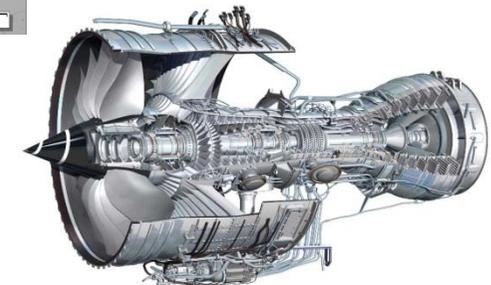
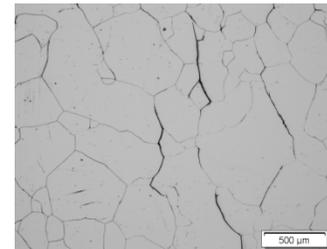
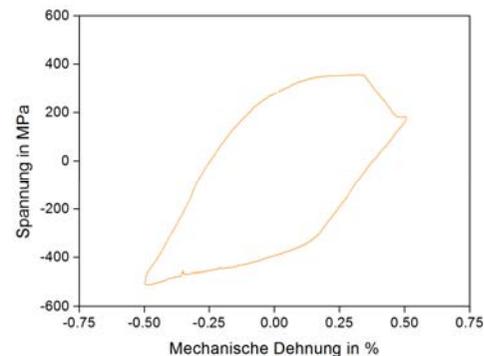


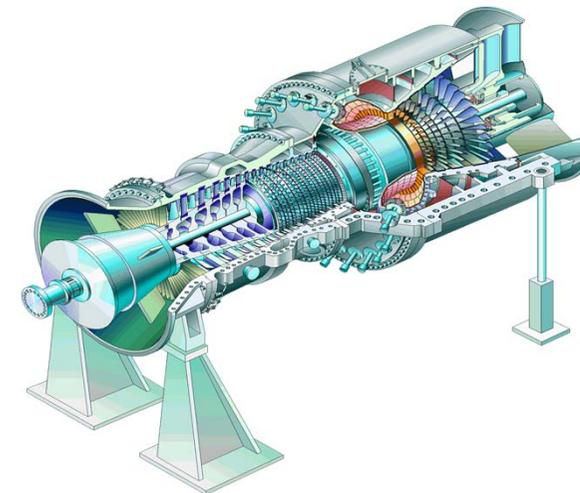
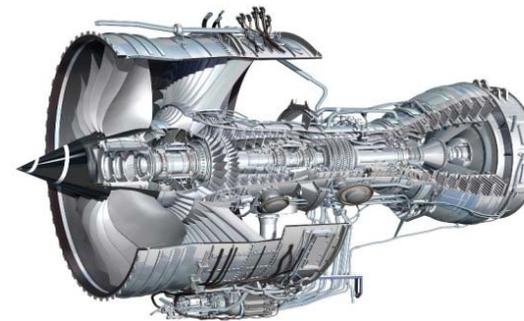
# Einfluss der Temperatur-Dehnung Phasenlage auf das thermomechanische Ermüdungsverhalten von Ni-Basis-Legierungen

Stefan Guth, Karl-Heinz Lang  
Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Institute für Angewandte Materialien (IAM)

Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffkunde (IAM-WK)



- Gasturbinen spielen wichtige Rolle bei Energieerzeugung und Transport
- Entwicklungsziele:
  - reduzierter Brennstoffverbrauch
  - flexibler Lastbetrieb bei langer Lebensdauer
- Insbesondere stationäre Gasturbinen werden durch Einspeisung erneuerbarer Energien zukünftig variabler betrieben



→ Thermisch-mechanische Ermüdung

# Einleitung

Thermisch-mechanische Ermüdung (TMF) entsteht in heißgehenden Bauteilen durch Temperaturgradienten

Beispiel: gekühlte Wand einer Brennkammer

Betriebsstart:



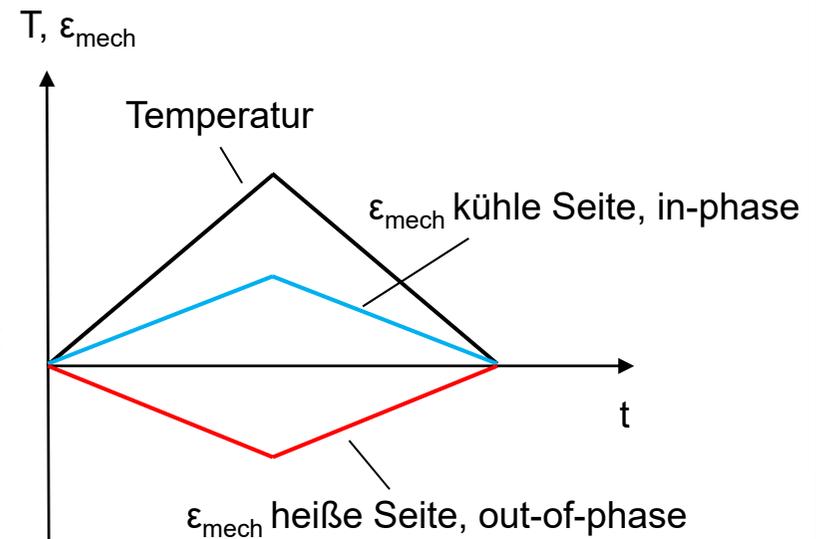
Plastische Verformung im stationären Betrieb:



Behinderung von  $\epsilon_{th}$ :



Materialzusammenhalt bei Ende Betriebszyklus:

