



Dipl.-Ing. Bernhard Krenmayr

Mikrostrukturbasierte Kriechmodellierung
von martensitischen Stählen
und Untersuchung möglicher
Abweichungen beim Kriechexperiment

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

"Doktor der technischen Wissenschaften"

eingereicht an der

Fakultät für Maschinenbau und Wirtschaftswissenschaften

Technische Universität Graz

Betreuer:

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Bernhard Sonderegger

Institut für Werkstoffkunde, Fügetechnik und Umformtechnik

Graz, Juni 2020

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

AFFIDAVIT

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe. Das in TUGRAZonline hochgeladene Textdokument ist mit der vorliegenden Dissertation identisch.

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources/resources, and that I have explicitly indicated all material which has been quoted either literally or by content from the sources used. The text document uploaded to TUGRAZonline is identical to the present doctoral dissertation.

Datum / Date

Unterschrift / Signature

Abstract

This thesis deals with the modelling of the creep behavior of martensitic steels and the statistical scattering behavior of the creep experiment. For the whole work the 9% Cr-steel P91 is used as material.

For the microstructure-based creep modelling, a model already established at the institute was taken up and further developed. New approaches regarding dislocation velocities were developed and concepts were improved which partly proved to be impractical. In addition, a model adapted on the basis of only one creep curve can now be used to extrapolate creep data for a wide range of stresses and thus to make predictions in advance. A noteworthy side effect of the microstructure-based modelling is that the development of the microstructure during creep can also be determined mathematically and thus an insight into what happens within the material can be provided. The modelling itself is far from being finished and there is still a lot of development potential in the field of damage behavior and the consideration of further diffusion effects.

The experimental part of the work was used to investigate the scattering behavior of the uniaxial creep test and possible influence on the deviations of the measurement method itself. A series of experiments with more than 20 samples of the creep experiment was performed, all with the same parameter set (650°C & 70 MPa). The variation of the diameter, the difference between interrupted and uninterrupted creep experiments and the possible influence of different manufacturing strategies were investigated. The obtained data were analyzed using different criteria and the results were discussed. The investigation showed that with these measurement parameters and with this material hardly any influence on the stochastic scattering behavior is possible. Only a significant sensitivity of the previously performed heat treatment could be observed.

Thus, it could be shown that the creep experiment itself already shows a high uninfluenceable scattering and this has to be considered in the creep modelling with regard to the simulation accuracy. It could also be shown that large arbitrary deviations can occur when determining the sub-grain diameter and the interfacial dislocation density as input parameters for the modelling.

Kurzfassung

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Modellierung des Kriechverhaltens martensitischer Stähle und dem statistischen Streuverhalten des Kriechexperiments. In der gesamten Arbeit wurde der 9% Cr-Stahl P91 als Werkstoff verwendet.

Bei der mikrostrukturbasierten Kriechmodellierung wurde ein, am Institut etabliertes Modell aufgegriffen und weiterentwickelt. Es wurden neue Ansätze in Bezug auf Versetzungsgeschwindigkeiten entwickelt und Konzepte, die sich teilweise als nicht praktikabel erwiesen, verbessert. Zusätzlich kann man das Modell, das anhand nur einer Kriechkurve angepasst wurde, verwenden um Zeitstanddaten für einen großen Spannungsbereich zu extrapolieren. Ein erwähnenswerter Nebeneffekt der mikrostrukturbasierten Modellierung ist, dass die Entwicklung der Mikrostruktur während des Kriechens rechnerisch bestimmt wird und man somit einen Einblick in die Vorgänge innerhalb des Materials bekommt. Die Entwicklung des Modells, ist noch nicht abgeschlossen und es gibt noch Entwicklungspotential bei der Thematik des Schädigungsverhaltens und der Berücksichtigung von weiteren Diffusionseffekten.

Der experimentelle Teil der Arbeit diente zur Untersuchung des Streuverhaltens des einachsigen Kriechexperiments und der systematischen Abweichungen des Messverfahrens selbst. Es wurde eine Versuchsreihe mit mehr als 20 Proben des Kriechversuchs durchgeführt, die alle mit demselben Parametersatz (650°C & 70 MPa) durchgeführt wurden. Untersucht wurde die Variation des Durchmessers, der Unterschied zwischen unterbrochenem und ununterbrochenem Kriechexperiment und der mögliche Einfluss von unterschiedlichen Fertigungsstrategien. Die gewonnenen Daten wurden anhand verschiedener Kriterien analysiert und die Ergebnisse diskutiert.

Die Untersuchung ergab, dass bei diesen Messparametern und bei diesem Werkstoff kein Einfluss auf das stochastische Streuverhalten möglich ist. Lediglich eine signifikante Sensibilität der vorher durchgeführten Wärmebehandlung konnte beobachtet werden.

Somit konnte gezeigt werden, dass bereits das Kriechexperiment selbst eine hohe unbeeinflussbare Streuung aufweist und dies bei der Kriechmodellierung, in Bezug auf die Simulationsgenauigkeit, berücksichtigt werden muss. Es konnte zusätzlich gezeigt werden, dass bei der Bestimmung des Subkorndurchmessers und der Grenzflächen-Versetzungsdichte als Inputparameter, große Abweichungen möglich sind.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	11
1.1	Kontext	11
1.2	Aufgabenstellung & Zielsetzung	12
2	Kriechen	15
2.1	Kriechverhalten	15
2.2	Kriechmechanismen	17
2.3	Grundlagen Werkstoff.....	20
2.4	Vorhersagemodelle	21
2.4.1	Phänomenologische Modelle: Extrapolationsmethoden.....	23
2.4.2	Weitere phänomenologische Modelle.....	26
2.4.3	Semi-physikalische Modelle.....	30
3	Das Kriechmodell.....	37
3.1	Konzept des Modells.....	40
3.2	Durchführungsstrategie des Modells.....	46
3.2.1	Auswahl eines Werkstoffs	46
3.2.2	Literaturstudie der Modell-Inputparameter für die Materialgruppe	47
3.2.3	Materialzusammensetzung und Wärmebehandlung.....	48
3.2.4	Durchführung eines instrumentierten Kriechversuches.....	48
3.2.5	Bestimmung der Startmikrostruktur.....	48
3.2.6	Simulation, Messung oder Literaturstudie der Ausscheidungsentwicklung während der Kriechbelastung.....	50
3.2.7	Simulation einer Master-Kriechkurve – Bestimmung restlicher Parameter.....	51
3.2.8	Simulation mehrerer Kriechkurven bei unterschiedlichen Spannungen – Konstruktion eines Zeitstanddiagramms	52
4	Kriechexperiment.....	53
4.1	Wie kam es zu diesem Validierungsexperiment?	53

4.2	Versuchsaufbau - Einachsiger Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung	54
4.3	Versuchsstrategie	58
4.3.1	Probenausführungen – untersuchte Einflüsse	59
4.3.2	Probenauswahl und -vorbereitung.....	61
4.4	Weitere durchgeführte Untersuchungen	65
4.4.1	Mikrostrukturanalyse - Rasterelektronenmikroskop	65
4.4.2	Messung Probenkontur	67
4.4.3	Messung Zunderschicht.....	68
5	Ergebnisse.....	69
5.1	Kriechsimulation.....	69
5.1.1	Simulation der Master-Kriechkurve - Inputparameter.....	69
5.1.2	Ergebnis der Master-Kriechkurve.....	70
5.1.3	Entwicklung Mikrostruktur	71
5.1.4	Erzeugung Zeitstanddaten und weitere Mikrostrukturentwicklung.....	72
5.1.5	Sensibilitätsanalyse.....	74
5.2	Kriechexperiment.....	83
5.2.1	Kriechkurven	83
5.2.2	Mikrostrukturuntersuchungen: REM-EBSD.....	90
5.3	Weitere Ergebnisse	95
5.3.1	Temperaturmessung Wärmebehandlung	95
5.3.2	Messung Exzentrizität	96
5.3.3	Probenkontur.....	96
5.3.4	Zunderschicht	97
5.3.5	Ausgangszustand Mikrostruktur	98
5.3.6	Fehlmessungen.....	99
6	Diskussion.....	103
6.1	Kriechsimulation.....	103

6.1.1	Sensibilität des Modells.....	104
6.1.2	Diffusionskriechen.....	106
6.1.3	Einfluss Ausscheidungskinetik (Modellierung)	107
6.1.4	Einschnürung - sinnvolle Modellierungsgrenze	108
6.2	Kriechexperiment.....	109
6.2.1	Einflüsse und mögliche Abweichungen.....	110
6.2.2	Fehlmessungen.....	110
6.3	Genauigkeit: Vergleich Experiment - Simulation	111
7	Zusammenfassung und Schlussfolgerungen.....	113
8	Literaturverzeichnis	115
9	Abbildungsverzeichnis.....	122
10	Tabellenverzeichnis.....	127
11	Anhang.....	129
11.1	EBSD-Aufnahmen	129
11.1.1	Probe WBH-A.....	129
11.1.2	Probe 4.....	130
11.1.3	Probe 8.....	130
11.1.4	Probe 27	131
11.1.5	Probe 34	132
11.1.6	Probe 35.....	132
11.1.7	Probe 39.....	133
11.2	Zunderschicht	134
11.2.1	Probe 4.....	134
11.2.2	Probe 8.....	134
11.2.3	Probe 27	134
11.2.4	Probe 34	135
11.2.5	Probe 35.....	135

11.2.6	Probe 39	135
11.3	Konstruktionszeichnungen	136
11.3.1	Durchmesser 8.7 mm	136
11.3.2	Durchmesser 10 mm	137
11.3.3	Durchmesser 11.8 mm.....	138

1 Einleitung

1.1 Kontext

Bei der Deckung der immer größer werdenden Energienachfrage spielt die Entwicklung von hocheffizienten thermischen Kraftwerken eine zentrale Rolle. Dieser Trend bedeutet einen drastischen Anstieg an umweltschädlichen Emissionen und verlangt nach der Erhöhung des Wirkungsgrades von thermischen Kraftwerken, um den Schadstoffausstoß drastisch zu reduzieren.

Moderne Wärmekraftwerke mit hohem Wirkungsgrad verlangen nach hochbeständigen Werkstoffen in den thermisch / mechanisch belasteten Bauteilen. Die wesentliche Anforderung ist mechanische Stabilität bei Temperaturen um 600°C und Beanspruchungen bis 100 MPa. Diese Eigenschaft muss für mindestens 10 Jahre erreicht werden. Darüber hinaus muss die zunehmende Einspeisung von Energie aus alternativen Quellen (Sonne, Wind) kompensiert werden. Dies wird unter anderem durch unterschiedliche Lasten der thermischen Kraftwerke erreicht. Deshalb müssen die fraglichen Materialien beständig gegen Lastschwankungen sein. Bei Bauteilen, die direkt dem Dampfkreislauf ausgesetzt sind, ist auch eine entsprechende Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit erforderlich.

In diesem Zusammenhang ist die Langlebigkeit der verwendeten Materialien sowie die Zuverlässigkeit der im Betrieb befindlichen Komponenten von größter Bedeutung, da ungeplante Ausfälle der Anlagen äußerst kostspielig sein können. Schätzungen der Restlebensdauer können für den Betrieb eines Wärmekraftwerks von großem Wert sein. Diese Situation motiviert dazu, zuverlässige Modelle für die Vorhersage der verbleibenden Lebensdauer zu finden. Da das einschränkende physikalisch-mechanische Phänomen die Kriechverformung ist, müssen sich die fraglichen Modelle auf diese konzentrieren. [1]

Es existieren verschiedene Ansätze, um die Kriechfestigkeit von Werkstoffen zu modellieren. Neben altbewährten phänomenologischen Ansätzen [2]–[6], wurden Modelle entwickelt, die die Mikrostruktur und deren Veränderung im Laufe der Zeit betrachten [7], [8]. An dieser Methodik der (semi-)physikalischen Modellierung wird seit jeher geforscht. Dieser Themenbereich ist Schwerpunkt dieser Arbeit.

1.2 Aufgabenstellung & Zielsetzung

Ein Hauptaugenmerk dieser Arbeit liegt auf der Weiterentwicklung der am Institut für Werkstoffkunde, Fügetechnik und Umformtechnik (IMAT) bereits etablierten mikrostruktur-basierten Kriechmodellierung von kriechbeständigen martensitischen 9-12% Cr-Stählen. Es sollen neue Ansätze für die Beschreibung der Versetzungsgeschwindigkeit innerhalb des Gefüges entwickelt und diskutiert werden. Weiters soll eine Berechnung der Kriechfestigkeit bei verschiedenen Spannungen ermöglicht werden, um die Zeitstandfestigkeit eines Werkstoffs prognostizieren zu können. Die teilweise neuen Entwicklungen und Verbesserungen sollen eine bessere und genauere Modellierung über einen größeren Spannungsbereich und somit die Prognose der Zeitstandfestigkeit ermöglichen.

Das zweite Hauptaugenmerk dieser Arbeit liegt auf der experimentellen Untersuchung der Kriechverformung. Aufgrund der immer wiederkehrenden Diskussionen über die Genauigkeit der Modellierung und des Streuverhaltens der Kriechexperimente, das als Daten-Grundlage für die Simulation dient, sollen die auftretenden Abweichungen des Experiments untersucht werden. Es wurde ein Vielproben-Kriechexperiment zur Validierung dieser Abweichungen entworfen und durchgeführt. Das Verhalten der Ergebnisse des klassischen uniaxialen Kriechexperiments laut DIN EN ISO204 [9] soll anschließend untersucht werden, um mögliche Systematiken erkennen zu können.

Für Modellierung und Experiment wird der martensitische 9%-Chromstahl P91 nach ASTM A387 [10] herangezogen. Um die aktuellen Möglichkeiten des entwickelten Modells zu zeigen, soll das Werkstoffverhalten von P91, welches im Zuge dieser Arbeit getestet wurde, simuliert werden. Wie erwähnt, besteht das Bestreben der Dampfkraftwerkshersteller darin, die Dampftemperatur für einen besseren Wirkungsgrad weiter zu erhöhen. Deshalb soll das Werkstoffverhalten für die Temperatur von 650°C untersucht werden.

Weiters sollen auch noch die möglichen Schwankungen der Messergebnisse aus der „Electron Backscatter Diffraction“ (EBSD)- Mikrostrukturanalyse, die als Inputparameter für Modellierung dienen, untersucht werden. Anschließend soll über Ergebnisse und Möglichkeiten aus beiden Abschnitten diskutiert werden.

Im Folgenden eine Übersicht der Zielsetzung:

- Verbesserung und Weiterentwicklung der bereits vorhandenen Kriechmodellierung am IMAT:
 - Korrektur vorhandener Ansätze und Formulierungen
 - Bessere Beschreibung der Versetzungsgeschwindigkeiten
 - Implementierung einer Ausscheidungskinetiksimulation und Verknüpfung mit der Kriechsimulation
 - Berücksichtigung der Wechselwirkung zwischen Ausscheidungen und mobilen Versetzungen innerhalb eines Subkorns
 - Reduzierung der notwendigen Fitparameter
 - Berechnung eines Zeitstanddiagramms
 - Ein Satz an Fitparametern für alle simulierten Spannungen

- Untersuchung der möglichen Abweichungen des Kriechexperiments
 - möglicher Einfluss des Probendurchmessers
 - Unterschiede zwischen unterbrochenen und ununterbrochenen Kriechexperimenten
 - Variation der Fertigungsstrategie
 - Erkennen von eventuellen Systematiken der Abweichungen

- Charakterisierung der Mikrostruktur

2 Kriechen

Da das Kriechen ein sehr komplexer Vorgang ist, soll in diesem Abschnitt ein grober Überblick über die verschiedenen Vorgänge des Kriechens gegeben werden.

2.1 Kriechverhalten

Als Kriechen bezeichnet man bei technischen Werkstoffen eine zeit- und temperaturabhängige, plastische Verformung unter konstanter Last, die ab einer Temperatur von mehr als $0,4 \cdot T_s$ auftritt. Wird ein Material thermisch und mechanisch belastet, verformt sich der Werkstoff somit im Laufe der Zeit. Diese Zeitabhängigkeit der Kriechdehnung für eine konstante Spannung und Temperatur wird in Form einer Kriechkurve $\epsilon = f(t)$ dargestellt (siehe Abbildung 1).

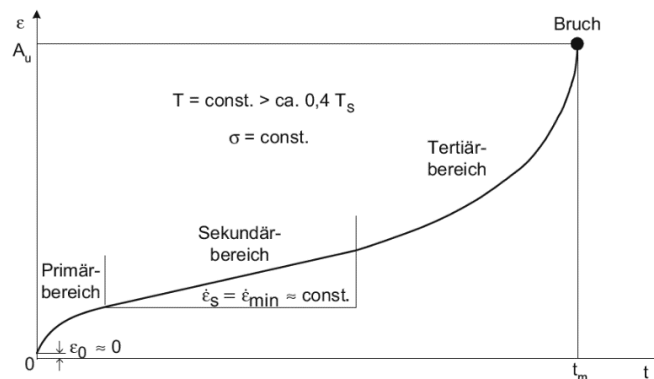


Abbildung 1: Typische Kriechkurve mit klassischer Dreiteilung der Kriechbereiche [11]

Die Kriechverformung lässt sich in drei Bereiche unterteilen:

I. *Primärer Bereich*

In diesem nimmt die Kriechrate $\dot{\epsilon}$ stetig ab und es tritt vorwiegend Verfestigung auf.

II. *Sekundärer Bereich*

Hier stellt sich ein dynamisches Gleichgewicht zwischen Verfestigung und thermisch aktivierten entfestigenden Vorgängen ein. Die Kriechrate $\dot{\epsilon}$ ist vorwiegend konstant.

III. *Tertiärer Bereich*

Hier kommt es zu Schädigungsvorgängen und die Probe beginnt einzuschnüren. Die Kriechrate $\dot{\epsilon}$ steigt bis zum Bruch stark an.

Weiters ist zu beachten, dass strenggenommen der sekundäre Bereich nur dann einen konstanten Verlauf ($\dot{\epsilon} \approx \text{const.}$) aufweist, wenn die angelegte Spannung konstant gehalten wird

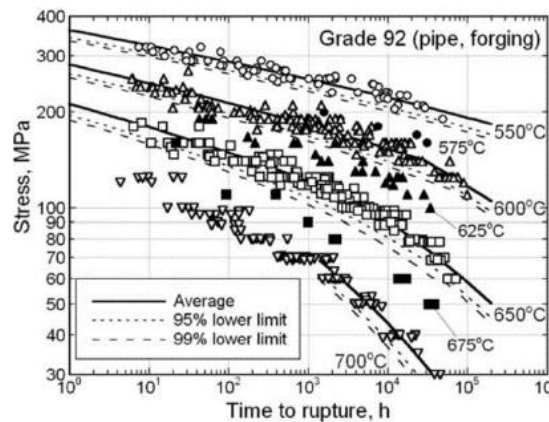


Abbildung 4: Zeitstandsdiagramm von P92 für Temperaturen von 550°C-700°C [13]

Zusätzlich werden aus den gemessenen Datenpunkten Trends gefittet, die es ermöglichen sollen, Bedingungen, für die keine Daten vorhanden sind, zu interpolieren bzw. eingeschränkt zu extrapolieren. In Abbildung 4 kann erkannt werden, dass die jeweiligen Daten für einen Parametersatz (Spannung und Temperatur) starke Abweichungen bei der Bruchzeit aufweisen. Im Abschnitt 4.1 wird näher darauf eingegangen.

2.2 Kriechmechanismen

Je nach Belastung dominieren verschiedenen Mechanismen der plastischen Verformung (siehe Abbildung 5).

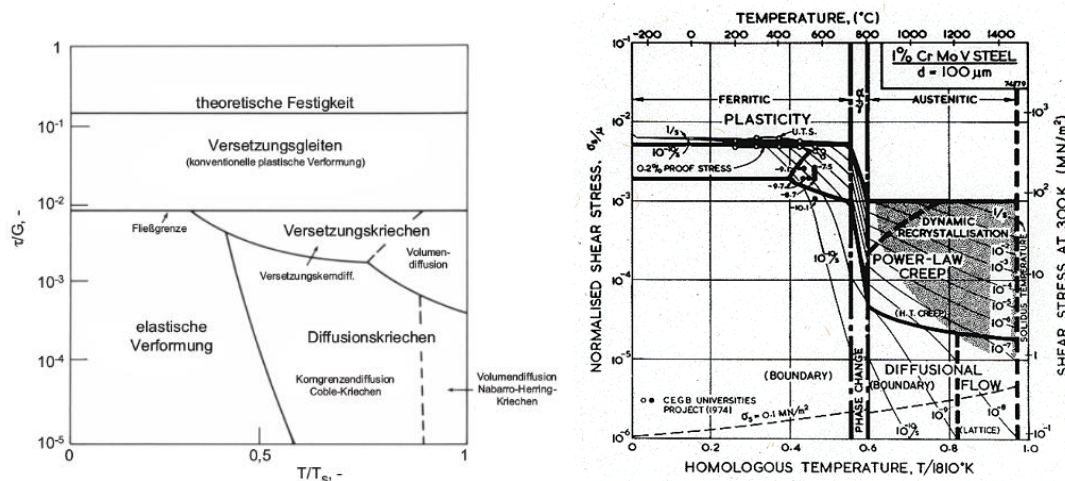


Abbildung 5: links) Verformungsmechanismuskarte nach Ashby [14]; rechts) Verformungsmechanismuskarte für 1% Cr-Mo-V Stahl mit einer Korngröße von 100 µm [15].

In dieser Arbeit wird speziell auf den Bereich des Versetzungskriechens eingegangen, da dieses Regime bei der Kriechverformung (Modellierung und Experimente) eine Hauptrolle spielt.

Versetzungskriechen

In diesem Bereich wird davon ausgegangen, dass Versetzungen hauptverantwortlich für die Kriechverformung sind. Die verformungstragende Versetzungsbewegung setzt sich aus schnell ablaufenden Gleitschritten und langsamen Kletterschritten zusammen [11], [16].

Zu Beginn der Kriechbelastung, im primären Bereich, herrscht ein Ungleichgewicht zwischen versetzungserzeugenden Effekten und Erholungseffekten. So hält Bürgel [11] fest, dass sich bei einem Material in einem versetzungsarmen Ausgangszustand (gegossen oder rekristallisiert), die Versetzungsdichte entsprechend der äußeren Spannung erhöhen wird. Es werden mehr Versetzungen erzeugt, als durch Erholung abgebaut werden, bis sich, im sekundären Kriechbereich, ein Gleichgewicht einstellt [11].

Bei martensitischen Stählen hingegen, liegt vor dem Kriechen, aufgrund ihrer Legierungszusammensetzung und vorangehender Wärmebehandlung, eine hohe Versetzungsdichte vor. Bei diesen martensitischen Werkstoffen formiert sich zu Beginn des Kriechens eine Subkornstruktur (siehe Abbildung 6), die eine starke Abnahme der ursprünglichen Versetzungsdichte herbeiführt [17]. Im Laufe des sekundären Bereichs vergrößert diese Subkornstruktur stetig.

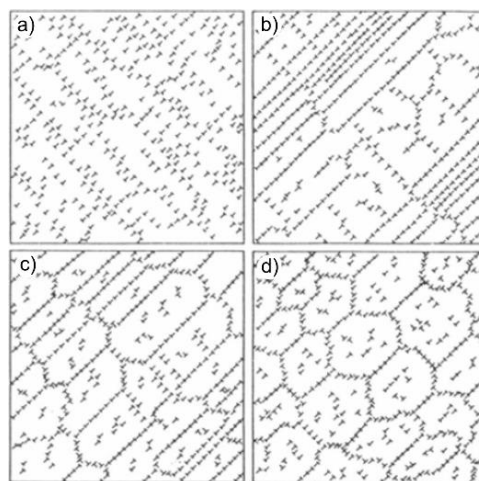


Abbildung 6: Entwicklung der Versetzungsstruktur während des Kriechens; a) ursprüngliche Verteilung von Versetzungen zur Beginn des Kriechens; b)-c) Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen im Primärbereich; d) abgeschlossene Subkornbildung zu Beginn des Sekundärbereichs [11], [18]

Die Versetzungsbewegung kann in zwei Mechanismen unterteilt werden, Gleiten und Klettern. Eine Versetzung kann nur bis zu einem Hindernis gleiten und muss anschließend dieses

Hindernis, in diesem Fall Ausscheidungen, durch Klettern überwinden. Dieser Sachverhalt ist in Abbildung 7 dargestellt.

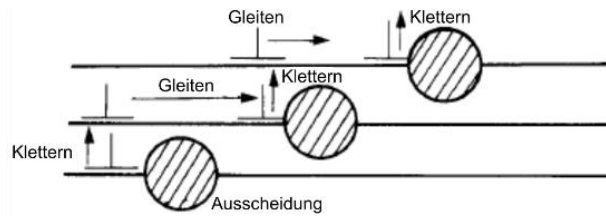


Abbildung 7: Schematische Darstellung der Versetzungsbewegungen in einem partikelgehärtetem Werkstoff [19]

Die Verformung eines Werkstoffs könnte sich theoretisch nahezu endlos fortsetzen bis die, auf den Restquerschnitt bezogene Spannung, die Trennfestigkeit erreicht. In der Realität ist dies allerdings nie der Fall, da sich gleichzeitig mit der Verformung, Schädigung durch Risse und Poren im Werkstoff entwickelt [11].

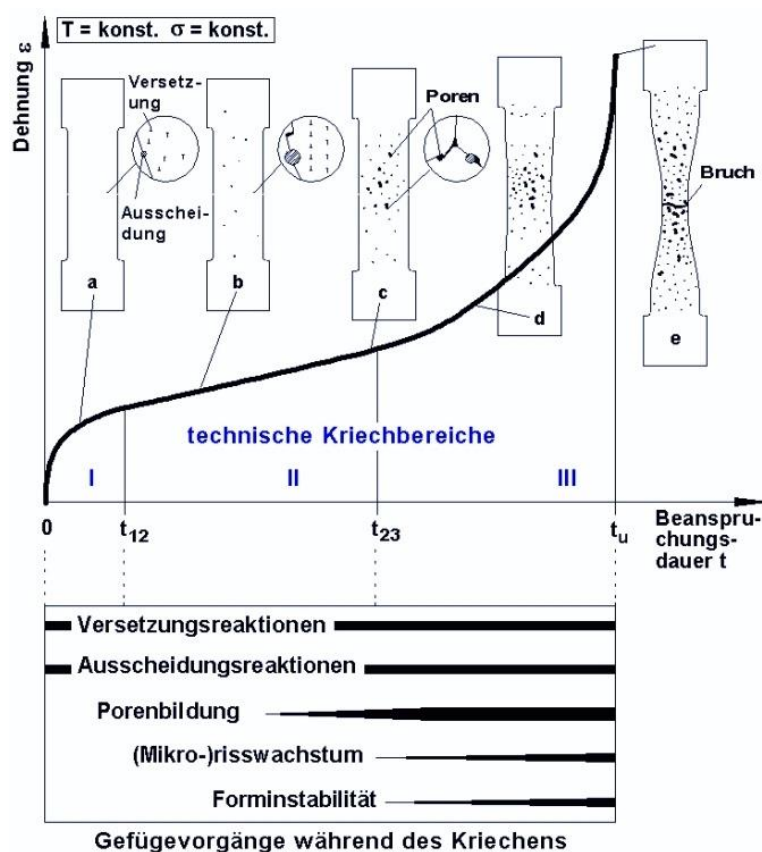


Abbildung 8: Schematischer Überblick über die Vorgänge während des Kriechens bis zum Bruch [20]

In Abbildung 8 wird ein Überblick über die Prozesse, die während der Kriechverformung auftreten, dargestellt.

2.3 Grundlagen Werkstoff

9-12% Cr-Stähle besitzen aufgrund ihrer martensitischen Struktur grundsätzlich eine relativ hohe Versetzungsdichte, wodurch man eine Festigkeitssteigerung erzielen kann. Allerdings reicht dies alleine nicht aus, da bei höheren Temperaturen durch Erholung (Ausheilung entgegengesetzter Versetzungen) eine Entfestigung bewirkt wird.

Durch die spezielle Legierungszusammensetzung besitzen 9-12% Cr-Stähle ein angelassenes, martensitisches Gefüge (hohe Versetzungsdichte) inklusive Ausscheidungen verschiedener Typen, um die Versetzungsbewegung zu behindern. Dieses Gefüge kann innerhalb eines ehemaligen Austenitkorns in Martensitpakete, dann in Martensitblöcke und zuletzt in Martensitlatten unterteilt werden, wobei die Latten eine hohe Versetzungsdichte aufweisen [21] (siehe Abbildung 9-a). Zusätzlich zu Kleinwinkelkorngrenzen innerhalb der Martensitstruktur können all diese Grenzflächen als Subkorngrenzen angesehen werden, die die Versetzungsbewegungen erheblich behindern und somit eine Festigkeitssteigerung bewirken. Hinzu kommen fein verteilte Ausscheidungen an den Grenzflächen und in der Matrix, die letztendlich eine effektive Methode zur Steigerung der Kriechfestigkeit darstellen [22] (siehe Abbildung 9-b).

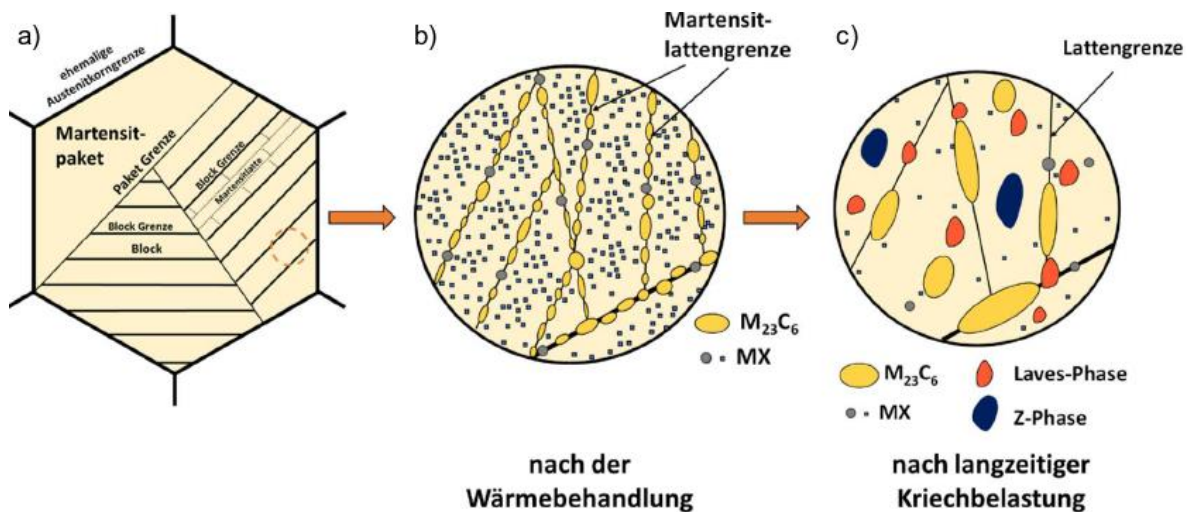


Abbildung 9: Schematischer Aufbau des Gefüges in 9-12% Cr-Stählen; a) Martensitstruktur; b) Ausscheidungsverteilung an Grenzflächen und innerhalb der Matrix; c) Veränderung der Mikrostruktur beim Kriechen [21], [23]–[25]

$M_{23}C_6$ haben nach der notwendigen Wärmebehandlung eine Größe von 50-100 nm und bilden sich vorwiegend an ehemaligen Austenitkornengrenzen und an Subkorngrenzen. Die kleineren MX-Teilchen (20-50 nm) bilden sich eher im inneren des Kornes, jedoch auch an den Grenzflächen [21], [26].

„Beim Einsatz dieser Werkstoffe z. B. in Dampfleitungen in thermischen Kraftwerken erfolgt die Zuführung von Energie in Form von Wärme und Druck. Dies bewirkt, dass sich der Werkstoff seinem thermodynamischen Gleichgewicht annähert und die Kriechfestigkeit im Lauf der Zeit abnimmt. Diese Abnahme erfolgt einerseits durch die Abnahme der Teilchenhärtung aufgrund der Teilchenvergrößerung, was in weiterer Folge das Vergröbern der Martensitlatten- und Substruktur bewirkt, und andererseits durch die Reduzierung der Versetzungsdichte durch Erholungsvorgänge im Material. Diese Entfestigung der Mikrostruktur bewirkt die Abnahme der Kriechfestigkeit und führt so zur Bildung von Kriechporen und in der Folge zum Bauteilversagen. Die Abnahme der Teilchenhärtung erfolgt vor allem durch die Vergrößerung der Teilchen aufgrund der Ostwald-Reifung und durch die Bildung und Vergrößerung von thermodynamisch stabileren Phasen, wie der modifizierten Z-Phase und der Laves-Phase. Diese neuen Ausscheidungen bilden sich aus den feinen metastabilen Teilchen (vorwiegend MX) oder direkt aus den für die Mischkristallverfestigung wichtigen gelösten Elementen wie Wolfram und Molybdän [23]“.

Diese Vergrößerung der Mikrostruktur, die Veränderung der Ausscheidungsverteilung und die Bildung neuer, thermodynamisch stabiler Phasen wird in Abbildung 9-c schematisch dargestellt.

2.4 Vorhersagemodelle

Bei der Entwicklung neuer kriechfester Legierungen müssen relativ schnell Aussagen über das Festigkeitspotential getroffen werden. Dazu müssen für Konstruktionen langzeitige Auslegungskennwerte verfügbar sein. Bei neu entwickelten Werkstoffen können diese, für den angestrebten Auslegungszeitraum von bis zu 10^5 h (\cong 11,4 Jahre), meist experimentell nicht abgesichert werden [11].

Um lange Zeitstanduntersuchungen unter realitätsnahen Bedingungen nicht abwarten zu müssen, wurden zahlreiche Methoden zur Simulation des Kriechverhaltens von Legierungen entwickelt. Grundsätzlich gibt es zwei verschiedene Ansätze von Extrapolationsmethoden: Einerseits phänomenologische Modellen, die rein empirischer Natur sind und meistens mit großen Ungenauigkeiten verbunden sind oder andererseits strukturabhängige Modelle.

Zweitere berücksichtigen die physikalischen Vorgänge und Mikromechanismen im Werkstoff während der Beanspruchung. Diese Modelle beanspruchen einen erhöhten Rechenaufwand aufgrund der vielen Parameter die berücksichtigt werden müssen. Eines haben jedoch fast alle

Modelle gemeinsam, es wird der Gleichgewichtszustand modelliert, also der Bereich des sekundären Kriechens bzw. die minimale Kriechrate.

Die Vorhersage der Lebensdauer thermisch beanspruchter Materialien ist schwierig und komplex. Dementsprechend gibt es die verschiedensten Strategien, welche sich in der Geschichte der Kriechmodellierung entwickelt haben.

Da Kriechversuche bis über 10 Jahre dauern können, liegt die Herausforderung darin, das Langzeitverhalten aus Kurzzeitkriechversuchen mit Hilfe der Materialmodellierung vorherzusagen, um Zeit und Experimentkosten zu sparen.

Die Kriechmodellierung stellt sich als nicht trivial dar, da die Kriechverformung stark vom verwendeten Material, dessen Historie, sprich der Wärmebehandlung, und der Belastung abhängt.

Prinzipiell kann ein Kriechmodell folgende Eingangsparameter beinhalten:

- Externe Parameter:
 - Temperatur (eventuell zeitabhängig)
 - Spannung (eventuell zeitabhängig, einachsig oder mehrachsig)
- Interne Parameter:
 - Materialkonstanten
 - Elastizitätsmodul
 - Streckgrenze (temperaturabhängig)
 - Gitterkonstanten und -struktur (temperaturabhängig)
 - Chemische Zusammensetzung
 - Mikrostruktur
 - Korngrenzentypen
 - Korngrößen(-verteilung)
 - Versetzungsdichte
 - Ausscheidungen (Typ, Größe, Teilchendichte,...)
 - Zusammenhang verschiedener mikrostruktureller Bestandteile
 - Inhomogenitäten
 - Textureffekte

Verschiedene Materialbedingungen wie „as cast“, „as received“, „as welded“, „post weld heat treated“ oder der Mikrostrukturverlauf in der „fine grain heat affected zone“ können durch Anpassung der Materialkonstanten, durch Mikrostrukturparameter oder wenn nötig durch Fitparameter mit einbezogen werden.

Prinzipiell kann zwischen zwei Arten von Kriechmodellen unterschieden werden:

Phänomenologische Modelle berücksichtigen keine spezifischen Kriechmechanismen. Sie wurden aufgrund von analytischen Funktionen entwickelt, die entweder die Kriechrate oder die Lebensdauer des Materials beschreiben sollen. Die jeweils geeigneten Funktionen wurden mit Hilfe von Ergebnissen aus Kriechversuchen gefunden. Sie sind stark von experimentell bestimmten Fitparametern abhängig. Die Vorhersagemöglichkeit für unterschiedliche Bedingungen ist nur eingeschränkt möglich, da die Parameter von Temperatur, Spannung, Materialtyp und Materialgeschichte abhängig sind. Nichtsdestotrotz sind sie sehr nützlich solange die Parameter ähnlich der ursprünglichen Bedingungen sind.

Semi-physikalische Modelle können all diese Parameter (Material, Mikrostruktur, Spannung, Temperatur, etc.) durch Beschreibung der Mikrostruktur, ihrer Entwicklung und die Beziehung zu makroskopischen Eigenschaften, berücksichtigen. Dadurch kann auch die Vorhersagegenauigkeit im Vergleich zu phänomenologischen Modellen erhöht werden. Jedoch gibt es auch Nachteile, die diese Modelle mitbringen. Erstens ist es schwierig die Mikrostruktur, aufgrund ihrer Komplexität, komplett zu beschreiben. Daher können semi-physikalische Modelle nur eine Näherung sein. Zweitens ist auch der Rechenaufwand im Vergleich zu phänomenologischen Modellen erheblich höher.

Somit wird ersichtlich, dass semi-physikalische Modelle eine gute Möglichkeit bieten, den Einfluss der Startmikrostruktur auf die Kriechfestigkeit zu verstehen.

Dieser Abschnitt soll einen Überblick über die unterschiedlichen Kriechmodelle bieten. Es wird wieder zwischen den zwei Modelltypen unterschieden. Zusätzlich soll zu Beginn ein Überblick über Extrapolationsmethoden (Monkman-Grant und Larson Miller) gegeben werden.

2.4.1 Phänomenologische Modelle: Extrapolationsmethoden

Extrapolationsmethoden sind die am weitesten verbreiteten Modelle zur Vorhersage der Kriechfestigkeit von Legierungen. Sie können sehr einfach und „straightforward“ angewandt werden, sobald die notwendigen Fitparameter einmal bestimmt sind. Jedoch sollte man bei der

Anwendung darauf achten, dass die Bedingungen ähnlich dem Ausgangszustand sind, bei denen die Fitparameter bestimmt wurden. Für gewöhnlich werden die Fitparameter mit Hilfe von Kurzzeitkriechexperimenten (bis 10^3 h) bestimmt und daraus die Langzeitfestigkeit (bis 10^5 h) abgeleitet. Die Extrapolation beinhaltet immer das Risiko, dass sich die Mikrostruktur oder der Kriechmechanismus bei Langzeitbedingungen ändern kann. In beiden Fällen ergibt sich daraus ein systematischer Fehler.

Monkman-Grant Beziehung

Die Monkman-Grant Beziehung wurde 1956 publiziert und etablierte eine empirische Beziehung zwischen der minimalen Kriechdehnrate $\dot{\epsilon}_s$ und der ultimativen Lebensdauer des Materials (Bruchzeit) t_m :

$$t_m = \frac{K}{\dot{\epsilon}_s^m} \quad (1)$$

$$\lg t_m = K_1 - m \cdot \lg \dot{\epsilon}_s \quad (2)$$

K , K_1 und m sind Konstanten, wobei meistens $m \approx 1$. Die Gleichungen (1) und (2) sind zwei äquivalente Formulierungen derselben Beziehung und werden beide in der Literatur verwendet. Der Zustand $m = 1$ ist die Vereinfachung. Das bedeutet, dass der bessere Teil der Lebensdauer des Materials in der sekundären Kriechbereich enthalten ist, die Kriechrate konstant ist und gleichzeitig der minimalen Kriechdehnrate entspricht. Weil normalerweise die Streuung der Kriechexperimente hoch ist, muss eine ausreichende Anzahl an Experimenten durchgeführt werden, um die Materialkonstanten genau genug bestimmen zu können. In Abbildung 10 ist ein typisches Beispiel, für einen 9%-Chrom Stahl dargestellt.

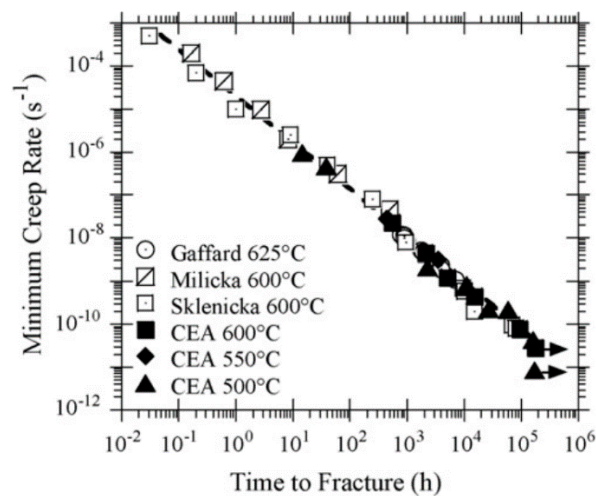


Abbildung 10: Monkman-Grant Beziehung für T91 bei Temperaturen von 500°C bis 650°C [27]

Larson-Miller Beziehung

Weil die Genauigkeit der Extrapolationsmethoden mit einem einzigen Satz an Parametern (Temperatur und Spannung) nur mit Erhöhung der Experimentzeit steigt, wurden alternative Ansätze entwickelt. Der Ansatz von *Larson und Miller* [3] führte eine Temperaturabhängigkeit ein. Sie nahmen an, dass die minimale Kriechrate durch einen thermodynamisch aktivierten Kriechmechanismus im Material beeinflusst wird. Durch die Anwendung der Boltzmannstatistik zu diesem thermodynamischen System, wird eine „Boltzmann-Temperaturabhängigkeit“ erzielt die in den folgenden Gleichungen (3) und (4) dargestellt wird.

$$\dot{\epsilon}_s = B \cdot e^{-\frac{Q_C}{R \cdot T}} \quad (3)$$

$$\lg \dot{\epsilon}_s = B_1 - \underbrace{\frac{0.434 \cdot Q_C}{R}}_{B_2} \cdot \frac{1}{T} \quad (4)$$

B , B_1 und B_2 sind Materialkonstanten, Q_C ist die Aktivierungsenergie des Kriechmechanismus, R ist die Avogadrokonstante und T die Temperatur. Beide Gleichungen, (3) und (4), sind Formulierungen derselben Beziehung.

