkeitslehre und Werkstoffmechanik*. Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden
 76. Hasegawa T, Hasegawa R, Karashima S (1970) Etch-Pit Studies of the Dislocation Structures Developed during Creep Deformation of Copper Single Crystals. *Trans. JIM* 11(2):101–106. doi:10.2320/matertrans1960.11.101
 77. Hasegawa T, Karashima S, Hasegawa R (1971) Substructure formation and nonuniformity in strain during high temperature creep of copper single crystals. *Metall Mater Trans B* 2(5):1449–1455. doi:10.1007/BF02913374
 78. Hasegawa T, Sato H, Karashima S (1970) Transmission Electron Microscope Studies on the Behaviours of Dislocations during Creep Deformation of Copper Single Crystals. *Trans. JIM* 11(4):231–238. doi:10.2320/matertrans1960.11.231
 79. Orlová A, Pahutová M, Čadek J (1972) Dislocation structure and applied, effective and internal stress in high-temperature creep of alpha iron. *Philosophical Magazine* 25(4):865–877. doi:10.1080/14786437208229309
 80. Orlová A, Čadek J (1973) Some substructural aspects of high-temperature creep in metals. *Philosophical Magazine* 28(4):891–899. doi:10.1080/14786437308220990
 81. Holt DL (1970) Dislocation Cell Formation in Metals. *Journal of Applied Physics* 41(8):3197–3201. doi:10.1063/1.1659399
 82. Mukherjee AK, Bird JE, Dorn JE (1968) Experimental Correlations for high-temperature creep. In: American Society for Metals (Hrsg) *Detroit Materials Engineering Congress of American Society for Metals*
 83. Barrett CR, Lytton JL, Sherby OD (1965) EFFECT OF GRAIN SIZE AND ANNEALING TREATMENT ON STEADY STATE CREEP OF COPPER. Defense Technical Information Center, Fort Belvoir, VA
 84. Nelder JA, Mead R (1965) A Simplex Method for Function Minimization. *Comput J* 7(4):308–313. doi:10.1093/comjnl/7.4.308

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|-----------------|---|----|
| Abbildung 1-1: | Strahlheizrohr nach verfrühtem Ausfall durch starke Verformung und Einbüßen der Funktionsfähigkeit [1]..... | 1 |
| Abbildung 1-2: | Schematisch, Kriechdehnung für isotherme Beanspruchung und erwartete Kriechdehnung unter TW-Beanspruchung sowie gemessene anisotherme Kriechdehnung..... | 2 |
| Abbildung 2-1: | Zeitstandfestigkeiten für unterschiedliche Werkstoffklassen in Abhängigkeit der Temperatur [2]..... | 3 |
| Abbildung 2-2: | Larson-Miller-Darstellung für einige bekannte Hochtemperatur-Legierungen, dicke Linien repräsentieren Legierungen, welche Aluminium enthalten [3] | 4 |
| Abbildung 2-3: | Gravimetrische Untersuchung der Auslagerungsdauern auf das Oxidationsverhalten von 2.4879 (NiCr28) und Centralloy 60 HT R (NiCr25Al4) [3] | 6 |
| Abbildung 2-4: | Auger-Elektronen-Spektroskopie-Sputter-Tiefenprofil der gebildeten Oxidschichten auf 1.4841 nach 30-minütiger Oxidation bei 1286 K [14]..... | 7 |
| Abbildung 2-5: | Schematische Verformungsmechanismus-Karte (Ashby-Map) [2] | 7 |
| Abbildung 2-6: | a) Schematische Kriechkurve, b) Darstellung der zugehörigen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ | 8 |
| Abbildung 2-7: | Schematische Darstellung der Kriechkurve mit den jeweiligen Gefügevorgängen [18, 19] | 9 |
| Abbildung 2-8: | Nortonplot zur Beschreibung der Spannungsabhängigkeit der Dehnrates [2] | 11 |
| Abbildung 2-9: | Änderung der Versetzungsdichte mit der Kriechdehnung, Gesamtversetzungsdichte ρ_{tot} ist die Summe aus Versetzungen in den Subkorn Grenzen ρ_s , und mobilen Versetzungen innerhalb der Subkörner ρ [26] | 14 |