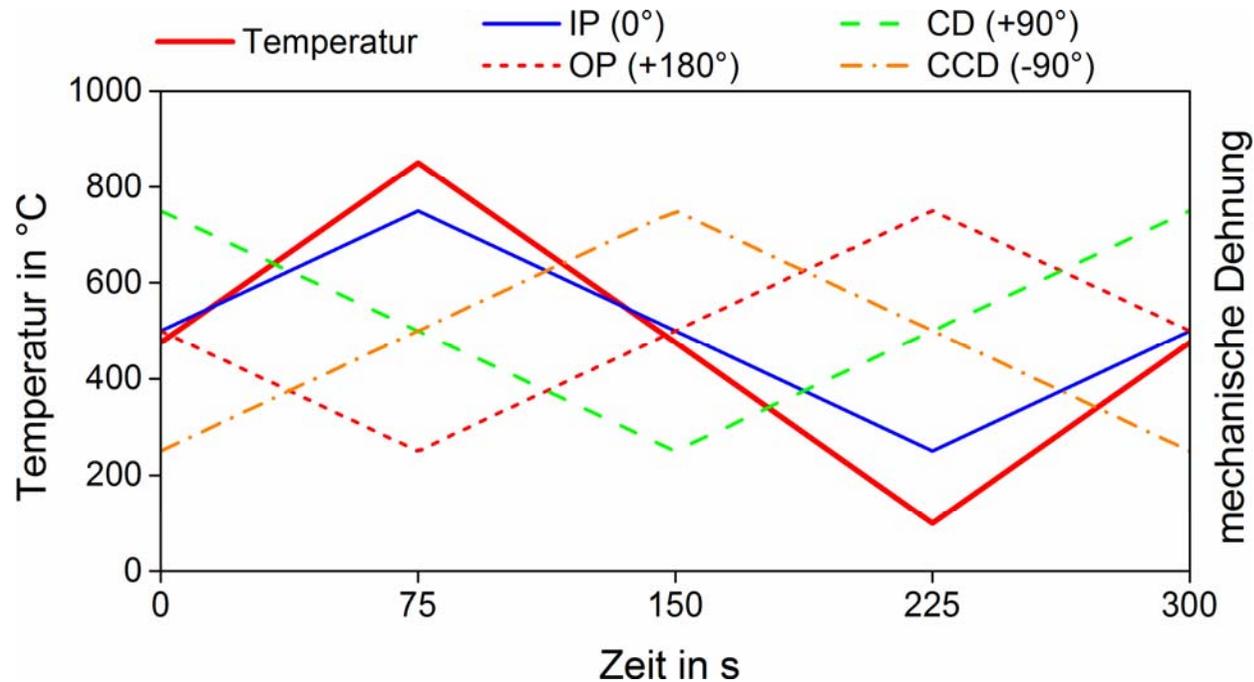


→ Ermüdung durch wiederholte Start-Stopp-Vorgänge

# Einleitung

Phasenlage zwischen mechanischer Dehnung und Temperatur ist abhängig von Kühlsituation, Art des Wärmeeintrags, Bauteilgeometrie,...

→ Vielfältige Phasenlagen möglich



0°, 180°: gekühlte Turbinenschaufel

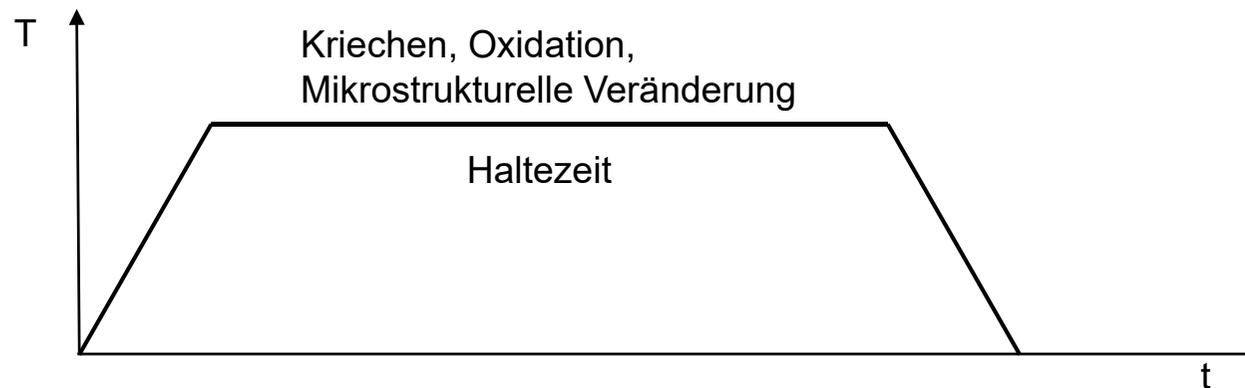
+ 90°, -90°: ungekühlte Turbinenschaufel

# Einleitung

Je nach TMF-Phasenlage dominieren unterschiedliche Schädigungsmechanismen:

- Ermüdungsschädigung
- Kriechschädigung
- Schädigung durch Korrosion

Boismier & Sehitoglu, J. Eng. Mater. Technol. , 1990



Gordon et al., Acta Mater., 2007

→ Nutzungsdauer ?

## Motivation

- TMF-Lebensdauer hängt mitunter stark von der Phasenlage ab.
- Mechanismen sind nur unzureichend verstanden
- Bei der Auslegung werden die Einflüsse der Phasenlage häufig nicht berücksichtigt, stattdessen hohe Sicherheitsfaktoren  
→ **Werkstoffpotenzial wird nicht voll ausgenutzt**

### Ziele:

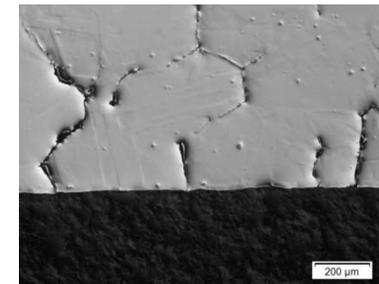
- Bereitstellung einer Datenbasis für zwei Nickelbasislegierungen unter TMF-Beanspruchung bei verschiedenen Phasenlagen.
- Besseres Verständnis der Schädigungsmechanismen in Abhängigkeit von Phasenlage und Haltezeiten.
- Entwicklung eines schädigungsbasierten Modells zur Beschreibung der Lebensdauer.