Die Larson-Miller Beziehung kann jedoch nur angewendet werden, wenn nur ein Kriechmechanismus involviert ist. Weiters sollten die Materialparameter im Bereich der Extrapolation konstant bleiben. Dies verlangt eine unveränderliche Mikrostruktur während des Kriechens, was grundsätzlich nicht der Fall ist, da dies eine wesentliche Eigenschaft des Kriechens ist. Weiters wird angenommen, dass sich der Kriechmechanismus während des Kriechens nicht ändert, da die Aktivierungsenergie als konstant angenommen wird.

In Kombination mit der Monkman-Grant Extrapolation ergibt sich eine weitere Extrapolationsmethode für das Verhältnis der Bruchzeit zur Temperatur:

$$\lg t_m = \underbrace{\frac{K_1 - m \cdot B_1}{K_3}}_P + \underbrace{\frac{m \cdot B_2}{P}}_P \cdot \frac{1}{T} \quad (5)$$

Die folgende Abbildung 11 demonstriert diese Beziehung graphisch. Solange die Annahmen von Larson und Miller gelten, können Langzeitkriechtests durch kürzere Kriechexperimente bei höheren Temperaturen ersetzt werden.

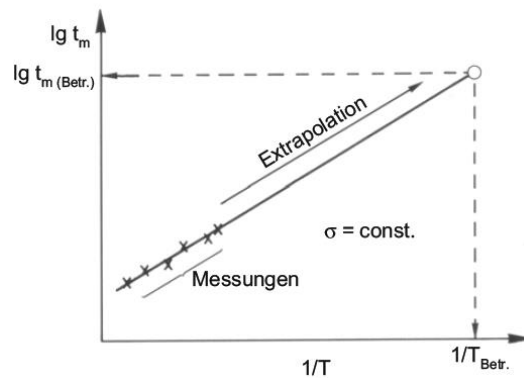


Abbildung 11: Schematische Darstellung des Extrapolationsverfahrens nach Larson-Miller für konstante Spannung (Betr.: Werte für den Betrieb des Bauteils) [11]

Eine alternative Formulierung der Extrapolationsmethode lautet wie folgt:

$$T \cdot (C + \lg t_m) = P \quad (6)$$

mit C und P als Konstanten, wenn $\sigma = \text{konst.}$ ist. P wird als der „Larson-Miller Parameter“ bezeichnet und wird über den Bereich der Anwendung als konstant angenommen. Diese Formulierung hat sich als einfach anwendbar bewährt, solange die verschiedenen Temperaturen im Diagramm dargestellt werden können. Man muss sich jedoch der Einschränkungen mit den zugehörigen Annahmen des Modells bewusst sein.

2.4.2 Weitere phänomenologische Modelle

Monkman-Grant, Larson-Miller und deren Kombination beziehen sich auf die Lebensdauer des Materials. Andere phänomenologische Modelle fokussieren sich auf die Kriechdehnung oder die Kriechdehnrate zu einem bestimmten Zeitpunkt. Bedeutende Beispiele sind das „Power-Law Kriechmodell“ von Graham *et al.* [5] für den primären Kriechbereich und das Norton's Exponential-Kriechgesetz für den sekundären Kriechbereich [4].

Holdsworth *et al.* fassten die am meisten verbreiteten bzw. verwendeten phänomenologischen Kriechmodelle für den primären, sekundären und tertiären Kriechbereich in einer Veröffentlichung [6] im Jahr 2008 zusammen. All diese Modelle sind meist empirisch und enthalten nur wenige mikrostrukturelle oder mikromechanische Informationen. Infolgedessen ist deren Anwendung auf Fälle beschränkt, bei denen die Einsatzbedingungen ähnlich jener Bedingungen sind, bei denen die Materialparameter bestimmt wurden. Jede dieser Kriechgleichungen gibt die Kriechdehnung $\epsilon_f(t, T, \sigma)$ oder deren Ableitung an.

Primäres Kriechen

$$\text{Power Law: } \varepsilon_f = A \cdot t^p \quad \text{Graham [5]} \quad (7)$$

$$\text{Logarithmisch: } \varepsilon_f = B \cdot \log(1 + b \cdot t) \quad \text{Phillips [28]} \quad (8)$$

$$\text{Exponentiell: } \varepsilon_f = C \cdot (1 - e^{-c \cdot t}) \quad \text{McVetty [29]} \quad (9)$$

$$\text{Sinh Gesetz: } \varepsilon_f = D \cdot \sinh(c \cdot t^{1/3}) \quad \text{Conway [30]} \quad (10)$$

Sekundäres Kriechen

$$\text{Power Law: } \dot{\varepsilon}_{f,min} = A' \cdot \sigma^n \quad \text{Norton [4]} \quad (11)$$

$$\text{Sinh Gesetz: } \dot{\varepsilon}_{f,min} = \dot{\varepsilon}_0 \cdot \sinh(\sigma/\sigma_0) \quad \text{Nadai [31]} \quad (12)$$

Tertiäres Kriechen

$$\text{Exponentiell: } \varepsilon_f = M \cdot e^{-m \cdot t - 1} \quad \text{McHenry [32]} \quad (13)$$

$$\dot{\varepsilon}_f = \frac{a \cdot \sigma^n}{(1-\omega)^q} \quad \text{mit} \quad \dot{\omega} = \frac{c \cdot \sigma^k}{(1-\omega)^r} \quad \text{Robotnov-Kachanov [33]} \quad (14)$$

$$\text{Omega: } \dot{\varepsilon}_f = \dot{\varepsilon}_0 \cdot e^{\Omega \cdot \varepsilon} \quad \text{Sandström-Kondyr [34]} \quad (15)$$

Wie hiermit gezeigt wird, hängt jede dieser Gleichungen von Materialparametern $A, a, A', B, b, C, c, D, k, n, M, m, r, \Omega$ and ω ab, die experimentell bestimmt wurden. σ ist die Spannung während des Experiments und σ_0 stellt die Ausgangsspannung dar. Jegliche Temperaturabhängigkeit kann, wie schon im Larson-Miller Modell (siehe 2.4.1), via des Boltzmannterms inkludiert werden.

Gemäß der umfangreichen Literaturrecherche die durch Holdsworth *et al.* [6] ausgearbeitet wurde, stellen das „modifizierte Graham-Wallas Modell“ [5], das „charakteristische Dehnung Bolton Modell“ [35] und das MHG Modell [36]–[38] die geeignetsten Modelle heraus:

Modifiziertes Graham-Walles Modell [5]

$$\dot{\varepsilon}_f = e^{(Q_1/T)} \cdot 10^{A_1} \cdot \left(\frac{\sigma \cdot (1 + \varepsilon)}{1 - \omega} \right)^{n_1} \cdot \varepsilon^{m_1} + e^{(Q_2/T)} \cdot 10^{A_2} \cdot \left(\frac{\sigma \cdot (1 + \varepsilon)}{1 - \omega} \right)^{n_2} \quad (16)$$

mit

$$\omega = e^{(Q \cdot D/T)} \cdot 10^{A \cdot D} (\sigma \cdot (1 + \varepsilon))^{n \cdot D} \varepsilon^{m \cdot D} \quad (17)$$

Q, Q_1, Q_2 sind Aktivierungsenergien, $A, A_1, A_2, n, n_1, n_2, m$ sind Materialkonstanten und D ist ein Schädigungsparameter.

Charakteristische Dehnung Bolton Modell [35]

$$\varepsilon_f = \varepsilon \cdot \frac{(R_{u/t/T}/R_{\varepsilon/t/T}) - 1}{(R_{u/t/T}/\sigma) - 1} \quad (18)$$

$R_{u/t/T}$ ist die Bruchfestigkeit, $R_{\varepsilon/t/T}$ die Spannung um eine Kriechdehnung zu erreichen ε and σ die externe Spannung.

MHG Modell [36]–[38]

Dieses Modell beschreibt die Zeit zu einer bestimmten Dehnung t_ε als Funktion von Temperatur und Spannung:

$$t_\varepsilon = \exp(T \cdot F(\varepsilon, \sigma) + C) \quad (19)$$

Die Funktion $F(\varepsilon, \sigma)$ ist frei wählbar aus multilineareren Kombinationen von σ und ε mit einem optimierten Wert für C .

Für den Fall von P91, hat $F(\varepsilon, \sigma)$ die Form: $a_0 + a_1 \cdot \log \sigma^2 + a_2 \cdot \log \varepsilon^3$.

Wie bei diesem MHG Modell ersichtlich wird, eignen sich diese Modelle, bei denen die Funktion der Kriechfestigkeit frei wählbar ist, eher zur Anpassung bereits quantifizierter Kriechkurven und nicht zur Extrapolation des Kriechverhaltens auf längere Laufzeiten (siehe Abbildung 12). Infolgedessen können sie als einfache Modelle für die Implementierung in Finite-Elemente Simulation von Bauteilen verwendet werden.

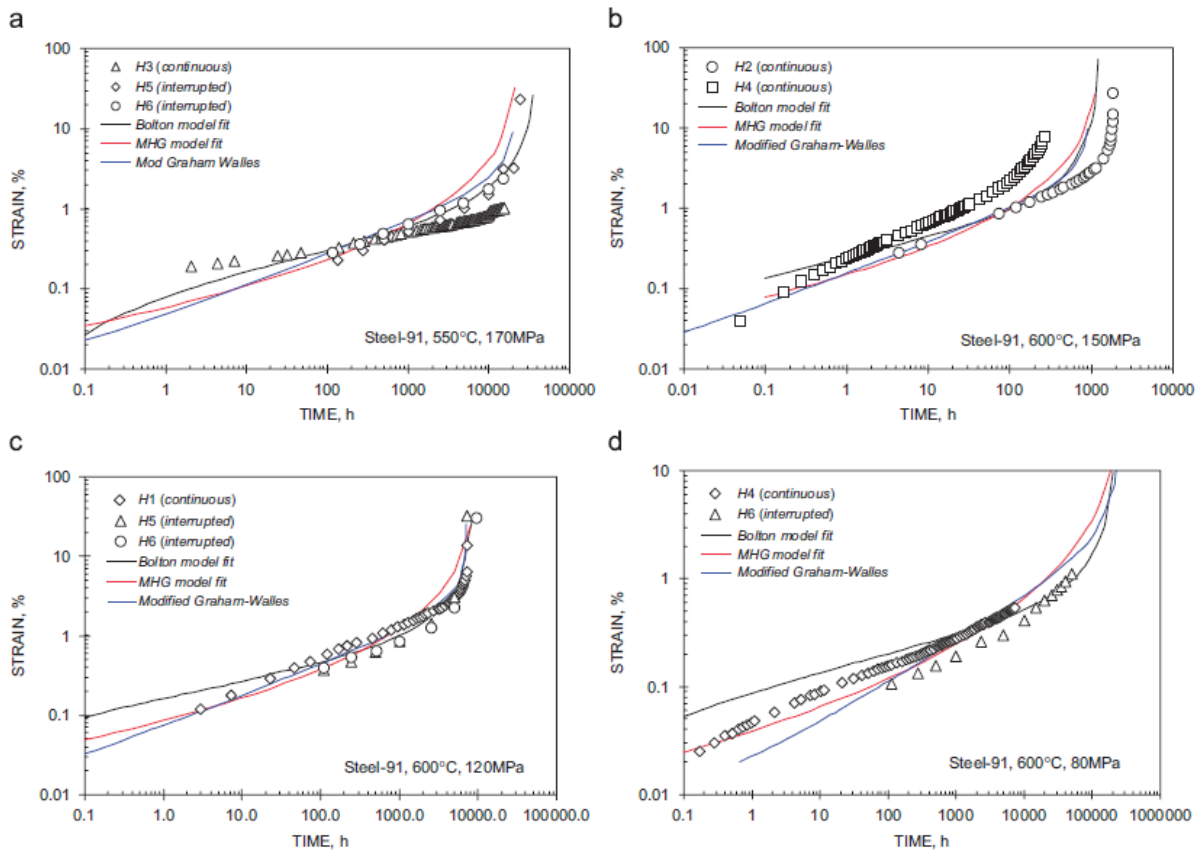


Abbildung 12: Vergleich der drei erwähnten Kriechkurven-Fitmethoden für verschiedene Temperaturen und Spannungen von P91 [6]

2.4.3 Semi-physikalische Modelle

Alle semi-physikalischen Modelle berücksichtigen eine bestimmte Mikrostruktur und verlinken die Mikrostrukturentwicklung mit der Kriechdeformation(-srate).

2.4.3.1 Dyson

Das Modell von Dyson [39] beschreibt das Versetzungskriechen in einem ausscheidungsgehärteten Material und wäre somit auch geeignet für die Modellierung von 9-12% Cr-Stählen. Dyson berücksichtigt Kletter- und Gleitmechanismen von Versetzungen beim Umwandern von Ausscheidungen.

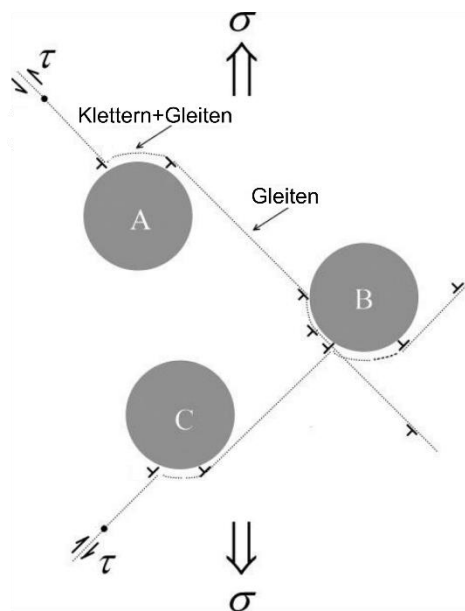


Abbildung 13: Schematische Darstellung einer ausscheidungsgehärteten Legierung, die einachsiger Zugbeanspruchung ausgesetzt ist. Der interpartikuläre Abstand ist kleiner als der Versetzungszwischenraum. [39]

Das Modell basiert auf der Idee der Balance zwischen zwei konkurrierenden Prozessen. Auf der einen Seite das Anheften („Pinning“) der Versetzungen an Ausscheidungen und auf der anderen Seite, dem Klettern durch thermisch aktivierte Ereignisse. Sind Ausscheidungen vorhanden, wird angenommen, dass Partikel mit einem mittleren Radius r_p und einem Volumenanteil ϕ_p zufällig in einem 2-D-Netzwerk verteilt sind. Dyson [39] schlägt vor, dass es immer einen kleinen, geometrisch bestimmten, dynamischen Bruchteil der Versetzungsdichte geben wird,

der in der Lage ist, aus dem Kletternetzwerk zu "entkommen" und dann zu gleiten, bis er wieder vorübergehend an einem anderen Partikel gefangen wird.

Es tritt ein stationärer Fluss von Gleitversetzungen auf, wenn eine hohe viskose Gleitrate vorhanden ist. Folgend ergibt sich eine einachsige, globale Zugdehnrate $\dot{\epsilon}_G$:

$$\dot{\epsilon}_G = \frac{1.6}{\bar{M}} \cdot c_j \cdot D_s \cdot \rho_m \cdot \phi_p (1 - \phi_p) \left[\left(\frac{\pi}{4 \cdot \phi} \right)^{1/2} - 1 \right] \cdot \sinh \left(\frac{\sigma_D \cdot b^2 \cdot \lambda_p}{\bar{M} \cdot k \cdot T} \right) \quad (20)$$

\bar{M} ist der Taylor Faktor ($\cong 3$), ϕ_p der Volumenanteil der kugelförmigen Partikel mit dem interpartikulären Abstand λ_p , c_j die Versetzungs-„Jog“-Energie, D_s der Volumendiffusionskoeffizient, ρ_m die mobile Versetzungsdichte, b der Burgers Vektor und $\sigma_D = \sigma - \sigma_i - \hat{\sigma}_{net}$ mit σ der anliegenden Spannung, σ_i der internen Spannung und $\hat{\sigma}_{net}$ die „Netzwerk“-Spannung.

2.4.3.2 Ghoniem et al.

Anfang der 1990er Jahre haben Ghoniem *et al.* einen semi-physikalischen Ansatz für die Vorhersage der Kriechfestigkeit von martensitischen Stählen eingeführt [7]. Dieser beinhaltet Variablen, wie die Versetzungsdichte, die Subkorngröße und den Ausscheidungszustand mit denen das Kriechverhalten modelliert wird. Da Ghoniem mehr mikrostrukturelle Elemente berücksichtigt, wie zum Beispiel Subkorn Grenzen und deren Interaktion mit Versetzungen, können, im Vergleich zu Dyson [39], bessere Vorhersagen getroffen werden (siehe 2.4.3.1).

Generell basiert dieses Modell auf zwei Annahmen:

- (1) Kriechen geschieht durch Versetzungskriechen von mobilen Versetzungen
- (2) Die Kriechrate ist proportional zur mobilen Versetzungsdichte multipliziert mit deren Gleitgeschwindigkeit

Sind die (Entwicklung der) mobilen Versetzungen und deren Gleitgeschwindigkeit bekannt, kann die Kriechrate aus diesen Parametern gemäß der Orowan-Gleichung [40] (siehe Glg. (25)) abgeleitet werden. Abbildung 14 zeigt die berücksichtigten Mechanismen in diesem Modell.

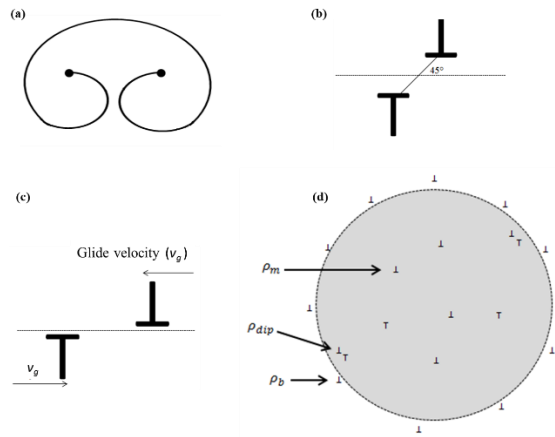


Abbildung 14: Interaktionen zwischen Versetzungen während des Kriechens; a) Frank-Read-Quelle; b) Formation von Dipolen; c) Annihilation von Versetzungen; d) Subkornwachstum

Folgende Mikrostrukturparameter beinhaltet das Ghoniem-Modell:

- mobile Versetzungen
- Dipol-Versetzungen
- Grenzflächen-Versetzungen
- Subkörner und Subkorn Grenzen
- Ausscheidungen

Entwicklung der mobilen Versetzungsdichte

Die Veränderung der mobilen Versetzungsdichte über die Zeit, wird durch Produktionsterme (Vervielfachung und Emission aus Subkorn Grenzen) und Vernichtungsterme (Fixierung an Subkorn Grenzen, Klettererholung und dynamische Erholung) beschrieben.

$$\frac{d\rho_m}{dt} = \underbrace{v_g \cdot \rho_m^{3/2}}_{\text{Frank-Read}} + \underbrace{\frac{\beta \cdot R_{sbg}}{h_b^2} \cdot v_g}_{\text{Emission aus Subkorn Grenzen}} - \underbrace{\frac{v_g}{2 \cdot R_{sbg}} \cdot \rho_m}_{\text{Produktion von Subkorn Grenzen}} - \underbrace{8 \cdot v_{c,m} \cdot \rho_m^{3/2}}_{\text{Erholung durch Klettern}} - \underbrace{d_{anh} \cdot (\rho_m + \rho_{dip}) \cdot \rho_m \cdot v_g}_{\text{Dynamische Erholung}} \quad (21)$$

v_g ist die Gleitgeschwindigkeit von mobilen Versetzungen, R_{sbg} der mittlere Subkornradius, β ein Faktor der die Dichte der Quellen kontrolliert und als Fitparameter gehandhabt wird, h_b der Abstand bzw. Leerraum zwischen Versetzungen, $v_{c,m}$ die Klettergeschwindigkeit der mobilen Versetzungen und d_{anh} ist die Länge ab der Versetzungen miteinander annihilieren können.

Entwicklung der Dipol-Versetzungsdichte

Die Entwicklung der Dipol-Versetzungsdichte kann durch einen Erzeugungsterm und zwei Annihilationsterme (Transformation von Dipol- in Grenzflächen-Versetzungen (statisch) und Annihilation von entgegengesetzten mobilen Versetzungen als dynamische Erholung):

$$\frac{d\rho_{dip}}{dt} = \underbrace{\frac{v_g}{2 \cdot R_{sbg}} \cdot \rho_m}_{\text{Immobilisierung}} - \underbrace{8 \cdot \frac{v_{c,s}}{h_b} \cdot \rho_{dip}}_{\text{statische Erholung}} - \underbrace{d_{anh} \cdot \rho_{dip} \cdot \rho_m \cdot v_g}_{\text{dynamische Erholung}} \quad (22)$$

mit $v_{c,s}$ als Klettergeschwindigkeit der statischen Versetzungen.

Entwicklung der Grenzflächen-Versetzungsdichte

Die Rate mit der sich die Grenzflächen-Versetzungsdichte ändert, wird durch die Transformation von Dipol- in Grenzflächen-Versetzungen minus zweier Annihilationsterme (Verlust an Dipolen durch Transformation in Grenzflächen-Versetzungen und Formation von neuen Subkorn Grenzen) berechnet.

$$\frac{d\rho_b}{dt} = \underbrace{8 \cdot (1 - 2 \cdot \zeta) \cdot \frac{v_c}{h_b} \cdot \rho_{dip}}_{\substack{\text{Statische Erholung und} \\ \text{Verlust an Dipolen}}} - \underbrace{M_{sb} \cdot [P_{sb} - 2 \cdot \pi \cdot r_p^2 \cdot N_p \cdot \gamma_{sb}]}_{\text{Subkorn Vergrößerung}} \cdot \frac{\rho_b}{R_{sbg}} \quad (23)$$

ζ ist ein Maß für den Anteil von Dipol-Versetzungen die durch Beitritt in eine Subkorn Grenze annihilieren, M_{sb} die Mobilität von Subkörnern, P_{sb} der Druck für die Subkornvergrößerung, r_p der mittlere Radius der Ausscheidungen, N_p die Ausscheidungskonzentration und γ_{sb} die Oberflächenenergie der Subkorn Grenze.

Entwicklung des Subkornradius

Die Vergrößerung der Subkorngröße ist die Kombination von der Subkornvergrößerung minus einem Nukleationsterm.

$$\frac{dR_{sbg}}{dt} = \underbrace{M_{sb}(P_{sb} - 2 \cdot \pi \cdot r_{mean}^2 \cdot N_v \cdot \gamma_{sb})}_{\text{Subkornvergrößerung}} - \underbrace{G \cdot \eta_v \cdot K_c \cdot R_{sbg} \left[(\rho_m + \rho_{dip})^{1/2} - \frac{K_c}{2 \cdot R_{sbg}} \right]}_{\text{Nukleation}} \cdot \frac{\Omega \cdot D_s}{k \cdot T} \quad (24)$$

G ist der Schermodul, η_v der Transferkoeffizient der Leerstellen vom Versetzungskern zu „Jogs“, K_c ist eine Konstante aus der Holt-Analyse (≈ 10) [41], Ω das Atomvolumen und D_s die Gitter-Selbstdiffusions-Konstante.

Kriechdehnrate

In diesem Model ergibt sich die Kriechdehnung aus der klassischen Orowan-Formulierung:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = b \cdot \rho_m \cdot v_g \quad (25)$$

mit b dem Burgers-Vektor von Versetzungen.

Sobald eine externe Spannung bei einer hohen Temperatur am Material anliegt, beginnen sich die mobilen Versetzungen zu bewegen.

Durch den komplexen Aufbau von technischen Legierungen und die daraus resultierenden Reibungseffekte, wird das Wandern von Versetzungen erschwert. In diesem Model wird die mittlere Gleitgeschwindigkeit von mobilen Versetzungen in empirischer Form angewendet.

$$v_g = a_1 \cdot e^{-\frac{W_g}{kT}} \cdot \frac{\Omega}{kT} \cdot \sigma_e \quad (26)$$

a_1 und W_g sind Parameter, die in diesem Modell gefittet werden. Die effektive Spannung σ_e wird durch folgende Formulierung erhalten:

$$\sigma_e = \sigma_a - \sigma_i - \sigma_0 \quad (27)$$

σ_a ist die angelegte Spannung, σ_0 die Fließspannung spezifisch für eine Legierung und σ_i die interne Spannung:

$$\sigma_i = \frac{G \cdot b}{2 \cdot \pi \cdot \lambda} + \xi \cdot G \cdot b \cdot \rho_{dis}^{1/2} \quad (28)$$

wo λ der effektive Hindernisabstand ist und ξ eine Konstante.

2.4.3.3 Yadav

Zum Zeitpunkt des Beginns dieser Arbeit, erweiterte Yadav [42] das Modell von Ghoniem *et al.* (siehe 2.4.3.2) durch Erweiterung um den kontinuierlichen Schädigungsmechanismus von Basirat *et al.*[43]. Das Hauptaugenmerk liegt dabei auf der Modifikation der Orowan-Formulierung (siehe Glg.(29)).

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{b \cdot \rho_m \cdot v_g}{M \cdot (1 - D_{ppt})(1 - D_{cav})} \quad (29)$$

mit D_{ppt} dem Parameter für Schädigung verursacht durch Ausscheidungen und dem Pendant D_{cav} , durch Kavitäten und Poren.

Diese Arbeit wurde in Zusammenarbeit mit Yadav begonnen und es wird nicht weiter auf den Stand aus dem Jahr 2015 eingegangen.

Hiermit sind die wichtigsten Entwicklungen der Vergangenheit erwähnt. Im nächsten Abschnitt wird nun auf die aktuelle Entwicklung in der Kriechmodellierung eingegangen.

3 Das Kriechmodell

Bereits seit der Jahrtausendwende wurde am Institut an der mikrobasierten Kriechmodellierung von martensitischen 9-12% Cr-Stählen geforscht [44], [45]. Yadav griff diese Forschung auf und entwickelte eine erweiterte Kriechmodellierung in dem er das Modell von Ghoniem [7] und Basirat [43] kombinierte. Gemeinsam mit meinem Betreuer Sonderegger B. und dem Kollegen Riedlsperger F. führte ich mikrostrukturbasierte Kriechmodellierung von 9% Cr-Stählen fort. Da keine klare Unterteilung der gemeinsamen, forschungsgruppenbasierten Entwicklungsarbeit der Kriechmodellierung möglich ist, wird das Modell aus Yadavs Dissertation [46] vorgestellt und auf die Entwicklungen seit 2015 eingegangen.

Durch die ständige Weiterentwicklung ergaben sich viele neue Ansätze. Teilweise bereits etablierte Ansätze erwiesen sich als nicht praktikabel.

Im Zuge dieser Arbeit wurden folgende Entwicklungen im Vergleich zu den originalen Arbeiten von Ghoniem [7], Basirat [43] und Yadav [42] umgesetzt:

- Korrektur des Terms für die Emission von statischen Versetzungen aus Subkorn Grenzen (fehlerhaft in [7] und vernachlässigt in [42]); siehe Term b) in Glg.(31)
- Nukleation der Subkörner (fehlerhaft in [7] und vernachlässigt in [42]); siehe Term h) in Glg.(35)
- Berücksichtigung des mittleren Misorientierungswinkels in der Subkornmobilität [47]; siehe Glg.(39)-(40)
- Berücksichtigung von Versetzungsklettern über Ausscheidungen in die effektive Versetzungsgeschwindigkeit; siehe Glg.(41)
- Neues Modell für die Versetzung-Gleitgeschwindigkeit; siehe Glg.(42)
- Neues Modell für die Versetzung-Klettergeschwindigkeit; siehe Glg.(45)&(47)
- Austausch der mittleren Ausscheidungsdimensionen durch Angabe von Größenklassen; siehe Glg.(34)-Term g1) und Glg.(35)-Term g2)
- Thermodynamische Simulation der Ausscheidungsentwicklung
- Verbesserung der Formulierung des Schädigungsparameters für Ausscheidungen im Vergleich zu [42]; siehe Glg.(54)
- Reduzierung der notwendigen Fitparameter
- Berechnung eines Zeitstanddiagramms → ein Satz an Fitparametern für alle simulierten Spannungen

Die komplette Umsetzung des Modells zu einer Simulation wurde in MATLAB verwirklicht.

Es wird nun Schritt für Schritt das komplette, aktuelle Modell mit allen Details erläutert (siehe Abschnitt 3.1). Eine Liste aller Variablen ist in der folgenden Tabelle 1 gelistet.

Tabelle 1: Liste aller im Modell verwendeten Variablen

Variable	Beschreibung	Einheit	Quelle
a_1	Fit-Parameter für die Gleitgeschwindigkeit	[m/s]	Fit
a_g	Größe der Einheitszelle	[m]	[48]
A	materialspezifischer Schädigungsparameter	[-]	Fit
α	Versetzungsinteraktionsparameter	[-]	[43]
b	Burgers Vektor $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ für krz	[m]	[49]
β	Parameter für die Dichte von Quellen	[-]	Fit
c_s	Gewichtungsfaktor der Versetzungen	[-]	[43]
δ_{anh}	Annihilationslänge von Versetzungen	[m]	[43], [50], [51]
D_{cav}	Hohlraum-Schädigungsparameter	[-]	Gl.(50)
D_{ppt}	Ausscheidungs-Schädigungsparameter	[-]	Gl.(51)
D_s	Gitter-Diffusionskoeffizient	[m ² /s]	[52]
D_{vp}	Pipe-Diffusionskoeffizient	[m ² /s]	Fit
E	Elastizitätsmodul	[Pa]	[53]
$E_{lattice}$	Aktivierungsenergie für Klettern (Gitterdiffusion)	[J]	[54]
E_{pipe}	Aktivierungsenergie für Klettern (Pipe-Diffusion)	[J]	[55]
ε	Kriechdehnung	[-]	Gl.(30)
$\dot{\varepsilon}$	Kriechdehnrate	[s ⁻¹]	Gl.(30)
G	Schubmodul	[Pa]	Gl.
η_v	Transferkoeffizient für Defekte in Jogs	[-]	[7]
γ_{sgb}	Subkorngrenzflächenenergie	[J/m ²]	Gl.(38)
h_b	mittlerer Versetzungsabstand in Subkorngrenzen	[m]	Gl.(32)
k_B	Boltzmann-konstante	[J/K]	[56]
k_d	Ostwald-Reifungsparameter	[m ³ /s]	Gl.(53)
k_p	normalisierter Ostwald-Reifungsparameter	[s ⁻¹]	Gl.(52)
K_c	Holt-Konstante	[-]	[7]
l	Parameter der Ausscheidungsschädigung	[-]	[42], [43]
L_α	Längenparameter der elastischen Interaktion	[m]	Gl.(46)
L_j	Jog-Breite - angenommen als b	[m]	[57]
L_p	Längenparameter für Diffusion	[m]	Gl.(48)
M	Taylor-Faktor	[-]	[43]
M_{sgb}	Subkornmobilität	[m/Pa·s]	Gl.(39)-(40)
$N_{v,i}$	Ausscheidungs-Teilchendichte	[m ⁻³]	MatCalc
ν	Querkontraktionszahl	[-]	[53]
π	Kreiszahl Pi	[-]	[58]

P_{sgb}	Subkorn-Wachstumsdruck	[Pa]	Gl.(37)
Q	Aktivierungsenergie für Versetzungsgleiten	[J]	[7]
$r_{p,i}$	mittlerer Ausscheidungsradius	[m]	MatCalc
R_{sgb}	Subkornradius	[m]	Gl.(35)
ρ_b	Grenzflächenversetzungsdichte	[m ⁻²]	Gl.(34)
ρ_m	mobile Versetzungsdichte	[m ⁻²]	Gl.(31)
ρ_s	statische Versetzungsdichte	[m ⁻²]	Gl.(33)
ρ_t	totale Versetzungsdichte	[m ⁻²]	-
σ_{app}	angelegte Spannung	[Pa]	-
σ_i	innere Spannung	[Pa]	Gl.(43)
t	Zeit	[s]	-
T	Temperatur	[K]	-
$\langle\theta\rangle$	mittlere Misorientierung von Subkörnern	[°]	EBSD
v_c	Klettergeschwindigkeit von Versetzungen	[m/s]	Gl.(44)
v_{cl}	Klettergeschwindigkeit von Versetzungen durch Gitterdiffusion	[m/s]	Gl.(45)
v_{cp}	Klettergeschwindigkeit von Versetzungen durch Pipediffusion	[m/s]	Gl.(47)
v_{eff}	effektive Versetzungsgeschwindigkeit	[m/s]	Gl.(41)
v_g	Gleitgeschwindigkeit von Versetzungen	[m/s]	Gl.(42)
V_r	scheinbares Aktivierungsvolumen	[m ³]	[59], [60]
ΔW	Aktivierungsenergie-Differenz	[J]	Gl.(49)
Ω	Atomvolumen	[m ³]	[59]
ζ	Anteil wechselnder statischer Versetzungen	[-]	Fit

3.1 Konzept des Modells

Das Modell berechnet die Kriechdehnrate (Glg.(30)) nach dem Grundprinzip der Orowan Gleichung [40], die durch das Schädigungs-Modell nach Basirat [43] erweitert wird:

Kriechdehnrate

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{b \cdot \rho_m \cdot v_{eff}}{M \cdot (1 - D_{ppt})(1 - D_{cav})} \quad (30)$$

Wichtig dabei ist, dass im Gegensatz zur Formulierung von Yadav, die Gleitgeschwindigkeit v_g durch die effektive Versetzungs-Geschwindigkeit v_{eff} ersetzt wird. Diese weiterentwickelte Formulierung wird später in Glgn.(40)-(49) erläutert.

Entwicklung der mobilen Versetzungsdichte

Die Entwicklung der mobilen Versetzungsdichte $\dot{\rho}_m$ enthält positive Beiträge von a) der Frank-Read Quelle und b) der Emission von statischen Versetzungen aus den Subkorn Grenzen. Ein Fehler in der originalen Formulierung von Ghoniem wurde korrigiert. In Gleichung 47 fehlt der Term ρ_s , der in der korrekten Version in Gleichung 4 aus [7] angeführt wurde.

Die Rate der mobilen Versetzungsdichte wird durch c) die Immobilisierung der mobilen Versetzungen an Subkorn Grenzen, d1) Klettererholung von mobilen Versetzungen in Dipole und e1) dynamische Erholung durch spontane Annihilation von mobilen und statischen Versetzungen reduziert.

$$\frac{d\rho_m}{dt} = \underbrace{v_{eff} \cdot \rho_m^{3/2}}_a + \underbrace{\frac{\beta \cdot \rho_s \cdot R_{sgb}}{h_b^2} \cdot v_{eff}}_b - \underbrace{\frac{v_{eff}}{2 \cdot R_{sgb}} \cdot \rho_m}_c - \underbrace{8 \cdot \rho_m^{3/2} \cdot v_c}_{d1} - \underbrace{\delta_{anh} \cdot (\rho_m + \rho_s) \cdot \rho_m \cdot v_{eff}}_{e1} \quad (31)$$

In den Ratengleichungen der Versetzungen wird der mittlere Abstand zwischen Versetzungen h_b verwendet. Diese impliziert die Grenzflächen- und die statischen Versetzungen, sowie den Subkornradius in der Berechnung:

$$h_b = \frac{1}{(\rho_b + \rho_s) \cdot R_{sgb}} \quad (32)$$

Entwicklung der statischen Versetzungsdichte

Bei der Berechnung der Entwicklung der statischen Versetzungsdichte ρ_s zählt als positiver Term c) die Immobilisierung der mobilen Versetzungen an Subkorn Grenzen die bei Glg.(31) als negativ gezählt wurde, d2) Klettererholung von statischen Versetzungen in dipoler Konfiguration und e2) dynamische Erholung durch spontane Annihilation von statischen Versetzungen.

$$\frac{d\rho_s}{dt} = \underbrace{\frac{v_{eff}}{2 \cdot R_{sgb}} \cdot \rho_m}_c - \underbrace{8 \cdot \frac{v_c}{h_b} \cdot \rho_s}_{d2} - \underbrace{\delta_{anh} \cdot \rho_s \cdot \rho_m \cdot v_{eff}}_{e2} \quad (33)$$

Entwicklung der Grenzflächen-Versetzungsdichte

Die Grenzflächen-Versetzungsdichte ρ_b ändert sich, da sich Grenzflächen-Versetzungen aus statischen Versetzungen bilden (minus einem Anteil an statischen Versetzungen, die bei der Transformation annihilieren) und sich daraus neue Subkorn Grenzen bilden (g1).

$$\frac{d\rho_b}{dt} = \underbrace{8 \cdot (1 - 2 \cdot \zeta) \cdot \rho_s \cdot \frac{v_c}{h_b}}_f - M_{sgb} \cdot \underbrace{\left[P_{sgb} - 2\pi \cdot \left(\sum_{i=1}^m \overbrace{r_{p,i}^2 \cdot N_{v,i}}^{MatCalc 6} \right) \cdot \gamma_{sgb} \right]}_{g1} \cdot \frac{\rho_b}{R_{sgb}} \quad (34)$$

Auf die Terme in g1) wird anschließend ab Glg.(37) eingegangen. Im Term g1) wurde die Verbindung zur Ausscheidungskinetik-Simulation mit MatCalc 6 (siehe Abschnitt 3.2.6) realisiert.

Subkorn-Vergrößerungsrate

Die Entwicklung des Subkornradius \dot{R}_{sgb} ergibt sich durch die Multiplikation der Subkornmobilität und des Subkorndruckes. Ausscheidungen verlangsamen diesen Wachstumsprozess durch den Zener-Pin-Effekt. Die Nukleation von neuen Subkörnern wird durch Term h) reduziert, welcher bei Ghoniem [7] fehlerhaft war und entsprechend korrigiert wurde.

$$\frac{dR_{sgb}}{dt} = M_{sgb} \cdot \underbrace{\left[P_{sgb} - 2\pi \cdot \left(\overset{\text{MatCalc 6}}{\sum_{i=1}^m r_{p,i}^2 \cdot N_{V,i}} \right) \cdot \gamma_{sgb} \right]}_{g2} - \underbrace{G \cdot \eta_V \cdot K_c^2 \cdot \left(\sqrt{\rho_m + \rho_s} - \frac{K_c}{2 \cdot R_{sgb}} \right) \cdot \frac{D_s \cdot \Omega}{2 \cdot k_B \cdot T}}_h \quad (35)$$

Der Schubmodul wird mit Hilfe der allgemeinen Beziehung zwischen dem E-Modul E und der Querkontraktionszahl ν berechnet:

$$G = \frac{E}{2 \cdot (1 + \nu)} \quad (36)$$

Der Subkorn-Vergrößerungs-Druck ist proportional zur Grenzflächen-Versetzungsdichte (Glg.(37)).

$$P_{sgb} = \frac{4}{3} \cdot G \cdot b^2 \cdot \rho_b \quad (37)$$

Die Oberflächenenergie der Subkorn Grenzen (Glg.(38)), welche den Zener-Term g1) und g2) beeinflusst, wird zusätzlich durch den Subkornradius beeinflusst.

$$\gamma_{sgb} = \frac{1}{3} \cdot G \cdot b^2 \cdot \rho_b \cdot R_{sgb} \quad (38)$$

Subkorn-Grenzflächen Mobilität

Innerhalb der Simulation von P91 erfüllt die Subkorn-Grenzflächen Mobilität M_{sgb} den Fall für $P_{sgb} \geq 2\pi \cdot \left(\sum_{i=1}^m r_{p,i}^2 \cdot N_{V,i}\right) \cdot \gamma_{sgb}$.

M_{sgb} ist verlinkt mit den Diffusionskonstanten für Gitter- und Pipe-Diffusion

$$M_{sgb} = \frac{2 \cdot \pi \cdot \eta_v \cdot D_s \cdot \Omega}{b \cdot k_B \cdot T \cdot \langle \theta \rangle} + \frac{2 \cdot \pi \cdot b \cdot D_{vp} \cdot \Omega \cdot \langle \theta \rangle}{h_b^2 \cdot k_B \cdot T} \quad (39)$$

In der Literatur [7], [47] wird auch der weitere Fall für $P_{sgb} < 2\pi \cdot \left(\sum_{i=1}^m r_{p,i}^2 \cdot N_{V,i}\right) \cdot \gamma_{sgb}$ angeführt.

$$M_{sgb} = \frac{D_s \cdot \Omega}{2 \cdot \pi \cdot k_B \cdot T \cdot \sum_{i=1}^m r_{p,i}^4 \cdot N_{V,i} \cdot \langle \theta \rangle} \quad (40)$$

Eine wichtige Weiterentwicklung hierbei ist die Implementierung des mittleren Subkorn-Misorientierungswinkels $\langle \theta \rangle$ in die Subkornmobilität[47].

Versetzungs-Gleitgeschwindigkeiten

Innerhalb der Entwicklung des Modells wurden alle Gleitgeschwindigkeiten v_g durch die effektive Versetzungsgeschwindigkeit v_{eff} ersetzt, um die Interaktionen zwischen mobilen Versetzungen und Ausscheidungen, die an Subkorn Grenzen sitzen, zu berücksichtigen.

$$\frac{1}{v_{eff}} = \frac{1}{v_g} + \sum_i \frac{\pi}{2} \cdot \frac{\overset{MatCalc 6}{N_{V,i} \cdot r_{p,i}^3}}{v_c} \cdot \frac{1}{v_c} \quad (41)$$

Somit stellt Glg.(41) eine Kombination aus der Gleitgeschwindigkeit v_g und der Klettergeschwindigkeit v_c dar. Für das Klettern über Ausscheidungen wird nach Ausscheidungstypen gewichtet.