| Abbildung 2-10: | Schematische Darstellung der Subkornbildung im Primär- bis zum Beginn des Sekundärkriechbereichs [26]..... | 15 |
| Abbildung 2-11: | Schematische Darstellung der Graham-Walles-Kriechbeschreibung als Summe aus drei verschiedenen Norton-Bailey-Termen..... | 19 |
| Abbildung 2-12: | Schematische Darstellung zum Vergleich der Dehnungsverfestigungshypothese mit der Zeitverfestigungshypothese nach [32]..... | 20 |
| Abbildung 2-13: | Beispielhafte Temperaturverläufe eines Strahlheizrohrs, a) schnelle Zyklen verursacht durch Brenner-Ein-/Aus-Taktung, b) niederzyklische Temperaturwechsel mit großem Temperaturhub (24 Stunden-Aufzeichnung) [33] | 21 |
| Abbildung 2-14: | Konzept zur Änderung der inneren Rückspannung nach Last- oder Temperaturänderung nach (Kaiser und El-Magd 1987), a) Spannungserhöhung, b) Temperaturerhöhung, c) Spannungsabsenkung, d) Temperaturabsenkung | 24 |

| | | |
|-----------------|---|----|
| Abbildung 3-1: | Kriechversuche an einem 2 %-Chrom-Stahl, isotherme Kriechkurven bei 500 °C (violette Kurve) und 550 °C (türkise Kurve) und ein Temperaturwechsel-Kriechversuch zwischen 500 °C und 550 °C (rote Kurve) [48] | 26 |
| Abbildung 3-2: | Mittels Dehnungsakkumulation berechnete, zu erwartende Dehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung und tatsächlich gemessene Dehnung | 27 |
| Abbildung 3-3: | Berechnete und gemessene Dehnung eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs und isotherme Kriechversuche bei 900 °C und 1100 °C (nach [49]) | 28 |
| Abbildung 4-1: | Lichtmikroskopische Aufnahmen des Gefüges von 2.4633 im Grundzustand; a) Schmelze tLC, Ätzmittel: V2A-Beize; b) Schmelze tLD, Ätzmittel: V2A-Beize; c) Schmelze tKO, Ätzmittel: Adler(20)/Alkohol(80) [49]; d) Schmelze tKN, Ätzmittel: Adler(20)/Alkohol(80) [49]..... | 31 |
| Abbildung 4-2: | Detailaufnahme des Grundzustands von 2.4633 (tLC) mit Kennzeichnung verschiedener Ausscheidungsarten, geätzt mit V2A-Beize | 32 |
| Abbildung 4-3: | Schematische Zeichnung des Schleudergussrohrs und der Entnahme der Rohlinge für die Probenfertigung | 33 |
| Abbildung 4-4: | Lichtmikroskopische Aufnahme der Draufsicht auf entnommenen Gussrohling; Ätzung: V2A-Beize | 34 |
| Abbildung 4-5: | Lichtmikroskopische Aufnahme des Längsschliffs des entnommenen Gussrohlings; Ätzung: V2A-Beize | 34 |
| Abbildung 4-6: | Lichtmikroskopische Aufnahmen des Gefüges von 2.4879 (cMT) im Grundzustand; a) und b) Gefügeübersichtsaufnahmen ungeätzt, c), d) und e) Gefügeaufnahmen nach Ätzung mit V2A-Beize. f) Detailaufnahme der interdendritisch ausgeschiedenen Karbide, Ätzung V2A-Beize | 35 |
| Abbildung 4-7: | Lichtmikroskopische Aufnahmen des Ausgangszustands der Legierung cMS; a) Übersichtsaufnahme b), c) und d) Detailaufnahmen des dendritischen Gefüges mit enthaltenen Karbiden und Nitriden, Ätzmittel: V2A-Beize | 37 |
| Abbildung 4-8: | Lichtmikroskopische Aufnahmen des Ausgangszustands der Schmelze eLC; Übersichtsaufnahme des Rohlingsquerschnitts..... | 38 |
| Abbildung 4-9: | Lichtmikroskopische Aufnahmen des Ausgangszustands der Schmelze eLC; a) - f) Detailaufnahmen des Gefüges; Ätzmittel: V2A-Beize | 39 |
| Abbildung 4-10: | Fließkurven der untersuchten Schmelzen bei a) 900 °C und b) bei 1100 °C | 40 |
| Abbildung 4-11: | Einordnung der Materialkennwerte der vorliegenden Schmelzen des Werkstoffs 2.4633 in das vorliegende Streuband des Werkstoffs; a) Streckgrenze $R_{p0,2\%}$, b) Zugfestigkeit R_m , c) Bruchdehnung A_u , d) Brucheinschnürung Z_u [57] | 41 |