# Werkstoffkundliche Untersuchungen

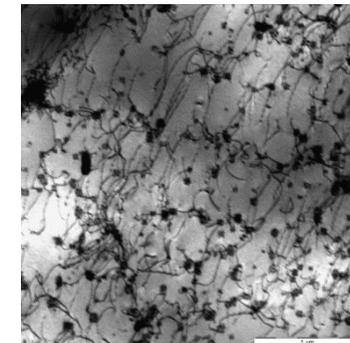
- TMF-Versuche an
  - NiCr22Co12Mo9 mit optionalen Haltezeiten
  - Mar-M247 LC ohne Haltezeiten



- Untersuchung des Schädigungsverhaltens mittels Lichtmikroskopie



- Untersuchung der Mikrostrukturentwicklung mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

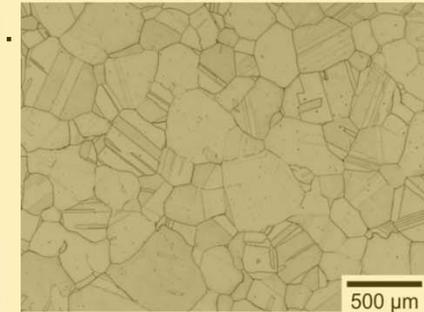


## NiCr22Co12Mo9:

- Mischkristall- und karbidverfestigte Ni-Basis-Schmiedelegerung.
- Handelsnamen Inconel Alloy 617 oder Nicrofer 5520 Co.

Chemische Zusammensetzung in Ma.-%:

Ni	C	Si	Cr	Co	Mo	Al	Ti	Fe
Basis	0,06	0,11	22,25	11,45	8,88	1,28	0,40	0,56

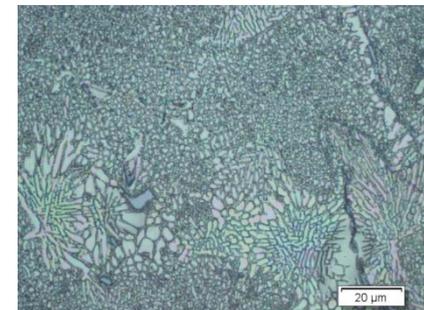


## Mar-M247 LC:

- $\gamma'$ -verfestigte Nickelbasis-Gusslegierung.
- Werkstoff wurde durch HIP nachverdichtet.

Chemische Zusammensetzung in Ma.-%:

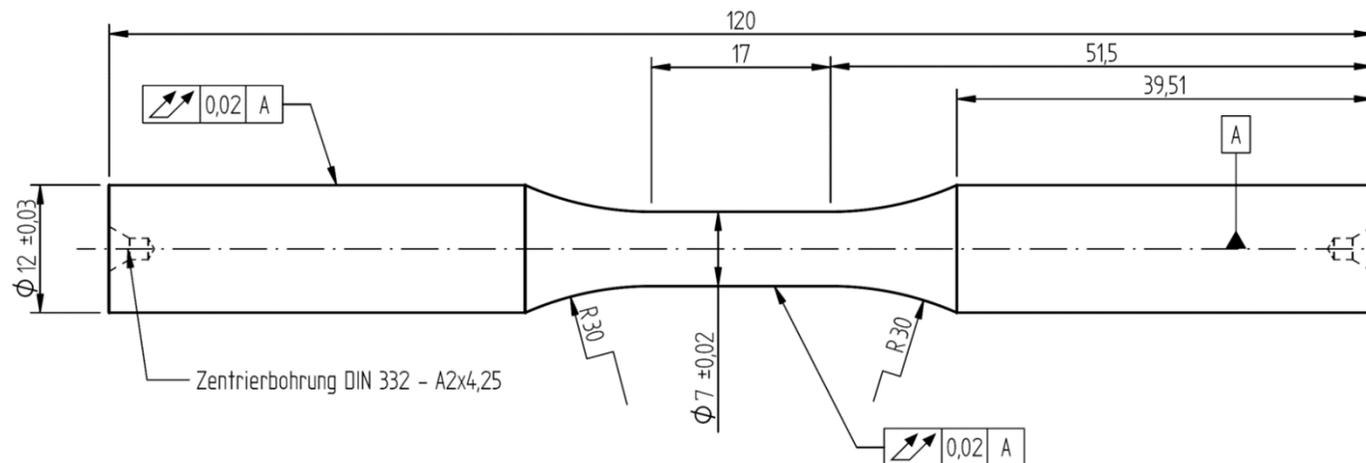
Ni	C	Si	Cr	Mo	W	Co	Al	Ti
Basis	0,07	0,03	8,19	0,5	9,44	9,24	5,60	0,67



# Versuchsdurchführung

Totaldehnungskontrollierte TMF-Versuche an einer speziell modifizierten elektromechanischen Prüfmaschine

Probengeometrie:



- Temperaturschwingbreite: 100 – 850 °C
- Temperaturrate: 5 K/s → 5 min Zyklendauer in Versuchen ohne Haltezeit
- Optionale Haltezeiten von 2, 5 und 30 min bei 850 °C
- mechanische Totaldehnungsamplituden zwischen 0,2 und 0,6 %
- $R_{\varepsilon} = -1$

## Versuchsdurchführung

4 Phasenlagen zwischen mechanischer Dehnung und Temperatur:

- 0° (in phase, IP)
- 180° (out of phase, OP)
- 90° (clockwise diamond, CD)
- -90° (counterclockwise diamond, CCD)