Die Versetzungsgleitgeschwindigkeit v_g wurde im Zuge der Weiterentwicklung auch umformuliert, um die Wahrscheinlichkeit von Vor- und Rückwärtsbewegung der Versetzungen zu berücksichtigen. Umgesetzt wird dies durch den „sinh“, der zusätzlich interne und angelegte Spannung entkoppelt.

$$v_g = a_1 \cdot \exp\left\{-\frac{Q}{k_B \cdot T}\right\} \cdot \exp\left\{-\frac{\sigma_i \cdot V_r}{k_B \cdot T}\right\} \cdot 2 \cdot \sinh\left\{\frac{\sigma_{app} \cdot V_r}{k_B \cdot T}\right\} \quad (42)$$

v_g ist somit verknüpft mit der Aktivierungsenergie Q , dem Aktivierungsvolumen V_r für Gleiten, der internen Spannung σ_i und der angelegten Spannung σ_{app} . Das scheinbare Aktivierungsvolumen V_r kann aus dem Relaxationsversuch bestimmt werden [59].

Die interne Spannung ist proportional zum Anteil an mobilen und statischen Versetzungen.

$$\sigma_i = \alpha \cdot M \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_m + c_s \cdot \rho_s} \quad (43)$$

Die Klettergeschwindigkeit v_c ist die Summe aus der Klettergeschwindigkeit für Gitterdiffusion v_{cl} und der Klettergeschwindigkeit für Pipe-Diffusion v_{cp} .

$$v_c = v_{cl} + v_{cp} \quad (44)$$

v_c wird spannungsabhängig betrachtet und spielt eine große Rolle bei der Überwindung von Versetzungen über Ausscheidungen, die innerhalb von Subkörnern lokalisiert sind. Auch hier wird das Prinzip der Spannungsentkoppelung durch den „sinh“ angewandt. Zusätzlich hat dieses Prinzip einen Effekt auf das Annihilationsverhalten von mobilen bzw. statischen Versetzungen in Dipol-Konfiguration.

v_{cl} wird durch L_α (siehe anschließend Glg.(46)), dem Transferkoeffizienten η_v von Defekten in „Jogs“, der totalen Versetzungsdichte ρ_t (Summe von ρ_m , ρ_b & ρ_s) und dem Diffusionskoeffizienten für Gitterdiffusion D_s beeinflusst.

$$v_{cl} = \frac{2 \cdot \pi \cdot \eta_v \cdot D_s}{[1 - \eta_v \cdot \ln(L_\alpha \cdot \sqrt{\rho_t})] \cdot b} \cdot \exp\left\{-\frac{\sigma_i \cdot \Omega}{k_B \cdot T}\right\} \cdot 2 \cdot \sinh\left\{\frac{\sigma_{app} \cdot \Omega}{k_B \cdot T}\right\} \quad (45)$$

L_α dient als Längenparameter der elastischen Interaktion von Versetzungen und Defekten.

$$L_\alpha = \frac{(1 + \nu) \cdot G \cdot b \cdot 0.5 \cdot \Omega}{3 \cdot \pi \cdot (1 - \nu) \cdot k_B \cdot T} \quad (46)$$

Bei v_{cp} hingegen zeigt sich eine hohe Abhängigkeit vom Diffusionskoeffizienten für Pipe-Diffusion D_{vp} und von L_p , dem Längenparameter für Diffusion im Inneren des Subkorns.

$$v_{cp} = \frac{2 \cdot \pi \cdot b \cdot D_{vp}}{L_p^2} \cdot \exp\left\{-\frac{\sigma_i \cdot \Omega}{k_B \cdot T}\right\} \cdot 2 \cdot \sinh\left\{\frac{\sigma_{app} \cdot \Omega}{k_B \cdot T}\right\} \quad (47)$$

L_p bezieht sich auf die Aktivierungsenergie-Differenz ΔW zwischen Gitter- und Pipe-Diffusion.

$$L_p = \sqrt{2} \cdot a_g \cdot \exp\left\{\frac{\Delta W}{2 \cdot k_B \cdot T}\right\} \quad (48)$$

ΔW ist ein Parameter, dessen oberes und unteres Limit aus den Leerstellen- und Jog-Energien berechnet werden kann.

$$\Delta W = E_{pipe} - E_{lattice} \quad (49)$$

Für nähere Information zu ΔW wird auf die Arbeit von Hirth und Lothe [57] verwiesen.

Der tertiäre Kriechbereich soll mit Hilfe von zwei Schädigungsparametern beschrieben werden. Der Schädigungsparameter D_{cav} ist ein Fitparameter, der aus Basirat *et al.* [43] übernommen wurde. Dieser soll den tertiären Kriechbereich abbilden, der durch Schädigungsmechanismen wie z.B. Porenbildung, beeinflusst wird.

$$\dot{D}_{cav} = A \cdot \varepsilon \cdot \dot{\varepsilon} \quad (50)$$

D_{ppt} hingegen, soll die Schwächung des Gefüges durch Ausscheidungsvergrößerung beschreiben.

Es wird zwischen zwei Ausscheidungsklassen unterschieden, die durch den Faktor l berücksichtigt werden. Für $M_{23}C_6$ gilt $l = 6$ und für MX $l = 4$.

$$\dot{D}_{ppt,i} = \frac{k_p}{l-1} \cdot (1 - D_{ppt,i})^l \quad (51)$$

Der Vergrößerungsparameter k_d bzw. der normalisierte Vergrößerungsparameter k_p kann aus den Ergebnissen der Ausscheidungskinetiksimulation berechnet werden.

$$k_p = \frac{k_d}{r_{p,i,0}^3} = \left[\frac{r_{p,i}^3(t)}{r_{p,i,0}^3} - 1 \right] \cdot t^{-1} \quad (52)$$

$$k_d = (r_{p,i}^3 - r_{p,i,0}^3) \cdot t^{-1} \quad (53)$$

Eine Weiterentwicklung zu Yadav [42] ist die Berechnung der Kombination des Schädigungsparameters der zwei Ausscheidungsklassen $D_{ppt,i}$. Anstelle einer Summe wird die Produktmenge verwendet. Somit kann eine vorzeitige Überbewertung der Schädigung durch Ausscheidungen vermieden werden.

$$D_{ppt} = 1 - \prod_{i=1}^n (1 - D_{ppt,i}) \quad (54)$$

Die phänomenologische Beschreibung des Schädigungsverhaltens wird in Zukunft weiterentwickelt bzw. durch neue Ansätze ersetzt werden.

3.2 Durchführungsstrategie des Modells

Ziel des Modells ist die Vorhersage von Kriechkurven und der Entwicklung der Mikrostruktur, ausgehend von der Startmikrostruktur des Materials. Zusätzlich ist die Extrapolation von Kurzzeit-Kriechexperimenten zu Langzeit-Kriechexperimenten einzig durch Variation der Belastungsspannung bei gleichbleibenden Input-Parametern (Mikrostruktur und Modell) möglich. Um dies zu bewerkstelligen, müssen einige Inputparameter angepasst werden, um das Modell an eine Kurzzeit-Kriechkurve anzugleichen. Die generelle Strategie der Anpassung des Modells setzt sich aus folgenden individuellen Schritten zusammen, die anschließend erörtert werden:

1. Auswahl des Werkstoffs
2. Literaturstudie der Modell Inputparameter für diese Materialgruppe
3. Materialzusammensetzung und Wärmebehandlung
4. Durchführung eines instrumentierten Kriechversuches
5. Bestimmung der Startmikrostruktur
6. Simulation, Messung oder Literaturstudie der Ausscheidungsentwicklung während der Kriechbelastung
7. Simulation einer Master-Kriechkurve – Bestimmung restlicher Parameter
8. Simulation mehrerer Kriechkurven bei unterschiedlichen Spannungen – Konstruktion eines Zeitstanddiagramms

3.2.1 Auswahl eines Werkstoffs

In dieser Arbeit wurde der 9%-Cr Stahl P91 nach ASTM A387 [10] als Werkstoff verwendet. Einerseits sind in dieser Arbeit für dieses Material experimentelle Daten vorhanden und andererseits existiert eine große Menge an Literaturdaten. Zusätzlich können auch einige Daten aus der Klasse der 9-12% Chromstählen herangezogen werden.

3.2.2 Literaturstudie der Modell-Inputparameter für die Materialgruppe

Einige der notwendigen Parameter sind aus Literaturquellen verfügbar, teilweise für molybdänhaltige martensitische Stähle, teilweise für 9-12% Cr-Stähle oder generell für krz-Eisen Werkstoffe. In der folgenden Tabelle 2 ist ein Überblick dieser Daten gegeben:

Tabelle 2: Parameter aus der Literaturstudie

Variable	Wert	Material(-gruppe)	Quelle
a_G	$2,87 \cdot 10^{-10}$ m	Fe-krz	[48]
α	0,02	9Cr-1Mo Stahl bei 650°C	[43]
b	$2,48 \cdot 10^{-10}$ m	Fe-krz	[49]
c_s	0,3	9Cr-1Mo Stahl bei 650°C	[43]
δ_{anh}	$5 \cdot b$	Stufenversetzung	[43], [50]
D_s	$2,0 \cdot 10^{-19}$ m ² /s	Fe in Fe-1.5Mo bei 650°C	[52]
E_{pipe}	$5,04 \cdot 10^{-19}$ J	9-12% Cr-Stähle bei 650°C	[54], [57], [59]
η_v	$2 \cdot 10^{-4}$	ferritische Stähle	[7]
E	162 GPa	9-12% Cr-Stähle bei 650°C	[53]
$l_{M_{23}C_6}$	4	$M_{23}C_6$ in 9-12% Cr-Stählen	[43]
l_{MX}	6	MX in 9-12% Cr-Stählen	[42]
M	3	Kristalle (Näherung)	[43]
Q	$4,01 \cdot 10^{-19}$ J	HAT-9 bei 550°C	[7]
ν	0,317	9-12% Cr-Stähle bei 650°C	[53]
ζ	0,034	9-12% Cr-Stähle	[61]

3.2.3 Materialzusammensetzung und Wärmebehandlung

In dieser Arbeit wird auf den 9%-Chrom Stahl P91 nach ASTM A387 [10] von Voestalpine Kapfenberg zurückgegriffen. Dieser hat die Zusammensetzung laut der folgenden Tabelle 3 und die WBH laut „Vallourec“ und „voestalpine Böhler Welding“ [62] (siehe Abbildung 15). Nähere Details zu dem Material sind in Abschnitt 4.3.2.1 angeführt.

Tabelle 3: Zusammensetzung der P91 Legierung (*Mittelwert aus vier Einzel-Schmelzanalysen) [63]

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
Gew.-%*	0,13	0,29	0,45	0,1	<0,0002	9,24	0,94
Element	Ni	Al	V	N	Nb	W	Cu
Gew.-%*	0,26	0,012	0,21	0,041	0,043	0,012	0,082

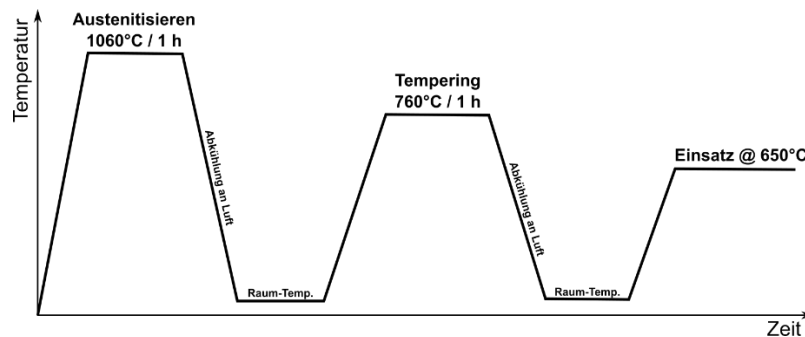


Abbildung 15: Beispielhaft angewandte Wärmebehandlung für P91 nach „Vallourec“ und „voestalpine Böhler Welding“ [62]

3.2.4 Durchführung eines instrumentierten Kriechversuches

Der im Zuge dieser Arbeit durchgeführte instrumentierte Test wurde bei 650°C und einer Belastung von 70 MPa durchgeführt. Die Kriechverformung wurde bis zu der Zeit des Bruches bei 8740 h aufgezeichnet. Weitere Details können anschließend bei Probe 4 in Abschnitt 5.2 eingesehen werden.

3.2.5 Bestimmung der Startmikrostruktur

Die Bestimmung der Startmikrostruktur ist ein essentieller Bestandteil einer korrekten Kriechsimulation. Oft ist es schwierig alle notwendigen Parameter selbst zu ermitteln. Dies gilt auch für diese Arbeit. Der Arbeitsaufwand wäre zu groß und die Mittel, zum Beispiel für TEM-Untersuchungen, fehlen. Deshalb wurden die Informationen zur Startmikrostruktur aus drei

verschiedenen Typen an Quellen entnommen: TEM-Literaturdaten für mobile und statische Versetzungsdichte, EBSD-Daten für die Subkorngröße, die im weiteren auch für die Berechnung der Grenzflächenversetzungsdichte dienen und eine thermodynamische Ausscheidungskinetiksimulation mit MatCalc für die Ausscheidungsdimensionen und deren Entwicklung (siehe nächster Unterpunkt).

Der Startwert für die mobile Versetzungsdichte beträgt $\rho_{m,0} = 4,5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ und wurde aus der TEM-Analyse von Panait *et al.* [64] entnommen. Diese Publikation verwendet einen ähnlichen P91 (in Bezug auf Zusammensetzung und WBH) und wird deshalb als Quelle herangezogen. Ausgehend von der Publikation von Basirat [43] wird die statische Versetzungsdichte $\rho_{s,0}$ mit 10 % der mobilen Versetzungsdichte angenommen und somit beträgt $\rho_{s,0} = 4,5 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$.

Der Startwert des Subkornradius wurde anhand von EBSD-Untersuchungen, die im Zuge dieser Arbeit durchgeführt wurden, ermittelt. Wie in Abschnitt 5.2.2.1 im Detail beschrieben, beträgt $R_{sbg} = 0,4 \text{ }\mu\text{m}$ und folglich kann auch mit Hilfe der mittleren Misorientierung der Subkörner von $4,2^\circ$ eine Start-Grenzflächenversetzungsdichte von $5,8 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ errechnet werden (siehe Abschnitt 5.2.2.2).

3.2.6 Simulation, Messung oder Literaturstudie der Ausscheidungsentwicklung während der Kriechbelastung

Für eine umfassend genaue Beschreibung der Ausscheidungsdimensionen und deren Entwicklung wird auf die thermodynamische Ausscheidungskinetiksimulationssoftware MatCalc zurückgegriffen. Diese Arbeit wurde von einem Kollegen übernommen, der im Zuge unserer Veröffentlichung [65] die Berechnungen durchführte. Mit Hilfe von MatCalc wurden zu Beginn die Start-Werte nach der WBH und vor dem Kriechen berechnet. Folgende Ergebnisse wurden berechnet:

Tabelle 4: Ausgangsparameter der berücksichtigten Ausscheidungen in P91; in Klammer sind die jeweiligen Keimbildungsorte angeführt

Typ	$r_{p,i,0}$ / nm	Phasenanteil / %	$N_{v,i}$ / m ⁻³
NbC (aust,d)	74,5	$8,8 \cdot 10^{-2}$	$4,1 \cdot 10^{18}$
VN (mart,s)	35,8	$4,3 \cdot 10^{-1}$	$1,6 \cdot 10^{20}$
M ₂₃ C ₆ (mart,s)	135,5	$1,9 \cdot 10^0$	$1,3 \cdot 10^{19}$
Laves (mart,s)	6,8	$5,0 \cdot 10^{-1}$	$8,9 \cdot 10^{21}$
Z (mart,vn_m_g)	23,6	$2,0 \cdot 10^{-7}$	$1,2 \cdot 10^{14}$
Z (mart,vn_m_d)	23,3	$6,3 \cdot 10^{-8}$	$5,8 \cdot 10^{13}$
Z (mart,vn_m_s)	25,5	$2,3 \cdot 10^{-7}$	$2,0 \cdot 10^{14}$

Matrix: "mart"=martensitisch, "aust"=austenitisch;

Keimbildungsort: "g"=Korngrenzen, "d"=Versetzungen, "s"=Subkorngrenzen; "vn"=Ausscheidungen

Diese Werte stellten den Ausgangspunkt der weiteren Entwicklung der Ausscheidungsdimensionen und -Verteilung für die MatCalc-Simulation dar (siehe Abbildung 16). Es wurden nur Ausscheidungen berücksichtigt, die an der Kriechfestigkeit Anteil haben (Phasenanteil > 10⁻⁶ %). Da sich innerhalb der MatCalc-Simulation Ausscheidungen nicht beliebig „aus- und einschalten“ lassen, müssen diese von Anfang an berücksichtigt werden. Deshalb sind Laves-Phase und Z-Phase angeführt. Jedoch ist die Laves-Phase sehr klein (<7 nm) und die Z-Phase ist nur zu einem sehr geringen Phasenanteil (< 10⁻⁶ %) vorhanden.

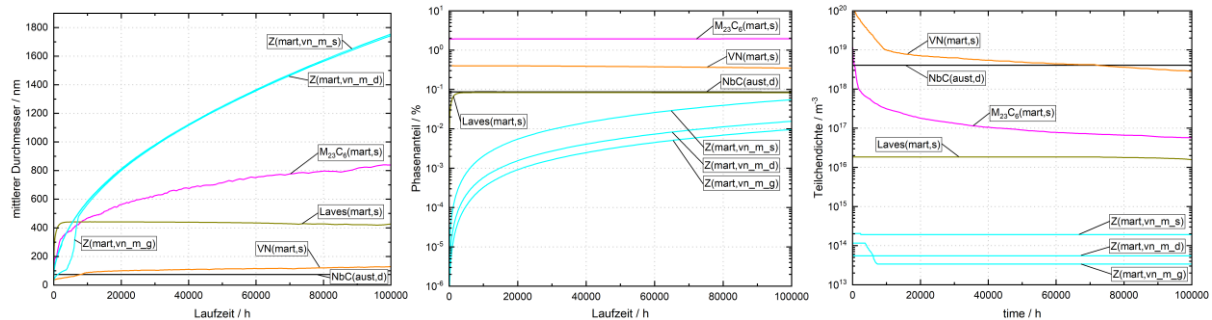


Abbildung 16: Ergebnisse aus der Ausscheidungskinetiksimulation in MatCalc; links) Entwicklung des mittleren Durchmessers $r_{p,i}$; mitte) Entwicklung des Phasenanteils; rechts) Entwicklung der Teilchendichte $N_{v,i}$

Aus diesen simulierten Ausscheidungsdimensionen (siehe Abbildung 16-links) können nun die Vergrößerungsparameter k_p und k_d anhand von Glg.(52) und Glg.(53) für jeden Zeitpunkt berechnet werden.

3.2.7 Simulation einer Master-Kriechkurve – Bestimmung restlicher Parameter

Für die Simulation der Master-Kriechkurve werden die Spannung und Temperatur, wie beim zugehörigen durchgeführten Experiment auf 70 MPa und 650°C gesetzt. Die meisten Inputparameter wurden in den vorherigen Abschnitten angegeben. Einige Parameter sind weder in der Literatur auffindbar, noch mit Hilfe eines Experiments (unabhängig vom Kriechexperiment) direkt bestimmbar. Für die bestmögliche Übereinstimmung der Simulation mit dem Kriechexperiment werden diese Parameter angepasst. Die meisten dieser Parameter sind physikalische Eigenschaften des Werkstoffs, die gemessen werden könnten, für die aber keine Literatur vorhanden ist:

- a_1 : Spannungsabhängiger Vorfaktor für die Versetzungs- Gleitgeschwindigkeit
- β : Konstante für die Emissionsrate von statischen hinzu mobilen Versetzungen
- K_C : Holt-Konstante
- D_{vp} : Pipe-Diffusionskoeffizient
- V_r : scheinbares Aktivierungsvolumen für thermisch aktiviertes Klettern
- A : Schädigungsparameter (einziger nicht physikalischer Parameter)

K_C wird für Reinetalle angeführt [66]. Unklar bleibt jedoch, in wie weit dieser Wert für komplexe Legierungen verwendet werden kann. Quellen für den Pipe-Diffusionskoeffizient D_{vp} streuen um den Faktor 5 bis 1000 je nachdem welche Temperatur und welche Untersuchungsmethode angewandt wird [52], [67]. Zusätzlich erscheint D_{vp} stark abhängig von

der Zusammensetzung der Matrix [68]. Für beide Variablen K_C und D_{vp} sind keine Daten für P91 verfügbar.

Das scheinbare Aktivierungsvolumen für thermisch aktiviertes Klettern V_r konnte mit Hilfe von Relaxationsversuchen von P91 bei 625°C bestimmt werden [69]. Mit der Methodik von Caillard and Martin [59] konnte ein Wert von $V_r = 5 \cdot 10^{-28} \text{ m}^3$ ermittelt werden, was einem 43-fachen des Atomvolumens Ω entspricht. Zusätzlich wurde diese Methode bei zwei weiteren Relaxationsversuchen von P92 bei 650°C [60] angewandt. Es wurden Werte von $38 \cdot \Omega$ und $44 \cdot \Omega$ ermittelt. Somit konnte der oben genannte Wert bestätigt werden, der als Startwert für die Optimierung angenommen wurde.

Der Schädigungsparameter A , der den tertiären Kriechbereich justiert, ist ein rein Phänomenologischer und kann nicht in einem unabhängigen Experiment gemessen werden.

3.2.8 Simulation mehrerer Kriechkurven bei unterschiedlichen Spannungen – Konstruktion eines Zeitstanddiagramms

Da nun alle Parameter der Kriechkurve bei 70 MPa und 650°C festgelegt wurden, kann nun die Simulation für andere Spannungen durchgeführt werden, ohne dass weitere Parameter variiert werden müssen. Dieses Vorgehen ist wichtig, da so das Extrapolationsvermögen des Modells dargestellt wird. Der einzige Wert der für das Zeitstandsdiagramm variiert wird, ist die angelegte Spannung. Diese wird in einem Bereich von 50-110 MPa mit einer Schrittweite von 10 MPa variiert. Die Simulation erzeugt folglich 7 individuelle Kriechkurven gemeinsam mit deren Mikrostrukturentwicklung.

Das Kriechmodell basiert auf der Annahme, dass innerhalb des Materials eine gleichmäßige Spannung herrscht. Da das Material aber unter diesen Bedingungen ab einer Dehnung von 4-8 % beginnt sich einzuschnüren (siehe Abschnitt 6.1.4), wurde 6 % Dehnung als Ende der Simulation implementiert. Dieses Kriterium bedeutet zugleich auch die Bruchzeit und vernachlässigt weniger als 10 % der restlichen Laufzeit der Proben (Abschnitt 6.1.4 und [70]). Das zweite Kriterium das als Bruch gewertet wird, ist das Erreichen von 100 % Schädigung entweder durch Hohlräume D_{cav} oder falls notwendig, durch Ausscheidungsvergrößerung D_{ppt} .

4 Kriechexperiment

Um die Kriechfestigkeit eines Materials zu bestimmen, wurden verschiedene Methoden zur Validierung des Kriechverhaltens unter Spannung und Temperatur entwickelt. Das am häufigsten durchgeführte Prüfverfahren ist der „Einachsige Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung“ laut ÖNORM EN ISO 204 [9]. Aufgrund der Einfachheit des Experiments ist dieses Prüfverfahren weltweit in Anwendung. In diesem Kapitel wird auf die Stärken und Schwächen des Kriechexperiments eingegangen.

4.1 Wie kam es zu diesem Validierungsexperiment?

Im Zuge der Kriechmodellierung wurde über die Genauigkeit der Kriechsimulation diskutiert und wie exakt die Simulation das Materialverhalten berechnen kann. Im Normalfall sind für die Adaption bzw. Anpassung der Simulation an vorhandenen Kriechdaten nur beschränkt Kriechkurven verfügbar. In seltenen Fällen, bei bereits gut erforschten Materialien, wie zum Beispiel in dieser Arbeit behandelte 9%-Chrom Stahl P91, sind auch Kriechkurven für verschiedene Spannungen verfügbar. Anhand dieser Kriechkurven wird die Simulation angepasst um bessere Vorhersagen treffen zu können. Allerdings stellt sich dadurch die Frage inwieweit die simulierte Kriechkurve mit der gemessenen Kurve übereinstimmen soll bzw. muss. Liegt der Fokus nur auf der Bruchzeit, soll die minimale Kriechrate, soweit sie bestimmt werden kann, übereinstimmen und wie exakt soll der primäre Kriechbereich nachgestellt werden? Alles Fragen die am Ende meistens die Tatsache vergessen lassen, dass das Experiment an sich schon ein sehr großes Streuverhalten hat.

In der Vergangenheit gab es immer wieder Forschungsgruppen, die sich mit dieser Frage befasst haben. Im Jahr 1993 gab es eine Arbeit die hervorsticht, da sie vorherige Publikationen zusammenfasst und diese um einen weiteren möglichen Einfluss erweiterte. In der Veröffentlichung von Granacher *et.al* [71] wird zwischen dem unterbrochenen und ununterbrochenem Kriechversuch verglichen und zusätzlich untersucht, ob der Einfluss innerhalb des zu erwartenden Streubandes liegt (siehe Abbildung 17).

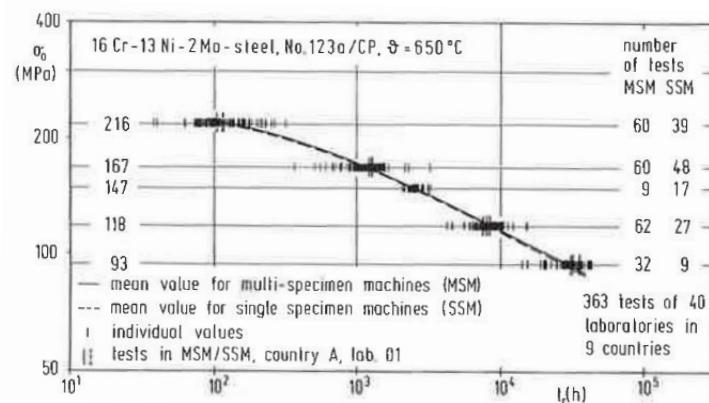


Abbildung 17: Ergebnisse von Zeitstanddaten von verschiedenen Messinstitutionen. Material 16Cr-13Ni-2Mo; Temperatur 650°C.

Es kam danach zu keiner weiteren nennenswerten Veröffentlichung, die sich mit dem Thema der auftretenden Streuung der Messergebnisse, wissenschaftlich auseinandersetze.

4.2 Versuchsaufbau - Einachsiger Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung

Unter dem einachsigen Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung versteht man die Belastung einer Probe mit Spannung und Temperatur. Im genaueren umfasst der Zeitstandversuch die Erwärmung der Probe auf die vorgegebene Prüftemperatur und die Belastung der Probe durch eine konstante Zugkraft in der Richtung der Probenlängsachse [9]. Im Folgenden wird auf den Aufbau des Experiments, Variationen des Messaufbaus und Normvorgaben eingegangen. Dies soll zum Überblick und besserem Verständnis der erhaltenen Messergebnisse dienen.

4.2.1.1 Aufbau - Mehrprobenofen

Beim unterbrochenen Kriechexperiment, werden innerhalb des Aufbaus ein Probenstrang mit bis zu 6 Proben gleichzeitig belastet (siehe Abbildung 18). Die Prüftemperatur wird über den Probenbereich konstant und innerhalb des Toleranzbereichs gehalten. Die Proben werden über ein Hebelsystem mit Hilfe von Gewichten belastet. Da für einen Strang konstruktionsbedingt jeweils nur eine Belastung möglich ist, werden die benötigten Spannungen für die jeweilige Probe mit Hilfe der Adaption des Probendurchmessers und der Prüfkraft erreicht.

Für die Längenmessung werden die Proben ausgebaut und anschließend im erkalteten Zustand vermessen. Eventuelle Einflüsse durch die schwankende Messtemperatur können vernachlässigt

werden, da diese sich im Tausendstel-Millimeter-Bereich befinden und somit nicht signifikant sind. Nach der Messprozedur werden die Proben wieder in den bereits auf Temperatur gebrachten Ofen gehängt, kurz gewartet bis wieder ein Gleichgewicht um die Prüftemperatur erreicht wurde und anschließend der Strang wieder belastet. Diese Vorgehensweise wirft die Frage auf, ob die unbelastete Zeit, bei der die Probe noch auf Temperatur ist, eine beeinflussende Wärmebehandlung darstellt. Diese Zeit liegt, je nach Anzahl der Messpunkte, im Bereich von mehreren Stunden und hat umso mehr Einfluss, je kürzer die Versuchszeit ist. Die Mikrostrukturentwicklung bei reiner Temperaturbelastung unterscheidet sich von der Mikrostrukturentwicklung bei Kriechbelastung. Insofern stellt die „künstliche“ Wärmebehandlung während des Aufheizens der Probe eine mögliche Fehlerquelle für die Messung dar. Wie groß dieser Einfluss ist, ist nicht genau bekannt, er wird aber im Allgemeinen als gering eingeschätzt. Ob dieser Sachverhalt einen signifikanten Einfluss auf das Messergebnis hat, wird anschließend im Zuge dieser Arbeit untersucht (siehe Abschnitt 6.2).

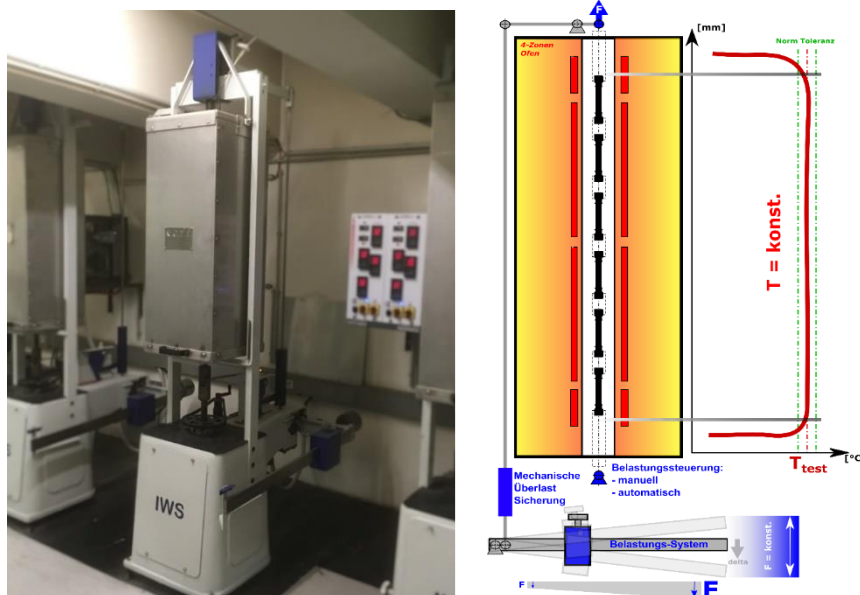


Abbildung 18: Mehrproben-Kriechexperiment: links) Experimenteller Aufbau am IMAT; rechts) schematischer Aufbau

4.2.1.2 Aufbau - Einzelprobenofen

Im Einzelprobenofen wird ein ununterbrochenes Kriechexperiment durchgeführt. Das heißt, die Probe wird auf Temperatur gebracht, anschließend belastet und dieser Zustand bis zum Bruch

erhalten. Die Längenänderung wird kontinuierlich mit Hilfe von Messfühlern im Inneren des Ofens gemessen (siehe Abbildung 19).

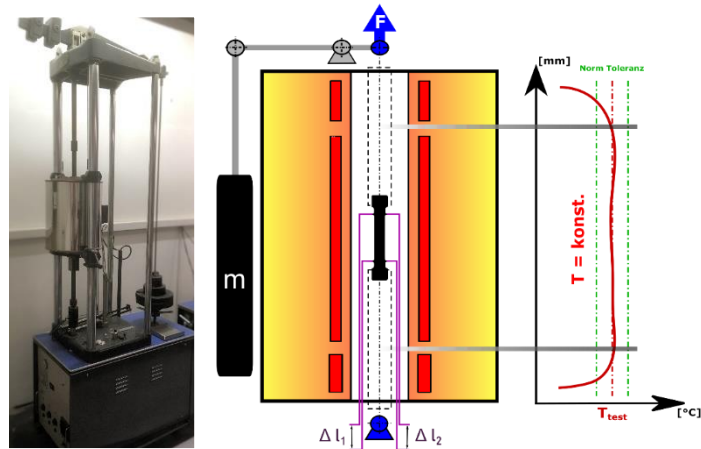


Abbildung 19: Einzelproben-Kriechexperiment: links) experimenteller Aufbau am IMAT; rechts) schematischer Aufbau des ununterbrochenen Kriechexperiments

Durch diesen Messaufbau werden die Daten kontinuierlich, mit einer Abtastrate von 10 min, gemessen. Das ist speziell für die Auswertung der minimalen Kriechrate essentiell. Zu beachten ist, dass die Dehnung im belasteten Zustand gemessen wird. Daher ist die gemessene Dehnung immer die elastische plus die plastische Dehnung (siehe Abbildung 20).

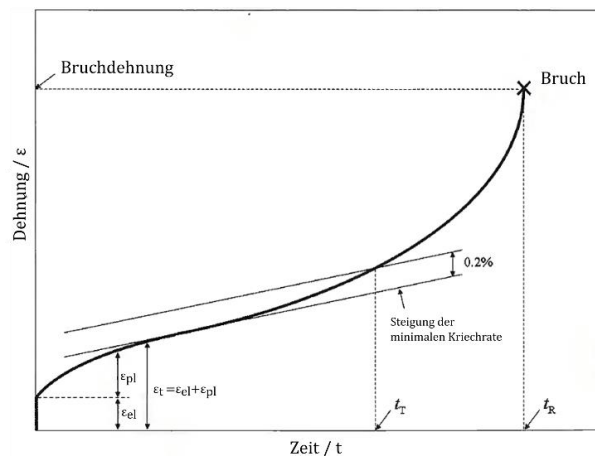


Abbildung 20: Schematische Darstellung einer typischen Kriechkurve. Eingezeichnet sind die wichtigsten Messwerte [72]

Um zu wissen wie groß der elastische Anteil ist, kann eine kurze Überschlagsrechnung gemacht werden.

$$\varepsilon_{el} = \frac{\sigma}{E} \quad (55)$$

Die elastische Dehnung ε_{el} ist die angelegte Spannung σ dividiert durch den Elastizitätsmodul E (siehe Glg. (55)).

Bei 650°C beträgt der E-Modul von P91 162 GPa [53] und somit folgt bei einer äußeren angelegten Spannung ein elastischer Anteil ε_{el} von:

$$\varepsilon_{el}(650^\circ\text{C}, 70 \text{ MPa}) = \frac{70 \text{ MPa}}{162 \text{ GPa}} = 0.04 \% \quad (56)$$

Vergleicht man diesen errechneten theoretischen Wert mit dem Experiment, ist eine Übereinstimmung ersichtlich (siehe Abbildung 21).

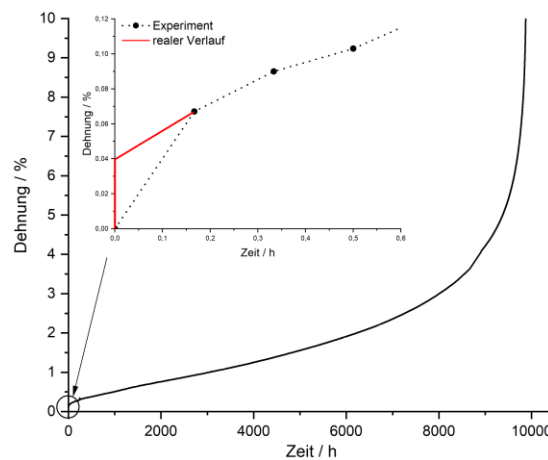


Abbildung 21: Kriechkurve eines kontinuierlichen Kriechexperiments (Abtastrate 10 min) von P91 bei 650°C/ 70 MPa. Im Detail sind die ersten Messpunkte hervorgehoben

Dieser Wert ist vernachlässigbar klein, wird aber in all den gemessenen Daten in dieser Arbeit korrigiert. Ein weiterer Faktor bezüglich Korrektur ist die andere Ausgangslänge L bei der erwärmten Probe und kann anhand von Glg.(57) berechnet werden ($\alpha_{\text{Stahl}} = 11 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [73]).

$$L = L_0 \cdot (1 + \alpha \cdot \Delta T) \quad (57)$$

Die berechnete Dehnung wird immer auf eine Ausgangslänge L_0 bezogen. Im Falle der $\varnothing 11,8$ mm Probe beträgt diese $L_0 = 64,8$ mm. Allerdings beträgt die korrigierte errechnete Ausgangslänge $L = 65,3$ mm bei einer Temperatur von 650°C.

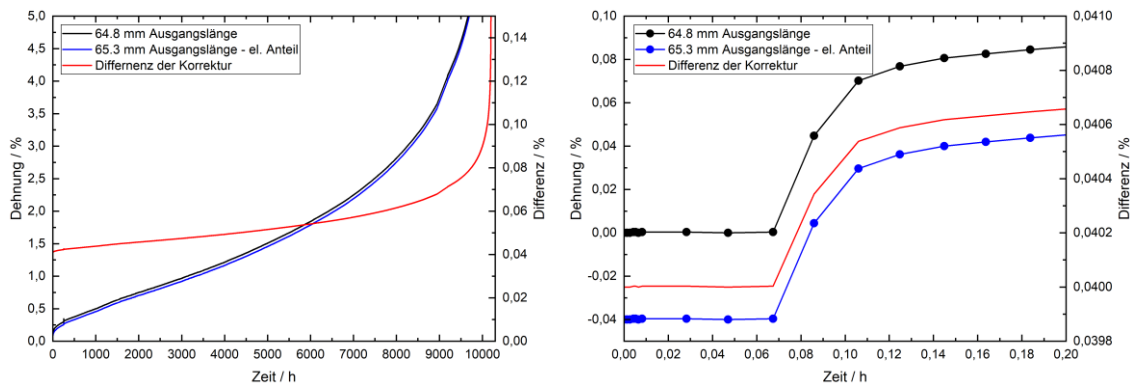


Abbildung 22: Vergleich zwischen korrigierter (blau) und unkorrigierter Kriechkurve (schwarz). Die Differenz (in % - rechte Skala) dieser Korrektur ist in Rot dargestellt.

Wenn man nun beide Korrekturen vornimmt ergibt sich eine signifikante Abweichung, speziell im tertiären Bereich (siehe Abbildung 22).

4.3 Versuchsstrategie

In diesem Abschnitt wird erklärt, welche Einflüsse eine mögliche Auswirkung auf das Kriechexperiment haben und welche Einflüsse untersucht wurden. Vorerst soll aufgezählt werden welche Einflüsse möglich sind:

- Oberflächen/Volumen Verhältnis
- Probenfertigung
 - Materialhomogenität
 - Oberflächenbeschaffenheit
 - Wärmebehandlung (WBH)
 - Exzentrizität → Biegespannung
- Unterbrochenes/ununterbrochenes Experiment
- Prüftemperatur
 - absolute Abweichungen
 - Position – Temperaturgradient im Ofen
- Korngröße/Durchmesser - Verhältnis
- Labor bzw. Maschinist (Messfehler)

Da nicht alle Einflüsse gesondert untersucht werden können, wird in dieser Arbeit auf diese drei Punkte eingegangen:

1. Variation des Durchmessers → Oberflächen/Volumen Verhältnis
2. Unterschiedliche Fertigungsstrategie → Probenfertigung: WBH und Exzentrizität
3. Unterschied zwischen unterbrochenem und ununterbrochenem Experiment

Im Folgenden sollen nun die verschiedenen Ausführungen erklärt werden.

4.3.1 Probenauführungen – untersuchte Einflüsse

In dieser Arbeit soll der mögliche Einfluss des Probendurchmessers überprüft werden. Ausgehend vom Standarddurchmesser $d_0 = 10$ mm für M16 Gewindemuffen (gegeben, weil ofenabhängig), wurde der maximal mögliche Probendurchmesser ermittelt, um eine maximale Variation des Probendurchmessers zu ermöglichen. Bei dem verwendeten M16 Gewinde ist unter Berücksichtigung von Kerbwirkung ein Probendurchmesser von 11,8 mm möglich. Dies entspricht einer Abweichung des A/V-Verhältnisses bezogen auf $d_0 = 10$ mm von +15 % (siehe Abbildung 23). Das Gegenteil zu 11,8 mm sind dementsprechend dann 8,7 mm, also -15 %.

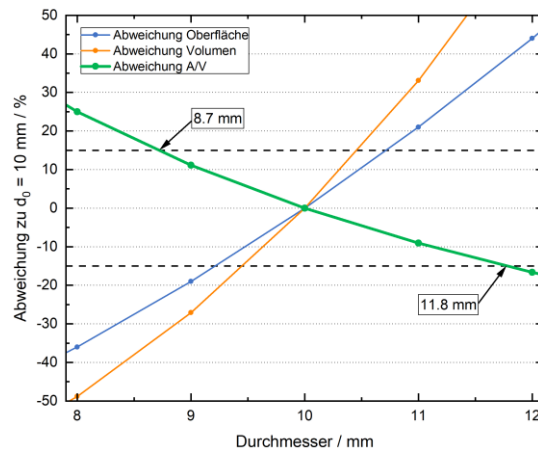


Abbildung 23: Ermittlung der weiteren Probendurchmesser durch Berechnung der Abweichung des A/V-Verhältnisses zu $d_0 = 10$ mm

Bei allen Durchmessern soll eine Prüfspannung von 70 MPa angelegt werden. Dazu wird die Belastungskraft bzw. das Belastungsgewicht nach Tabelle 5 angepasst.