| Abbildung 5-1: | a) Schematische Darstellung Direkthängevorrichtung nach [62, 63] b) Standard-Probentyp 1 | 44 |

| | | |
|-----------------|---|----|
| Abbildung 5-2: | Beispielhafte Aufnahme eines Direkthängeversuchs, a) Übersichtsaufnahme Probeneinbau, b) Detailaufnahme Probe mit Messklötzen, keramischen Axialextensometern und drei angebondenen Thermoelementen, c) Detailaufnahme Direkthängevorrichtung aufgesetzt, Gewichteteller mit Gewichten..... | 45 |
| Abbildung 5-3: | Isotherme Kriechkurven der Schmelze tLC des Werkstoffs 2.4633 bei unterschiedlichen Temperaturen..... | 45 |
| Abbildung 5-4: | Berechnete 0,2 %-Dehngrenzen mit Messpunkten der Schmelze tLC für den isothermen 900 °C- und 1100 °C-Kriechversuch | 46 |
| Abbildung 5-5: | Vergleich isothermer Kriechkurven bei unterschiedlichen Temperaturen a) für die Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 und b) die Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879 | 46 |
| Abbildung 5-6: | Vergleich isothermer Kriechkurven bei unterschiedlichen Spannungen a) für die Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 und b) die Schmelze cMS des Werkstoffs Centralloy 60 HT R..... | 47 |
| Abbildung 5-7: | Vergleich isothermer Kriechversuche des Werkstoffs 1.4841 bei unterschiedlichen Spannungen und Temperaturen..... | 47 |
| Abbildung 5-8: | Vergleich isothermer Kriechkurven des Werkstoffs 2.4633 an unterschiedlichen Schmelzen, bzw. unterschiedlichen Korngrößen | 48 |
| Abbildung 5-9: | Kriechversuche an der Nickel-Chrom-Eisenlegierung 2.4633, isotherme Kriechkurven bei 900 °C und 1100 °C und ein Temperaturwechsel-Kriechversuch zwischen 900 °C und 1100 °C | 48 |
| Abbildung 5-10: | Schema Zyklusarten, a) niederzyklisch mit Haltezeiten, b) höherzyklisch mit Dreieckszyklus | 49 |
| Abbildung 5-11: | Aufnahme der Direkthängevorrichtung mit Induktionsheizung, a) Übersichtsaufnahme Probeneinbau, b) Detailaufnahme Probe mit Messklötzen, keramischen Axialextensometern und angebondenem Thermoelement im Induktor | 50 |
| Abbildung 5-12: | Aufbau des Versuchsstands für höherzyklische Versuche mit Wärmebildkamera zur Überprüfung der Temperaturverteilung in der Prüfzone | 51 |
| Abbildung 5-13: | Untere Kriechkurvenenveloppe bei Temperaturwechsel-Kriechversuchen..... | 51 |
| Abbildung 5-14: | Verformungsmechanismuskarte für eine Nickel-Chromlegierung mit 20 at% Chrom, [16] | 54 |
| Abbildung 5-15: | Überprüfung der Reproduzierbarkeit eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit einer Haltezeit von 1,5 Stunden | 55 |
| Abbildung 5-16: | Überprüfung der Reproduzierbarkeit eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit einer Haltezeit von 3,5 Stunden | 55 |
| Abbildung 5-17: | Kriechkurven von Temperaturwechsel-Kriechversuchen und isothermen Kriechversuchen an den Werkstoffen 2.4633, 2.4879, 1.4841 und Centralloy 60 HT R | 56 |
| Abbildung 5-18: | Vergleich der Kriechkurven der beiden Werkstoffe 2.4633 und 2.4879 bei unterschiedlichen Temperaturwechsel-Beanspruchung und im isothermen Fall bei Maximaltemperatur | 57 |

| | |
|--|----|
| Abbildung 5-19: Vergleich der Kriechkurven des Werkstoffs Centralloy 60 HT R bei unterschiedlichen Temperaturwechsel-Belastungen und im isothermen Fall bei Maximaltemperatur | 57 |
| Abbildung 5-20: Erste 50 Stunden eines Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit einer Zyklusdauer von 8 Stunden im Vergleich zu isothermer 1100 °C-Kriechkurve..... | 58 |