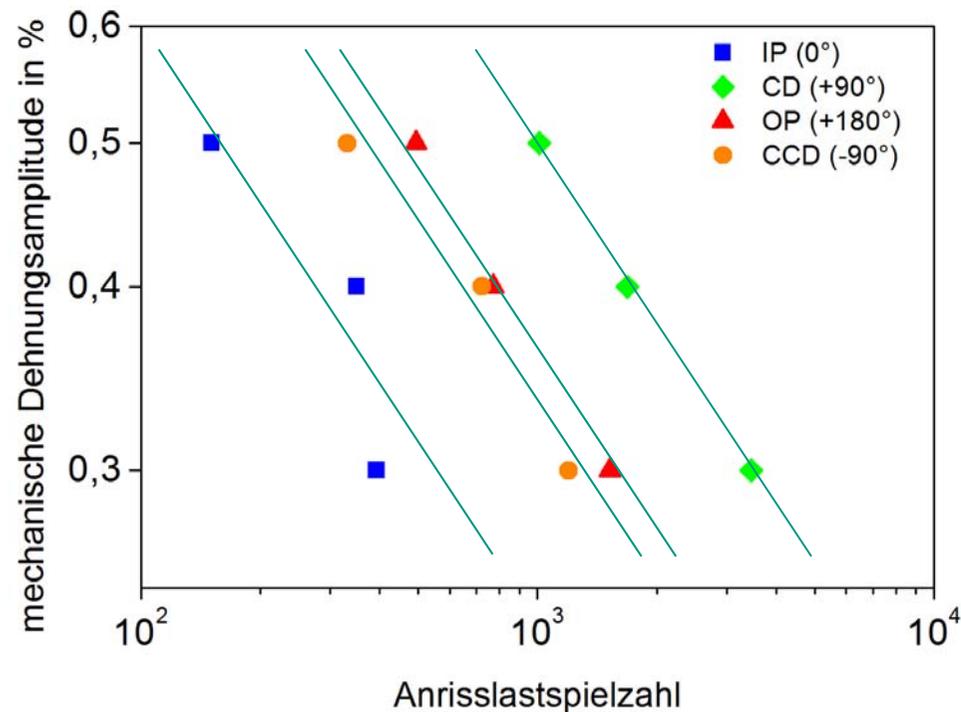
Lebensdauer  $N_A$ : makroskopischer Anriss → 10 % Abfall der stabilisierten  
Maximalspannung

Nach Versuchsende:

- Metallographische Untersuchungen an Längsschliffen
- Mikrostrukturelle Untersuchungen mittels TEM

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen ohne Haltezeit

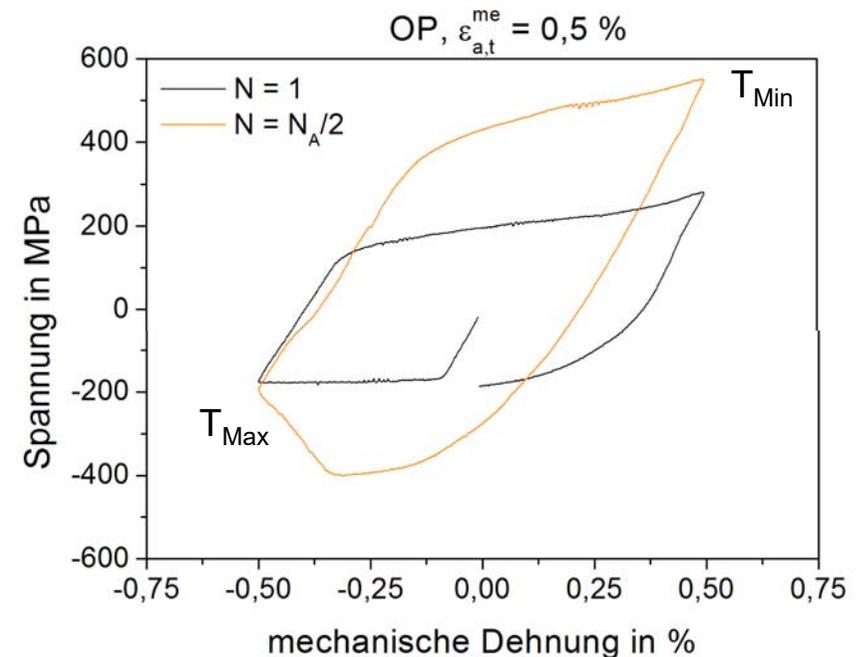
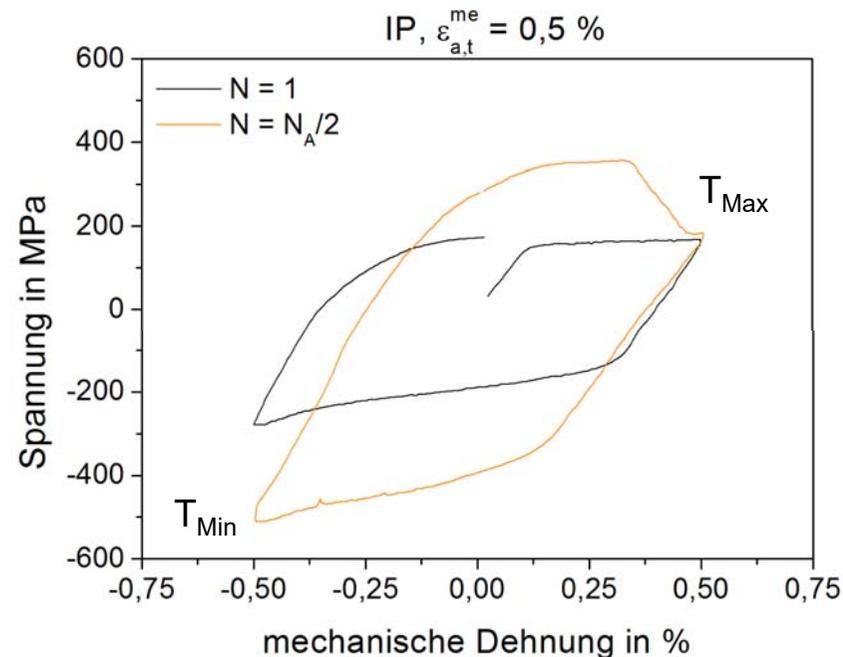
Lebensdauerverhalten:



- Deutlicher Einfluss der Phasenlagen auf die Lebensdauer
- Reihenfolge: IP < CCD < OP < CD
- Ähnliche Steigung der Streubänder

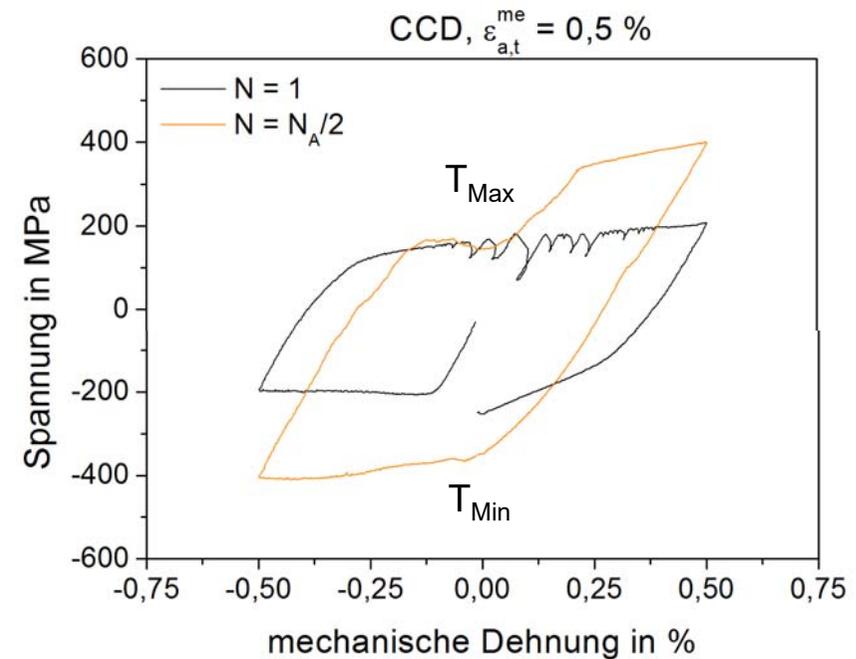
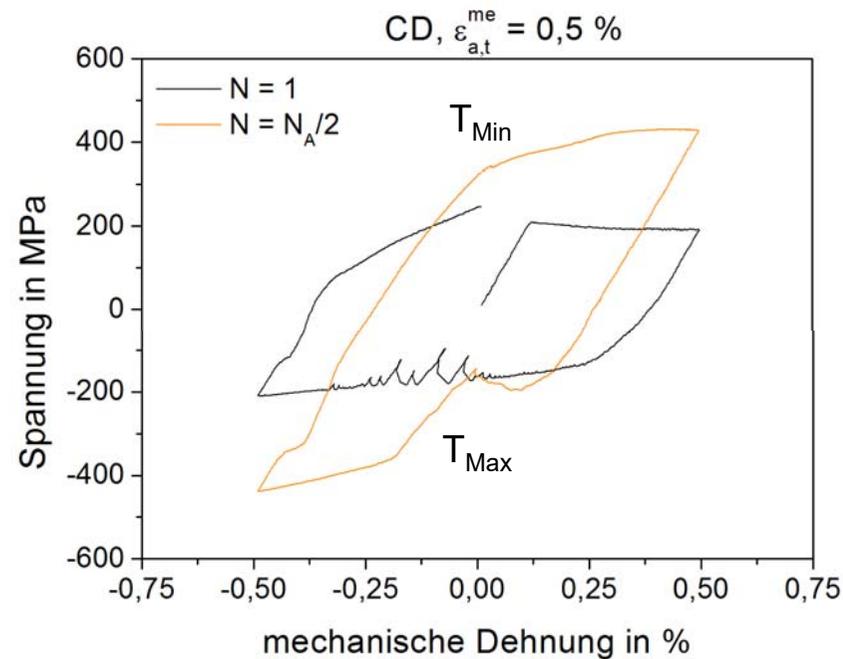
# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen ohne Haltezeit

Hystereseschleifen IP, OP:



- Deutliche plastische Verformung, starke Verfestigung
- Spannungsniveau bei IP in den Druckbereich, bei OP in den Zugbereich verschoben
- Schwach ausgeprägte Spannungseinbrüche durch dynamische Reckalterung (DRA)

Hystereseschleifen CD, CCD:

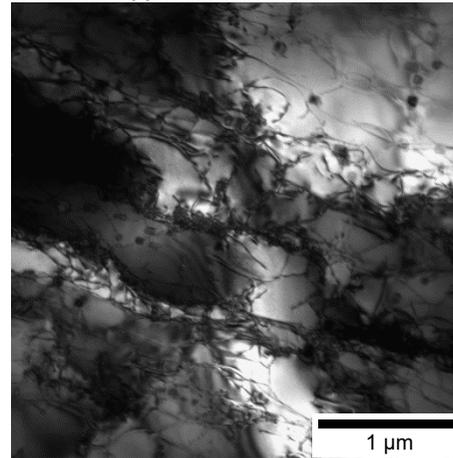
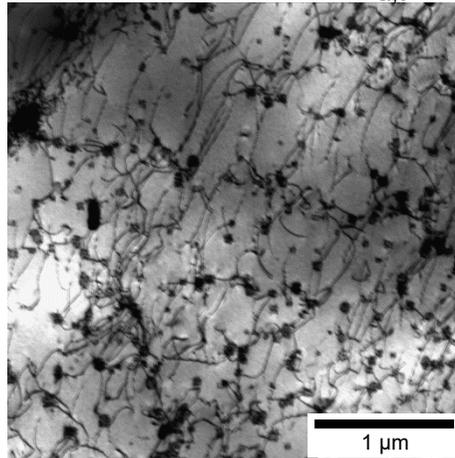