Tabelle 5: Belastungskräfte bzw. Belastungsgewichte für die jeweiligen Probendurchmesser bei der Prüfspannung von 70 MPa

Durchmesser / mm	Spannung / MPa	Kraft / N	Gewicht / kg
8,7	70	4161	424
10,0	70	5498	560
11,8	70	7655	780

Ein weiterer Einflussparameter kann die Fertigung der Probe darstellen. Obwohl man innerhalb der Norm [9] bleibt, besteht die Möglichkeit die Probe zuerst auf Endmaß zu fertigen und anschließend Wärmehandeln oder wie meistens angewendet umgekehrt. Deswegen wird einerseits ein Großteil der Proben zuerst wärmebehandelt und dann maschinell auf Endmaß gefertigt (WBH-MF). Eine Kontrollreihe wird umgekehrt (MF-WBH) behandelt.

Der dritte untersuchte Einflussparameter, soll der Unterschied zwischen unterbrochenen (offline) und ununterbrochenen (online) Kriechexperiment sein. Je nachdem in welchem Kriechbereich sich die Probe befindet, könnte das „Tempering“ einen Einfluss auf die Mikrostruktur haben. Ohne externe Spannung, jedoch auf Prüftemperatur, erholt sich die Mikrostruktur, sprich Versetzungen können annihilieren.

Es ergibt sich eine Probenmatrix aus insgesamt 33 Proben (siehe Tabelle 6). Die Zahlen innerhalb der Matrix stellen jeweils die Probenbezeichnung dar. Die damit verbundene Position im Rohmaterial kann in Abbildung 25-rechts eingesehen werden.

Tabelle 6: Probenmatrix (P6-P1: Position im Ofen); mit * markierten Proben: fehlgeschlagen bzw. abgebrochen

WBH-MF	offline						online		
	P6	P5	P4	P3	P2	P1			
Ø 8,7 mm	16	22	24	27	29	33	8*	10	12
Ø 10,0 mm	7	19	23	36	37	38	2*	39	5*
Ø 11,8 mm	11*	13*	18	20*	21	34	1*	4	9*
MF-WBH									
Ø 10,0 mm	6	17	25	26	28	35			

Die jeweiligen Probenausführungen werden weiters farblich gekennzeichnet laut folgender Strategie:

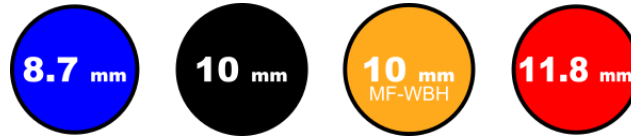


Abbildung 24: Kennzeichnungsfarben für die unterschiedlichen Probenstrategien

Diese Kennzeichnung der Probenausführung ist später für die Darstellung der erhaltenen Kriechdaten wichtig.

4.3.2 Probenauswahl und -vorbereitung

4.3.2.1 Material

Beim verwendeten Material handelt es sich um den 9%-Chrom Stahl P91 nach ASTM/ASME Grade 91. Das Rohmaterial in Form eines Schmiederohlings wurde von Voestalpine in Kapfenberg gefertigt (siehe Abbildung 25-links). Dieser Schmiederohling ist die Vorstufe für die anschließende Rohrfertigung. Die chemische Zusammensetzung (siehe Tabelle 3) wurde direkt bei der Herstellerfirma in Form von vier individuellen Einzel-Schmelzanalysen durchgeführt und der Mittelwert daraus ermittelt.

Die Proben wurden alle aus diesem Schmiederohling (siehe Abbildung 25-links) gefertigt. Die jeweilige Probenposition innerhalb des Rohlings ist in Abbildung 25-rechts dargestellt. Ob die Position der Entnahmestelle einen Einfluss die Kriechfestigkeit hat, wird in Abschnitt 6.2.1 diskutiert.

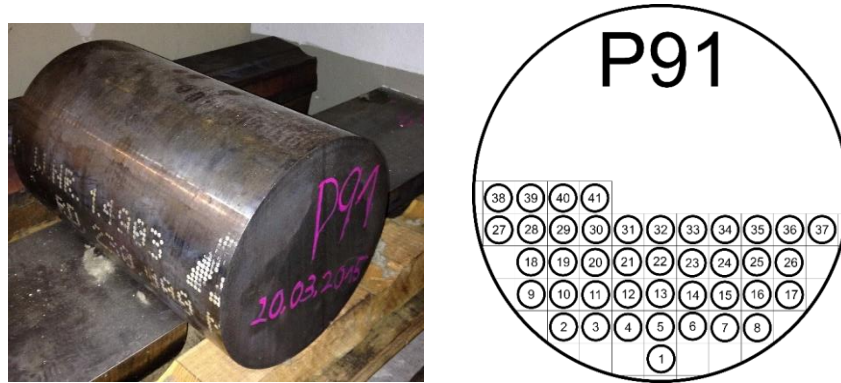


Abbildung 25: links) verwendeter Rohling aus P91-Stahl; rechts) Probenplan der gefertigten Proben

4.3.2.2 Probengeometrie

Die Probengeometrie für dieses Kriechexperiment ist in der Norm EN ISO 204 [9] vorgegeben. Da bei dieser Arbeit die Längenänderung von Interesse ist, wurde als Geometrie eine Probe mit kreisförmigem Querschnitt und Messschneiden gewählt (siehe Abbildung 26).

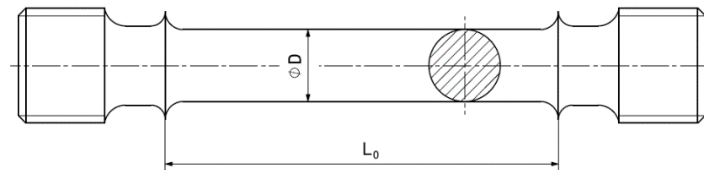


Abbildung 26: Kriechprobe mit kreisförmigem Querschnitt und Messschneiden

Die Proben wurden, wie der Rohling selbst, in Schmiederichtung gefertigt.

4.3.2.3 Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung (WBH) der Proben soll möglichst exakt mit der Praxis übereinstimmen. Hierfür wird die theoretische WBH, wie schon in Abschnitt 3.2.3 erwähnt, von „Vallourec“ und „voestalpine Böhler Welding“ [62] angewendet, welche in Abbildung 15 dargestellt ist.

Da es bei hohen Temperaturen durch den vorhandenen Sauerstoff zu einer Oxidation auf der Oberfläche kommen kann, soll während der WBH eine Schutzgasatmosphäre diesen Sachverhalt reduzieren bzw. verhindern.

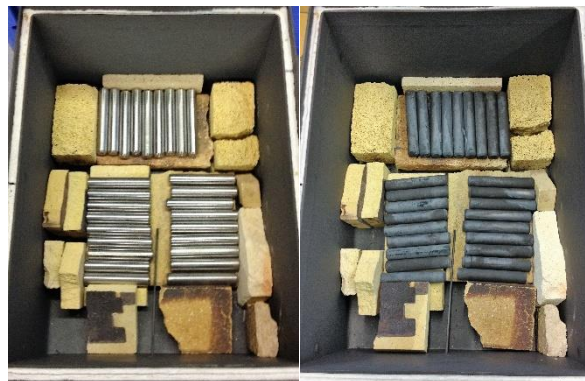


Abbildung 27: Anordnung der Probenrohlinge für die WBH in Argon-Atmosphäre. Links) vor der WBH; rechts) nach der WBH

Wie in Abbildung 27 ersichtlich ist, findet trotzdem eine Oxidation der Probenoberfläche statt. Auf die Proben, die anschließend auf Endmaß (WBH-MF) gedreht werden, hat dies keinen Einfluss. Auf die Proben, die schon mit der fertigen Probengeometrie (MF-WBH) wärmebehandelt wurden, kann dies einen möglichen Einfluss auf die Kriechfestigkeit haben.

Weiters soll auf die Abweichung zwischen Theorie und Praxis hingewiesen werden. Es ist in diesem Aufbau nicht möglich eine exakt gleiche WBH für alle Proben zu erzielen. Es gibt im Ofen leichte Temperaturunterschiede, da die Heizelemente jeweils seitlich sitzen (siehe Abbildung 28, links). Auch außerhalb des Ofens, beim Abkühlen, werden nicht die exakt selben Abkühlgeschwindigkeiten für alle Proben erreicht (siehe Abbildung 28-rechts).



Abbildung 28: Foto der erhitzten Wärmebehandlungskammer. Es soll auf mögliche Temperatur-Inhomogenitäten hingewiesen werden.

Aufgrund dieses Sachverhalts, gibt es im Vergleich zur Theorie, die Abweichung beim Aufheizen und Abkühlen der Kammer (siehe Abbildung 29-rechts). Auf die genaue Messung der WBH wird später in Abschnitt 5.3.1 eingegangen.

Gemessen wird die Temperatur mit einem Typ-K Thermoelement im Zentrum der Kammer (siehe Abbildung 29-links).

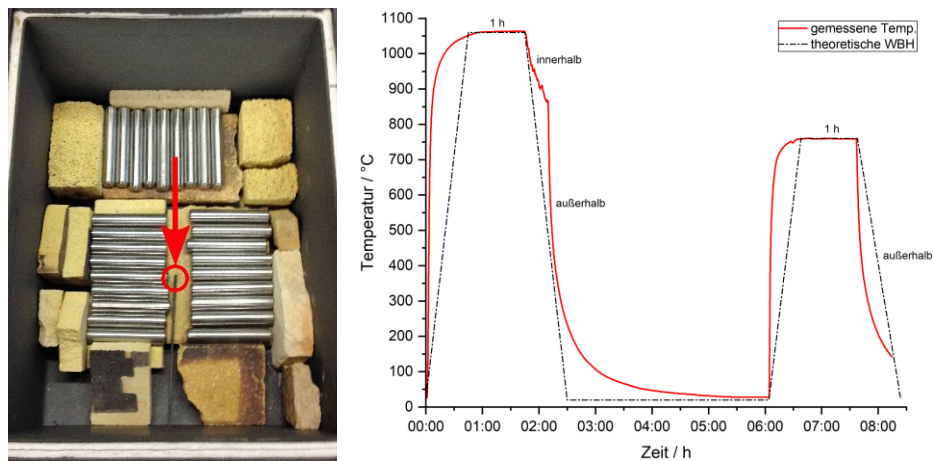


Abbildung 29: links: Position des Thermoelementfühlers; rechts) Vergleich der exemplarischen und gemessenen Verläufe der WBH Nr.2

Aufgrund der verschiedenen Fertigungsstrategien und auch nachträglicher Wärmebehandlungen zur Nachfertigung von Proben konnten erhebliche Unterschiede bei den Temperaturverläufen der Wärmebehandlungskammer beobachtet werden.

Dieser Sachverhalt und ob dies eine Auswirkung haben kann wird im späteren Abschnitt 6.2 diskutiert.

Ob bei der inversen Fertigungsstrategie (MF-WBH), die Probengeometrie nach der Wärmebehandlung noch innerhalb der Normtoleranzen liegt ($\pm 0,1$ mm [9]), wurde kontrolliert. Diese Kontrolle wurde mit Hilfe des Aufbaus, wie in Abbildung 30-links gezeigt, realisiert.

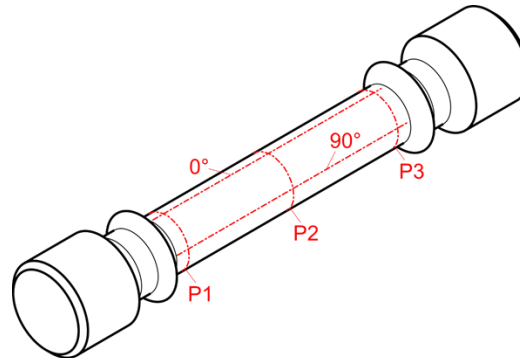
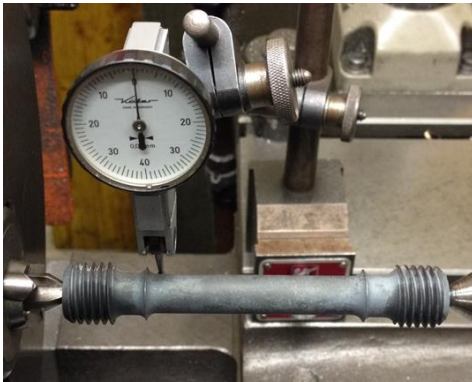


Abbildung 30: links) Messaufbau zur Überprüfung der Exzentrizität; rechts) Messverläufe um möglichen Verzug zu dokumentieren

Gemessen wird der Verzug in Radialrichtung (P1-P3) und in Längsrichtung (0° & 90°) wie in Abbildung 30-rechts gezeigt wird. An den Positionen P1-P3 wird die Probe rotiert und die maximale Abweichung dokumentiert. In Längsrichtung wird entlang der Probe gemessen, an den Kreuzungspunkten mit P1, P2 & P3 die Abweichung notiert und ein maximales Abweichungsdelta Δ der zwei Orientierungen dokumentiert. Die Ergebnisse werden anschließend in Abschnitt 5.3.2 gelistet. Lediglich Probe 35 ist außerhalb der Toleranzen. Diese wird trotzdem im Experiment geführt um einen möglichen Einfluss von Biegespannungen zu dokumentieren.

4.4 Weitere durchgeführte Untersuchungen

4.4.1 Mikrostrukturanalyse - Rasterelektronenmikroskop

Das verwendete Rasterelektronenmikroskop (REM) Mira 3-XM ist ein Feldemissions-REM der Firma Tescan®. Dieses REM ist mit einem AMETEK Octane Super EBSD-Detektor ausgestattet, mit dem die Messungen durchgeführt wurden.

Die Proben sind alle in Polyfast (el. leitfähig) von Struers eingebettet und durch Schleifen und Polieren präpariert. Der letzte wichtige Präparationsschritt ist Vibrationspolieren mit der ATM Saphier Vibro und dem Poliermittel Eposal $0,06\mu\text{m}$ für 3 h, um die Oberfläche spannungsfrei zu machen. Zusätzlich gewährleistet dieser Schritt, dass die Ausscheidungen, im Vergleich zur Matrix, erhoben sind.

4.4.1.1 SubkorngröBenauswertung

Um die Subkorngröße als Inputparameter für die Kriechsimulation zu ermitteln, wurden von den ausgewählten Proben EBSD-Aufnahmen gemacht und ausgewertet.

Alle Aufnahmen wurden mit einem Messfenster von $(70 \times 70) \mu\text{m}^2$ und in derselben Probenorientierung (in Belastungsrichtung) gemacht (siehe Abbildung 31). Die Schnittebene für die Untersuchung wurde so gewählt, dass die durch die Einschnürung hervorgehende Durchmesseränderung, keinen Einfluss auf die Prüfspannung von 70 MPa hat.

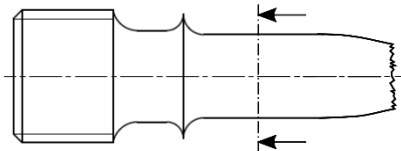


Abbildung 31: Schematische Darstellung einer Probenhälfte nach dem Bruch. Strichliert: Schnittebene für die Mikrostrukturuntersuchungen

Als Schrittweite wurde $0,05 \mu\text{m}$ gewählt, da dies ein Kompromiss zwischen Messgenauigkeit und Messzeit ist. Die Daten wurden softwareseitig noch aufgearbeitet (CleanUp), um eventuell gemessene Fehlinformationen zu eliminieren, ohne dabei korrekte Daten zu manipulieren bzw. neue Daten zu produzieren, welche das Ergebnis weiter verfälschen könnten.

Die Auswertungsmethode für die Korngröße d wird mit der Software „TSL OIM Data Analysis 8“ von AMATEK® durchgeführt. In Glg.(58) ist die Berechnungsmethode angeführt. Es wurde der durchschnittliche, äquivalente Durchmesser aus den Flächen A_n der Körner ausgewertet. Innerhalb der Software wird dieser mit Hilfe der Anzahl der Pixel vom n -ten Korn M_n und dem Geometriefaktor f_A , der abhängig vom Scangitter ist, ausgewertet.

$$\bar{d} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N d_n = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N 2 \sqrt{A_n/\pi} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N 2 \sqrt{f_A M_n/\pi} \quad (58)$$

Durch das Setzen der Grenzbedingungen wird entschieden, ob die Korngröße (15° - 65°) oder die Subkorngröße (1° - 15°) bestimmt wird. Zu beachten ist, dass für die Korngröße der Durchmesser \bar{d}_K und bei der Subkorngröße der Radius R_{sgb} angegeben wird, da diese Notation auch im Modell verwendet wird.

4.4.1.2 Berechnung Grenzflächenversetzungsdichte

Im Zuge der EBSD-Messungen konnte die Grenzflächenversetzungsdichte ρ_b berechnet werden. Dazu wird der Ansatz von Pešićka *et al.* [74] verwendet, der in der folgenden Gleichung (59) angeführt ist.

$$\rho_b = \frac{3 \cdot \langle \theta \rangle}{4 \cdot b} \cdot \frac{1}{R_{sgb}} \quad (59)$$

Dazu ist der mittlere Misorientierungswinkel $\langle \theta \rangle$ der Kleinwinkelkorngrenzen von 1.5°-15° notwendig, der aus den EBSD-Messungen mit Hilfe der Software bestimmt werden kann.

4.4.2 Messung Probenkontur

In einer Publikation von Lim *et al.* [70] wurde das erste Mal das Einschnürverhalten von P91 beobachtet und dokumentiert. In dieser Arbeit sollte dies für 650°C bei 70 MPa erneut und wesentlich genauer durchgeführt werden. Deshalb wurde bei jedem Datenpunkt der beim unterbrochenen Kriechexperiment erfasst wurde, zusätzlich ein Foto der Kontur gemacht (siehe Abbildung 32).

Bei dem verwendeten Aufbau wurde jeweils eine Hälfte der Kriechprobe über einer Lichtquelle aufgenommen, um anschließend die Kontur durch Auswertung der Grauwerte zu ermöglichen.

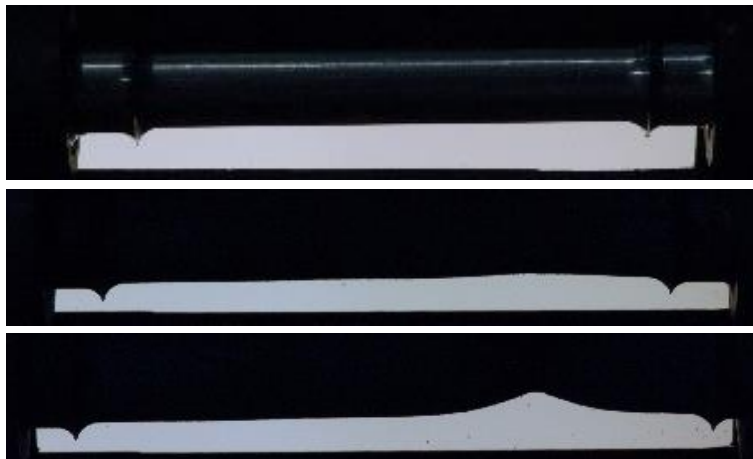


Abbildung 32: Aufnahme der Kontur der Kriechprobe 18 bei: 0 h (oben), 11821 h (mitte) und 11859 h (unten);

4.4.3 Messung Zunderschicht

Um herauszufinden ob das Oxidationsverhalten eventuell einen Einfluss auf die Kriechfestigkeit haben könnte, wurde bei ausgewählten Proben die Dicke der Zunderschicht d_z untersucht.

In Abbildung 33 wird der Randbereich der Probe 4 gezeigt. Was zu erkennen ist, ist der Aufbau der Oxidschicht und die Änderung des Gefüges nahe dem Rand.

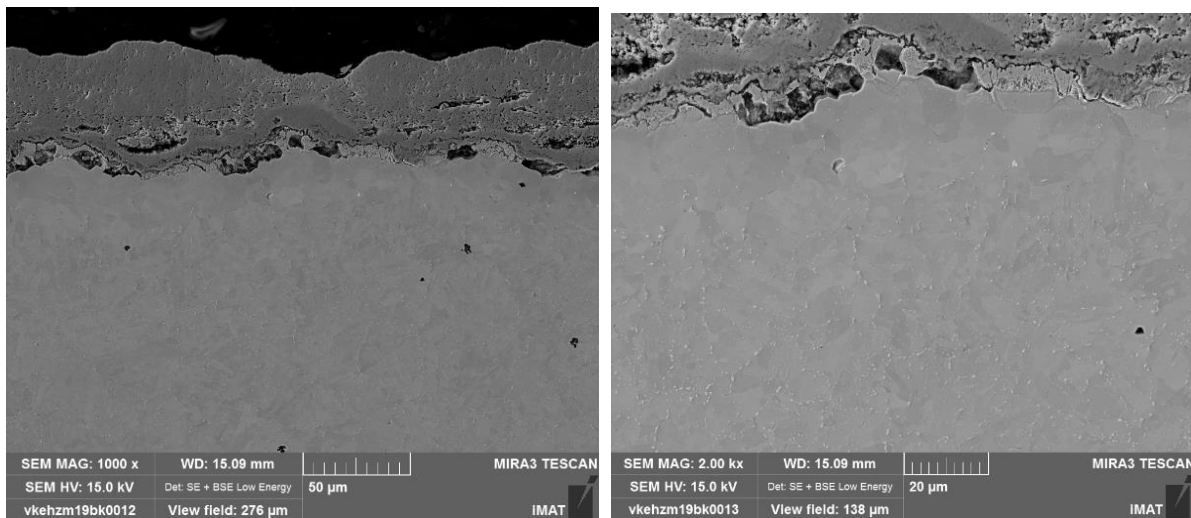


Abbildung 33: REM-Aufnahmen der Zunderschicht der Probe 4 nach 8740 h Laufzeit.

Auf den komplexen Aufbau der Zunderschicht wird in dieser Arbeit nicht eingegangen. Jedoch entspricht die Zunderschicht dem Oxidschichtaufbau von 9-12% Cr-Stählen, dass in der Publikation von Ennis [75] beschrieben und charakterisiert ist.

Die Schichtdicke der Proben wurde an drei Stellen (über den Umfang verteilt) gemessen. Im Bildausschnitt wurden jeweils mehr als 10 verschiedenen Stellen vermessen und daraus der Mittelwert gebildet. Die Ergebnisse sind in Abschnitt 5.3.4 angeführt und die zugehörigen Bildausschnitte können im Anhang 11.2 eingesehen werden. Die Schichten werden nicht gleichmäßig über den Umfang gebildet. Es war beobachtbar, dass sich Teile der Zunderschicht während der langen Belastungsdauer lösten.

5 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Kriechsimulation und die Messresultate des Kriechexperiments präsentiert.

5.1 Kriechsimulation

Die Resultate der Kriechsimulation fokussieren sich auf die Entwicklung der Kriechdehnung (Abschnitt 5.1.2) und weiters auf die Bruchzeiten über einen technisch relevanten Spannungsbereich (Abschnitt 5.1.4). Zusätzlich werden Entwicklungen der Mikrostruktur gezeigt, die mit Hilfe dieses Modells berechnet werden können (Abschnitt 5.1.3).

5.1.1 Simulation der Master-Kriechkurve - Inputparameter

Die Master-Kriechkurve (650°C & 70 MPa) wurde anhand der Kriechkurve des instrumentierten Kriechversuchs der Probe 4 angepasst. Die Inputparameter hierfür sind die Materialdaten aus der Literatur (siehe Tabelle 2), Ausscheidungsdaten aus der MatCalc-Simulation (siehe Abschnitt 3.2.6) und EBSD-Daten aus den Auswertungen der Startmikrostruktur (siehe Abschnitt 5.2.2).

Für die bestmögliche Übereinstimmung zwischen simulierter und gemessener Master-Kriechkurve, gemeinsam mit der Entwicklung der Mikrostruktur, müssen a_1 , β , A , D_{vp} , K_c und V_r optimiert werden. Der Verlauf des primären Kriechbereichs wird maßgeblich durch β beeinflusst, a_1 wirkt sich auf die „Steigung“ des sekundären Kriechbereichs aus und A steuert die Form des tertiären Bereichs.

Das gemessene, scheinbare Interaktionsvolumen aus der Literatur ($V_r=43 \cdot \Omega$ [59] bzw. $38-44 \cdot \Omega$ [60]) wurde als Ausgangswert für weitere Optimierungen herangezogen, da diese Daten aus Versuchen bei 625°C bzw. von anderen Materialien (P92) stammen. Durch die Holt-Konstante K_c kann das Vergrößerungsverhalten der Subkörner gesteuert werden. Diese muss einerseits so eingestellt werden, dass die Subkörner am Ende der Kriechbelastung bei 70 MPa nicht zu stark vergrößern und andererseits soll bei 110 MPa eine Subkornschrumpfung vermieden werden, was durch ein zu hohes K_c bewirkt wird.

In Tabelle 7 sind die finalen Parameter für die Master-Kriechkurve zusammengefasst.

Tabelle 7: Restliche Simulationsparameter für die Mater-Kriechkurve von P91 bei 70 MPa & 650°C

Parameter	Wert	Einheit
a_1	3,7	[m/s]
A	560	[-]
β	0,0375	[-]
D_{vp}	$4,75 \cdot 10^{-19}$	[m ² /s]
K_c	2,1	[-]
V_r	$35 \cdot \Omega$	[m ³]

5.1.2 Ergebnis der Master-Kriechkurve

Anhand der verfügbaren Kurve wird das Modell angepasst (siehe Abbildung 34-links). Der Fokus liegt dabei darauf, die Abweichungen zum Experiment möglichst klein zu halten. Der primäre Bereich wird exakt abgebildet und deckt sich mit der Messung. Zu Beginn des sekundären Bereichs unterschreitet die Kriechdehnrates (Dehnrates) der Simulation die des Experiments (siehe Abbildung 34-rechts). Die Simulation erreicht früher (nach ca. 900 h) ein Minimum als das Experiment (nach ca. 2000 h). Ab dem Zeitpunkt der minimalen Kriechrates, weißt die Simulation bis zum tertiären Bereich eine höhere Dehnrates auf. Im tertiären Bereich zeigt sich ein verzögertes Verhalten, in dem die Dehnrates zuerst niedriger und anschließend höher ist.

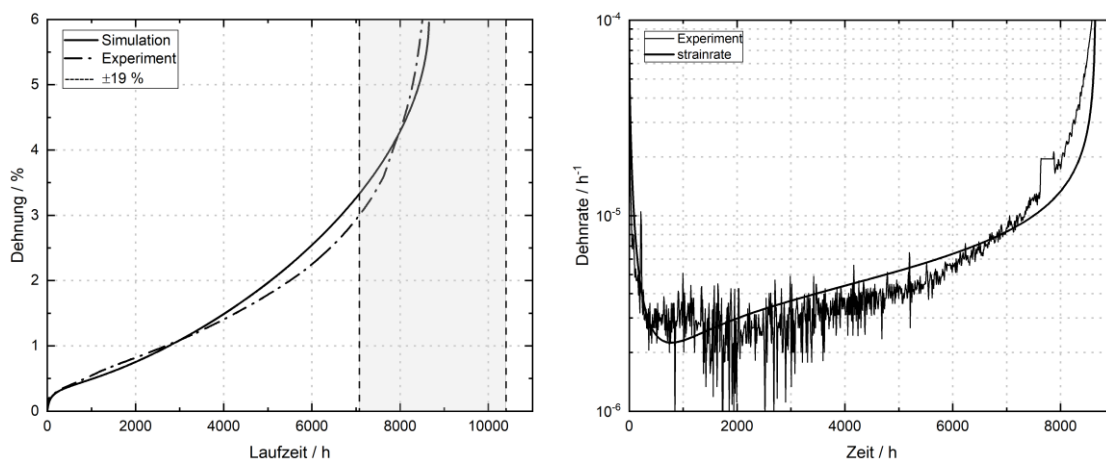


Abbildung 34: links) Ergebnis der simulierten Kriechkurve (durchgezogen) von P91 bei 70 MPa @650°C im Vergleich zum Experiment (strichliert); rechts) Kriechrates der simulierten Kurve verglichen mit dem Experiment

Nachdem die Simulation an das eine Experiment angepasst wurde, können auch alle weiteren Spannungen simuliert werden.

5.1.3 Entwicklung Mikrostruktur

Durch die „Mikrostruktur-basierte-Modellierung“ ist es möglich die Entwicklung verschiedener Mikrostrukturparameter zu visualisieren. Hier sollen der Verlauf der Versetzungsdichten, der Subkorngröße und der Gleit- bzw. Klettergeschwindigkeiten gezeigt werden.

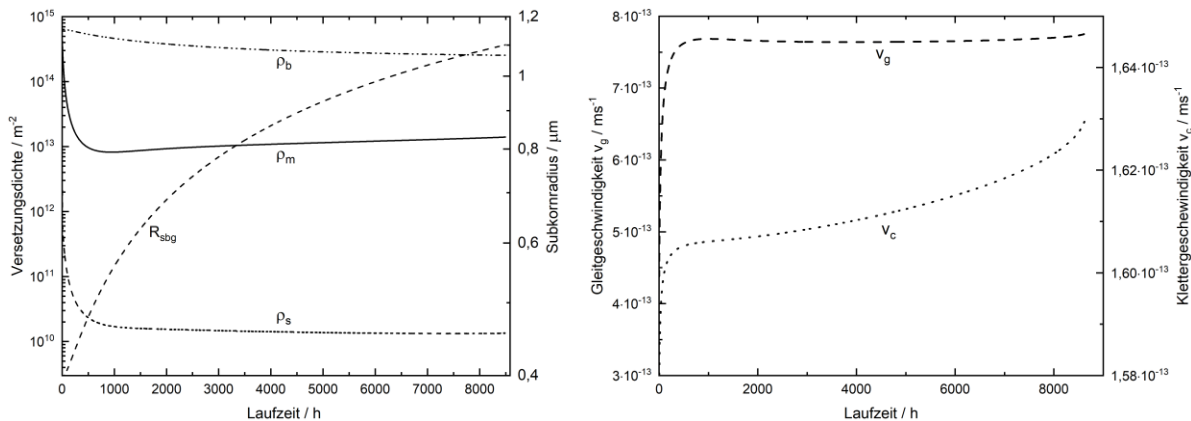


Abbildung 35: links) Entwicklung der Versetzungsdichten ρ_m , ρ_s & ρ_b und Vergrößerungsverlauf des Subkornradius; rechts) Verlauf der Gleit- und Klettergeschwindigkeit der Versetzungen

Abbildung 35-links zeigt einen stetigen Abfall der Grenzflächenversetzungsdichte ρ_b geschuldet der Subkornvergrößerung bis auf $2,5 \cdot 10^{14} m^{-2}$. Die mobilen Versetzungen annihilieren in den ersten 900 h auf ein Minimum von $8,2 \cdot 10^{12} m^{-2}$. Nach diesem Minimum erhöht sich die mobile Versetzungsdichte noch moderat auf $1,4 \cdot 10^{13} m^{-2}$ bis zum Ende der Lebensdauer. Die rapide Erholung von statischen Versetzungen von $4,5 \cdot 10^{13} m^{-2}$ runter auf $1,7 \cdot 10^{10} m^{-2}$ findet in den ersten 500 h statt. Anschließend nimmt diese nur mehr langsam auf $1,4 \cdot 10^{10} m^{-2}$ bis zum Bruch ab. Die Simulation zeigt eine Subkornvergrößerung von anfänglichen $0,4 \mu m$ auf einen Radius von $1,1 \mu m$ am Ende des Kriechens.

Die rechte Seite der Abbildung 35 stellt die Entwicklung der Gleit- und Klettergeschwindigkeit von Versetzungen dar. Die Gleitgeschwindigkeit v_g mit $7,8 \cdot 10^{-13} m/s$ und die Klettergeschwindigkeit v_c mit $1,6 \cdot 10^{-13} m/s$ haben ein Verhältnis von 5:1 zueinander, was die Gleitgeschwindigkeit zum dominierenden Effekt bei der effektiven Geschwindigkeit v_{eff} macht. Die Klettergeschwindigkeit v_c kann in einen Teil Gitterdiffusion v_{cl} und einen Teil Pipe-Diffusion v_{cp} unterteilt werden. Die Simulation zeigt, dass der Gitterdiffusionsanteil mit 81 % einen Großteil der Klettergeschwindigkeit ausmacht, im Gegensatz zum Pipe-Diffusionsanteil mit nur 19 %.

Somit kann mit Hilfe der Kriechsimulation ein Einblick in die Entwicklung der Mikrostruktur gewährt werden.

5.1.4 Erzeugung Zeitstanddaten und weitere Mikrostrukturentwicklung

Die auf 70 MPa ausgerichtete Simulation kann nun für einen großen Spannungsbereich (in diesem Fall von 50 -110 MPa) das Kriechverhalten ohne weitere Anpassungen weiterer Parameter berechnen (siehe Abbildung 36-links). Die Bruchzeiten der anderen Spannungen werden aus den simulierten Kriechkurven bei 6 % Dehnung entnommen, da der restliche Dehnungsverlauf nicht mehr im Bereich der Gleichmaßdehnung stattfindet und die restliche Zeit bis zum Bruch maximal 10 % beträgt. Dieser Aspekt wird im Abschnitt 6.1.4 diskutiert. Das Ergebnis wird im Zeitstandsdiagramm in Abbildung 36-rechts gezeigt.

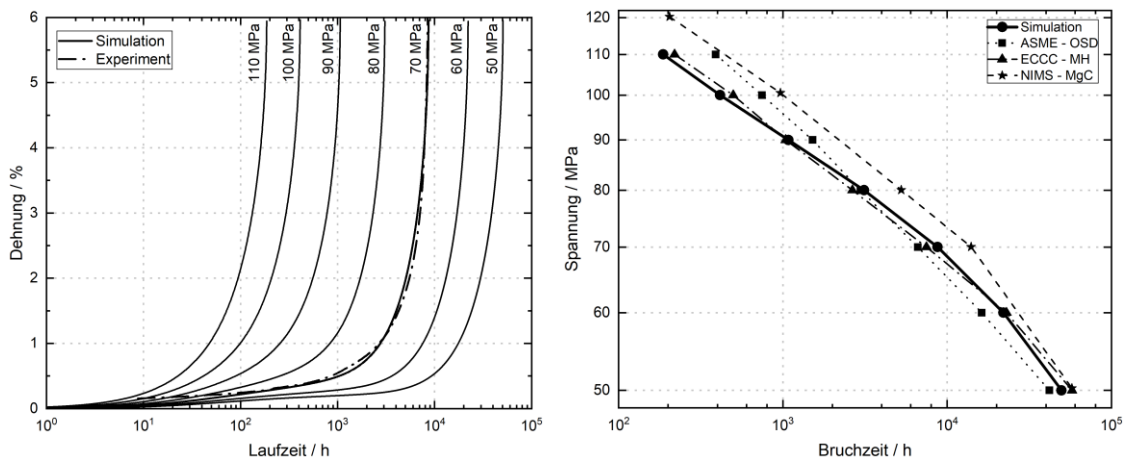


Abbildung 36: links) Simulierte Kriechkurven von 50-110 MPa (logarithmische Darstellung); rechts) Zeitstandsdiagramm von P91 bei 650°C. Vergleich der Simulation mit Literaturdaten [72], [76], [77]

Das Modell zeigt, nur durch Variation der Spannung, denselben Trend wie die Vergleichsdaten aus der Literatur [72], [76], [77].

Die zugehörigen, simulierten Mikrostrukturdaten bei verschiedenen Spannungen sind in der folgenden Tabelle 8 zusammengefasst. Die Entwicklung der mobilen Versetzungsdichte ist in Abbildung 37 dargestellt.

Tabelle 8: Zusammenfassung der Bruchzeiten und ausgewählter Mikrostrukturdaten der simulierten Spannungen

	Einheit	Start	50 MPa	60 MPa	70 MPa	80 MPa	90 MPa	100 MPa	110 MPa
t_R	h	-	50662	22128	8652	3071	1065	411	186
ρ_m	m^{-2}	$4,5 \cdot 10^{14}$	$2,0 \cdot 10^{12}$	$5,0 \cdot 10^{12}$	$1,4 \cdot 10^{13}$	$4,1 \cdot 10^{13}$	$1,1 \cdot 10^{14}$	$2,5 \cdot 10^{14}$	$4,8 \cdot 10^{14}$
ρ_b	m^{-2}	$4,5 \cdot 10^{13}$	$7,8 \cdot 10^8$	$3,1 \cdot 10^9$	$1,4 \cdot 10^{10}$	$5,9 \cdot 10^{10}$	$2,1 \cdot 10^{11}$	$5,6 \cdot 10^{11}$	$1,2 \cdot 10^{12}$
ρ_s	m^{-2}	$5,9 \cdot 10^{14}$	$9,5 \cdot 10^{13}$	$1,5 \cdot 10^{14}$	$2,5 \cdot 10^{14}$	$4,3 \cdot 10^{14}$	$6,8 \cdot 10^{14}$	$9,1 \cdot 10^{14}$	$1,1 \cdot 10^{15}$
R_{sbg}	μm	0,40	2,43	1,67	1,11	0,74	0,53	0,43	0,40

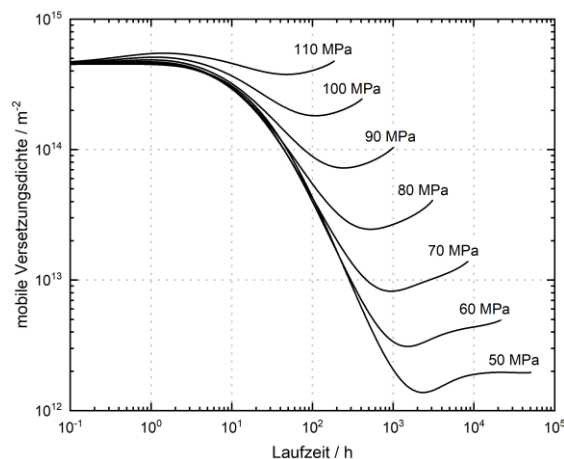


Abbildung 37: Entwicklung der mobilen Versetzungsdichte für die verschiedenen Spannungen von P91 bei 650°C

Es ist ersichtlich, dass die Annihilation von mobilen Versetzungen bei längeren Kriechzeiten, sprich niedrigeren Spannungen, ausgeprägter ist als bei höheren Spannungen. Im Bereich von 50-100 MPa dominiert die Annihilation die Produktion. Bei 110 MPa übersteigt die mobile Versetzungsdichte den Startwert, dort dreht sich das Verhältnis von Produktion und Annihilation um. Die Simulation zeigt auch, dass die statische Versetzungsdichte mit höheren Spannungen zunimmt. Allerdings übersteigen diese nie den Startwert. Bei der Grenzflächenversetzungsdichte zeigt sich, dass oberhalb von 87 MPa der Startwert am Ende der Kriechbelastung überschritten wird. Je niedriger die Spannung, desto ausgeprägter ist die Subkornvergrößerung, die im Falle von 50 MPa eine Vergrößerung auf 2,4 μm bewirkt.

5.1.5 Sensibilitätsanalyse

Wie empfindlich das Modell auf Änderungen der Eingangsparameter reagiert, soll in diesem Abschnitt evaluiert werden. Untersucht werden sollen drei Eingangsparameter der Mikrostruktur und fünf Modellparameter. Diese Auswahl bezieht sich darauf, dass es einerseits schwierig ist, die gewählten Mikrostrukturparameter präzise zu bestimmen und andererseits, dass für die Modellparameter keine oder nur ungenaue Literaturdaten vorhanden sind.

- Mikrostrukturparameter
 - Subkornradius R_{sbg}
 - Mobile Versetzungsdichte ρ_m
 - Grenzflächenversetzungsdichte ρ_b
- Modellparameter
 - Beta β
 - Holt-Konstante K_C
 - Pipe-Diffusionskoeffizient D_{vp}
 - Schädigungsparameter A
 - Gleitgeschwindigkeits-Fitparameter a_1

Variiert wird jeweils, ausgehend vom Startwert, nur ein Parameter in die positive und negative Richtung. Gezeigt wird die Änderung der Kriechkurve und die Auswirkungen auf die Bruchzeit.

5.1.5.1 Mobile Versetzungsdichte ρ_m

Die mobile Versetzungsdichte ρ_m ist ein fundamentaler Mikrostruktur-Eingangsparameter für die Simulation. Meist ist nur die Größenordnung der mobilen Versetzungsdichte messbar bzw. abschätzbar. Da das Modell im Vergleich zu anderen Parametern unempfindlich auf diesen Parameter reagiert, bleibt Variationsspielraum für welchen Wert aus Literatur bzw. Messung man sich entscheidet.

Tabelle 9: Variation des Inputparameters ρ_m und Ergebnis auf die Kriechsimulation

ρ_m / m^{-2}	Bruchzeit / h	Differenz / %
-50 %: $2,3 \cdot 10^{14}$	9082	+5
-25 %: $3,4 \cdot 10^{14}$	8852	+2
Startwert: $4,5 \cdot 10^{14}$	8652	-
+25 %: $5,6 \cdot 10^{14}$	8472	-2
+50 %: $6,8 \cdot 10^{14}$	8287	-4

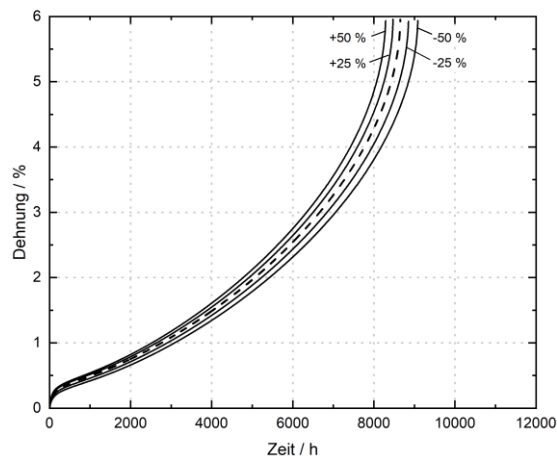


Abbildung 38: Ergebnis der Variation des Inputparameters ρ_m auf das Kriechdiagramm

5.1.5.2 Grenzflächen-Versetzungsdichte ρ_b

Im Gegensatz zur mobilen, hat die Grenzflächenversetzungsdichte, einen merklich größeren Einfluss auf den sekundären Kriechbereich. Definiert ist die Vergrößerungsrate in Glg.(34). Sie hat direkten Einfluss auf das Subkornvergrößerungsverhalten (Glg.(35)-(38)). Durch diesen Zusammenhang kann der Einfluss ähnlich wie bei R_{sbg} erklärt werden.