| Abbildung 5-21: Temperaturwechsel-Kriechversuche und isotherme Versuche bei 1100 °C, Vergleich Chargen des Werkstoffs 2.4633 mit unterschiedlichen Korngrößen..... | 59 |
| Abbildung 5-22: a) Erreichte Kriechdehnung nach 1000 Stunden für drei verschiedene Chargen jeweils im isothermen und anisothermen Fall, b) Quotienten aus Kriechdehnung des Temperaturwechsel-Kriechversuchs und Kriechdehnung des isothermen Versuchs jeweils nach 1000 Stunden | 60 |
| Abbildung 5-23: a) Kriechversuche an Schmelzen tLD und tKO des Werkstoffs 2.4633 (isothermer Versuch der Schmelze tKO aus [49]), b) Quotienten aus Kriechdehnung des Temperaturwechsel-Kriechversuchs und Kriechdehnung des isothermen Versuchs jeweils nach 1000 Stunden | 61 |
| Abbildung 5-24: Kriechkurven von Proben mit unterschiedlichem Probendurchmesser (8,4 mm und 5,6 mm) an der Schmelze tLC | 62 |
| Abbildung 5-25: Kriechkurven von Proben mit unterschiedlichem Probendurchmesser (8,9 mm, 8,4 mm und 5,6 mm) an der Schmelze tLD..... | 62 |
| Abbildung 5-26: Isotherme und anisotherme Kriechversuche bei unterschiedlichen Spannungen an der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633, a) lineare Auftragung, b) logarithmische Auftragung | 63 |
| Abbildung 5-27: a) Kriechdehnung nach 400 Stunden und c) nach 1000 Stunden für verschiedene Spannungen im isothermen und anisothermen Fall, b) und d) Auftragung des Quotienten aus Kriechdehnung des anisothermen und isothermen Kriechversuchs jeweils nach 400 bzw. 1000 Stunden..... | 64 |
| Abbildung 5-28: Isotherme und Temperaturwechsel-Kriechversuche bei 2 MPa und 4,6 MPa an der Schmelze eLC des Werkstoffs 1.4841 | 64 |
| Abbildung 5-29: Isotherme und Temperaturwechsel-Kriechversuche bei 2 MPa und 7,1 MPa an der Schmelze cMS des Werkstoffs Centralloy 60 HT R..... | 65 |
| Abbildung 5-30: a) Vergleich der Spannungen nach 1000 Stunden, b) Quotient der anisothermen und isothermen Dehnung nach 1000 Stunden | 65 |
| Abbildung 5-31: Einfluss des Temperaturhubs auf den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung im Vergleich zur isothermen Kriechkurve bei 1100 °C..... | 66 |
| Abbildung 5-32: Kriechdehnung über der Zyklenzahl für die Temperaturwechsel-Versuche aus Abbildung 5-31 | 67 |
| Abbildung 5-33: Vergleich der Maximaltemperatur an der Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879; isotherme 950 °C-Kurve berechnet..... | 67 |
| Abbildung 5-34: Quotienten aus der Kriechdehnung des Temperaturwechsel-Kriechversuchs und der isothermen Kriechdehnung nach jeweils 800 Stunden für 900 °C-950 °C- und 1050 °C-1100 °C-Versuch | 68 |

| | |
|---|----|
| Abbildung 5-35: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Versuchen mit Haltezeiten von 1,5 Stunden und 3,5 Stunden und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C an der Schmelze tLC des Werkstoffs 2.4633 | 69 |
| Abbildung 5-36: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Kriechversuchen mit Haltezeiten von 1,5 Stunden und 3,5 Stunden und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C an der Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879 | 69 |
| Abbildung 5-37: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Versuchen mit Haltezeiten von 0,25 Stunden und 1,5 Stunden und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C an der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 | 70 |
| Abbildung 5-38: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Versuchen und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C [49] | 71 |