- Verfestigung ähnlich wie bei IP-/OP-Versuchen
- Keine Verschiebung des Spannungsniveaus
- Spannungseinbrüche durch DRA ausgeprägter, nehmen mit zunehmender Zyklenzahl ab

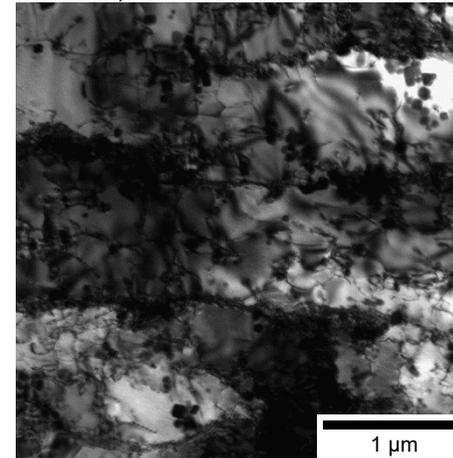
## NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen ohne Haltezeit

TEM-Untersuchungen: Mikrostruktur für alle Phasenlagen ähnlich.  
Repräsentative Aufnahmen nach Versuchsende:

IP,  $\epsilon_{a,t}^{me} = 0,5\%$ ,  $N_A = 151$



OP,  $\epsilon_{a,t}^{me} = 0,3\%$ ,  $N_A = 1522$



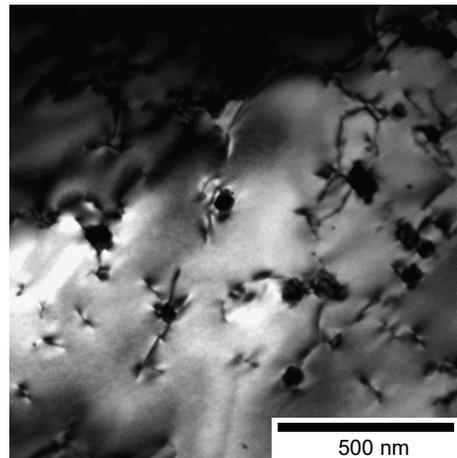
- Wellige Versetzungsbewegung mit planaren Anteilen
- Hohe Dichte feinverteilter Sekundärkarbide, deutlich erhöht im Vergleich zum Ausgangszustand → Verfestigung
- Einsetzende Subkornbildung

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen ohne Haltezeit

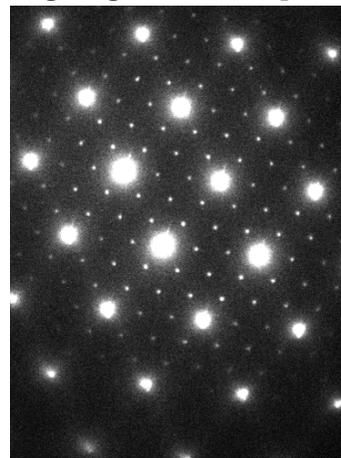
TEM-Untersuchungen: Detailaufnahme Karbide

IP,  $\epsilon_{a,t}^{me} = 0,5\%$

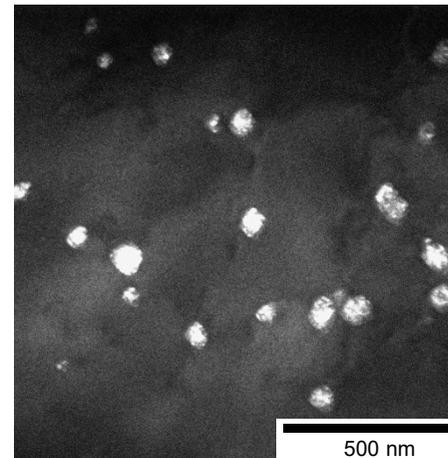
Hellfeld



Beugungsbild, B= [110]



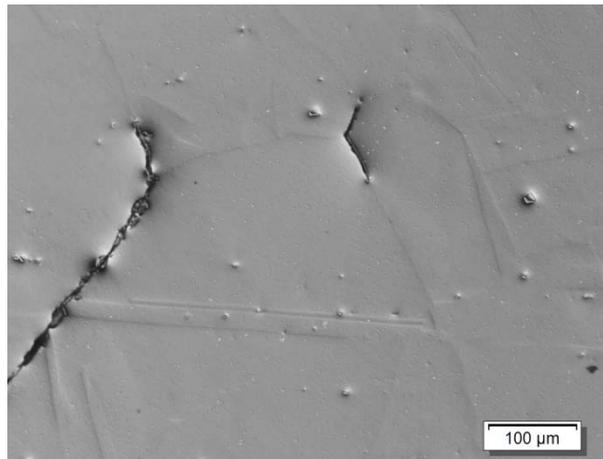
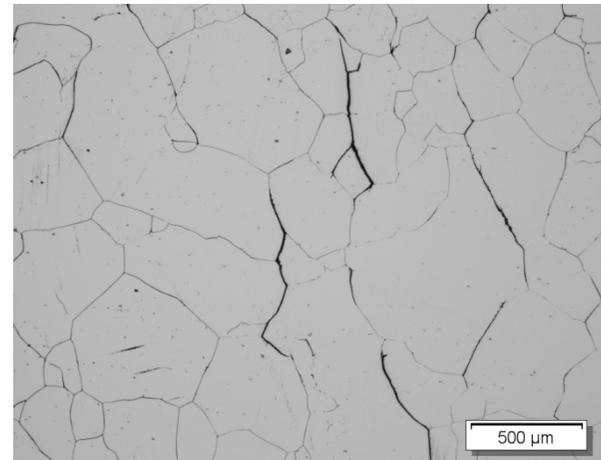
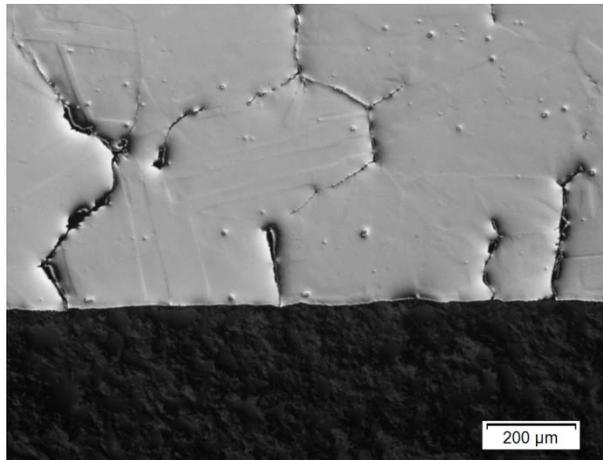
Dunkelfeld Karbidreflex