Tabelle 10: Variation des Inputparameters ρ_b und Ergebnis auf die Kriechsimulation

ρ_b / m^{-2}	Bruchzeit / h	Differenz / %
-20 %: $4,7 \cdot 10^{14}$	10651	+23
-10 %: $5,3 \cdot 10^{14}$	9553	+10
Startwert: $5,9 \cdot 10^{14}$	8652	-
+10 %: $6,5 \cdot 10^{14}$	7901	-9
+20 %: $7,1 \cdot 10^{14}$	7266	-16

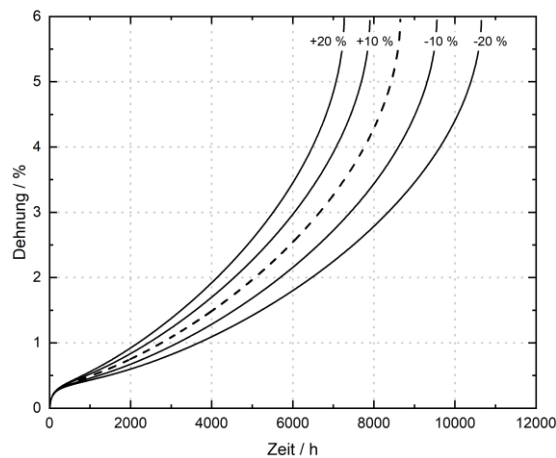


Abbildung 39: Ergebnis der Variation des Inputparameters ρ_b auf das Kriechdiagramm

5.1.5.3 Subkornradius R_{sbg}

Die Vergrößerung des Subkorns ist in Glg.(35) definiert und beeinflusst alle Entwicklungen der Versetzungsdichten (Glg.(31), (33) & (34)). Der Mikrostrukturparameter der Subkorngröße R_{sbg} ist ein direkt proportionaler Faktor für die mobile Versetzungsdichte (siehe Glg.(31)-Term b)) und hat einen verhältnismäßig hohen Einfluss auf die simulierte Kriechfestigkeit.

Tabelle 11: Variation des Inputparameters R_{sbg} und Ergebnis auf die Kriechsimulation

R_{sbg} / μm	Bruchzeit / h	Differenz / %
-20 %: 0,32	10815	+25
-10 %: 0,36	9645	+12
Startwert: 0,40	8652	-
+10 %: 0,44	7802	-10
+20 %: 0,48	7081	-18

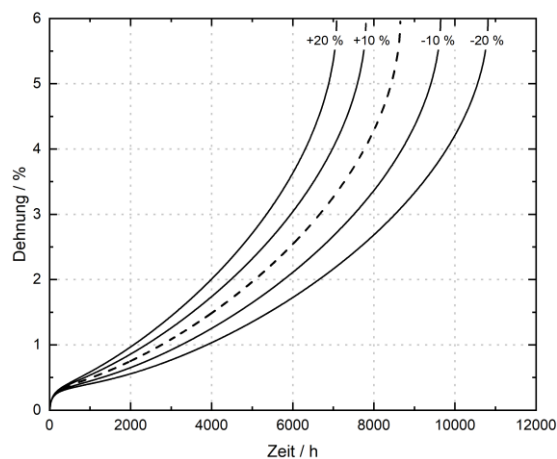


Abbildung 40: Ergebnis der Variation des Inputparameters R_{sbg} auf das Kriechdiagramm

5.1.5.4 Holt-Konstante K_C

In der Glg. (35) wirkt der Term h mit der Holt-Konstante der Nukleation von Subkörnern entgegen. Mit Hilfe dieser Konstante wird hauptsächlich das Vergrößerungsverhalten der Subkörner in der Simulation gesteuert. Dadurch hat dieser Parameter nur einen geringen, indirekten Einfluss auf die Kriechfestigkeit.

Tabelle 12: Variation des Inputparameters K_C und Ergebnis auf die Kriechsimulation

K_C	Bruchzeit / h	Differenz / %
-20 %: 1,7	8071	-7
-10 %: 1,9	9123	-3
Startwert: 2,1	8652	-
+10 %: 2,3	8910	+3
+20 %: 2,5	8368	+5

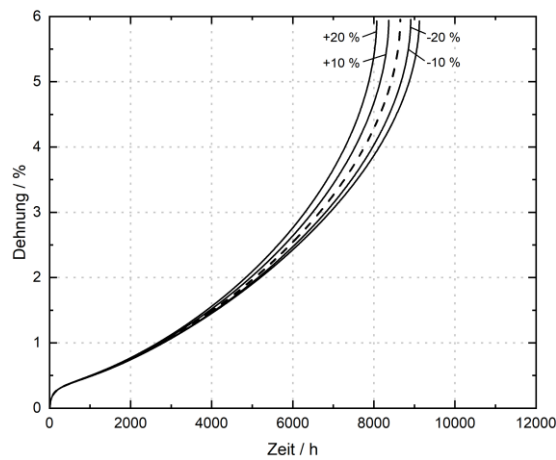


Abbildung 41: Ergebnis der Variation des Inputparameters K_C auf das Kriechdiagramm

5.1.5.5 Beta β

β , als Parameter für Versetzungsquellen, ist verantwortlich dafür, wieviele mobile Versetzungen gebildet werden (siehe Glg.(31)-Term b). Je mehr Versetzungen gebildet werden können, desto größer wird die mobile Versetzungsdichte und desto schneller kriecht die Probe, was eine geringere Kriechfestigkeit zur Folge hat.

Tabelle 13: Variation des Inputparameters β und Ergebnis auf die Kriechsimulation

β		Bruchzeit / h	Differenz / %
-20 %	0,0300	11288	+31
-10 %	0,0338	9786	+13
Startwert	0,0375	8652	-
10 %	0,0413	7724	-11
20 %	0,0450	6992	-19

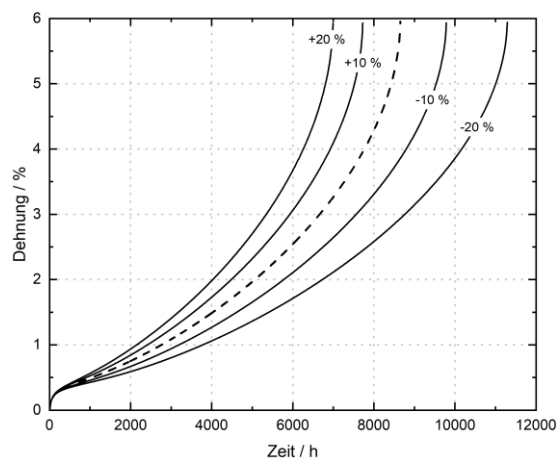


Abbildung 42: Ergebnis der Variation des Inputparameters β auf das Kriechdiagramm

5.1.5.6 Pipe-Diffusionskoeffizient D_{vp}

Der Pipe-Diffusionskoeffizient D_{vp} hat einen großen, indirekten Einfluss auf das Subkornvergrößerungsverhalten durch die Subkornmobilität in Glg.(39), sowie auf die effektive Versetzungsgeschwindigkeit durch v_{cp} (Glg.(47)). Dieser schwer zu messende Parameter kann also ausgehend von einer Abschätzung gut zur Anpassung der Simulation genutzt werden.

Tabelle 14: Variation des Inputparameters D_{vp} und Ergebnis auf die Kriechsimulation

$D_{vp} / \text{m}^2\text{s}^{-1}$	Bruchzeit / h	Differenz / %
-50 %: $2,4 \cdot 10^{-19}$	6202	-28
-25 %: $3,6 \cdot 10^{-19}$	7386	-15
Startwert: $4,8 \cdot 10^{-19}$	8652	-
+25 %: $5,9 \cdot 10^{-19}$	10058	16
+50 %: $7,1 \cdot 10^{-19}$	11667	+35

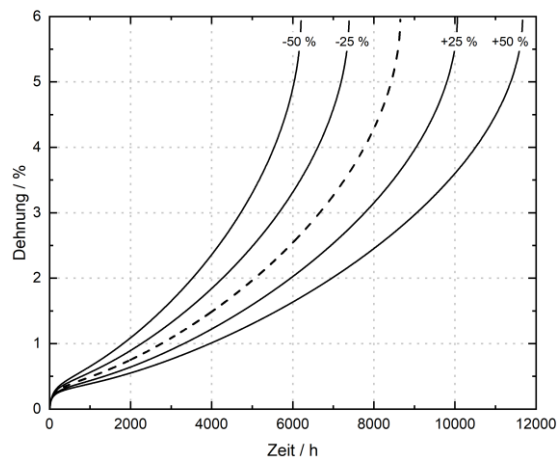


Abbildung 43: Ergebnis der Variation des Inputparameters D_{vp} auf das Kriechdiagramm

5.1.5.7 Gleitgeschwindigkeit-Fitparameter a_1

Dieser Parameter steuert die „Steigung“ des sekundären Kriechbereichs durch Einfluss auf die Versetzungsgleitgeschwindigkeit v_g . Neben A ist diese Variable der Hauptparameter zur Anpassung der Simulation an die experimentellen Daten. Durch den direkten Einfluss auf die Kriechdehnrate in Glg.(30), hat a_1 die ausgeprägteste Auswirkung auf die Kriechsimulation.

Tabelle 15: Variation des Inputparameters a_1 und Ergebnis auf die Kriechsimulation

a_1	Bruchzeit / h	Differenz / %
-20 %: 3,1	23337	+170
-10 %: 3,5	13974	+62
Startwert: 3,9	8652	-
+10 %: 4,3	5547	-36
+20 %: 4,7	3678	-58

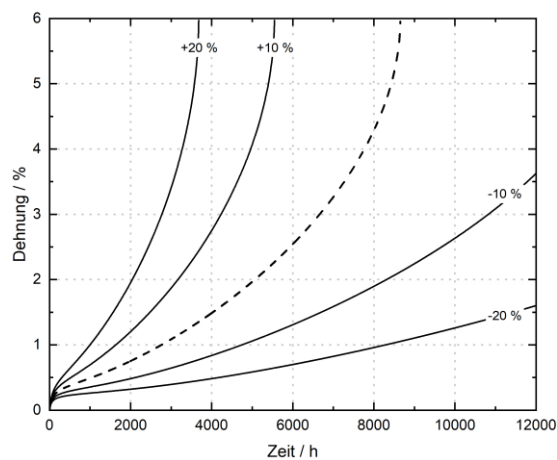


Abbildung 44: Ergebnis der Variation des Inputparameters a_1 auf das Kriechdiagramm

5.1.5.8 Schädigungsparameter A

Dieser Parameter dient zur phänomenologischen Adaptierung des Schädigungsverhaltens im tertiären Bereich und hat direkten Einfluss auf die Kriechdehnrate, die in Glg.(30) formuliert wurde. Dieser Parameter trägt maßgeblich zur Form des tertiären Bereichs bei.

Reduziert man die Schädigung vollständig (-100 %), ist der tertiäre Kriechbereich kaum ausgeprägt. Die restliche Erhöhung der Kriechrate im tertiären Bereich, erfolgt durch die höher werdende Spannung, die aus der Querkontraktion resultiert.

Bei Überschätzung der Schädigung ($A > 560$), erhöht sich die Steigung des tertiären Bereichs, jedoch errechnet die Simulation einen verfrühten Bruch durch Erreichen des Abbruchkriteriums $D_{cav} \geq 1$.

Tabelle 16: Variation des Inputparameters A und Ergebnis auf die Kriechsimulation

A	Bruchzeit / h	Differenz / %
-100 %: 0	11286	+30
-50 %: 280	10040	+16
Startwert: 560	8652	-
+50 %: 840	7523	-13
+100 %: 120	6785	-22

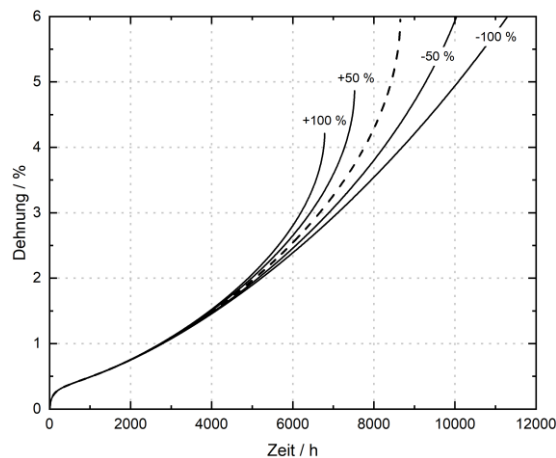


Abbildung 45: Ergebnis der Variation des Inputparameters A auf das Kriechdiagramm

5.2 Kriechexperiment

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse aus den Kriechexperimenten dargestellt und aufbereitet. Zusätzlich wird auf die Auswertung der Mikrostruktur und Kontur eingegangen.

5.2.1 Kriechkurven

Für die angelegte Prüfspannung von 70 MPa bei einer Temperatur von 650°C wird für dieses Material P91 eine Laufzeit von 10^4 h erwartet [72], [76], [77]. Laut der in der Norm angeführten Unsicherheitsanalyse, kann eine Abweichung von bis zu 38 % ($2\text{-}\sigma$) der Messergebnisse bei gleichen Bedingungen auftreten [9]. In Abbildung 46 wird links eine, auf die durchschnittliche Bruchzeit gemittelte Kriechkurve aller Experimente inklusive des erwarteten Streubereichs dargestellt. Im rechten Diagramm werden alle Messergebnisse darübergerlegt.

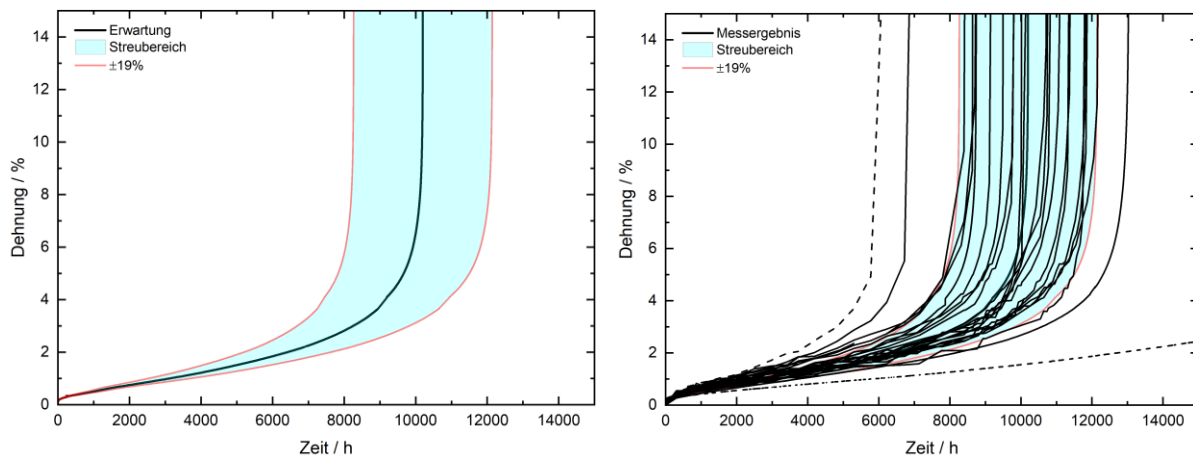


Abbildung 46: Links) gemittelte Kriechkurve für 650°C/70 MPa (aus allen durchgeführten regulären Versuchen) mit eingezeichnetem Streubereich; Rechts) Darstellung aller Messergebnisse (650°C/70 MPa) in einem Diagramm (punktierter Linie: irreguläre Ergebnisse)

Die Daten wurden weder aufbereitet, noch manipuliert. Es handelt sich immer um die Rohdaten, so wie sie gemessen wurden.

Da verschiedene Proben mit unterschiedlichen Geometrien bzw. Fertigungseigenschaften innerhalb der Toleranz verwendet wurden, werden alle Kurven in den Diagrammen mit den charakteristischen Farben (nach Abbildung 24) für den jeweiligen Typ versehen:

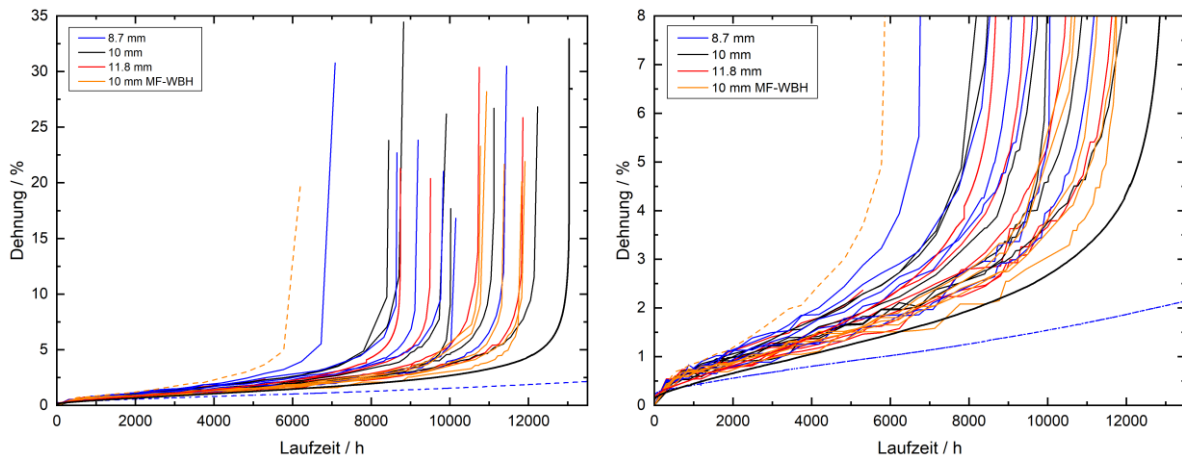


Abbildung 47: Überlagerte Darstellung aller Kriechexperimente bei 650°C/70 MPa (strichlierte Linie: irreguläres Ergebnis) links) Darstellung bis zur Bruchdehnung; rechts) Darstellung bis 8 % Dehnung

Der Fokus wird ab hier auf den Dehnungsbereich bis 8 % gelegt (siehe Abbildung 47-rechts), da spätestens ab dieser Grenze keine Gleichmaßdehnung mehr erfolgt. Bei der Modellierung wurde der Schwerpunkt nur auf die Dehnung bis 6 % gelegt.

Um herauszufinden ob sich tatsächlich ein Trend abzeichnet, werden die jeweiligen Typen gesondert hervorgehoben (siehe Abbildung 48):

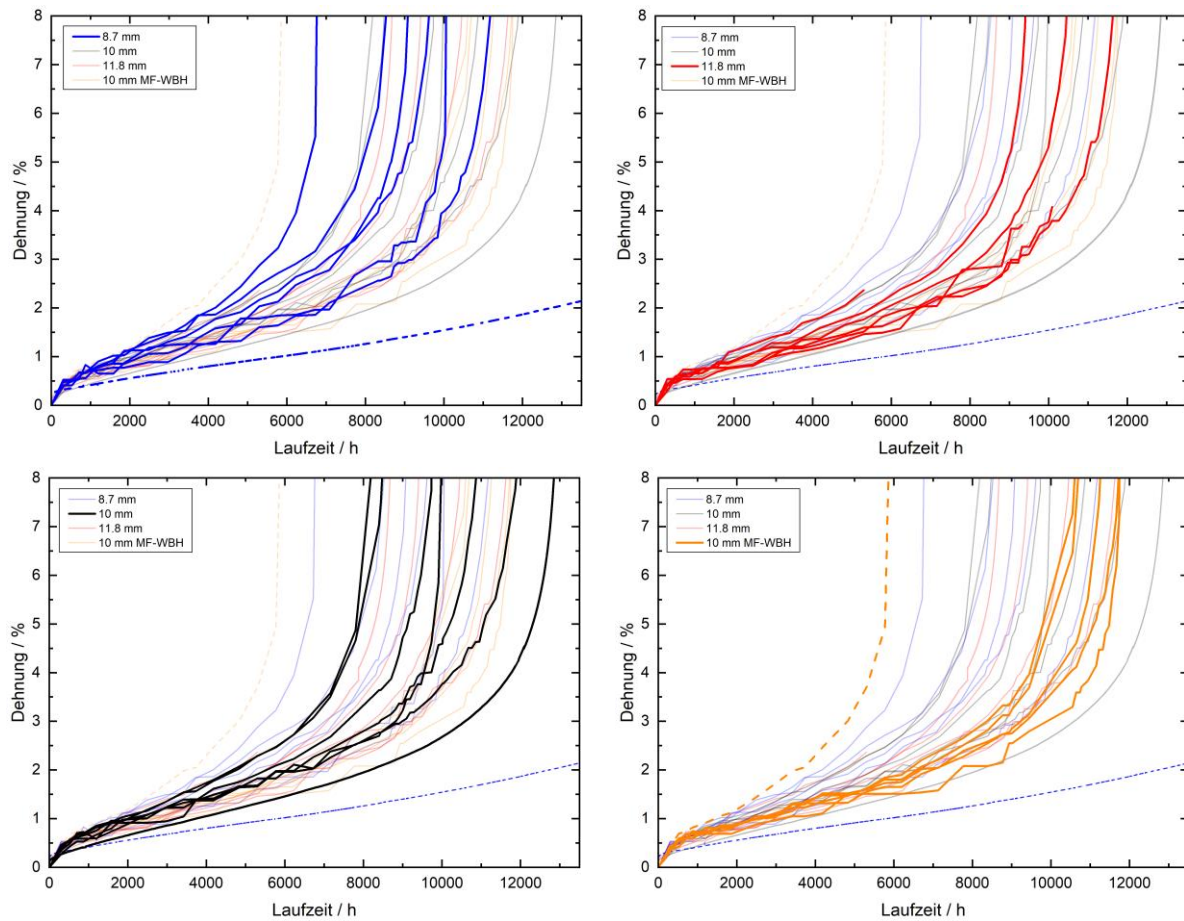


Abbildung 48: gesonderte Hervorhebung der jeweiligen Probenausführungen. l.o.) 8.7 mm Durchmesser; r.o.) 11.8 mm Durchmesser; l.u.) 10 mm Durchmesser; r.u.) 10 mm Durchmesser mit umgekehrter Fertigungsstrategie (MF-WBH)

Innerhalb der Durchmesservariation ist kein Trend erkennbar. Alle Kurven verlaufen stochastisch verteilt im Bereich des prognostizierten Streubereichs. Lediglich die orangenen Kurven, die der umgekehrten Fertigungsstrategie (MF-WBH) entsprechen, lassen eine höhere Kriechfestigkeit vermuten (siehe Abbildung 48-r.u.).

Um eventuelle Trends erkennen zu können, werden die Messergebnisse als Probendurchmesser vs. Bruchzeit und minimale Kriechrate vs. Bruchzeit dargestellt:

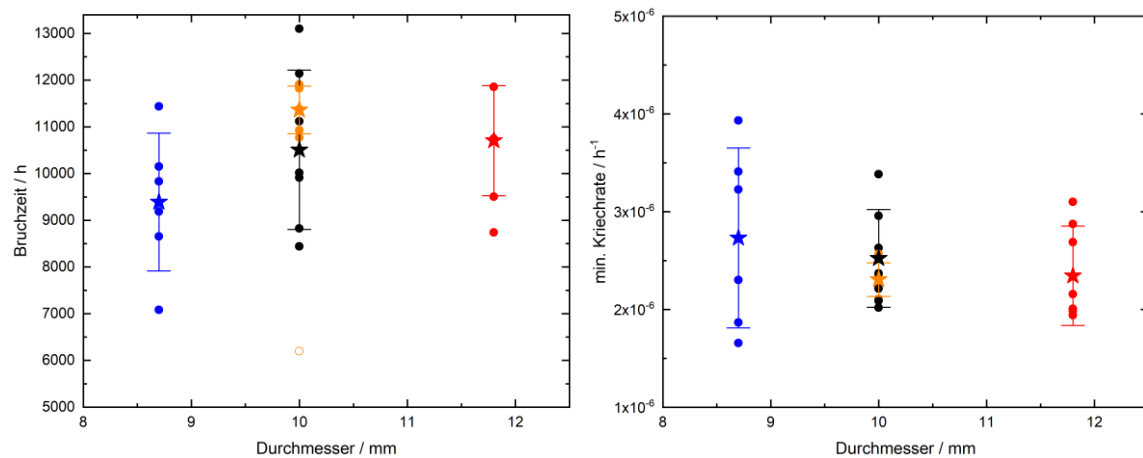


Abbildung 49: Zwei charakteristische Kriechkennwerte verglichen über die verschiedenen Probenausführungen (Stern: Mittelwert der regulären Ergebnissen; o: irreguläres Ergebnis). links) Bruchzeit vs. Durchmesser; rechts) minimale Kriechrate vs. Durchmesser

Wie schon in der vorherigen Darstellung gezeigt, ist kein signifikanter Unterschied zwischen den verschiedenen Durchmessern zu erkennen. Die Mittelwerte steigen zwar mit größerem Durchmesser leicht an, jedoch geschieht dies innerhalb des Streubereichs. Was jedoch erkennbar ist, ist dass die unterschiedliche Fertigungsstrategie (orange) eine merklich höhere Kriechfestigkeit aufweist.

Zur Abschätzung der minimalen Kriechrate wurde für alle Proben bzw. Messungen folgende Strategie angewendet:

1. Der Bereich um die minimale Kriechrate wird eingegrenzt
2. Dieser Bereich wird linear interpoliert
3. Die Steigung dieser Geraden entspricht der minimalen Kriechrate (siehe Abbildung 50)

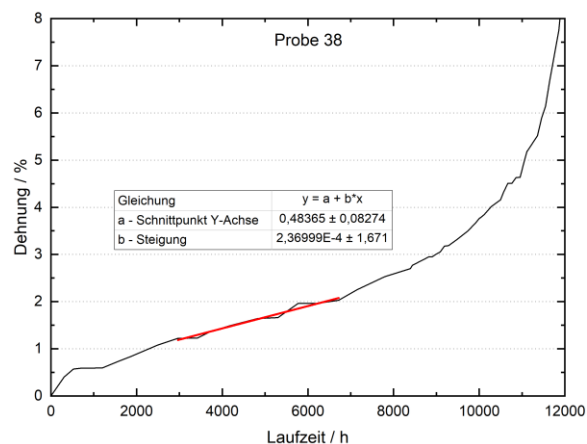


Abbildung 50: Methode zur Abschätzung der minimalen Kriechrate (hier %/h) aus den unterbrochenen Zeitstandversuchen.

Mit der Untersuchung der Probenposition im Ofen wurde ein weiterer möglicher Einflussfaktor auf das Kriechverhalten untersucht (siehe Abbildung 51).

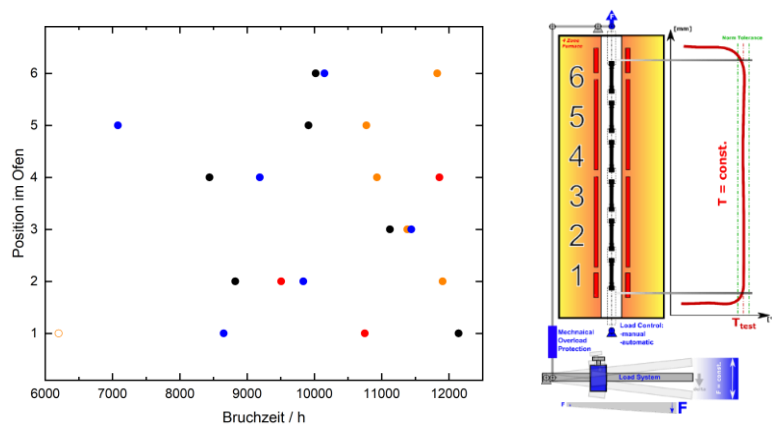


Abbildung 51: links) Darstellung der Bruchzeit anhand der Position im Ofen; rechts) Nummerierung der Probenpositionen

Da kein Zusammenhang zwischen der Position im Ofen und der Bruchzeit ersichtlich ist, wird festgestellt, dass der Einfluss der Position im Ofen nicht signifikant ist, da die notwendigen Toleranzen hinreichend genau sind.

Durch die Betrachtung der Bruchdehnung und der Brucheinschnürung, ist zu erkennen, dass keine Korrelation zur Bruchzeit oder Probengruppe existiert (siehe Abbildung 52).

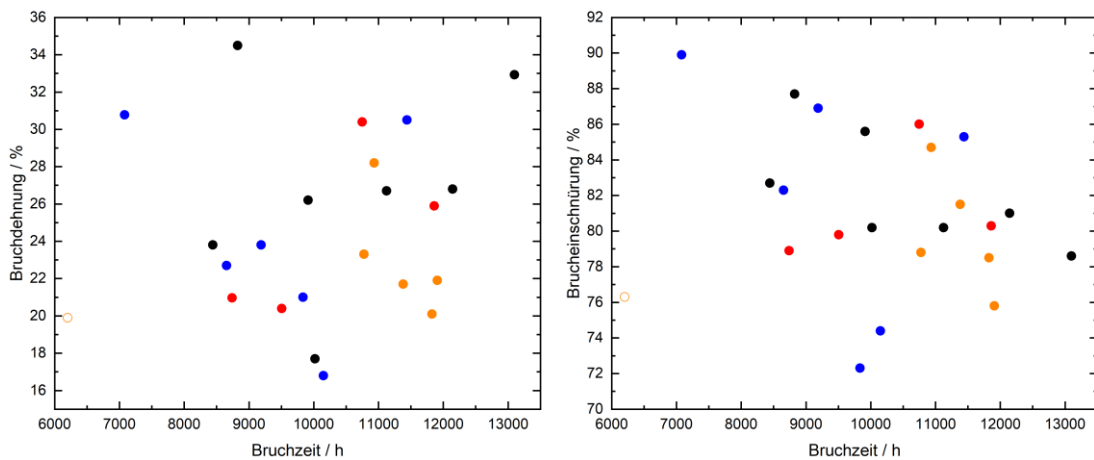


Abbildung 52: Visualisierung der Ergebnisse von Bruchdehnung (links) und der Brucheinschnürung (rechts)

Vergleicht man Bruchzeiten bzw. den Mittelwert aller regulären Bruchzeiten mit der Literatur [72], [76], [77], kann man erkennen, dass dieses Material innerhalb des Streubandes, der Daten selber Legierung unterschiedlicher renommierter Vereinigungen, liegt (Abbildung 53).

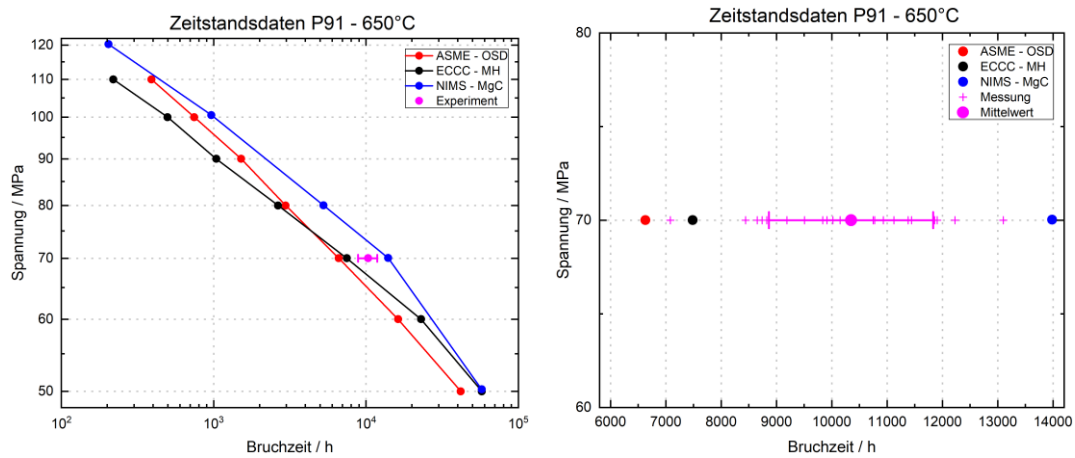


Abbildung 53: Vergleich Bruchzeiten mit anderen Zeitstandsdaten aus internationalen Publikationen [72], [76], [77]; links) Übersicht über einen großen Spannungsbereich; rechts) Detail bei 70 MPa

Alle soeben dargestellten Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle 17 zusammengefasst:

Tabelle 17: Messergebnisse des Kriechexperiments von P91 bei 70 MPa (mit * markierte Proben = abgebrochen oder irregulär)

Probe	Durchmesser / mm	Bruchzeit / h	$\dot{\epsilon}_{min} / \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$	A / %	Z / %	
4	on.	11,8	8740	2,7	21,0	78,9
6	off.	10,0	11826	2,1	20,1	78,5
7	off.	10,0	10019	2,6	17,7	80,2
8*	on.	8,7	-	1,1	-	-
11*	off.	11,8	-	2,0	-	-
13*	off.	11,8	-	3,1	-	-
16	off.	8,7	10150	2,3	16,8	74,4
17	off.	10,0	10774	2,6	23,3	78,8
18	off.	11,8	11859	1,9	25,9	80,3
19	off.	10,0	9913	2,1	26,2	85,6
20*	off.	11,8	-	2,2	-	-
21	off.	11,8	9507	2,9	20,4	79,8
22	off.	8,7	7080	3,4	30,8	89,9
23	off.	10,0	8442	3,0	23,8	82,7
24	off.	8,7	9189	1,7	23,8	86,9
25	off.	10,0	10932	2,4	28,2	84,7
26	off.	10,0	11381	2,2	21,7	81,5
27	off.	8,7	11440	1,9	30,5	85,3
28	off.	10,0	11907	2,3	21,9	75,8
29	off.	8,7	9835	3,2	21,0	72,3
33	off.	8,7	8653	3,9	22,7	82,3
34	off.	11,8	10749	2,0	30,4	86,0
35*	off.	10,0	6200	4,5	19,9	76,3
36	off.	10,0	11123	2,2	26,7	80,2
37	off.	10,0	8825	3,4	34,5	87,7
38	off.	10,0	12144	2,4	26,8	81,0
39	on.	10,0	13100	2,0	32,9	78,6

5.2.2 Mikrostrukturuntersuchungen: REM-EBSD

Für die Mikrostrukturuntersuchungen unter dem Rasterelektronenmikroskop wurden jeweils Proben von online- und offline-Experimenten ausgewählt. Die ausgewählten Proben sollen alle Bereiche des durchgeführten Experiments abdecken und sind in Tabelle 18 bzw. Tabelle 19 angeführt.

Es wurden die Proben 4, 8 und 39 vom online-Experiment ausgewählt, die alle drei Durchmesser abdecken und Proben 35 ($t_r=6200$ h), 34 ($t_r=10749$ h) und 27 ($t_r=11440$ h) vom offline-Experiment, die das Spektrum der unterschiedlichen Laufzeiten abbilden sollen. Um ein breites zeitliches Spektrum der Mikrostrukturentwicklung untersuchen zu können, wird Probe 35 in die REM-Untersuchung mit eingebunden.

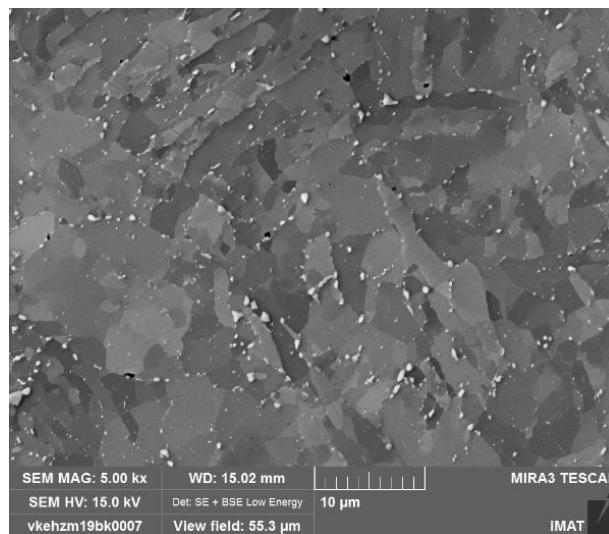


Abbildung 54: REM-Aufnahme von P91 nach 8740 h bei 650°C/70 MPa.

Abbildung 54 zeigt die typische Mikrostruktur von P91 bei einer Kriechbelastung: das Matrixgefüge in unterschiedlichen Kornorientierungen (Schattierungen), hellere, größere Ausscheidungen ($M_{23}C_6$ und Laves-Phase) an den Korn- und Subkorn Grenzen und kleine, fein verteilte Ausscheidungen (MX) an Grenzflächen und innerhalb der Körner. Die schwarzen Flecken entsprechen Poren, die während der Kriechbelastung entstehen.

Für den guten Kontrast sorgt die Kombination von Sekundärelektronen (SE)- und Rückstreuielektronen (BSE)-Bild im Verhältnis 50/50. Im SE-Modus bekommt man einen Topographiekontrast und bei den BSE-Bildern einen Materialkontrast mit zusätzlichem Channeling Kontrast, der unterschiedliche Kornorientierungen sichtbar macht.

Durch Vibrationspolieren sind die Ausscheidungen erhaben im Vergleich zur Matrix. So kann ein Eindruck über die Mikrostruktur gewonnen werden (siehe Abbildung 55).

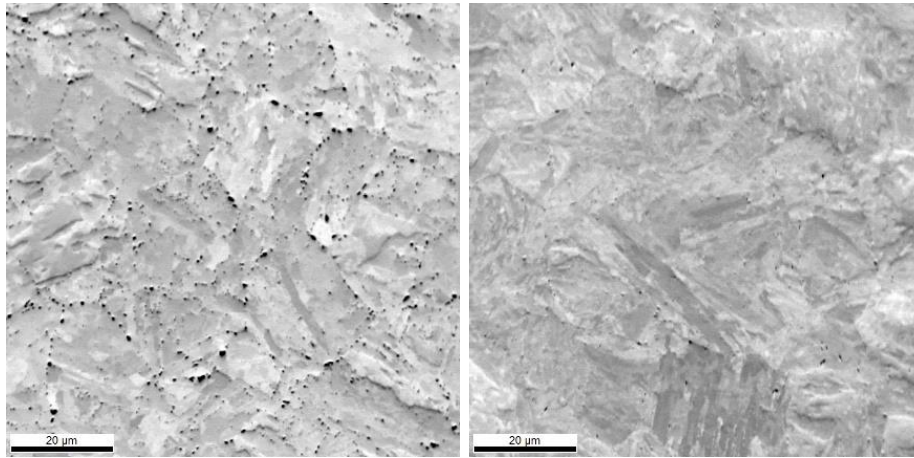


Abbildung 55: FSD-Detektor Bild von P91 nach 8740 h bei 650°C/70MPa; links) Schaftbereich (70 MPa); rechts) Kopfbereich (≈ 0 MPa)

Diese vorwärts gestreuten SE-Bilder (FSD) vermitteln einen guten Eindruck über die Entwicklung der Mikrostruktur beim Kriechen. Da die Probe im Winkel von 70° zum Detektor steht und keine Absaugspannung anliegt, werfen erhabene Ausscheidungen einen Schatten und vermitteln ein verstärktes Bild über die Ausscheidungsverteilung. Im Schaftbereich (Abbildung 55-links) sind mehr Ausscheidungen ersichtlicher als im Kopfbereich (Abbildung 55-rechts). Dieses Verhalten wird anschließend in Abschnitt 6.1.3 diskutiert.

5.2.2.1 Subkorngrößenauswertung

Um die Subkorngröße als Inputparameter für die Kriechsimulation zu ermitteln, wurden von den ausgewählten Proben EBSD-Aufnahmen gemacht und ausgewertet. (siehe Abbildung 56 und Abschnitt 11.1).

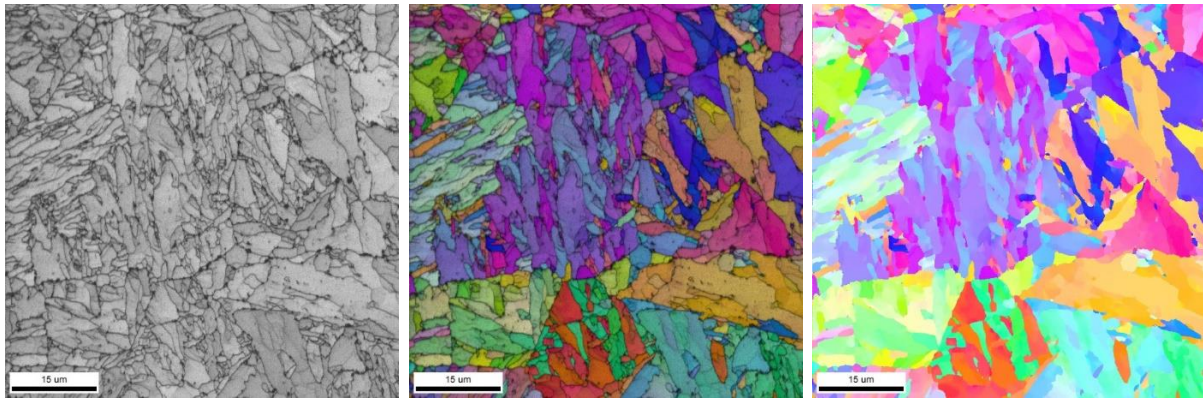


Abbildung 56: EBSD-Aufnahmen der Probe 27 im Schaftbereich nach 11440 h bei 650°C und 70 MPa (Messfenster (70x70) µm²)

In folgender Tabelle 18 sind die Ergebnisse der Auswertungen zusammengefasst:

Tabelle 18: Ergebnisse der Auswertungen des Korndurchmessers und der Subkornradien (K=Kopfbereich, S=Schaftbereich)

Probe		Laufzeit / h	$\overline{d_K} / \mu\text{m}$	$R_{sgb} / \mu\text{m}$	
WBH-A		0	2,20	0,40	
online	4	8740	K	2,10	0,47
			S	2,66	0,68
	39	13100	K	1,93	0,46
			S	2,55	0,58
	8	16390	K	1,97	0,44
			S	2,48	0,64
offline	35	6200	K	2,04	0,46
			S	2,84	0,66
	34	10749	K	2,19	0,48
			S	2,89	0,79
	27	11440	K	2,10	0,48
			S	2,56	0,76

Es handelt sich dabei um die Mittelwerte der jeweiligen Größenverteilungen.