| Abbildung 5-39: Kriechkurven von Temperaturwechsel-Versuchen mit Haltezeiten von 1,5 Stunden und 11,5 Stunden und isothermer Kriechversuch bei 1100 °C an der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 | 71 |
| Abbildung 5-40: Temperaturwechsel-Kriechversuche mit unterschiedlichen Temperaturänderungsraten bzw. Rampendauern bei sonst vergleichbaren Zyklusparametern an der Schmelze tLD des Werkstoffs 2.4633 | 73 |
| Abbildung 5-41: Vergleich eines niederzyklischen Temperaturwechsel-Kriechversuchs mit Haltezeit von 1,5 Stunden mit höherzyklischem Temperaturwechsel-Kriechversuch; a) an der Schmelze tLC mit einer Temperaturänderungsrate von 50 K/min, b) an der Schmelze tLD mit einer Temperaturänderungsrate von 200 K/min..... | 73 |
| Abbildung 5-42: Kriechversuch an Probe tLD1.0za22, Beanspruchungsparameter | 75 |
| Abbildung 5-43: Kriechversuch an Probe tLD1.0za22; $T_{\max} = 1100 \text{ °C}$, $\Delta T = 200 \text{ K}$, $\sigma = 7,1 \text{ MPa}$, t_{Halte} , $t_{\text{Rampe}} = 300 \text{ s}$, Kriechdehnung ϵ_f | 75 |
| Abbildung 5-44: Gemittelte Kriechkurve der 900 °C-Haltephase, a); 1100 °C-Haltephase, b) des Versuchs an Probe tLD1.0za22; Mittelwertbestimmung aus den Kurvenverläufen der Zyklen 5, 10, 15, 20, 25 und 30..... | 76 |
| Abbildung 5-45: Gemittelte Kriechdehnrate des Kriechversuchs an tLD1.0za22..... | 76 |
| Abbildung 5-46: Kriechversuch an Probe tLD1.0za24, Beanspruchungsparameter | 77 |
| Abbildung 5-47: Exemplarischer Dehnungsverlauf des Zyklus 14 des Versuch tLD1.0za24 .. | 78 |
| Abbildung 5-48: Gemittelte Kriechkurve a) der 900 °C-Haltephase, bzw. b) der 1100 °C-Haltephase des Versuchs an Probe tLD1.0za24; Mittelwertbestimmung aus den Kurvenverläufen der Zyklen 1, 11, 21, 31, 41, 51, 61, 71, 81, 91 und 101 | 78 |
| Abbildung 5-49: a) Kriechdehnung und b) Kriechgeschwindigkeit aufgetragen über der Zeit für einen Temperaturwechsel-Versuch mit langen Haltezeiten (100/200 Stunden) und vergleichsweise kurzen Rampendauern (0,5 h) ... | 79 |
| Abbildung 5-50: Norton-Bailey (NB)-Anpassung an isotherme Kriechkurven der Schmelze tKO | 80 |
| Abbildung 5-51: Vergleich von gemessener und mit der Dehnungsverfestigungsregel berechneten Kriechdehnung..... | 81 |

| | |
|---|----|
| Abbildung 5-52: Modellvorstellung eines Temperaturwechsels von T_2 nach T_1 nach Kaiser und El-Magd [46] mit daraus resultierender Kriechdehnung und Kriechdehnrate..... | 82 |
| Abbildung 5-53: Modellvorstellung eines Temperaturwechsels von T_1 nach T_2 nach Kaiser und El-Magd [46] mit daraus resultierender Kriechdehnung und Kriechdehnrate..... | 83 |
| Abbildung 5-54: Schematische Darstellung der TW-Kriechkurve nach dem Modell der inneren Rückspannung nach [46] | 84 |
| Abbildung 5-55: Schematisch: Kriechgeschwindigkeit aufgetragen über der Kriechdehnung und Adaption mit zweigliedriger Beschreibung | 86 |
| Abbildung 5-56: Schema zur Parameteridentifikation des Kriechgleichungssystems zur Beschreibung über die Temperaturänderungsrate..... | 87 |
| Abbildung 5-57: Anpassung der Kriechgleichung an isotherme Kriechkurven a) des Werkstoffs 2.4633 und b) des Werkstoffs 2.4879 (* [49]) | 87 |
| Abbildung 5-58: Vergleich berechnete zu gemessener Kriechdehnung für a) den Werkstoff 2.4633 und b) den Werkstoff 2.4879 (* [49]) | 88 |
| Abbildung 5-59: a) Anpassung des Kriechgleichungssystems an einen Temperaturwechsel-Versuch mit einer Zyklusdauer von 8 h, b) logarithmische Auftragung und Vergleich mit isothermem Versuch bei 1100 °C | 88 |