- Sekundärkarbide sind teilkohärent (Typ  $M_{23}C_6$ )

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen ohne Haltezeit

Lichtmikroskopische Aufnahmen nach IP-Versuchen:



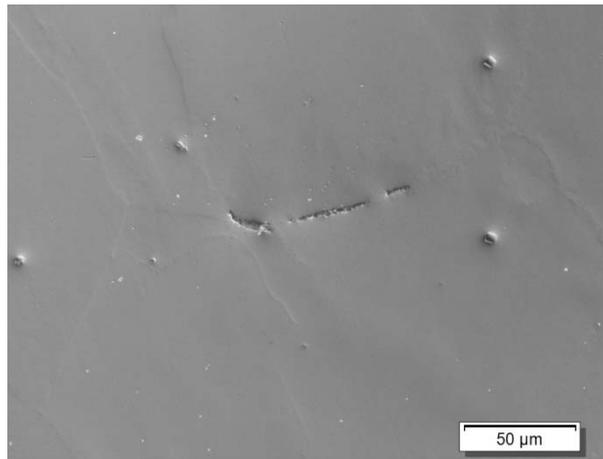
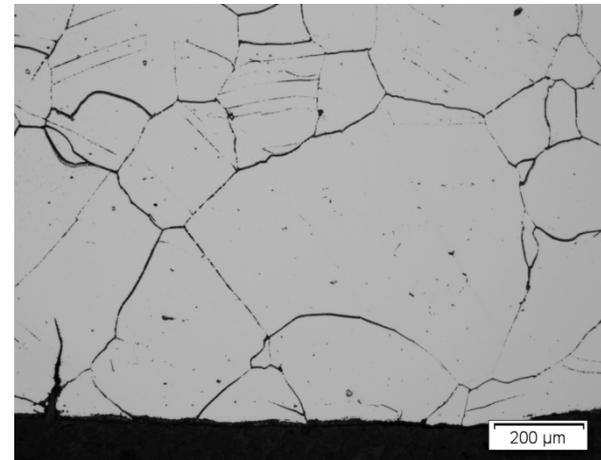
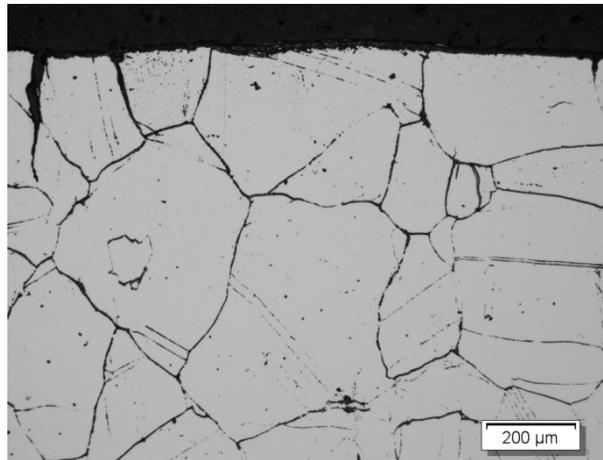
Lastrichtung



- Überwiegend interkristalline Rissbildung- und -ausbreitung
- Risse im Werkstoffinneren
- Wedge-Type Risse an Korngrenztripelpunkten
- → Kriechschädigung

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen ohne Haltezeit

Lichtmikroskopische Aufnahmen nach OP-Versuchen:



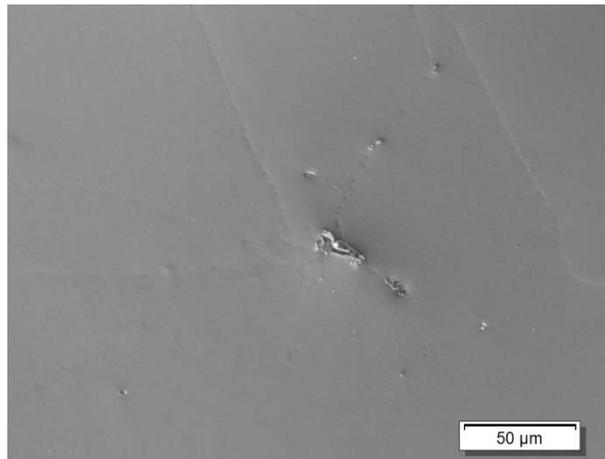
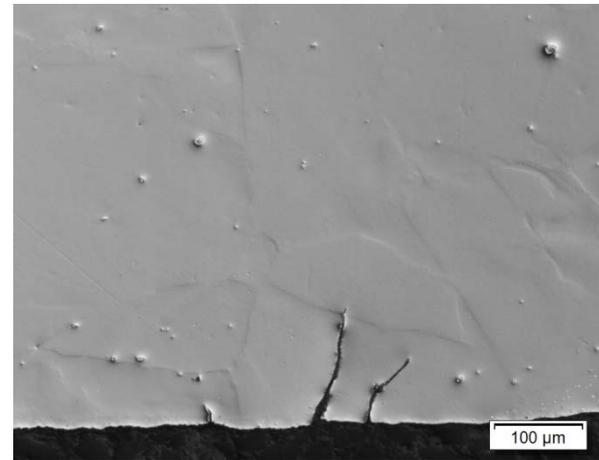
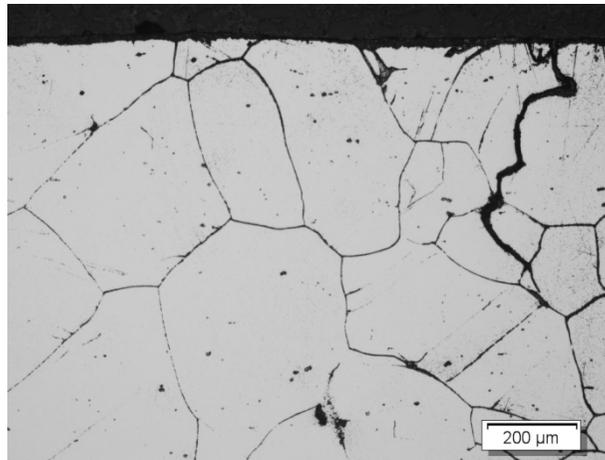
Lastrichtung