Abbildung 57 zeigt eine Verteilung der Subkornradii der Probe 35 aus dem Schaftbereich. Dieser Sachverhalt gilt für alle Größenauswertungen.

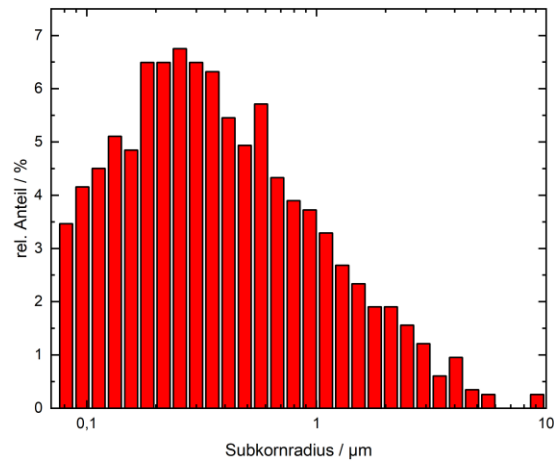


Abbildung 57: Subkorngrößenverteilung der Probe 35-Schaft nach 6200 h

In Abbildung 58 sind die Ergebnisse der Auswertungen dargestellt. Alle zugehörigen Messaufnahmen sind im Anhang 11.1 angeführt.

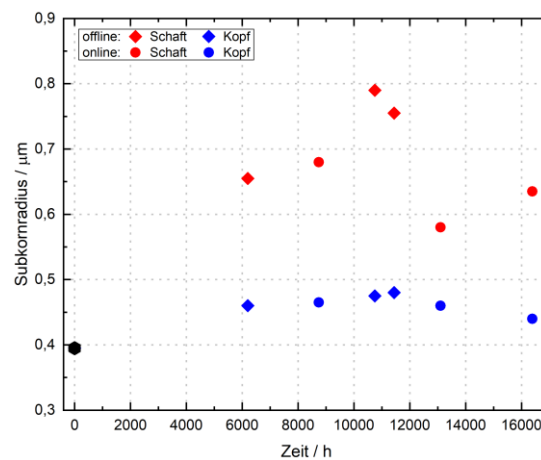


Abbildung 58: Ergebnisse der Auswertung des Subkornradius

Die Ergebnisse wurden in die verschiedenen Kategorien eingeteilt, um eventuelle Unterschiede ersichtlich zu machen. Der Schaftbereich, also der Bereich in dem die Prüfspannung vollständig anliegt, ist rot und der Kopfbereich ohne anliegende Spannung in blau, dargestellt. Proben, die offline untersucht wurden, sind durch eckige Datenpunkte und Messungen aus dem online-Experiment durch runde Datenpunkte gekennzeichnet. Es ist zu erkennen, dass die Subkornstruktur im Schaftbereich, wie erwartet, vergrößert (40-100 %) und im Kopfbereich kaum Vergrößerung stattfindet, was auch schon in [78] beobachtet und dokumentiert wurde.

Bei der angewandten Auswertungsmethode handelt es sich um eine Standardmethode der Software. Da vermutlich trotz gut überlegter Grenzbedingungen auch Fehlinformationen verarbeitet wurden, sind die Ergebnisse primär als Relativwerte zueinander zu betrachten, da für alle dieselbe Auswertungsmethode usw. angewandt wurde.

5.2.2.2 Grenzflächenversetzungsdichte

Die gemessenen Misorientierungswinkel und die berechneten Grenzflächenversetzungsdichten sind in der folgenden Tabelle 19 angeführt. Das Ergebnis der Grenzflächenversetzungsdichten-auswertung ist in Abbildung 59 dargestellt.

Tabelle 19: Ergebnisse der Auswertung für die Grenzflächenversetzungsdichte

Probe		Laufzeit / h	$\langle \theta \rangle / ^\circ$	$R_{sqb} / \mu\text{m}$	$\rho_b / \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$	
WBH-A		0	4,2	0,40	5,8	
online	4	8740	K	3,8	0,47	4,3
			S	4,2	0,68	3,3
	39	13100	K	3,8	0,46	4,4
			S	4,1	0,58	3,7
	8	16390	K	3,9	0,44	4,7
			S	4,6	0,64	3,8
offline	35	6200	K	3,7	0,46	4,2
			S	4,7	0,66	3,8
	34	10749	K	3,8	0,48	4,2
			S	3,9	0,79	2,6
	27	11440	K	4,3	0,48	4,8
			S	5,0	0,76	3,5

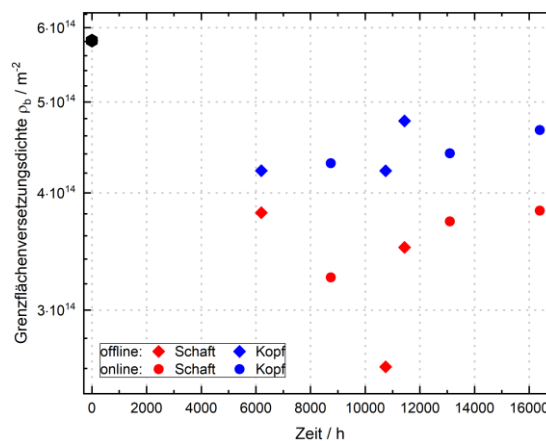


Abbildung 59: Entwicklung der Grenzflächenversetzungsdichte ρ_b

Aufgrund der großen Streuung bei der Bestimmung der Subkorngröße und des Misorientierungswinkels, zeigt sich dieser Aspekt auch bei der Berechnung von ρ_b . Die Tendenz der abnehmenden Grenzflächenversetzungsdichte im Laufe der Kriechbelastung ist erkennbar.

5.3 Weitere Ergebnisse

5.3.1 Temperaturmessung Wärmebehandlung

Bei der WBH wurde die Temperatur im Zentrum der Kammer laufend mitgemessen. Die Ergebnisse der Messungen sind in Abbildung 60 überlagert und farblich gekennzeichnet dargestellt.

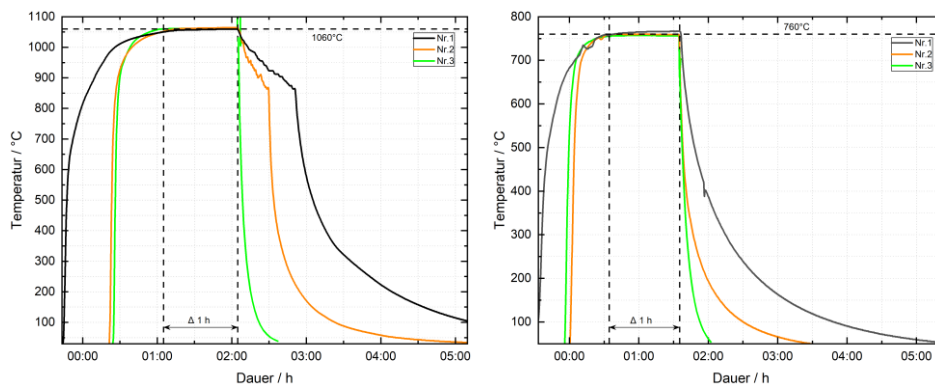


Abbildung 60: Temperaturverläufe der durchgeführten Wärmebehandlungen; Links) Austenitisieren bei 1060°C; Rechts) Tempern bei 760°C

Betrachtet man die unterschiedlichen Temperaturaufzeichnungen der Wärmebehandlungskammer, ist ersichtlich, dass Unterschiede bestehen. Die WBH Nr.1 wurde für den Großteil der Proben (27 Stück), die den normalen Fertigungsverlauf darstellen, verwendet. Diese Proben kühlten im Vergleich am langsamsten ab. Für die Proben mit der inversen Fertigungsstrategie MF-WBH war eine erneute WBH notwendig, da diese nicht zur selben Zeit behandelt werden konnten. Diese WBH Nr.2 wies eine höhere Abkühlgeschwindigkeit auf. Die so gefertigten Proben wiesen, wie schon in Abschnitt 5.2.1 gezeigt, eine signifikante höhere Kriechfestigkeit auf.

Eine Probe musste für den Einzelprobenofen erneut von einem anderen Mitarbeiter wärmebehandelt werden (WBH-Nr.3). Diese Probe 39 (grün dargestellt) wurde nach Ablauf der 1 h Haltezeit direkt aus der Kammer genommen, einzeln an Luft abgekühlt und hat somit die höchste Abkühlgeschwindigkeit.

Ob dieser Sachverhalt einen Einfluss auf die Kriechfestigkeit haben könnte wird in Abschnitt 6.2 diskutiert.

5.3.2 Messung Exzentrizität

Die Ergebnisse der Exzentrizitätsmessungen (Abschnitt 4.3.2.3) sind in Tabelle 20 gezeigt. Lediglich die Probe 35 ist außerhalb der Toleranzen (Rot markiert).

Tabelle 20: Ergebnisse der Exzentrizitätsmessungen (Einheit in 10^{-2} mm)

Probe	radial			Längsrichtung (P1/P2/P3)		
	P1	P2	P3	0°	90°	Δ
6	3	5	5	0/-1/-2	0/-1/-2	2
17	1	4	3	0/1/0	0/1/0	1
25	7	9	6	0/-1/0	0/-1/-2	2
26	2	4	5	0/1/-1	0/-1/-2	2
28	3	5	5	0/1/0	0/-1/-3	3
35	11	12	10	0/2/-1	0/0/-1	3
3	2	2	2	0/0/0	0/0/-1	1

5.3.3 Probenkontur

Mit dieser Methode soll die Geometrie der Probe im Verlauf des Kriechens ausgewertet werden. Speziell im tertiären Bereich kann ein Eindruck über das Einschnürverhalten gewonnen werden.

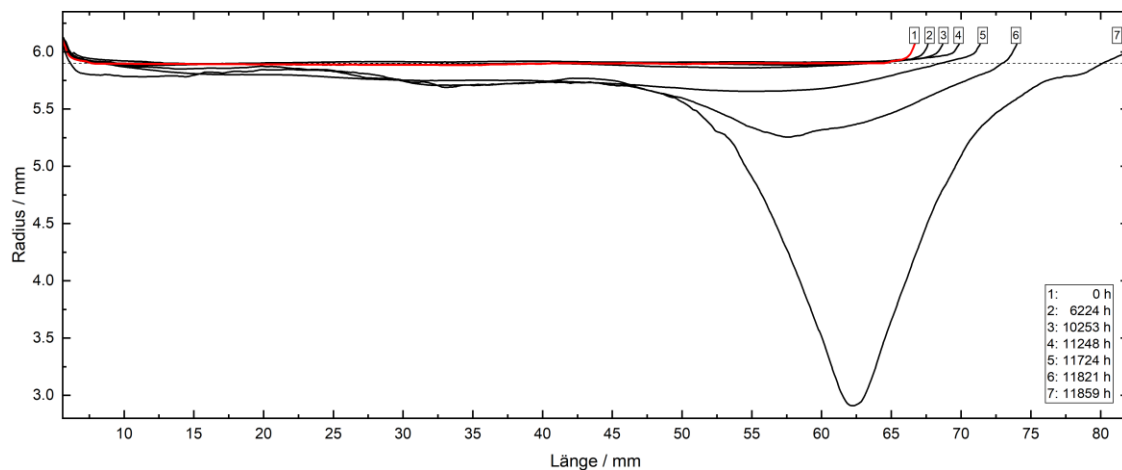


Abbildung 61: Ausgewertete Kontur der Kriechprobe 18 bei verschiedenen Laufzeiten (rot: Ausgangskontur bei 0 h, strichliert: Ausgangsradius 5.9 mm)

In Abbildung 61 ist der zeitliche Verlauf der Längenänderung und der Konturänderung einer Probenhälfte dargestellt. In dieser Darstellung lässt sich gut erkennen, dass sich bis zum

Zeitpunkt bei 11248 h, kaum eine Querkontraktion beobachten lässt. Erst ab 11724 h ist eine Querkontraktion und gegen Ende hin eine Einschnürung, zu erkennen. Die Längenänderung von ≈ 17 mm entspricht der Bruchdehnung von 26 % (siehe Tabelle 17)

Ein Problem, das sich bei dem verwendeten Messaufbau ergab, ist, dass nicht auf die Rotation der Probe bei der Messung geachtet wurde. Somit wurden durch Abweichungen der Rotationssymmetrie verfälschte Messwerte der Kontur mitgemessen. Dieser Sachverhalt führte dazu, dass die Kontur nicht weiter ausgewertet werden konnte.

5.3.4 Zunderschicht

Die Ergebnisse aus der Auswertung der Zunderschicht werden in Tabelle 21 zusammengefasst und in Abbildung 62 dargestellt.

Tabelle 21: Ergebnisse der Schichtdickenauswertung

Probe	Laufzeit / h	d_Z / μm	rel. Dicke / %
online	4	8740	41,7
	39	13100	45,8
	8	16390	41,7
offline	35	6200	47,3
	34	10749	73,7
	27	11440	81,7

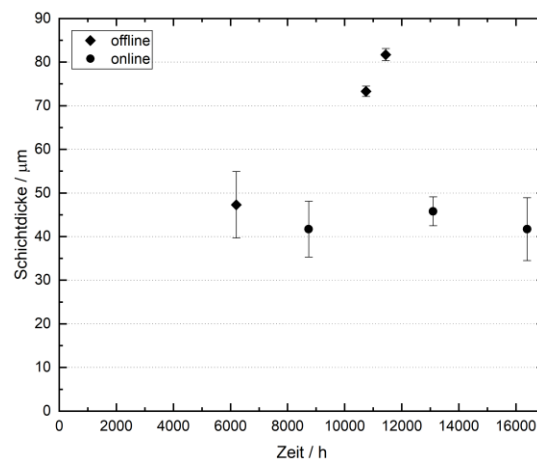


Abbildung 62: Dicke der Zunderschicht nach verschiedenen Laufzeiten

Die Entwicklung der Zunderschicht variiert zwischen online und offline Experiment. Laut Messung erreicht die Zunderschicht der Proben aus dem unterbrochenen Experiment eine

signifikant höhere Schichtdicke als die Proben aus dem online Experiment. Da jedoch der Anteil der Zunderschicht im Promillebereich (relativ zum Probendurchmesser) liegt und auch keine besonderen Auffälligkeiten beobachtet werden konnten, wird angenommen, dass die Zunderschicht keinen signifikanten Einfluss auf das Kriechverhalten in diesem Zeitbereich hat.

5.3.5 Ausgangszustand Mikrostruktur

Um zu kontrollieren, ob durch die Wärmebehandlung eine homogene Ausgangsmikrostruktur erzeugt werden konnte, wurden Proben aus dem Ausgangsmaterial systematisch entnommen und im REM mittels EBSD untersucht.

Auf der linken Seite von Abbildung 63 sind schematisch die Probenentnahmestellen abgebildet. Diese wurden aus dem runden Rohling herausgeschnitten und anschließend für die Untersuchung weiter präpariert. Acht Proben wurden im Anlieferungszustand (nach der Fertigung des Rohlings und vor der Weiterverarbeitung zu Rohren) belassen und acht weitere Proben wurden mit den anderen Kriechproben wärmebehandelt. Die Probenpositionen wurden so gewählt, dass diese einen eventuellen Unterschied über den Querschnitt aufzeigen können. Jede Probenposition wurde in Normal- und in Querrichtung untersucht, wobei die Normalrichtung die allgemeine Untersuchungsorientierung in dieser Arbeit ist.

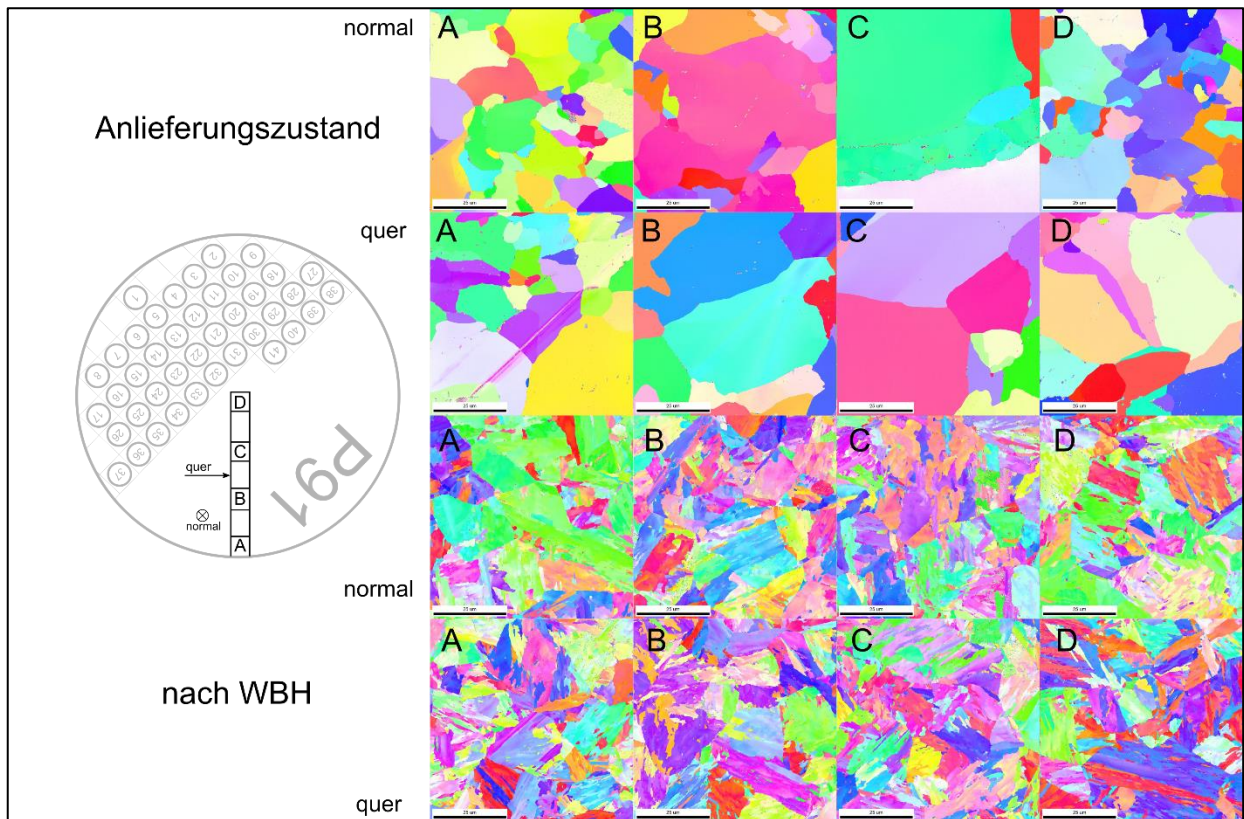


Abbildung 63: Links: Schematischer Probenentnahmeplan; Rechts: Gegenüberstellung der Mikrostruktur vor (Anlieferungszustand) und nach der Wärmebehandlung

In Abbildung 63 kann gezeigt werden, dass nach dem Schmieden und vor der WBH ein inhomogener Eindruck der Mikrostruktur gegeben ist. Nach der WBH kann, über den gesamten Querschnitt, die Mikrostruktur eines martensitischen Gefüges beobachtet werden.

5.3.6 Fehlmessungen

Innerhalb der Versuchsreihe traten auch Fehlmessungen auf und werden in diesem Abschnitt gezeigt. Die jeweiligen Daten des Fehlexperiments werden als dicke strichlierte Linie im Vergleich zu den regulären Messungen gezeigt.

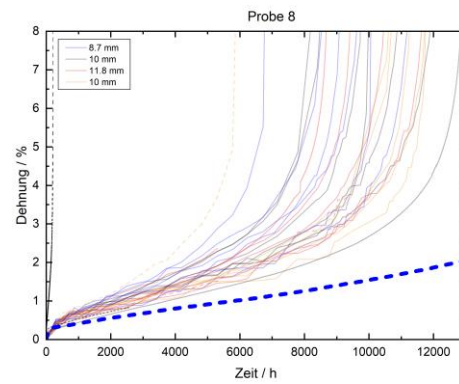


Abbildung 64: Kriechkurve der Probe 8 (online)

Bei der Probe 8 (siehe Abbildung 64) tritt, im Vergleich zu den restlichen Proben, eine höhere Kriechfestigkeit auf.

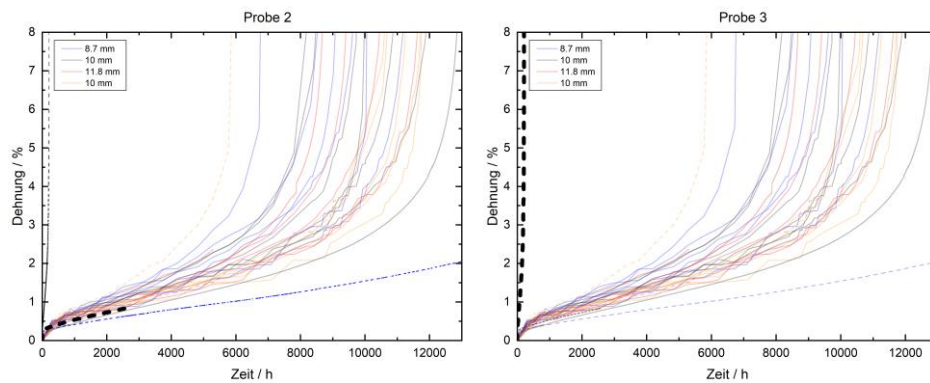


Abbildung 65: Kriechdiagramm im Einzelprobenofen 3. Links) verfrühter Bruch der Probe 2 während des Experiments; rechts) stark beschleunigtes Kriechverhalten der Probe 3

Bei dem Versuch im Einzelprobenofen mit dem Durchmesser 10 mm, trat zuerst ein verfrühter Bruch im sekundären Bereich auf (siehe Abbildung 65 -links) und bei der anschließend geprüften Probe trat ein stark beschleunigtes Kriechverhalten auf (siehe Abbildung 65 -rechts).

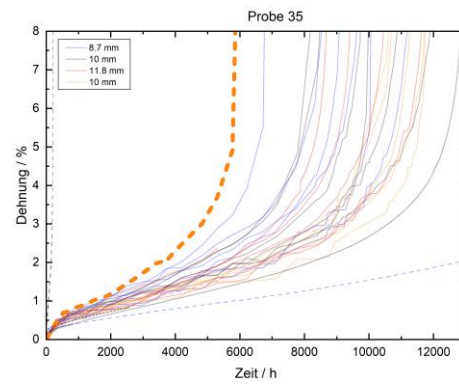


Abbildung 66: Kriechkurve der Probe 35
(offline)

Eine vergleichsweise geringe Kriechfestigkeit konnte bei der vorab irregulären Probe 35 (siehe Abschnitt 4.3.2.3) beobachtet werden.

6 Diskussion

In diesem Kapitel sollen die erhaltenen Ergebnisse diskutiert werden, um zu verstehen was simuliert bzw. gemessen wurde und um Einflüsse und Einschränkungen zu analysieren.

6.1 Kriechsimulation

Bei 650°C und 70 MPa, ist die Übereinstimmung der simulierten mit der experimentellen Kriechkurve (Abbildung 34) sehr zufriedenstellend. Der primäre Bereich wird exakt abgebildet und deckt sich mit der Messung. Im sekundären Bereich erreicht die Simulation früher (nach ca. 900 h) ein Minimum als das Experiment (nach ca. 2000 h), was bei der vorhandenen Messungengenauigkeit akzeptabel ist. Denn das Experiment weist ebenfalls Abweichungen bei der Messung und somit bei der Auswertung auf.

Bei der Extrapolation der Kriechfestigkeit zu anderen Spannungen (Abbildung 36-rechts), zeigen alle simulierten Bruchzeiten ausgezeichnete Übereinstimmung mit den Daten von ECCC [77], jedoch liegen alle Daten unterhalb der NIMS-Daten [72]. Die NIMS-Daten sind jeweils mittlere Bruchzeiten der Versuchsschmelze MgC [72] und die ASME-Daten sind ein Orr-Sherby-Dorn-Fit basierend auf 14 Versuchsreihen. ECCC bezieht die gemittelten Zeitstandsdaten (CRD Methode) aus 2195 experimentellen Datenpunkten (aus verschiedenen Versuchsserien) und fittet diese anschließend mit dem Manson-Haferd Ansatz [77].

ASME [76] prognostiziert im Vergleich zur Simulation eine längere Lebensdauer bei höherer angelegter Spannung und eine kürzere Lebensdauer bei niedriger Spannung. Die Abweichung der modellierten Lebensdauer zu den ECCC-Daten bleibt innerhalb des prognostizierten Streubereichs von $\pm 19\%$ [9] - mit Ausnahme von 50 MPa. Bei niedrigen Spannungen ist anzumerken, dass das ECCC in der Analyse nur wenige Datenpunkte berücksichtigt hat.

Mit dem aktuellen Kriechmodell, ist es möglich, für eine Temperatur eine gute Vorhersage der Zeitstandfestigkeit von martensitischen Materialien, bei denen die benötigten Mikrostrukturparameter (siehe Abschnitt 3.2.5) bekannt sind, zu treffen. Anhand einer einzelnen Kriechkurve kann das Verhalten über einen weiten Spannungsbereich berechnet werden.

Ist das Modell angepasst, wäre eine Extrapolation hinzu weiteren Temperaturen (z.B. 600°C) möglich. Es müssen jedoch dieselben Kriechmechanismen wirken und folgende Anpassungen müssten durchgeführt werden:

- Evaluierung der Ausscheidungsentwicklung für die gewünschte Temperatur
- Anpassung von V_f gemäß den Relaxationsdaten für die gewünschte Temperatur
- Adaptierung der Diffusionskoeffizienten für die gewünschte Temperatur

Es sind bereits viele Parameter an messbare Größen gekoppelt, jedoch bleiben noch Fitparameter mit und ohne physikalische Bedeutung übrig, mit denen das Modell angepasst werden kann. Dennoch ist die Vorhersagemethode gegenüber anderen Extrapolationsmethoden im Vorteil, da gleichzeitig die Entwicklung der Mikrostruktur berücksichtigt bzw. berechnet werden kann.

Stärken der Simulation:

- Berechnung des Kriechverhaltens durch Kenntnis der Startmikrostruktur
- Einfache Vorhersage der Zeitstandfestigkeit
- Einblick in die Mikrostrukturentwicklung
- Schnelle Berechnung
- Auf weitere Materialien desselben Typs anwendbar (P92, FB2, X20,...)

Schwächen der Simulation:

- Fit-Parameter ohne physikalische Bedeutung notwendig
- Keine Berücksichtigung des spannungsabhängigen Vergrößerungsverhaltens der Ausscheidungen in der Ausscheidungskinetiksimulation
- Kein Diffusionskriechen berücksichtigt

6.1.1 Sensibilität des Modells

Das Modell stellt ein komplexes Gleichungssystem dar. Der Einfluss mancher Parameter auf die Simulation ist nicht offensichtlich. Deshalb wurde der Einfluss ausgewählter Parameter auf die Simulation mittels einer Sensibilitätsanalyse (siehe Abschnitt 5.1.5) untersucht.

Es zeigte sich, dass die mobile Versetzungsdichte ρ_m , einer der Haupt-Inputparameter der Mikrostruktur, einen relativ geringen Einfluss auf die Kriechsimulation hat. Bei einer Variation von +50 % bzw. -50% auf den Startwert, ändert sich die Bruchzeit um -4 % und bzw. +5 %.

Bei der Grenzflächen-Versetzungsdichte ρ_b zeigt sich ein viel sensibleres Verhalten. Variiert man den Startwert um -20 %, steigt die Kriechfestigkeit auf +23 % der Bruchzeit und umgekehrt (+20 %) sinkt diese um -16 %.

Das sensibelste Verhalten auf Variation des Mikrostruktur-Inputparameters, weist die Subkorngröße auf. Variiert man den Startwert um -20 %, zeigt sich eine um +25 % längere Laufzeit bis zum Bruch. Umgekehrt (+20 %) verringert sich die Kriechfestigkeit um -18 %. Wie bei den anderen zwei Mikrostrukturparametern, zeigte sich ebenfalls das inverse Verhalten: ist der Eingangsparameter geringer, steigt die Festigkeit.

Somit zeigte sich, dass die Mikrostruktur-Parameter ρ_b und R_{sbg} , die beide aus der EBSD Untersuchung ermittelt wurden, die Simulation erheblich beeinflussen können.

Einen vergleichsweise geringen Einfluss hat die Holt-Konstante K_C . Variiert man den Startwert um -20 %, verkürzt sich die Laufzeit um lediglich -7 %. Bei einer Erhöhung um +20 %, ergibt sich eine Differenz um +5 % auf die Bruchzeit. Der Einfluss scheint zwar gering, dennoch muss bei der Anpassung auf die Vergrößerung bei anderen Spannungen geachtet werden.

Der Parameter für Versetzungsquellen β , zeigt bei Verringerung des Startwertes um -20 %, dass die Kriechfestigkeit um +31 % steigt und umgekehrt, um -19 % sinkt, wenn der Startwert um +20 % erhöht wird. Dieser Parameter reagiert sehr empfindlich auf Änderungen und muss dementsprechend fein justiert werden.

Der Pipe-Diffusionskoeffizient D_{vp} ist ein schwer zu messender Eingangsparameter, der je nach Literaturquelle (siehe Abschnitt 3.2.7) stark variieren kann. Variiert man den Startwert um -50 %, ergibt eine um -28 % verkürzte Bruchzeit. Ein um +50 % variiertes Startwert ergibt eine um +35 % längere Laufzeit.

Den wichtigsten Parameter, zur Anpassung der Simulation, stellt der Gleitgeschwindigkeits-Fitparameter α_1 dar. Dieser reagiert sehr empfindlich auf Änderungen und bestimmt zum Großteil das Kriechverhalten im sekundären Bereich. Bei einer Reduktion von -20 % ergibt sich bereits eine um +170 % erhöhte Kriechfestigkeit. Erhöht man den Wert umgekehrt um +20 % verringert sich die Laufzeit um -58 %. Dieser Parameter, der die Gleitgeschwindigkeit der Versetzungen wesentlich beeinflusst, wird genutzt um die Steigung des sekundären Bereichs an das Experiment anzupassen.

Der Schädigungsparameter wird genutzt um den tertiären Bereich anzupassen. Dieser Parameter beeinflusst die Form des tertiären Bereiches. Reduziert man den Parameter gänzlich

(-100%), ergibt sich eine um +30 % längere Laufzeit. Wesentlich ist, dass der tertiäre Bereich nach der Variation kaum ausgeprägt ist. Umgekehrt (+100 %), erhält man einen stark ausgeprägten tertiären Bereich (-22 % Bruchzeit), der jedoch aufgrund des Abbruchkriteriums der Simulation, eine geringere Bruchdehnung aufweist (≈ 4 %).

6.1.2 Diffusionskriechen

Es wurde auf Grund des simulierten Spannungsbereichs auf Diffusionskriechen nicht näher eingegangen. Jedoch, bei 650°C und Spannungen kleiner 50 MPa muss Diffusionskriechen berücksichtigt werden. Unterhalb dieser Spannung wechselt der maßgebliche Verformungsmechanismus (Änderung des Spannungsexponenten n des Norton'schen Kriechgesetzes [4]) hin zu Diffusionskriechen ($n \approx 1$) [11], [79] (siehe Abbildung 67 - 923 K).

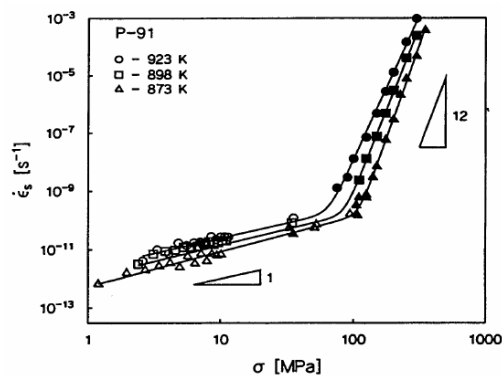


Abbildung 67: Minimale Kriechrate von P91 für verschiedene Temperaturen [80]. Die eingezeichneten Dreiecke deuten den Spannungsexponenten n des Norton'schen Kriechgesetzes [4].

6.1.3 Einfluss Ausscheidungskinetik (Modellierung)

Im Kriechmodell wird die simulierte Ausscheidungskinetik berücksichtigt. Diese wird mit Hilfe von MatCalc spannungsunabhängig berechnet.

In der Realität hat die extern angelegte Spannung einen wesentlichen Einfluss auf die Vergrößerung der Ausscheidungen. Im Zuge dieser Arbeit konnte dieses Verhalten an den Kriechproben beobachtet werden. Wie in Abbildung 68 zu erkennen ist, sind die unterschiedlichen Ausscheidungen im Schaftbereich, also dort wo die volle Spannung anliegt, sehr deutlich erkennbar.

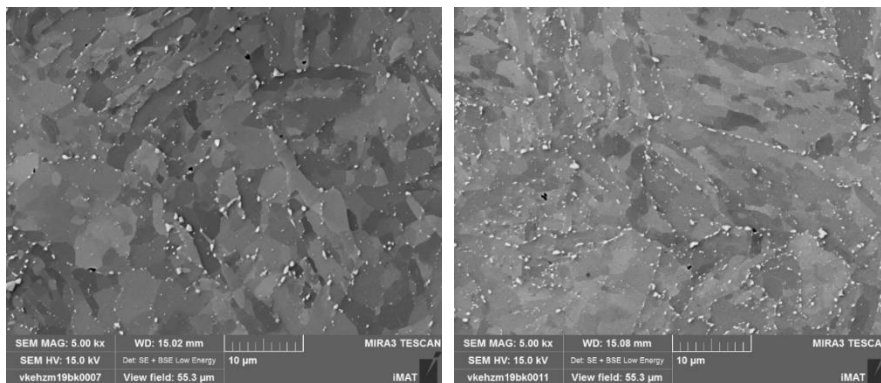


Abbildung 68: Überblick Mikrostruktur im Schaftbereich der Probe 37

Im Vergleich dazu, sind im Kopfbereich (siehe Abbildung 69), da wo keine bzw. nur ein Bruchteil der angelegten Spannung (größerer Durchmesser und Anzahl tragende Gewindegänge - siehe [81]) anliegt, kaum vergrößerte Ausscheidungen erkennbar.

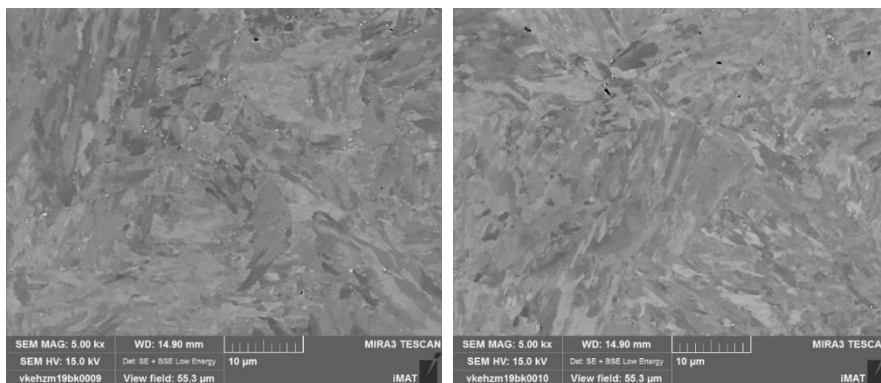


Abbildung 69: Überblick Mikrostruktur im Kopfbereich der Probe 37

Dieses spannungsabhängige Verhalten lässt sich in der vorher durchgeführten Ausscheidungskinetiksimulation nicht berücksichtigen. Das führt dazu, dass ein und dasselbe Vergrößerungsverhalten für alle Spannungszustände angenommen werden muss.

6.1.4 Einschnürung - sinnvolle Modellierungsgrenze

Es wird diskutiert, wo eine sinnvolle Modellierungsgrenze bei der Kriechmodellierung gesetzt werden soll. Anhand dieser Arbeit kann behauptet werden, dass bei 6 % Dehnung eine weitere Berechnung der Kriechverformung wenig Sinn macht. Einerseits beinhaltet das Modell keine Formänderung durch Einschnürung, was die wahre Spannung erheblich erhöhen würde und andererseits können Schädigungsmechanismen, wie Porenbildung, nur schwer berücksichtigt werden, da dieser komplexe Sachverhalt nur schwer modelliert werden kann.

In dieser Arbeit wurde die restliche Lebensdauer ab dem Ende der Gleichmaßdehnung bis zum Bruch ermittelt. Das erste Bild mit einer sichtbaren Einschnürung (sofern rechtzeitig sichtbar) wurde markiert (siehe Abbildung 70-links) und die Restlaufzeit ermittelt. Evident ist, dass für dieses Material bei diesen Parametern von 70 MPa bei 650°C, die erste Einschnürung frühestens zwischen 4-8 % eintritt.

Die restliche Lebensdauer in Prozent wurde in Abbildung 70 rechts dargestellt und es kann angenommen werden, dass die Restlebensdauer unterhalb 10 % liegt, was auch durch Lim *et al.* [82] bestätigt wird.

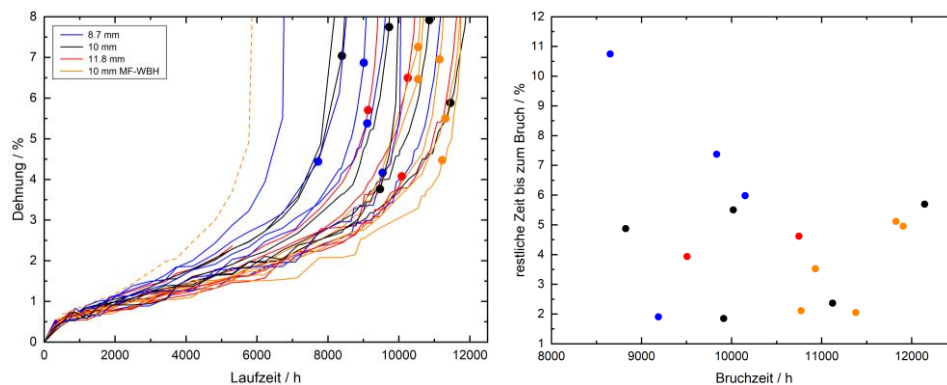


Abbildung 70: links) Datenpunkt bei dem das ersten Mal eine Einschnürung optisch erkennbar ist; rechts) restliche Zeit bis zum Bruch sobald Probe einschnürt

Somit erscheint die angenommene Modellierungsgrenze bei 6 % für P91 bei 650°C & 70 MPa sinnvoll. Dies kann jedoch bei anderen Bedingungen anders sein und hinzu kommt, dass in der Praxis zur Bauteilauslegung nur eine Kriechdehnung von maximal 1 % relevant ist.

Generell sollte der Fokus der Modellierung auf den sekundären Kriechbereich gesetzt werden. Dieser Bereich ist technisch am relevantesten und man kann anhand der minimalen Kriechrate die Kriechfestigkeit abschätzen.

6.2 Kriechexperiment

Wie anhand der Ergebnisse in Abschnitt 5.2.1 zu erkennen ist, streuen die Ergebnisse stark. Auf der einen Seite wird dieses Verhalten in der Norm [9] prognostiziert, auf der anderen Seite, wird dieser Sachverhalt oftmals ignoriert.

Grundsätzlich konnten folgende Erkenntnisse gewonnen werden:

- Kein signifikanter Einfluss unterschiedlicher Probendurchmesser (bei Durchmesservariation um $\pm 15\%$ und bei gleicher Probenspannung)
- Kein signifikanter Unterschied zwischen online und offline Experiment

Es konnte jedoch bei unterschiedlichem Fertigungsverlauf (MF-WBH) eine leicht verbesserte Kriechfestigkeit beobachtet werden. Die Frage ist: Was ist die Ursache dafür? Die Proben wurden erst nach der Fertigung wärmebehandelt und dadurch sollte die Kriechfestigkeit geringer sein, da aufgrund von Verzug, zusätzlich Biegespannung auf die Probe wirkt (wie mit Probe 35 gezeigt).

Eine mögliche Erklärung könnte sein, dass die Abkühlgeschwindigkeit bei der WBH signifikanten Einfluss hat. Um den Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit zu untersuchen, wurden zur besseren Sichtbarkeit, die Kriechkurven in der Farbe der WBH wie in Abschnitt 5.3.1 eingefärbt.

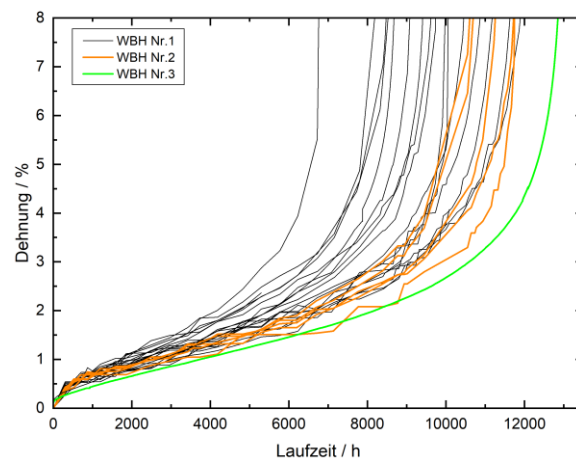


Abbildung 71: Kriechkurven anhand der angewandten WBH hervorgehoben (s. Abschnitt 5.3.1)

Es ist ersichtlich, dass eine schnellere Abkühlgeschwindigkeit eine signifikante höhere Kriechfestigkeit für ein und denselben Werkstoff bewirkt.

6.2.1 Einflüsse und mögliche Abweichungen

Außer der Einfluss der WBH, konnten in dieser Arbeit keine systematischen Abweichungen beobachtet werden.

Ein möglicher, für das stochastische Verhalten der Messergebnisse, relevanter Einfluss könnte die Inhomogenität des Ausgangsmaterials sein. In der systematischen qualitativen Untersuchung des Ausgangsmaterials (siehe Abschnitt 5.3.5), wurden Proben über den Durchmesser verteilt entnommen und jeweils in Richtung „normal“ und „quer“ zur Schmiederichtung untersucht. Diese EBSD-Untersuchung des Ausgangszustands, diente lediglich zur qualitativen Beurteilung der Mikrostruktur. Auf eine quantitative Auswertung wurde verzichtet.