| Abbildung 5-60: Anpassung der Kriechgleichung an den Werkstoff 2.4633 mit einer Zyklusdauer von 4 Stunden a) in linearer Auftragung und b) logarithmischer Auftragung, b) | 89 |
| Abbildung 5-61: Anpassung der Kriechgleichung an einen Temperaturwechsel-Kriechversuch mit Zyklusdauer 2 Minuten..... | 89 |
| Abbildung 5-62: Anpassung der Kriechgleichung an Temperaturwechsel-Kriechversuche am Werkstoff 2.4879 mit Zyklusdauern von a) 8 Stunden und b) 4 Stunden | 90 |
| Abbildung 6-1: Simulationsrechnung Temperaturfeld in Rundprobe, schematisch..... | 93 |
| Abbildung 6-2: a) Simulation radialer Temperaturgradient in Rundprobe, schematisch, b) Abschätzung der auftretenden Thermospannungen, Aufheizen von 900 °C auf 1100 °C in 0,5 h, elastische Berechnung | 93 |
| Abbildung 6-3: Lichtmikroskopische Aufnahmen von Schliffen an Proben des Werkstoffs Centralloy 60 HT R, $\sigma=2$ MPa, Probe CMS11z6: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1538 h, a) ungeätzt und b) mit V2A-Beize geätzt; Probe CMS11z7: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit 2542 h, c) ungeätzt und d) mit V2A-Beize geätzt..... | 94 |
| Abbildung 6-4: Lichtmikroskopische Aufnahmen von Schliffen an Proben des Werkstoffs 2.4633, $\sigma=4,6$ MPa, Ätzung: V2A-Beize; a) Ausgangszustand; b) Probe tLD11za20: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1030 h; c) Probe tLD11za2: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit 1031 h..... | 95 |

| | | |
|-----------------|--|-----|
| Abbildung 6-5: | Lichtmikroskopische Aufnahmen des Probeninneren von Schlifflen an Proben des Werkstoffs 1.4841 im geätzten Zustand, $\sigma=2$ MPa, a) und c) Ausgangszustand, b) und e) Probe eLC11z2: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1867 h, c) und f) Probe eLC11za3: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min | 96 |
| Abbildung 6-6: | Vergleich der ersten 50 Stunden zwischen einem isothermen und einem Temperaturwechsel-Kriechversuch, a) mit kürzerer Haltezeit und b) mit längerer Haltezeit | 97 |
| Abbildung 6-7: | Spezifische Massenänderung hitzebeständiger Materialien während einer zyklischen Belastung in trockener Luft (24 h-Zyklus) als Funktion der Auslagerungsdauer bei 1100 °C [72] | 98 |
| Abbildung 6-8: | Lichtmikroskopische Aufnahmen, Werkstoff 2.4633 ungeätzt, $\sigma=2$ MPa, a) Probe tLD1.1za28: isotherm 1100 °C, Laufzeit: 1030 h, b) Probe tLC11z4: isotherm 1100 °C, Laufzeit: 1812 h, c) Probe tLD11za17: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 1032 h, d) Probe tLC11za10: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 1029 h | 98 |
| Abbildung 6-9: | Übersichtsaufnahme Temperaturwechsel-Kriechprobe tLC11z2, $\sigma=2$ MPa, nach 5085 h, ($T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=3,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h) | 99 |
| Abbildung 6-10: | EDX-Aufnahme a) im BSE-Kontrast und b) im Elemente-Mapping der Probe tLD1.1za20: isotherm 1100 °C mit 4,6 MPa nach 1031 h | 100 |
| Abbildung 6-11: | Lichtmikroskopische Aufnahme des Randbereichs der Probe tLD1.1za3, $\sigma=4,6$ MPa, nach 1029 h, ($T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=100$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,25$ h) | 100 |