Die im Ausgangszustand vorliegende Inhomogenität des Gefüges konnte durch die WBH ausgeglichen werden. Trotzdem kann diese Mikrostruktur im Detail noch Inhomogenitäten aufweisen, die eventuell zu einem schnelleren Schädigungsverhalten führen könnten. Eine weitere Möglichkeit für schnelleres Versagen wäre zufällig verteilte Mikroseigerungen oder gröbere Ausscheidungen, die einen erhöhten, lokalen Spannungszustand aufweisen und somit zu Risseinleitung oder verfrühten Porenbildung beitragen können. Solche Effekte sind kaum vorhersagbar und auch nachträglich schwer nachweisbar.

6.2.2 Fehlmessungen

Innerhalb der Versuchsreihe kam es zu Fehlmessungen (siehe Abschnitt 5.3.6), die erst als solche charakterisierbar waren, als Vergleichsmessungen mit demselben Parametersatz vorhanden waren.

Eine Probe, die eine erhöhte Kriechfestigkeit aufwies, war Probe 8 in einem Einzelprobenofen (Abbildung 64). In diesem Ofen kam es beim Aufheizen auf Prüftemperatur dazu, dass eine der drei Heizwendeln brach und somit die Prüftemperatur ungefähr um 4-6°C niedriger war. Durch den Aufbau und die Regelung des Ofens, war dieses Verhalten nicht am Regel-Thermoelement erkennbar.

Ein weitere Fehlmessung (Probe 2) entstand durch das Durchschmelzen eines Heizelements während des laufenden Experiments (siehe Abbildung 65-links). Bei diesem Ofen brach das mittlere Element und die zwei äußeren Heizspulen mussten dies kompensieren. Dadurch

entstand ein um -20°C höhere Prüftemperatur, was zu einem stark beschleunigten Kriechverhalten und nahezu sofortigen Bruchschädigung führte (Probe 3 / Abbildung 65-rechts).

Probe 35 wurde trotz vorherigen Ausscheidens aus dem Experiment (weil außerhalb der Toleranz - siehe Abschnitt 4.3.2.3), mitgemessen. In Abbildung 66 ist das verfrühte Brechen der Probe erkennbar. Vermutlich kam es durch das Auftreten zusätzlicher Biegespannungen zu diesem Verhalten.

Was in diesem Abschnitt gezeigt werden soll ist, dass es sein kann, wenn auf Grund der Kosten oder Zeitmangel, nur ein Experiment pro Parametersatz durchgeführt wird und es keinen Validierungsversuch gibt, ein komplett verfälschtes Ergebnis ausgewertet wird.

6.3 Genauigkeit: Vergleich Experiment - Simulation

Grundsätzlich ist häufig nur eine Kriechkurve als Grundlage für die Simulation verfügbar. Es gibt große Unterschiede wie genau die Kriechdehnung dokumentiert bzw. vermessen wurde. Handelt es sich um ein unterbrochenes Experiment, kommt es auf die Anzahl der Messpunkte an. Teilweise sind nur sehr wenig Datenpunkte (<10) aufgezeichnet, was speziell beim Übergang vom sekundären in den tertiären Bereich für einen hohen Interpretationsspielraum sorgen kann.

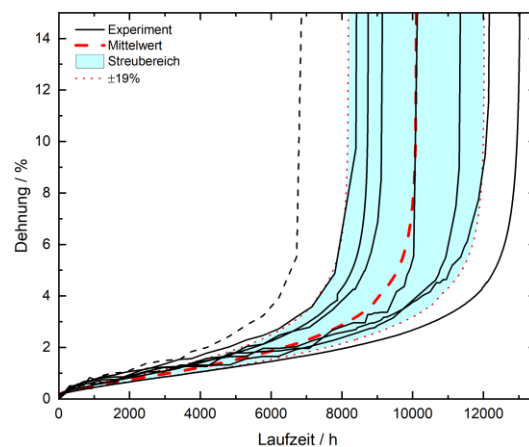


Abbildung 72: Mögliche Variation der Kriechdaten für P91 bei 650°C & 70 MPa

In Abbildung 72 sind acht Kriechkurven des Experiments dargestellt und sollen die mögliche Varianz der Daten widerspiegeln. Ist nur eine Kriechkurve für die Simulationsanpassung verfügbar, kann es sein, dass man Daten am oberen bzw. am unteren Limit bekommt. Passt

man das Modell an diese Daten an, kann es sein, dass eine Lebensdauerabschätzung entweder zu gering oder zu hoch ausfällt.

Es sollte das Bewusstsein vorhanden sein, dass ein Kriechexperiment laut Norm [9] eine Unsicherheit von 38 % aufweist und dass die gemessenen Mikrostrukturparameter, die als Inputparameter der Simulation dienen, ebenfalls stark streuen können und eventuell nicht repräsentativ für die Mikrostruktur der Probe sind.

7 Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Im Zuge dieser Arbeit wurde, das am Institut vorhandene, mikrostrukturbasierte semi-physikalische Kriechmodell, aufgearbeitet und in folgenden Punkten weiterentwickelt:

- I) Es wurde die Berechnungsmethode der Versetzungs-Gleitgeschwindigkeit v_g und der Versetzungs-Klettergeschwindigkeit v_c soweit angepasst bzw. erweitert, sodass Vorwärts- und Rückwärts-Bewegungen der Versetzungen auch bei kleineren äußeren Spannungen ($\sigma_{app} < \sigma_i$) berücksichtigt werden.
- II) Bei der Berechnung der Kriechdehnrate $\dot{\epsilon}$ wurde die Versetzungs-Gleitgeschwindigkeit v_g durch eine effektive Versetzungsgeschwindigkeit v_{eff} ersetzt. Diese Änderung erlaubt es weitere Effekte zwischen Ausscheidungen und mobilen Versetzungen in das Modell mit einzubeziehen.
- III) Das Vergrößerungsverhalten von Ausscheidungen wurde zuerst mit Hilfe von MatCalc berechnet und anschließend in die Kriechsimulation eingebunden.
- IV) Erweiterung der Simulation zur Berechnung eines Zeitstanddiagramms. Das anhand nur einer Spannung kalibrierte Kriechmodell, kann nun auch für die Extrapolation des Kriechverhaltens über einen weiten Spannungsbereich verwendet werden.
- V) Korrektur und Erweiterung ursprünglich fehlerhafter bzw. mangelhafter Formulierungen zu Nukleation und Mobilität von Subkörnern und Schädigung durch Ausscheidungen.
- VI) Innerhalb der Weiterentwicklungen konnten die notwendigen Fitparameter weiter reduziert werden.

Durch diese Weiterentwicklungen konnte die Kriechmodellierung von martensitischen 9-12% Chrom-Stählen weiter verbessert werden. Dies ist ein wichtiger Schritt für die Vorhersage der Kriechfestigkeit von neuen Legierungskonzepten.

Zur Beurteilung der Genauigkeit der Kriechmodellierung, auf Basis einzelner Kriechdaten wurde ein Validierungsexperiment durchgeführt, das das stochastische Verhalten des Kriechexperiments untersucht. Die Durchführung vieler Kriechexperimente bei gleichen Bedingungen (Material, Temperatur und Spannung) sollte eventuelle Einflüsse die innerhalb der Prüfnorm [9] liegen aufdecken. Bei der Auswertung des Validierungsexperiments bei der Temperatur von 650°C und einer Belastungsspannung von 70 MPa, konnten folgende Schlussfolgerungen gezogen werden:

- I) Es konnte kein signifikanter Einfluss des Probendurchmessers beobachtet werden
- II) Es wurde kein signifikanter Unterschied zwischen online und offline Experiment gemessen
- III) Bei der umgekehrten Fertigungsstrategie (MF-WBH) konnte eine vermeintlich höhere Kriechfestigkeit beobachtet werden. Dieser Sachverhalt ist der hohen Sensibilität des Kriechverhaltens auf die vorher angewandte WBH geschuldet

Es konnte somit gezeigt werden, dass das stochastische Verhalten der zu untersuchenden Proben kaum beeinflussbar bzw. zu vermeiden ist. Die laut Prüfnorm [9] prognostizierte mögliche Abweichung von bis zu 38 % der Bruchzeit konnte bestätigt werden.

Es muss daher in Zukunft bei der Modellierung darauf geachtet werden, dass wenn nur eine Kriechkurve bei einem Parametersatz vorhanden ist, auch diese selbst bereits weit von ihrer mittleren Kriechfestigkeit (Zeitstandfestigkeit) abweichen kann.

8 Literaturverzeichnis

- [1] B. Sonderegger, F. Riedlsperger, B. Krenmayr, B. Fercher, B. Niederl, and C. Sommitsch, “Microstructurally Based Modelling of Creep Deformation of Martensitic Steels,” in *Proceedings from EPRI’s 9th International Conference on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants and the 2nd International 123HiMAT Conference on High-Temperature Materials*, Nagasaki, Japan, 2019, pp. 360–369.
- [2] F. C. Monkman and N. J. Grant, “An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests,” *ASTM*, vol. 56, p. 593, 1956.
- [3] F. Larson and J. Miller, “A time-temperature relationship for rupture and creep stresses,” *ASTM*, vol. 74, pp. 765–775, 1952.
- [4] F. Norton, “The creep of steel at high temperatures,” *McGraw-Hill B. Co.*, pp. 80–86, 1929.
- [5] A. Graham and K. F. A. Wallis, “Relations between long and short time properties of commercial alloys,” *Jisi*, vol. 193, p. 105, 1955.
- [6] S. R. Holdsworth, M. Askins, A. Baker, E. Gariboldi, S. Holmström, A. Klenk, M. Ringel, G. Merckling, R. Sandstrom, M. Schwienheer, and S. Spigarelli, “Factors influencing creep model equation selection,” *Int. J. Press. Vessel. Pip.*, vol. 85, no. 1–2, pp. 80–88, Jan. 2008.
- [7] N. M. M. Ghoniem, J. R. R. Matthews, and R. J. J. Amodeo, “A Dislocation Model for Creep in Engineering Materials,” *Res Mech.*, vol. 29, no. 4, pp. 197–219, 1990.
- [8] A. Manonukul, F. P. E. Dunne, and D. Knowles, “Physically-based model for creep in nickel-base superalloy C263 both above and below the gamma solvus,” *Acta Mater.*, vol. 50, no. 11, pp. 2917–2931, Jun. 2002.
- [9] “ÖNORM EN ISO 204- Metallische Werkstoffe - Einachsiger Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung - Prüfverfahren,” 2019.
- [10] ASTM-International, “ASTM A387 / A387M-17a, Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Alloy Steel, Chromium-Molybdenum,” West Conshohocken, 2017.
- [11] R. Bürgel, H. Jürgen Maier, and T. Niendorf, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*. Wiesbaden: Vieweg+Teubner, 2011.
- [12] G. Gottstein, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014.
- [13] K. Kimura and Y. Takahashi, “Evaluation of Long-Term Creep Strength of ASME Grades 91, 92, and 122 Type Steels,” in *Volume 6: Materials and Fabrication, Parts A*

- and B, 2012, pp. 309–316.
- [14] M. M. Ashby and D. R. H. Jones, *Engineering Materials 1*. Elsevier, 2012.
- [15] M. F. Ashby and H. J. Frost, “Deformation-mechanism maps,” *Oxford Pergamon Press.*, 1982.
- [16] J. Weertman, “Theory of Steady-State Creep Based on Dislocation Climb,” *J. Appl. Phys.*, vol. 26, no. 10, pp. 1213–1217, Oct. 1955.
- [17] J. Pešička, R. Kužel, A. Dronhofer, and G. Eggeler, “The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steels,” *Acta Mater.*, vol. 51, no. 16, pp. 4847–4862, Sep. 2003.
- [18] S. Takeuchi and A. S. Argon, “Steady-state creep of single-phase crystalline matter at high temperature,” *J. Mater. Sci.*, vol. 11, no. 8, pp. 1542–1566, Aug. 1976.
- [19] M. F. Ashby and D. R. H. Jones, *Ingenieurwerkstoffe*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1986.
- [20] Wikipedia, “Kriechen (Werkstoffe),” 2019. [Online]. Available: [https://de.wikipedia.org/wiki/Kriechen_\(Werkstoffe\)](https://de.wikipedia.org/wiki/Kriechen_(Werkstoffe)). [Accessed: 04-Dec-2019].
- [21] F. Abe, “Precipitate design for creep strengthening of 9% Cr tempered martensitic steel for ultra-supercritical power plants,” *Sci. Technol. Adv. Mater.*, vol. 9, no. 1, pp. 13002–13017, Jan. 2008.
- [22] K. Maruyama, K. Sawada, and J. Koike, “Advances in Physical Metallurgy and Processing of Steels. Strengthening Mechanisms of Creep Resistant Tempered Martensitic Steel,” *ISIJ Int.*, vol. 41, no. 6, pp. 641–653, 2001.
- [23] C. Schlacher, “Untersuchung des Kriech- und Schädigungsverhaltens von Schweißverbindungen eines martensitischen borlegierten 9 % Cr-Stahls (PhD Thesis),” Graz, University of Technology, 2015.
- [24] H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, and Y. Minamino, “Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel,” *Acta Mater.*, vol. 54, no. 5, pp. 1279–1288, Mar. 2006.
- [25] F. Abe, “Alloy design of creep and oxidation resistant 9Cr steels for thick section boiler components operating at 650°C,” in *Proceedings of the 4th International Conference on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants*, Hilton Head Island, South Carolina, 2004.
- [26] Å. Gustafson and M. Hättestrand, “Coarsening of precipitates in an advanced creep resistant 9% chromium steel - quantitative microscopy and simulations,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 333, no. 1–2, pp. 279–286, 2002.
- [27] E. M. Haney, F. Dalle, M. Sauzay, L. Vincent, I. Tournié, L. Allais, and B. Fournier,

- “Macroscopic results of long-term creep on a modified 9Cr–1Mo steel (T91),” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 510–511, no. C, pp. 99–103, Jun. 2009.
- [28] P. Phillips, “The Slow Stretch in Indiarubber, Glass, and Metal Wires when subjected to a Constant Pull,” *Proc. Phys. Soc. London*, vol. 19, no. 1, pp. 491–511, 2002.
- [29] P. G. McVetty, “Factors affecting choice of working stresses for high-temperature service,” *Trans. Amer. Soc. Mech. Engrs*, vol. 55, pp. APM99–APM104, 1933.
- [30] J. B. Conway and M. J. Mullikin, “An evaluation of various first stage creep equations,” in *Proceedings of AIME conference*, Detroit, Michigan, 1962.
- [31] A. Nadai, “The influence of time upon creep. The hyperbolic sine creep law,” *Stephen Timoshenko 60th Anniv. Vol.*, pp. 155–170, 1938.
- [32] D. McHenry, “A new aspect of creep in concrete and its application to design,” in *ASTM Proceedings*, 1943, vol. 43, pp. 1069–1084.
- [33] Y. N. Rabotnov, “Creep problems in structural members.,” *Appl. Math. Mech. Ser.*, vol. 7, p. 822, 1969.
- [34] R. Sandström and A. Kondyr, “A model for tertiary creep in Mo- and CrMo-steels,” in *Proceedings of third international conference on mechanical behaviour of materials*, Cambridge, 1979.
- [35] J. L. Bolton, “Design considerations for high temperature bolting,” in *Proceedings of conference on performance of bolting materials in high temperature plant applications*, New York, 1994, pp. 1–14.
- [36] B. S. S. Manson, A. M. Haferd, and L. Flight, “A linear time-temperature relation for extrapolation of creep and stress rupture data,” *J. Appl. Phys.*, vol. 14, no. 8, pp. 399–405, Aug. 1943.
- [37] S. Holmström and P. Auerkari, “Prediction of creep strain and creep strength of ferritic steels for power plant applications,” in *VTT Symposium (Valtion Teknillinen Tutkimuskeskus)*, 2004, no. 234, pp. 513–521.
- [38] M. Grounes, “A Reaction-Rate Treatment of the Extrapolation Methods in Creep Testing,” *J. Basic Eng.*, vol. 91, no. 1, p. 59, 1969.
- [39] B. F. Dyson, “Microstructure based creep constitutive model for precipitation strengthened alloys: theory and application,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 25, no. 2, pp. 213–220, Feb. 2009.
- [40] E. Orowan, “Problems of plastic gliding,” *Proc. Phys. Soc.*, vol. 52, no. 1, pp. 8–22, 1940.
- [41] J. H. Gittus, “Theoretical relationship between free energy and dislocation cell diameter

- during creep,” *Philos. Mag. A*, vol. 39, no. 6, pp. 829–832, Jun. 1979.
- [42] S. D. Yadav, B. Sonderegger, M. Stracey, and C. Poletti, “Modelling the creep behaviour of tempered martensitic steel based on a hybrid approach,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 662, pp. 330–341, Apr. 2016.
- [43] M. Basirat, T. Shrestha, G. P. Potirniche, I. Charit, and K. Rink, “A study of the creep behavior of modified 9Cr–1Mo steel using continuum-damage modeling,” *Int. J. Plast.*, vol. 37, pp. 95–107, Oct. 2012.
- [44] P. Weinert, “Modellierung des Kriechens von ferritisch/martensitischen 9-12% Cr-Stählen auf mikrostruktureller Basis (PhD Thesis),” Graz, University of Technology, 2001.
- [45] G. Dimmler, “Quantifizierung der Kriech- und Zeitstandfestigkeit von 9-12% Cr-Stählen auf mikrostruktureller Basis (PhD Thesis),” Graz, University of Technology, 2003.
- [46] S. D. Yadav, “Creep Study of 9-12% Cr Steels for Power Plants (PhD Thesis),” Graz, University of Technology, 2016.
- [47] M. Winning, A. D. Rollett, G. Gottstein, D. J. Srolovitz, A. Lim, and L. S. Shvindlerman, “Mobility of low-angle grain boundaries in pure metals,” *Philos. Mag.*, vol. 90, no. 22, pp. 3107–3128, Jul. 2010.
- [48] D. R. Askeland, P. P. Fulay, and D. K. Bhattacharya, “Atomic and ionic arrangements,” in *Essentials of materials science and engineering*, 2nd ed., Stamford, USA: Cengage learning, 2009, p. 62.
- [49] G. M. Cheng, W. Z. Xu, W. W. Jian, H. Yuan, M. H. Tsai, Y. T. Zhu, Y. F. Zhang, and P. C. Millett, “Dislocations with edge components in nanocrystalline bcc Mo,” *J. Mater. Res.*, vol. 28, no. 13, pp. 1820–1826, Jul. 2013.
- [50] W. Blum and P. Eisenlohr, “Dislocation mechanics of creep,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 510–511, no. C, pp. 7–13, Jun. 2009.
- [51] W. Blum and F. Roters, “Spontaneous Dislocation Annihilation Explains the Breakdown of the Power Law of Steady State Deformation,” *Phys. status solidi*, vol. 184, no. 1, pp. 257–261, Mar. 2001.
- [52] H. Nitta, K. Miura, and Y. Iijima, “Self-diffusion in iron-based Fe-Mo alloys,” *Acta Mater.*, vol. 54, no. 10, pp. 2833–2847, Jun. 2006.
- [53] Y. Hasegawa, “Grade 92 creep-strength-enhanced ferritic steel,” in *Coal Power Plant Materials and Life Assessment*, no. V, Elsevier, 2014, pp. 52–86.
- [54] J. Lothe, “Theory of Dislocation Climb in Metals,” *J. Appl. Phys.*, vol. 31, no. 6, pp. 1077–1087, Jun. 1960.

-
- [55] J. P. Hirth and J. Lothe, *Theory of Dislocations*, 2nd ed. New York: John Wiley, 1982.
- [56] NIST, “The NIST Reference on Constants, Units, and Uncertainty,” 2020. [Online]. Available: <https://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?k>. [Accessed: 20-Jan-2020].
- [57] J. P. Hirth, J. Lothe, and T. Mura, “Theory of Dislocations (2nd ed.),” *J. Appl. Mech.*, vol. 50, no. 2, pp. 476–477, Jun. 1983.
- [58] Archimedes of Syracuse, “Measurement of a Circle, 250 B.C.,” *Papyrus old greeks*.
- [59] D. Caillard and J. L. Martin, “Thermally Activated Mechanisms in Crystal Plasticity,” *Pergamon Mater. Ser.*, vol. 8, pp. 3–433, 2003.
- [60] S. Khayatzadeh, D. W. J. Tanner, C. E. Truman, P. E. J. Flewitt, and D. J. Smith, “Creep deformation and stress relaxation of a martensitic P92 steel at 650 °C,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 175, pp. 57–71, Apr. 2017.
- [61] J. Schmid, “Modelling the microstructure of a creep resistant steel (Master Thesis),” Graz, University of Technology, 2018.
- [62] B. Hahn, W. Bendick, H. Heuser, and C. Jochum, “Pipe steels for modern high-output power plants - Part1: Metallurgical principles - Long-term properties - Recommendations for use.” [Online]. Available: http://www.vallourec.com/fossilpower/Lists/Brochures/Attachments/7/V_B01B0005-B-15GB.pdf. [Accessed: 20-Mar-2017].
- [63] voestalpine BÖHLER Edelstahl GmbH & Co KG, “Schmelzanalyse RO 230.000 - P91 (1.4903),” Kapfenberg, 2015.
- [64] C. G. Panait, A. Zielińska-Lipiec, T. Koziel, A. Czyrska-Filemonowicz, A.-F. F. Gourgues-Lorenzon, and W. Bendick, “Evolution of dislocation density, size of subgrains and MX-type precipitates in a P91 steel during creep and during thermal ageing at 600°C for more than 100,000h,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 16–17, pp. 4062–4069, Jun. 2010.
- [65] F. Riedlsperger, B. Krenmayr, G. Zuderstorfer, B. Fercher, B. Niederl, J. Schmid, and B. Sonderegger, “Application of an advanced mean-field dislocation creep model to P91 for calculation of creep curves and time-to-rupture diagrams,” *Materialia*, vol. in print, p. 100760, Jun. 2020.
- [66] D. L. Holt, “Dislocation Cell Formation in Metals,” *J. Appl. Phys.*, vol. 41, no. 8, pp. 3197–3201, Jul. 1970.
- [67] G. Stechauner and E. Kozeschnik, “Self-diffusion in grain boundaries and dislocation pipes in Al, Fe, and Ni and application to AlN precipitation in steel,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 23, no. 5, pp. 1576–1579, 2014.
-

- [68] H. Oikawa and Y. Iijima, "Diffusion behaviour of creep-resistant steels," in *Creep-Resistant Steels*, Elsevier, 2008, pp. 241–264.
- [69] W. Blum, "Discussion: Activation volumes of plastic deformation of crystals," *Scr. Mater.*, vol. 146, pp. 27–30, Mar. 2018.
- [70] R. Lim, M. Sauzay, F. Dalle, I. Tourni, R. Lim, M. Sauzay, F. Dalle, and I. Tourni, "Modelling of necking during creep of grade 91 steel," in *Fracture of materials and structures from micro to macro scale - ECF 18*, D. Klingbeil, M. Vormwald, and K. G. Eulitz, Eds. Dresden, Germany: DVM, 2010, p. 8.
- [71] J. Granacher, M. Oehl, and T. Preußler, "Comparison of interrupted and uninterrupted creep rupture tests," *Steel Res.*, vol. 63, no. 1, pp. 39–45, Jan. 1992.
- [72] K. Kimura, "NIMS Creep Data Sheet - Atlas of Creep Deformation Property No. D-2." National Institute for Materials Science, Japan, 2008.
- [73] Burdeco, "Wärmeausdehnung von Metallen und Legierungen." [Online]. Available: <https://www.burdeco.com/wp-content/uploads/2015/10/waermeausdehnung.pdf>. [Accessed: 07-Nov-2018].
- [74] J. Pešička, A. Dronhofer, and G. Eggeler, "Free dislocations and boundary dislocations in tempered martensite ferritic steels," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 387–389, no. 1-2 SPEC. ISS., pp. 176–180, Dec. 2004.
- [75] P. J. Ennis and W. J. Quadakkers, "Mechanisms of steam oxidation in high strength martensitic steels," *Int. J. Press. Vessel. Pip.*, vol. 84, no. 1–2, pp. 75–81, Jan. 2007.
- [76] R. W. Swindeman, M. J. Swindeman, B. W. Roberts, B. E. Thurgood, and D. L. Marriott, "Verification of Allowable Stresses in ASME Section III, Subsection NH for Grade 91 Steel," Idaho Falls, USA, 2007, p. 44.
- [77] W. Bendick, L. Cipolla, J. Gabrel, and J. Hald, "New ECCC assessment of creep rupture strength for steel grade X10CrMoVNb9-1 (Grade 91)," *Int. J. Press. Vessel. Pip.*, vol. 87, no. 6, pp. 304–309, Jun. 2010.
- [78] B. Sonderegger, "Charakterisierung der Substruktur in modernen Kraftwerkswerkstoffen mittels der EBSD Methode (PhD Thesis)," Graz, University of Technology, 2005.
- [79] R. O. Kaybyshev, V. N. Skorobogatykh, and I. A. Shchenkova, "New martensitic steels for fossil power plant: Creep resistance," *Phys. Met. Metallogr.*, vol. 109, no. 2, pp. 186–200, Feb. 2010.
- [80] L. Kloc and V. Sklenička, "Transition from power-law to viscous creep behaviour of p-91 type heat-resistant steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 234–236, pp. 962–965, Aug. 1997.
- [81] B. Sauer, "Schrauben und Schraubenverbindungen," in *Konstruktionselemente des*

Maschinenbaus 1, 9th ed., Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2016, pp. 255–369.

- [82] R. Lim, M. Sauzay, F. Dalle, I. Tournie, P. Bonnaille, and A.-F. Gourgues-Lorenzon, “Modelling and experimental study of the tertiary creep stage of Grade 91 steel,” *Int. J. Fract.*, vol. 169, no. 2, pp. 213–228, Jun. 2011.

9 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Typische Kriechkurve mit klassischer Dreiteilung der Kriechbereiche [11]	15
Abbildung 2: Vergleich einer idealen Kriechkurve unter konstanter Spannung mit einer Kriechkurve unter konstanter Last. Die Bereichseinteilung ist nur bei Spannungskonstanz identifizierbar [11].....	16
Abbildung 3: Schematische Darstellung von Kriechkurven bei unterschiedlichen Bedingungen [12].....	16
Abbildung 4: Zeitstandsdiagramm von P92 für Temperaturen von 550°C-700°C [13].....	17
Abbildung 5: links) Verformungsmechanismuskarte nach Ashby [14]; rechts) Verformungsmechanismuskarte für 1% Cr-Mo-V Stahl mit einer Korngröße von 100 µm [15].	17
Abbildung 6: Entwicklung der Versetzungsstruktur während des Kriechens; a) ursprüngliche Verteilung von Versetzungen zur Beginn des Kriechens; b)-c) Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen im Primärbereich; d) abgeschlossene Subkornbildung zu Beginn des Sekundärbereichs [11], [18]	18
Abbildung 7: Schematische Darstellung der Versetzungsbewegungen in einem partikelgehärtetem Werkstoff [19]	19
Abbildung 8: Schematischer Überblick über die Vorgänge während des Kriechens bis zum Bruch [20]	19
Abbildung 9: Schematischer Aufbau des Gefüges in 9-12% Cr-Stählen; a) Martensitstruktur; b) Ausscheidungsverteilung an Grenzflächen und innerhalb der Matrix; c) Veränderung der Mikrostruktur beim Kriechen [21], [23]–[25]	20
Abbildung 10: Monkman-Grant Beziehung für T91 bei Temperaturen von 500°C bis 650°C [27]	24
Abbildung 11: Schematische Darstellung des Extrapolationsverfahrens nach Larson-Miller für konstante Spannung (Betr.: Werte für den Betrieb des Bauteils) [11]	26
Abbildung 12: Vergleich der drei erwähnten Kriechkurven-Fitmethoden für verschiedene Temperaturen und Spannungen von P91 [6]	29
Abbildung 13: Schematische Darstellung einer ausscheidungsgehärteten Legierung, die einachsig zugbeansprucht wird. Der interpartikuläre Abstand ist kleiner als die Versetzungszwischenraum. [39]	30
Abbildung 14: Interaktionen zwischen Versetzungen während des Kriechens; a) Frank-Read-Quelle; b) Formation von Dipolen; c) Annihilation von Versetzungen; d) Subkornwachstum	32

Abbildung 15: Beispielhaft angewandte Wärmebehandlung für P91 nach „Vallourec“ und „voestalpine Böhler Welding“ [62].....	48
Abbildung 16: Ergebnisse aus der Ausscheidungskinetiksimulation in MatCalc; links) Entwicklung des mittleren Durchmessers rp, i ; mitte) Entwicklung des Phasenanteils; rechts) Entwicklung der Teilchendichte Nv, i	51
Abbildung 17: Ergebnisse von Zeitstanddaten von verschiedenen Messinstitutionen. Material 16Cr-13Ni-2Mo; Temperatur 650°C.	54
Abbildung 18: Mehrproben-Kriechexperiment: links) Experimenteller Aufbau am IMAT; rechts) schematischer Aufbau	55
Abbildung 19: Einzelproben-Kriechexperiment: links) experimenteller Aufbau am IMAT; rechts) schematischer Aufbau des ununterbrochenen Kriechexperiments	56
Abbildung 20: Schematische Darstellung einer typischen Kriechkurve. Eingezeichnet sind die wichtigsten Messwerte [72].....	56
Abbildung 21: Kriechkurve eines kontinuierlichen Kriechexperiments (Abtastezeit 10 min) von P91 bei 650°C/ 70 MPa. Im Detail sind die ersten Messpunkte hervorgehoben.....	57
Abbildung 22: Vergleich zwischen korrigierter (blau) und unkorrigierter Kriechkurve (schwarz). Die Differenz (in % - rechte Skala) dieser Korrektur ist in Rot dargestellt.....	58
Abbildung 23: Ermittlung der weiteren Probendurchmesser durch Berechnung der Abweichung des A/V-Verhältnisses zu $d_0 = 10$ mm.....	59
Abbildung 24: Kennzeichnungsfarben für die unterschiedlichen Probenstrategien.....	61
Abbildung 25: links) verwendeter Rohling aus P91-Stahl; rechts) Probenplan der gefertigten Proben.....	62
Abbildung 26: Kriechprobe mit kreisförmigem Querschnitt und Messschneiden.....	62
Abbildung 27: Anordnung der Probenrohlinge für die WBH in Argon-Atmosphäre. Links) vor der WBH; rechts) nach der WBH	63
Abbildung 28: Foto der erhitzten Wärmebehandlungskammer. Es soll auf mögliche Temperatur-Inhomogenitäten hingewiesen werden.....	64
Abbildung 29: links: Position des Thermoelementfühlers; rechts) Vergleich der exemplarischen und gemessenen Verläufe der WBH Nr.2	64
Abbildung 30: links) Messaufbau zur Überprüfung der Exzentrizität; rechts) Messverläufe um möglichen Verzug zu dokumentieren.....	65
Abbildung 31: Schematische Darstellung einer Probenhälfte nach dem Bruch. Strichliert: Schnittebene für die Mikrostrukturuntersuchungen.....	66

Abbildung 32: Aufnahme der Kontur der Kriechprobe 18 bei: 0 h (oben), 11821 h (mitte) und 11859 h (unten);67

Abbildung 33: REM-Aufnahmen der Zunderschicht der Probe 4 nach 8740 h Laufzeit.68

Abbildung 34: links) Ergebnis der simulierten Kriechkurve (durchgezogen) von P91 bei 70 MPa @650°C im Vergleich zum Experiment (strichliert); rechts) Kriechrate der simulierten Kurve verglichen mit dem Experiment70

Abbildung 35: links) Entwicklung der Versetzungsdichten ρ_m , ρ_s & ρ_b und Vergrößerungsverlauf des Subkornradius; rechts) Verlauf der Gleit- und Klettergeschwindigkeit der Versetzungen71

Abbildung 36: links) Simulierte Kriechkurven von 50-110 MPa (logarithmische Darstellung); rechts) Zeitstanddiagramm von P91 bei 650°C. Vergleich der Simulation mit Literaturdaten [72], [76], [77]72

Abbildung 37: Entwicklung der mobilen Versetzungsdichte für die verschiedenen Spannungen von P91 bei 650°C73

Abbildung 38: Ergebnis der Variation des Inputparameters ρ_m auf das Kriechdiagramm75

Abbildung 39: Ergebnis der Variation des Inputparameters ρ_b auf das Kriechdiagramm76

Abbildung 40: Ergebnis der Variation des Inputparameters R_{sbg} auf das Kriechdiagramm.77

Abbildung 41: Ergebnis der Variation des Inputparameters K_C auf das Kriechdiagramm.....78

Abbildung 42: Ergebnis der Variation des Inputparameters β auf das Kriechdiagramm79

Abbildung 43: Ergebnis der Variation des Inputparameters D_{vp} auf das Kriechdiagramm...80

Abbildung 44: Ergebnis der Variation des Inputparameters a_1 auf das Kriechdiagramm81

Abbildung 45: Ergebnis der Variation des Inputparameters A auf das Kriechdiagramm82

Abbildung 46: Links) gemittelte Kriechkurve für 650°C/70 MPa (aus allen durchgeführten regulären Versuchen) mit eingezeichnetem Streubereich; Rechts) Darstellung aller Messergebnisse (650°C/70 MPa) in einem Diagramm (punktierte Linie: irreguläre Ergebnisse)83

Abbildung 47: Überlagerte Darstellung aller Kriechexperimente bei 650°C/70 MPa (strichlierte Linie: irreguläres Ergebnis) links) Darstellung bis zur Bruchdehnung; rechts) Darstellung bis 8 % Dehnung84

Abbildung 48: gesonderte Hervorhebung der jeweiligen Probenausführungen. l.o.) 8.7 mm Durchmesser; r.o.) 11.8 mm Durchmesser; l.u.) 10 mm Durchmesser; r.u.) 10 mm Durchmesser mit umgekehrter Fertigungsstrategie (MF-WBH)85

Abbildung 49: Zwei charakteristische Kriechkennwerte verglichen über die verschiedenen Probenausführungen (Stern: Mittelwert der regulären Ergebnissen; o: irreguläres Ergebnis). links) Bruchzeit vs. Durchmesser; rechts) minimale Kriechrate vs. Durchmesser	86
Abbildung 50: Methode zur Abschätzung der minimalen Kriechrate (hier %/h) aus den unterbrochenen Zeitstandversuchen.	86
Abbildung 51: links) Darstellung der Bruchzeit anhand der Position im Ofen; rechts) Nummerierung der Probenpositionen	87
Abbildung 52: Visualisierung der Ergebnisse von Bruchdehnung (links) und der Brucheinschnürung (rechts)	87
Abbildung 53: Vergleich Bruchzeiten mit anderen Zeitstanddaten aus internationalen Publikationen [72], [76], [77]; links) Übersicht über einen großen Spannungsbereich; rechts) Detail bei 70 MPa.....	88
Abbildung 54: REM-Aufnahme von P91 nach 8740 h bei 650°C/70 MPa.	90
Abbildung 55: FSD-Detektor Bild von P91 nach 8740 h bei 650°C/70MPa; links) Schaftbereich (70 MPa); rechts) Kopfbereich (≈ 0 MPa)	91
Abbildung 56: EBSD-Aufnahmen der Probe 27 im Schaftbereich nach 11440 h bei 650°C und 70 MPa (Messfenster (70x70) μm^2)	92
Abbildung 57: Subkorngrößenverteilung der Probe 35-Schaft nach 6200 h	93
Abbildung 58: Ergebnisse der Auswertung des Subkornradius	93
Abbildung 59: Entwicklung der Grenzflächen-versetzungsdichte ρ_b	94
Abbildung 60: Temperaturverläufe der durchgeführten Wärmebehandlungen; Links) Austenitisieren bei 1060°C; Rechts) Tempern bei 760°C	95
Abbildung 61: Ausgewertete Kontur der Kriechprobe 18 bei verschiedenen Laufzeiten (rot: Ausgangskontur bei 0 h, strichliert: Ausgangsradius 5.9 mm)	96
Abbildung 62: Dicke der Zunderschicht nach verschiedenen Laufzeiten	97
Abbildung 63: Links: Schematischer Probenentnahmeplan; Rechts: Gegenüberstellung der Mikrostruktur vor (Anlieferungszustand) und nach der Wärmebehandlung	99
Abbildung 64: Kriechkurve der Probe 8 (online)	100
Abbildung 65: Kriechdiagramm im Einzelprobenofen 3. Links) verfrühter Bruch der Probe 2 während des Experiments; rechts) stark beschleunigtes Kriechverhalten der Probe 3	100
Abbildung 66: Kriechkurve der Probe 35 (offline)	101
Abbildung 67: Minimale Kriechrate von P91 für verschiedene Temperaturen [80]. Die eingezeichneten Dreiecke deuten den Spannungsexponenten n des Norton'schen Kriechgesetzes [4].	106

Abbildung 68: Überblick Mikrostruktur im Schaftbereich der Probe 37	107
Abbildung 69: Überblick Mikrostruktur im Kopfbereich der Probe 37	107
Abbildung 70: links) Datenpunkt bei dem das ersten Mal eine Einschnürung optisch erkennbar ist; rechts) restliche Zeit bis zum Bruch sobald Probe einschnürt	108
Abbildung 71: Kriechkurven anhand der angewandten WBH hervorgehoben (s. Abschnitt 5.3.1)	109
Abbildung 72: Mögliche Variation der Kriechdaten für P91 bei 650°C & 70 MPa	111
Abbildung 73: EBSD Aufnahmen der Probe WBH-A normal zur Schmiederichtung.....	129
Abbildung 74: EBSD Aufnahmen der Probe WBH-A quer zur Schmiederichtung.....	129
Abbildung 75: EBSD Aufnahmen der Probe 4 aus dem Schaftbereich	130
Abbildung 76: Werkstattzeichnung der Probe mit dem Durchmesser 8.7 mm	136
Abbildung 77: Werkstattzeichnung der Probe mit dem Durchmesser 10 mm	137
Abbildung 78: Werkstattzeichnung der Probe mit dem Durchmesser 11.8 mm	138

10 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Liste aller im Modell verwendeten Variablen.....	38
Tabelle 2: Parameter aus der Literaturstudie.....	47
Tabelle 3: Zusammensetzung der P91 Legierung (*Mittelwert aus vier Einzel-Schmelzanalysen) [63].....	48
Tabelle 4: Ausgangsparameter der berücksichtigten Ausscheidungen in P91; in Klammer sind die jeweiligen Keimbildungsorte angeführt.....	50
Tabelle 5: Belastungskräfte bzw. Belastungsgewichte für die jeweiligen Probendurchmesser bei der Prüfspannung von 70 MPa.....	60
Tabelle 6: Probenmatrix (P6-P1: Position im Ofen); mit * markierten Proben: fehlgeschlagen bzw. abgebrochen.....	60
Tabelle 7: Restliche Simulationsparameter für die Mater-Kriechkurve von P91 bei 70 MPa & 650°C.....	70
Tabelle 8: Zusammenfassung der Bruchzeiten und ausgewählter Mikrostrukturdaten der simulierten Spannungen.....	73
Tabelle 9: Variation des Inputparameters ρm und Ergebnis auf die Kriechsimulation.....	75
Tabelle 10: Variation des Inputparameters ρb und Ergebnis auf die Kriechsimulation.....	76
Tabelle 11: Variation des Inputparameters Rsb_g und Ergebnis auf die Kriechsimulation.....	77
Tabelle 12: Variation des Inputparameters KC und Ergebnis auf die Kriechsimulation.....	78
Tabelle 13: Variation des Inputparameters β und Ergebnis auf die Kriechsimulation.....	79
Tabelle 14: Variation des Inputparameters Dvp und Ergebnis auf die Kriechsimulation.....	80
Tabelle 15: Variation des Inputparameters $a1$ und Ergebnis auf die Kriechsimulation.....	81
Tabelle 16: Variation des Inputparameters A und Ergebnis auf die Kriechsimulation.....	82
Tabelle 17: Messergebnisse des Kriechexperiments von P91 bei 70 MPa (mit * markierte Proben = abgebrochen oder irregulär).....	89
Tabelle 18: Ergebnisse der Auswertungen des Korndurchmessers und der Subkornradien (K=Kopfbereich, S=Schaftbereich).....	92
Tabelle 19: Ergebnisse der Auswertung für die Grenzflächenversetzungsdichte.....	94
Tabelle 20: Ergebnisse der Exzentrizitätmessungen (Einheit in 10^{-2} mm).....	96
Tabelle 21: Ergebnisse der Schichtdickenauswertung.....	97

11 Anhang

11.1 EBSD-Aufnahmen

Hier werden die EBSD-Aufnahmen der verschiedenen Proben dargestellt, jeweils nach dem folgenden Schema: links) Image Quality; mitte) IQ+IPF; rechts) Inverse Pole Figure