| Abbildung 6-12: | Lichtmikroskopische Aufnahmen von Schlifflen an Proben des Werkstoffs 2.4879 im ungeätzten Zustand, $\sigma=2$ MPa, a) Probe cMT11z2: isotherm 1100 °C, Laufzeit 3625 h, b) Probe cMT11za8: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=3,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 696 h, c) Probe cMT11za3: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=3,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 6024 h | 101 |
| Abbildung 6-13: | Detailaufnahmen der Probe cMT11za3 des Werkstoffs 2.4879 ($T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=3,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, $\sigma=2$ MPa, $t=5876$ h) a) Randbereich, b) Probeninneres | 101 |
| Abbildung 6-14: | Lichtmikroskopische Aufnahmen von Schlifflen an Proben des Werkstoffs Centralloy 60 HT R im ungeätzten Zustand, $\sigma=2$ MPa, a) Probe cMS11z6: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1538 h, b) Probe cMS11z7: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit 2542 h | 102 |
| Abbildung 6-15: | Lichtmikroskopische Aufnahmen der Probenoberfläche von Schlifflen an Proben des Werkstoffs 1.4841 im ungeätzten Zustand, $\sigma=2$ MPa, a) Probe eLC11z2: isotherm 1100 °C, Laufzeit 1867 h, b) Probe eLC11za3: $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 1028 h, c) Probe eLC11za5: : $T_{\max}=1100$ °C, $\Delta T=200$ K, $T=6,67$ K/min, $t_{\text{Halte}}=1,5$ h, $t_{\text{Rampe}}=0,5$ h, Laufzeit: 8595 h | 102 |
| Abbildung 6-16: | Übersichtsaufnahme des Randbereichs von Probe eLC11za5 | 103 |

| | |
|--|-----|
| Abbildung 6-17: a) Unterschiede in der Kriechdehnrate in groben und feinen Strukturen im primären Kriechbereich aufgetragen über der Kriechdauer, b) Zu- und Abnahme der Subkornbreite mit zunehmender Kriechdauer [26, 77]..... | 105 |
| Abbildung 6-18: Entwicklung der mobilen Versetzungsdichten (ρ_R in Bereichen ohne Substruktur; ρ_S in Bereichen mit bereits vorhandener Substruktur), des Subkorndurchmessers ϕ und des Missorientierungswinkels θ im Bereich des Primärkriechens aufgetragen über der Dehnung [79] | 105 |
| Abbildung 6-19: Versetzungsdichte ρ , Subkorngröße φ und Missorientierungswinkel θ im stationären Kriechbereich aufgetragen über der äußeren Spannung, der effektiven Spannung und der inneren Spannung [79] | 107 |
| Abbildung 6-20: Kriechversuch zunächst isotherm bis zum Erreichen der minimalen Kriechdehnrate, anschließend Start der Temperaturwechsel-Belastung ... | 108 |
| Abbildung 6-21: a) Vergrößerte Darstellung des Übergangsbereichs von isothermer zu anisothermer Belastung, b) Auftragung der Dehnrate am Ende des isothermen Versuchsabschnitts und in der ersten Haltephase bei 1100 °C nach dem ersten Temperaturwechsel | 108 |
| Abbildung 7-1: Schematisch: Primärer Kriechbereich; a) Kriechdehnung, b) Kriechdehnrate..... | 110 |
| Abbildung 7-2: Schematisch: Strukturparameter s_e | 111 |
| Abbildung 7-3: Schematisch: Entwicklung des Strukturparameters s_e und der entsprechenden Dehnrate nach einem Temperaturwechsel..... | 112 |
| Abbildung 7-4: Schematisch: Temperaturabhängiger, mikrostruktureller Gleichgewichtsparameter s_e^* | 112 |
| Abbildung 7-5: Gemessene und berechnete Kriechkurven, Schmelze tKO des Werkstoffs 2.4633 | 116 |
| Abbildung 7-6: a) Kriechdehnrate und b) Strukturparameter zu den Kriechversuchen aus Abbildung 7-5 | 116 |
| Abbildung 7-7: Berechnete Schädigungsgröße D für Kriechversuche an der Schmelze tKO | 117 |
| Abbildung 7-8: Gerechnete und gemessene Kriechdehnung von isothermen und anisothermen Kriechversuchen an der Schmelze tLD | 118 |
| Abbildung 7-9: Gemessene und berechnete Kriechkurven, Versuch mit 12 Stunden Haltezeit | 118 |
| Abbildung 7-10: Berechnete Kriechdehnraten der Versuche mit a) 4 Stunden-Zyklus, b) 25 Stunden Zyklus und Dehnraten der isothermen Kriechversuche an der Schmelze tLD | 119 |
| Abbildung 7-11: Strukturparameter, a) 4 Stunden-Zyklus, b) 25 Stunden-Zyklus im Vergleich zu isothermen Versuchen an der Schmelze tLD | 119 |
| Abbildung 7-12: Berechnete Schädigungsgröße D für Kriechversuche an der Schmelze tLD..... | 120 |
| Abbildung 8-1: Schematische Darstellung der Gewichtung der Betragsfunktion in den Temperaturrampen | 124 |

| | | |
|----------------|--|-----|
| Abbildung A-1: | Einordnung der Materialkennwerte der vorliegenden Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879 in das vorliegende Streuband des Werkstoffs; a) Streckgrenze $R_{p\ 0,2\%}$; b) Zugfestigkeit R_m ; c) Bruchdehnung A_u ; d) Brucheinschnürung Z_u [60] | 125 |
| Abbildung A-2: | Einordnung der Materialkennwerte der vorliegenden Schmelze eLC des Werkstoffs 1.4841 in das vorliegende Streuband des Werkstoffs; a) Streckgrenze $R_{p\ 0,2\%}$; b) Zugfestigkeit R_m ; c) Bruchdehnung A_u ; d) Brucheinschnürung Z_u [58, 59] | 126 |
| Abbildung A-3: | Einordnung der Materialkennwerte der vorliegenden Schmelze cMS des Werkstoffs Centralloy 60 HT R in das vorliegende Streuband des Werkstoffs; a) Streckgrenze $R_{p\ 0,2\%}$; b) Zugfestigkeit R_m ; c) Bruchdehnung A_u ; d) Brucheinschnürung Z_u [6] | 127 |

Tabellenverzeichnis

| | |
|---|-----|
| Tabelle 1: Legierungszusammensetzung der untersuchten Schmelzen des Werkstoffs 2.4633 | 30 |
| Tabelle 2: Mittlere Korndurchmesser der verschiedenen Chargen des Werkstoffs 2.4633 | 32 |
| Tabelle 3: Legierungszusammensetzung der untersuchten Schmelze cMT des Werkstoffs 2.4879 | 33 |
| Tabelle 4: Typische Legierungszusammensetzung des Werkstoffs Centralloy 60 HT R..... | 36 |
| Tabelle 5: Legierungszusammensetzung der untersuchten Schmelze eLC des Werkstoffs 1.4841 | 38 |
| Tabelle 6: Mittlerer Korndurchmesser der Charge eLC des Werkstoffs 1.4841 | 40 |
| Tabelle 7: Übersicht über alle durchgeführten Warmzugversuche | 40 |
| Tabelle 8: Auflistung durchgeführter isothermer Kriechversuche mit den jeweiligen Versuchsparametern..... | 43 |
| Tabelle 9: Auflistung untersuchter Versuchsparameterkombinationen der niederzyklischen Kriechversuche | 52 |
| Tabelle 10: Durchgeführte höherzyklische Kriechversuche und deren Parameter | 53 |
| Tabelle 11: Parameter und deren Einfluss auf den Effekt der beschleunigten Kriechdehnung unter Temperaturwechsel-Beanspruchung | 74 |
| Tabelle 12: Norton-Bailey-Parameter für Dehnungsakkumulation über Temperaturinterpolation; ($\epsilon[-/s]$, $T[K]$, $\sigma[MPa]$) | 128 |
| Tabelle 13: Isotherme Parameter für die Werkstoffe 2.4633 und 2.4879; ($\epsilon[-/s]$, $T[K]$, $\sigma[MPa]$) | 128 |
| Tabelle 14: Parameter der Anpassung der Kriechgleichung an anisotherme Kriechversuche am Werkstoff 2.4633 (Zyklusdauern von 8 Stunden, 4 Stunden und 2 Minuten); ($\epsilon[-/s]$, $T[K]$, $\sigma[MPa]$) | 128 |
| Tabelle 15: Parameter der Anpassung der Kriechgleichung an anisotherme Kriechversuche am Werkstoff 2.4879 (Zyklusdauern von 8 Stunden und 4 Stunden); ($\epsilon[-/s]$, $T[K]$, $\sigma [MPa]$) | 128 |
| Tabelle 16: Parameter für die mechanismenbasierte Kriechbeschreibung an der Schmelze tKO; ($\epsilon[-/s]$, $T[K]$, $\sigma [MPa]$) | 129 |
| Tabelle 17: Parameter für die mechanismenbasierte Kriechbeschreibung an der Schmelze tLD; ($\epsilon[-/s]$, $T[K]$, $\sigma [MPa]$) | 129 |