11.1.1 Probe WBH-A

normal

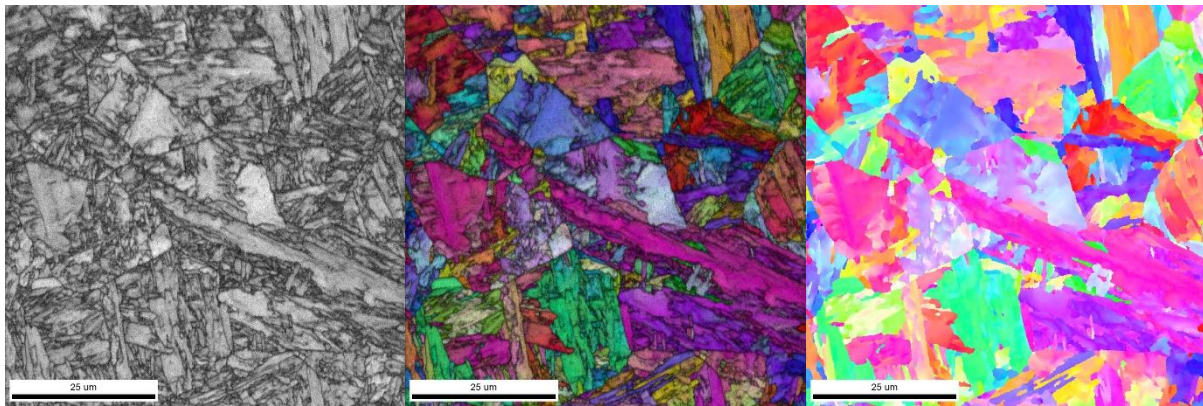


Abbildung 73: EBSD Aufnahmen der Probe WBH-A normal zur Schmiederichtung

quer

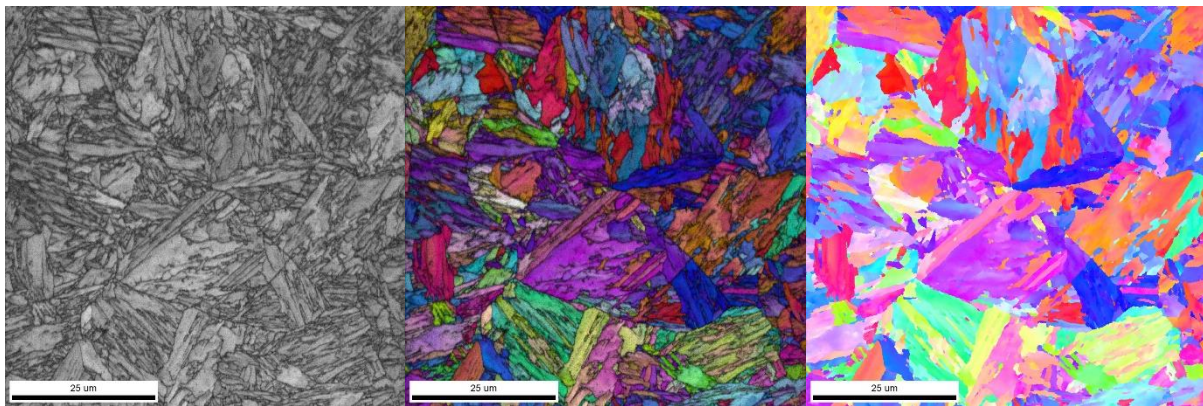


Abbildung 74: EBSD Aufnahmen der Probe WBH-A quer zur Schmiederichtung

11.1.2 Probe 4

Schaft

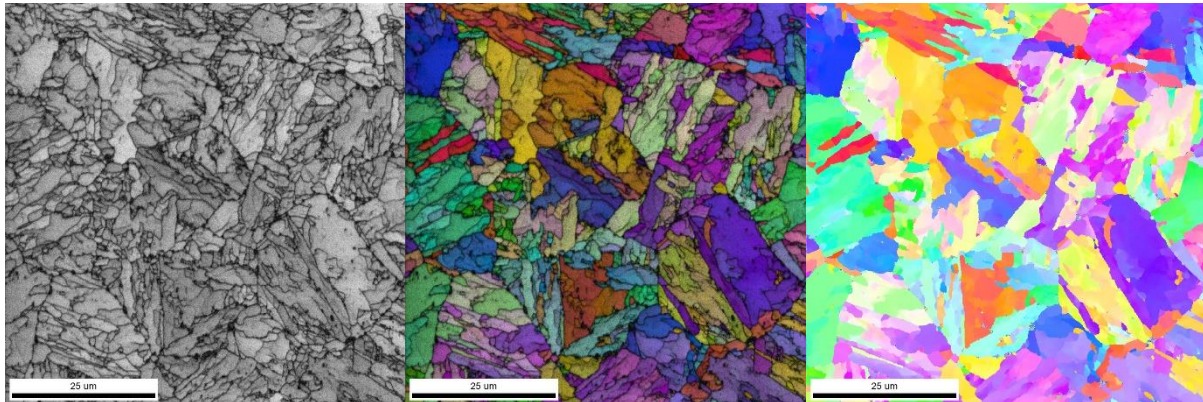
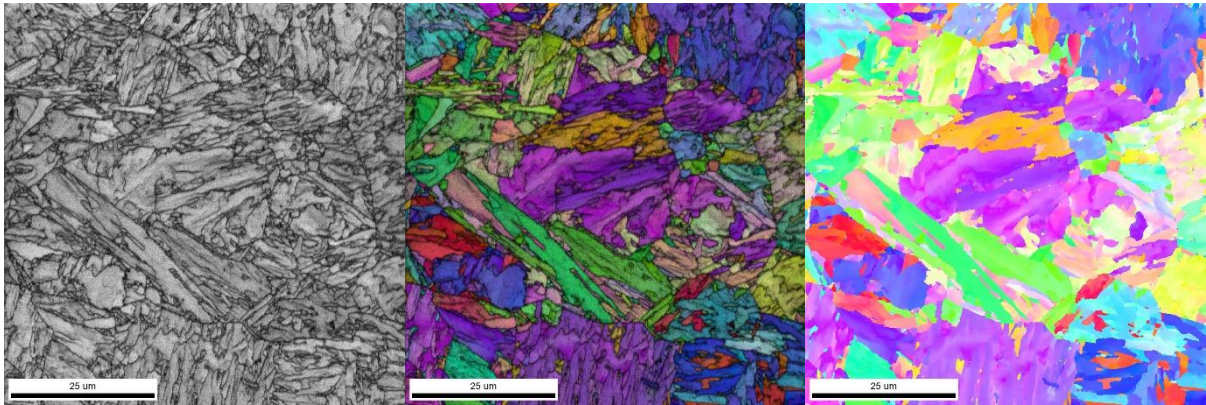


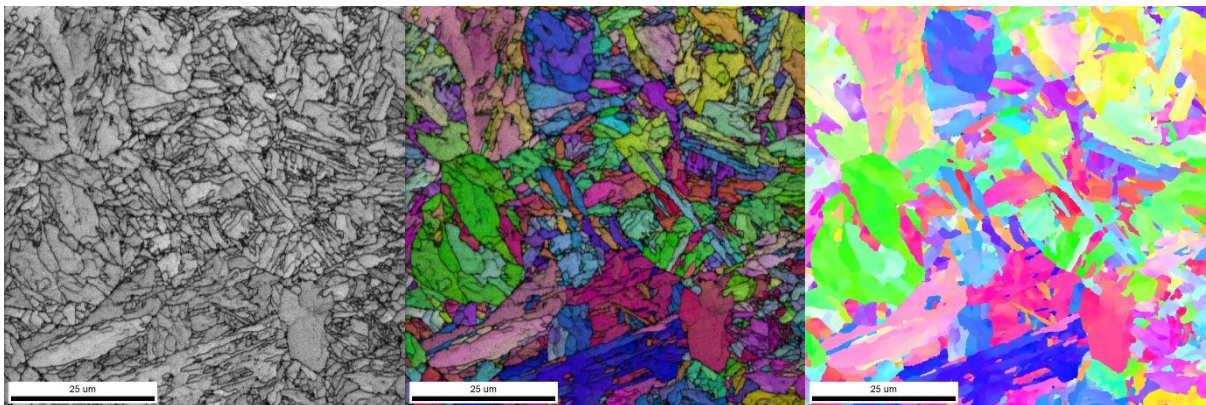
Abbildung 75: EBSD Aufnahmen der Probe 4 aus dem Schaftbereich

Kopf

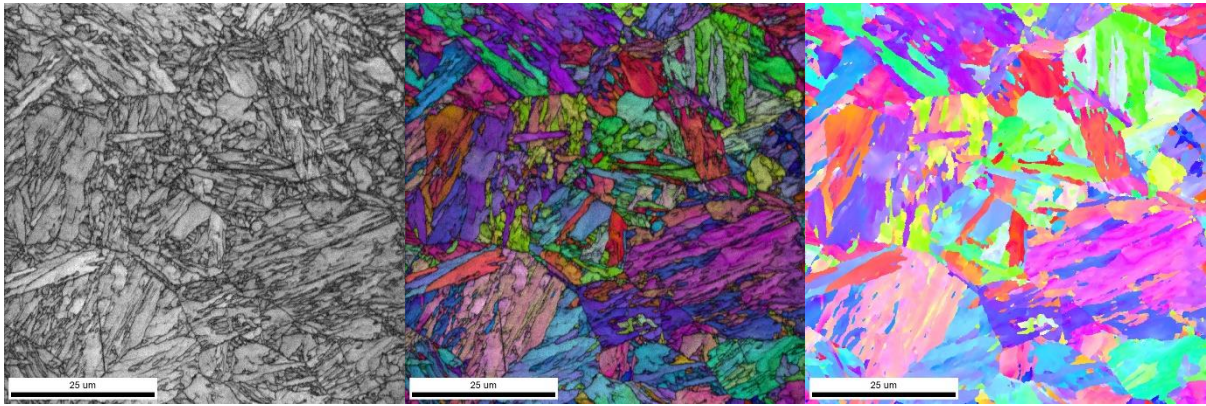


11.1.3 Probe 8

Schaft

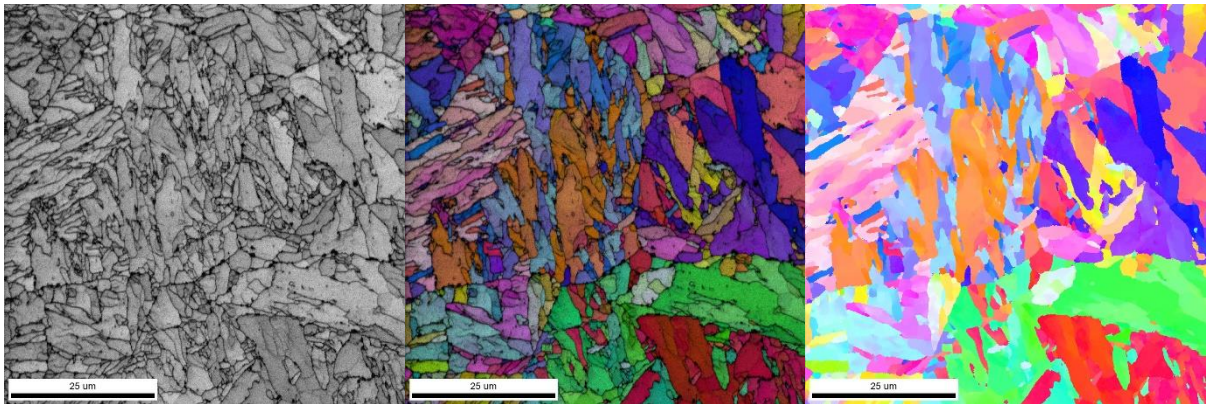


Kopf

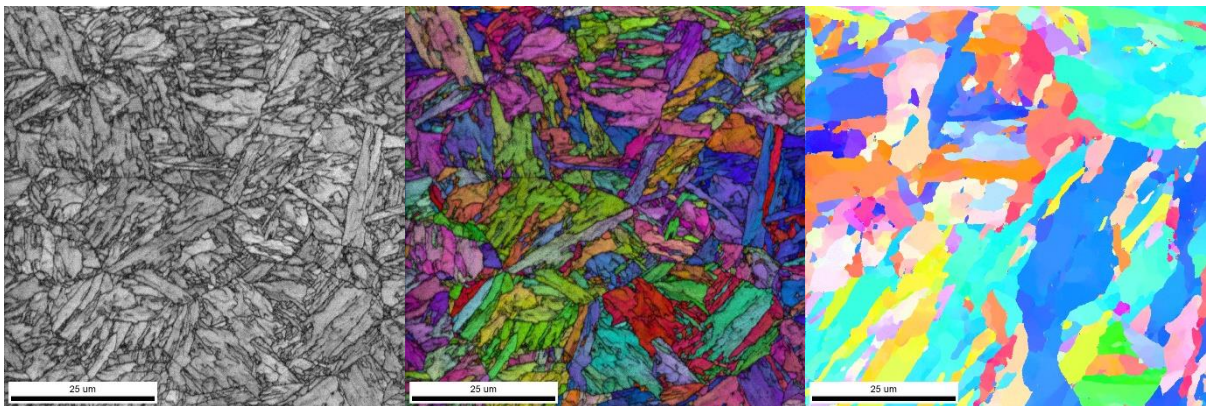


11.1.4 Probe 27

Schaft

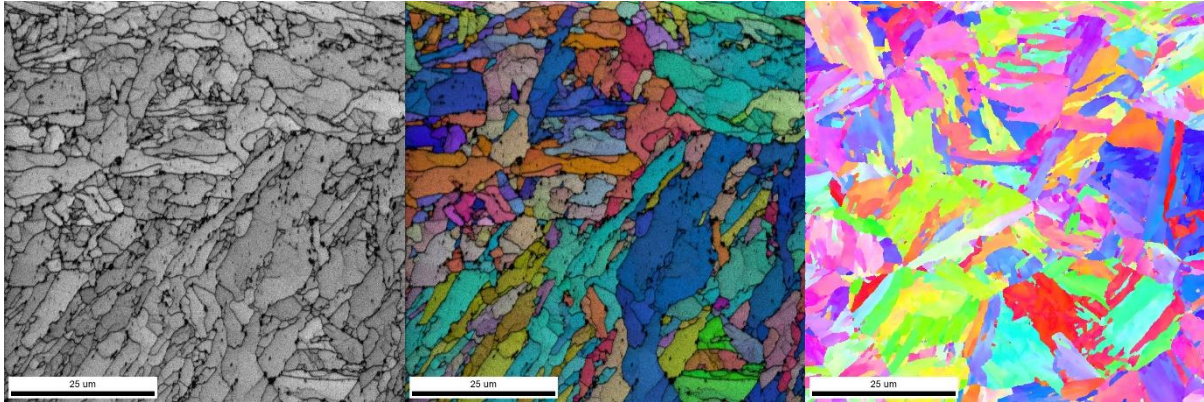


Kopf

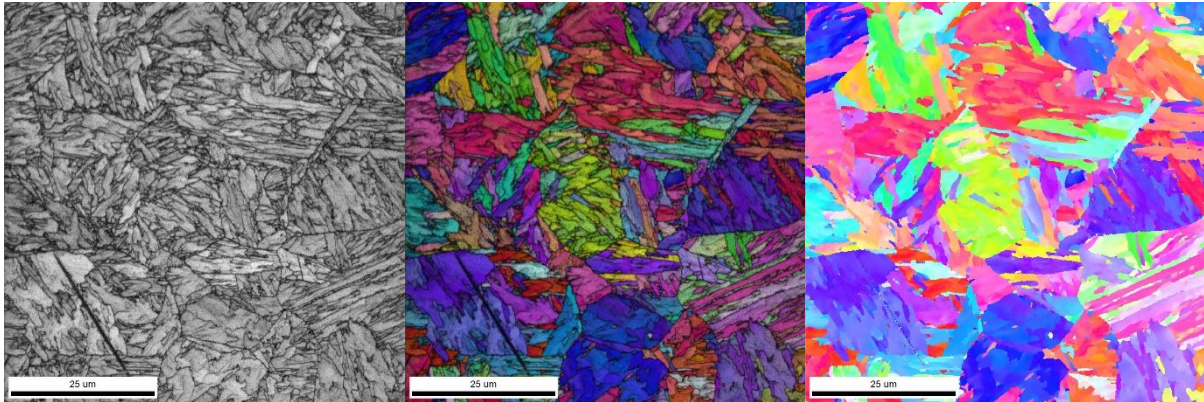


11.1.5 Probe 34

Schaft

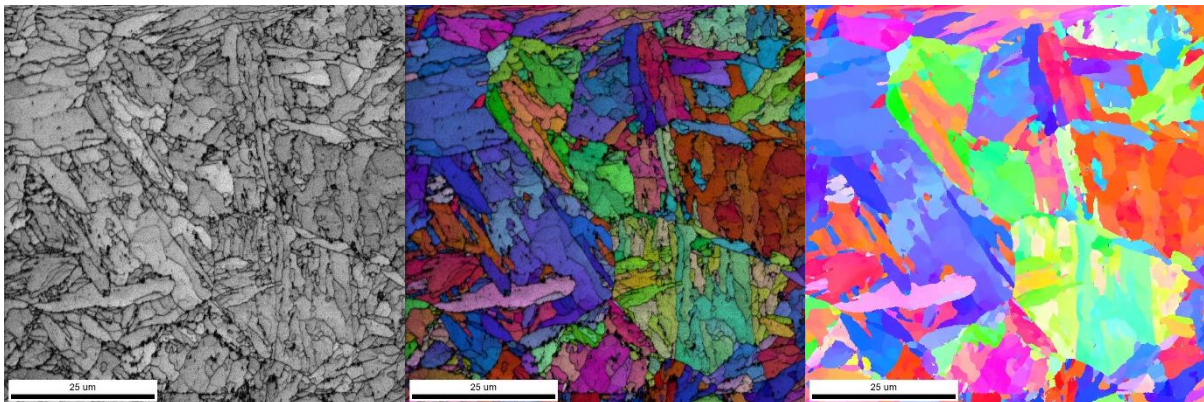


Kopf

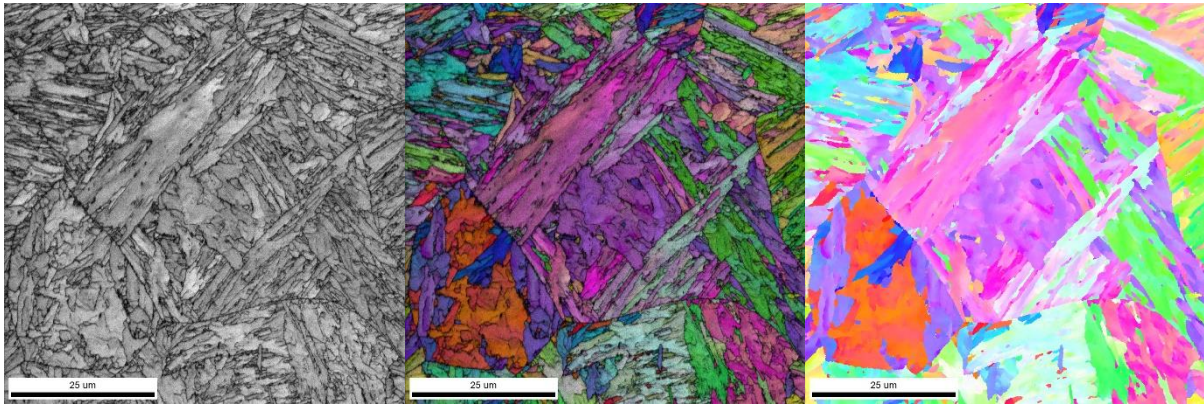


11.1.6 Probe 35

Schaft

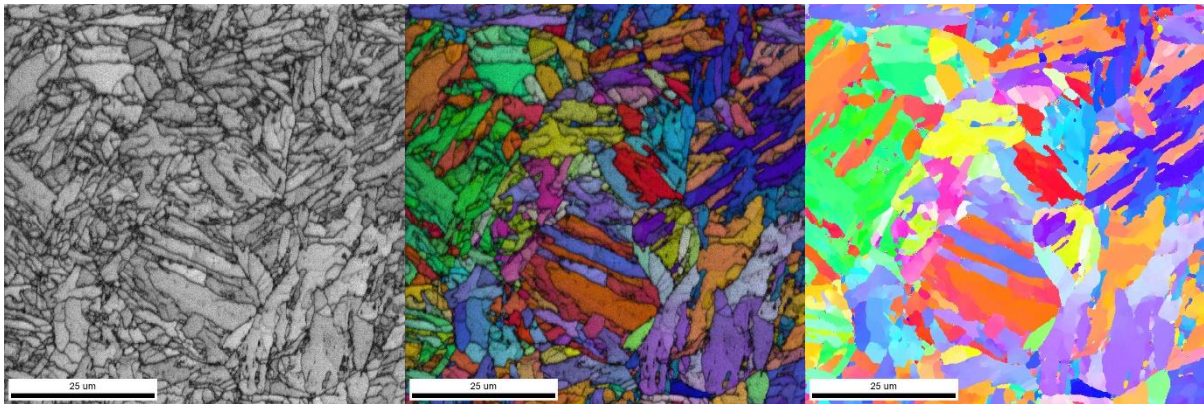


Kopf

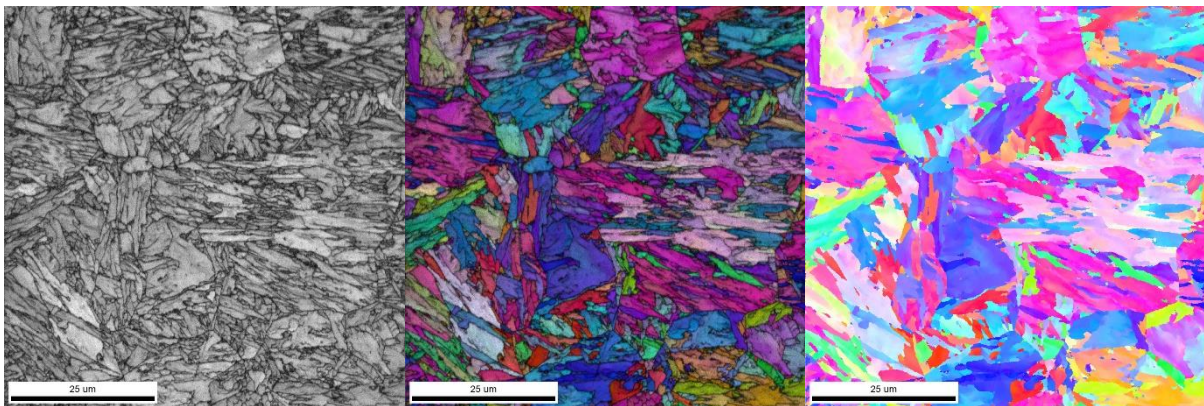


11.1.7 Probe 39

Schaft



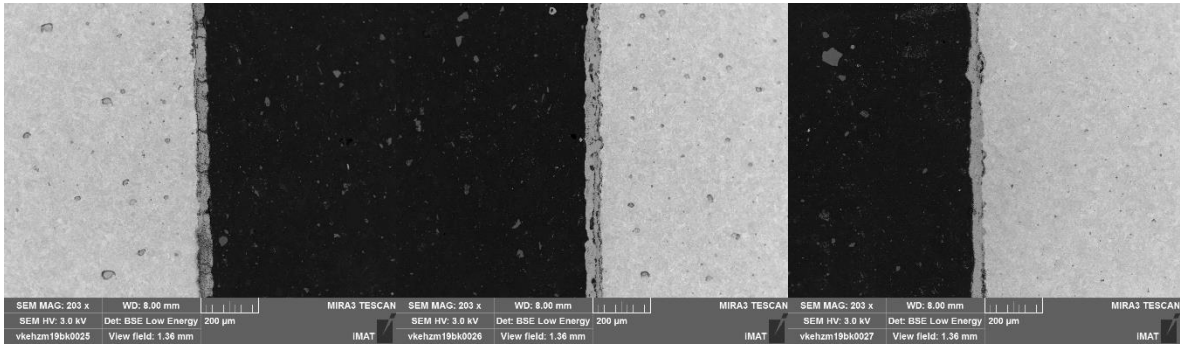
Kopf



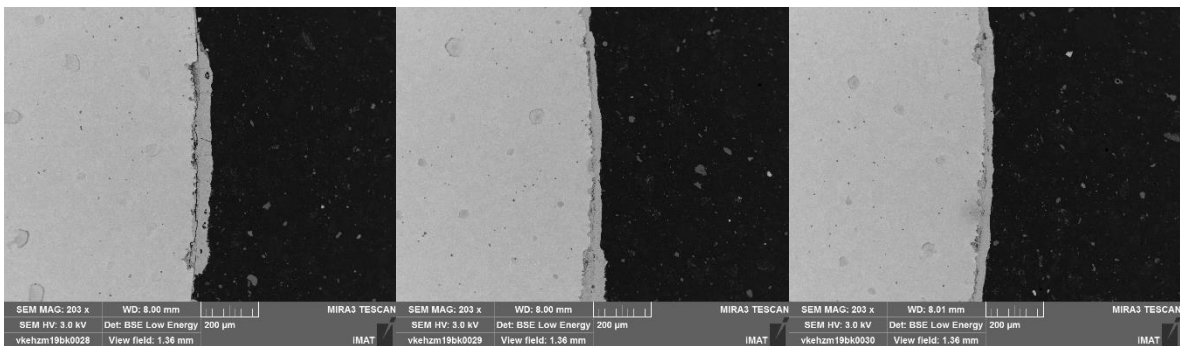
11.2 Zunderschicht

Hier wurden alle Aufnahmen zur Auswertung der Zunderschicht dargestellt. Es wurden jeweils 3 Positionen über den Umfang verteilt ausgewählt.

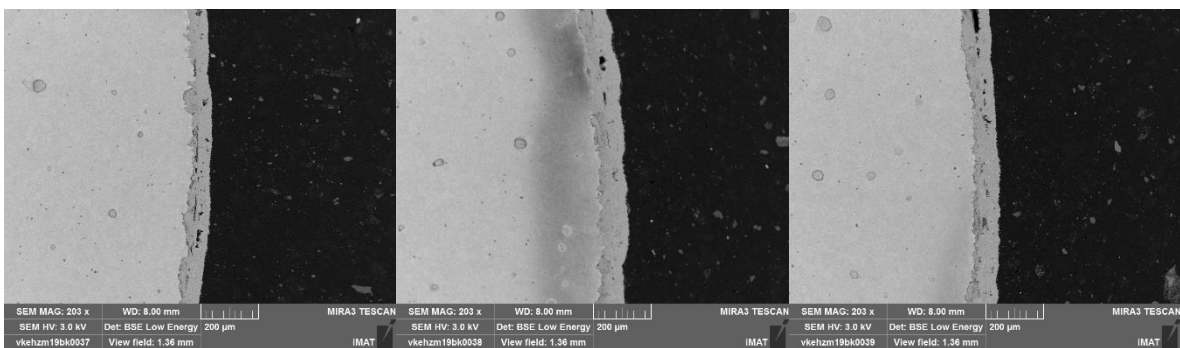
11.2.1 Probe 4



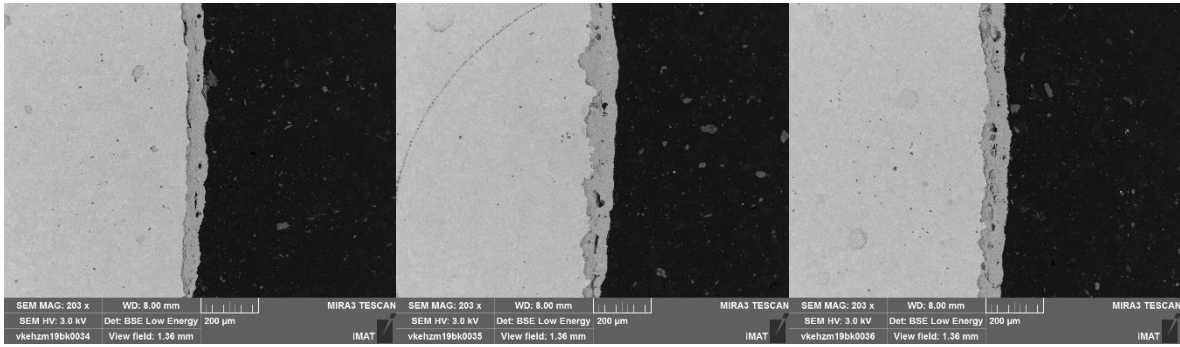
11.2.2 Probe 8



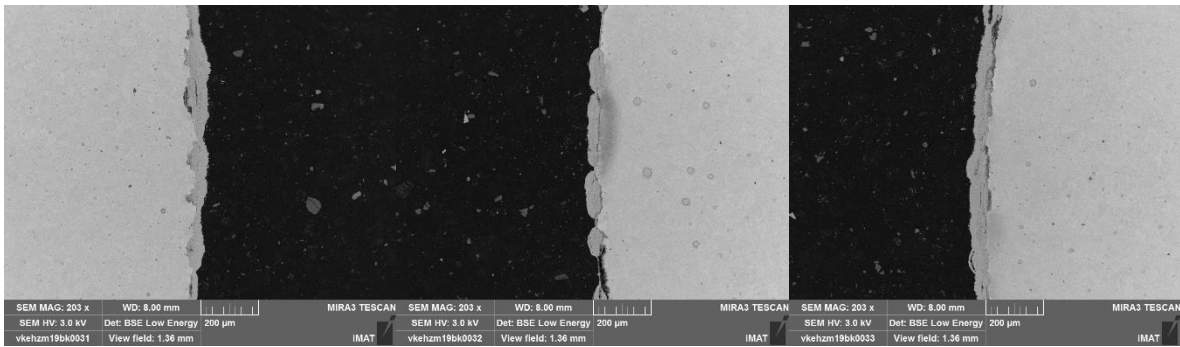
11.2.3 Probe 27



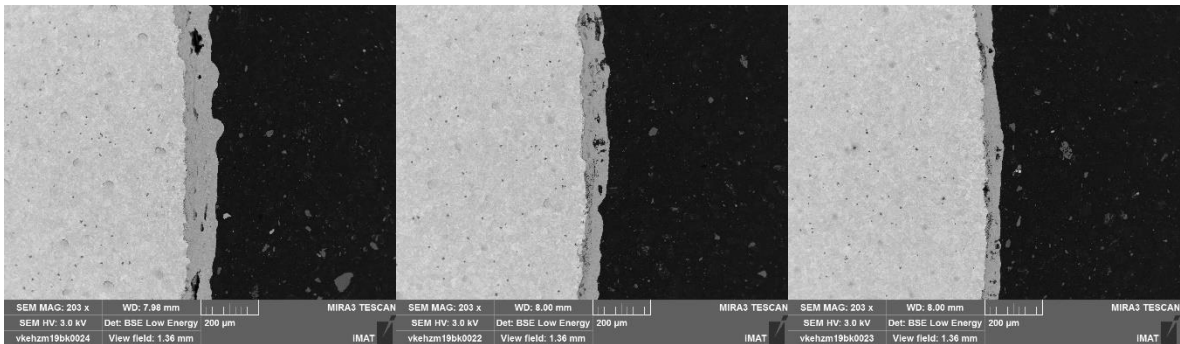
11.2.4 Probe 34



11.2.5 Probe 35



11.2.6 Probe 39



11.3 Konstruktionszeichnungen

11.3.1 Durchmesser 8.7 mm

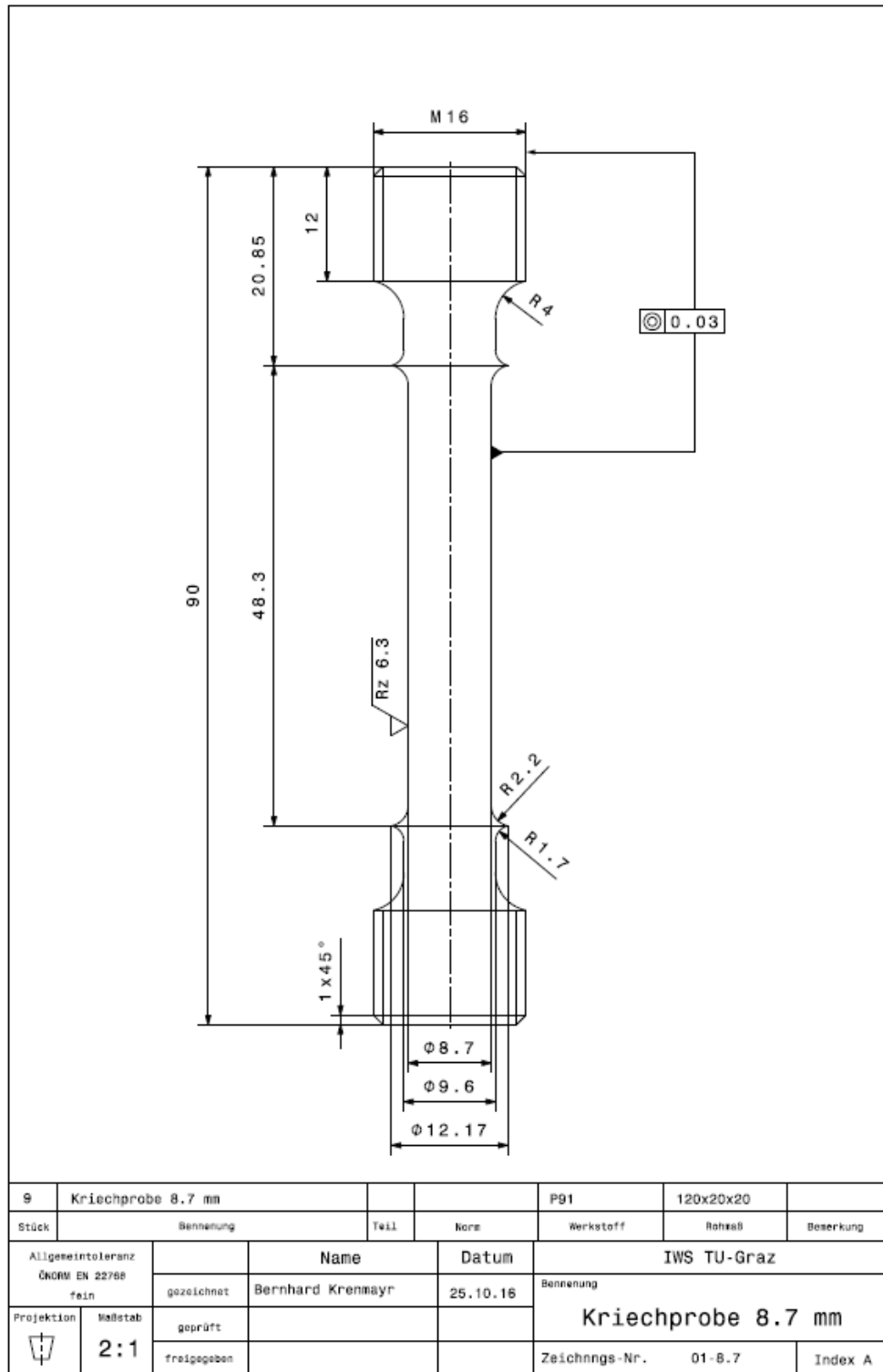


Abbildung 76: Werkstattzeichnung der Probe mit dem Durchmesser 8.7 mm

11.3.2 Durchmesser 10 mm

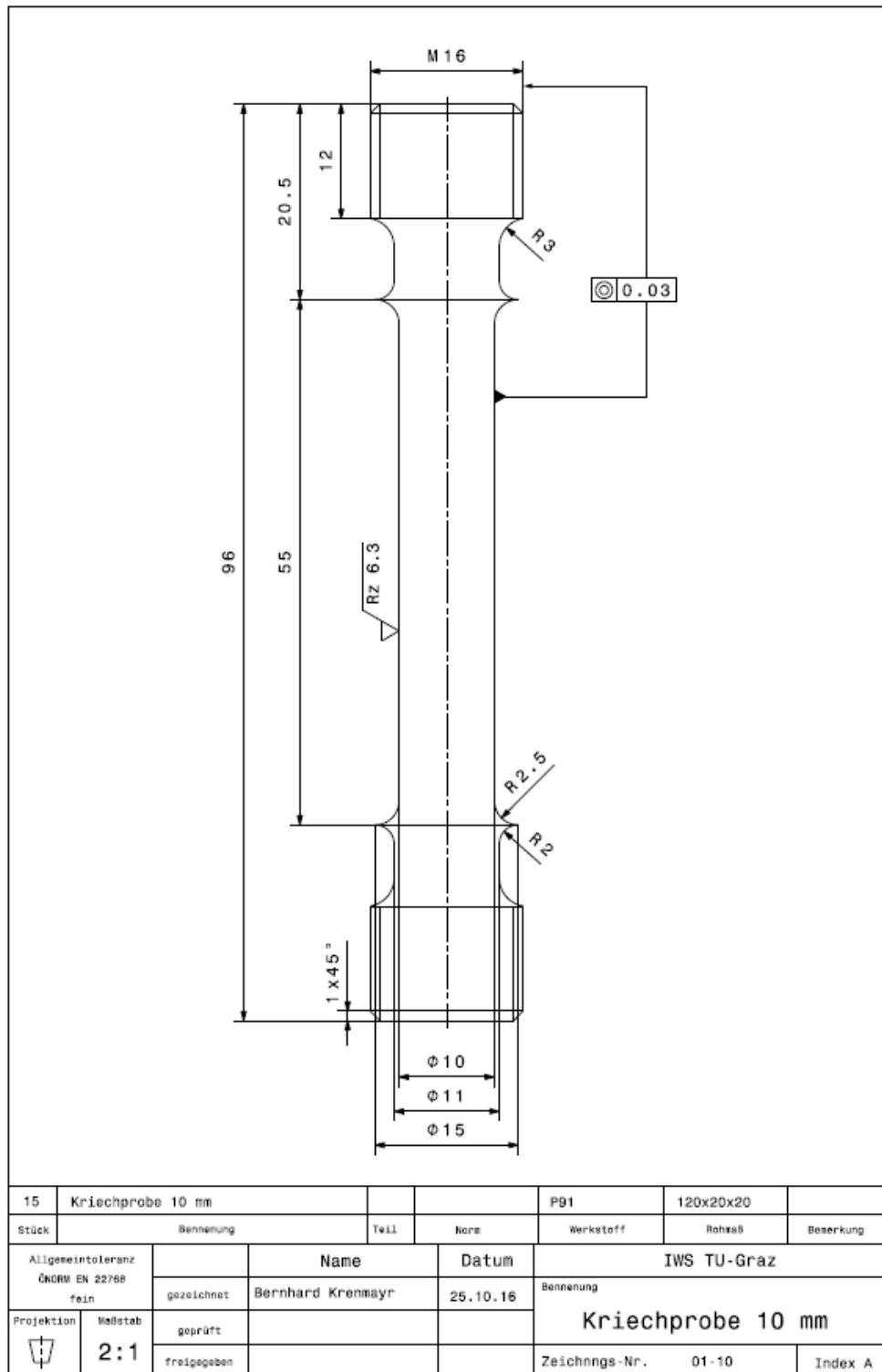


Abbildung 77: Werkstattzeichnung der Probe mit dem Durchmesser 10 mm

11.3.3 Durchmesser 11.8 mm

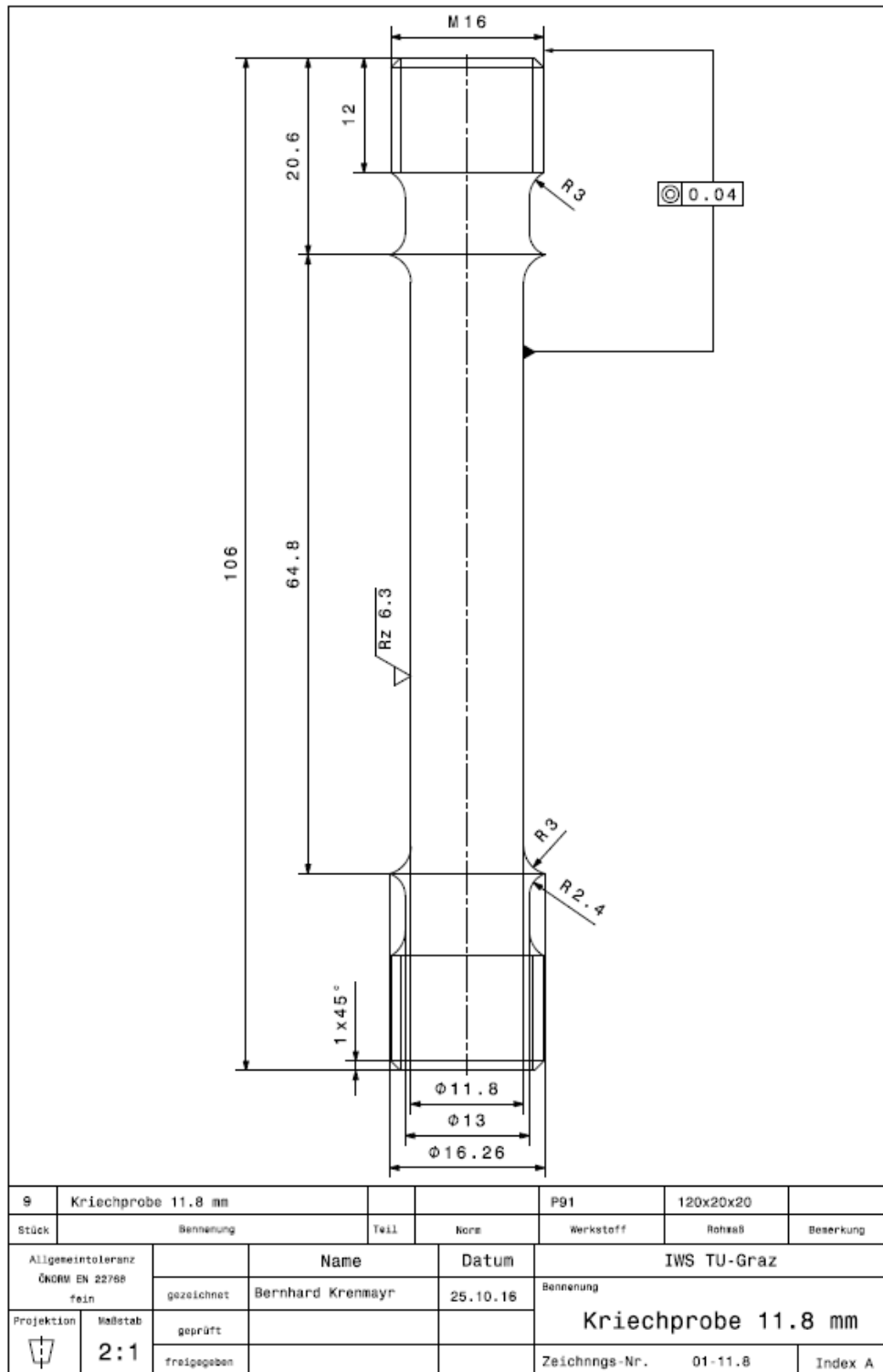


Abbildung 78: Werkstattzeichnung der Probe mit dem Durchmesser 11.8 mm