- Überwiegend transkristalline Rissbildung und –ausbreitung
- Teilweise interkristalline Schädigung parallel zur Lastrichtung

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen ohne Haltezeit

Lichtmikroskopische Aufnahmen nach CD-Versuchen:



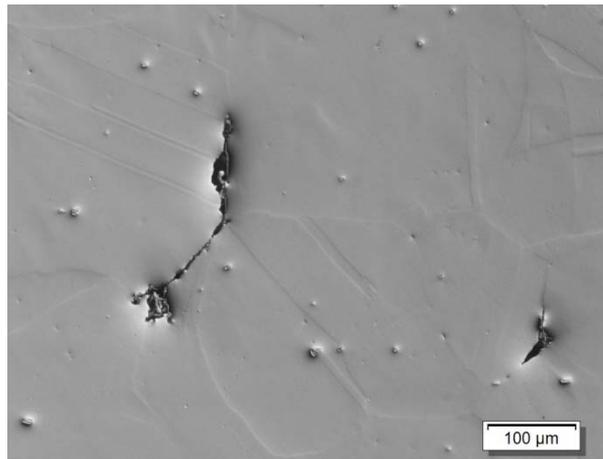
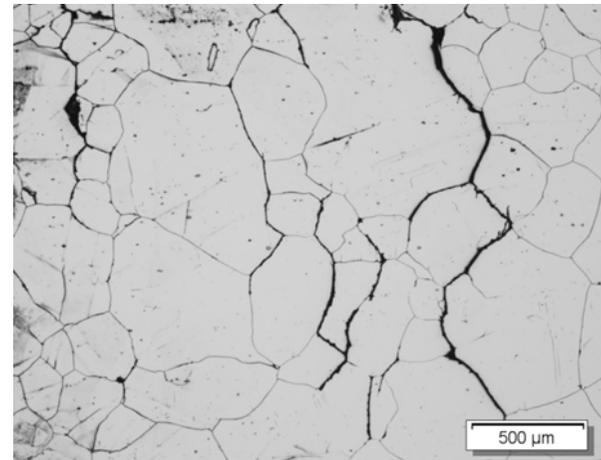
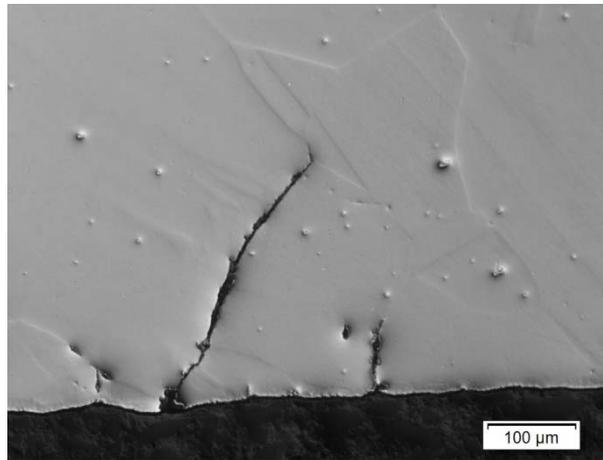
Lastrichtung



- Überwiegend transkristalline Rissbildung und –ausbreitung
- Wedge-Type Risse an Korngrenztripelpunkten parallel zur Lastrichtung

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen ohne Haltezeit

Lichtmikroskopische Aufnahmen nach CCD-Versuchen:



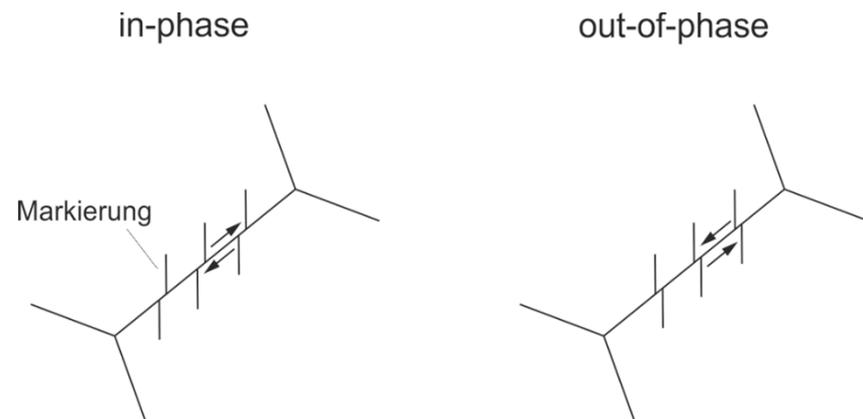
Lastrichtung



- Überwiegend interkristalline Rissbildung und –ausbreitung
- Risse im Werkstoffinneren
- Wedge-Type Risse an Korngrenzen-tripelpunkten senkrecht zur Lastrichtung
- → Kriechschädigung

## NiCr22Co12Mo9: Diskussion Versuche ohne Haltezeit

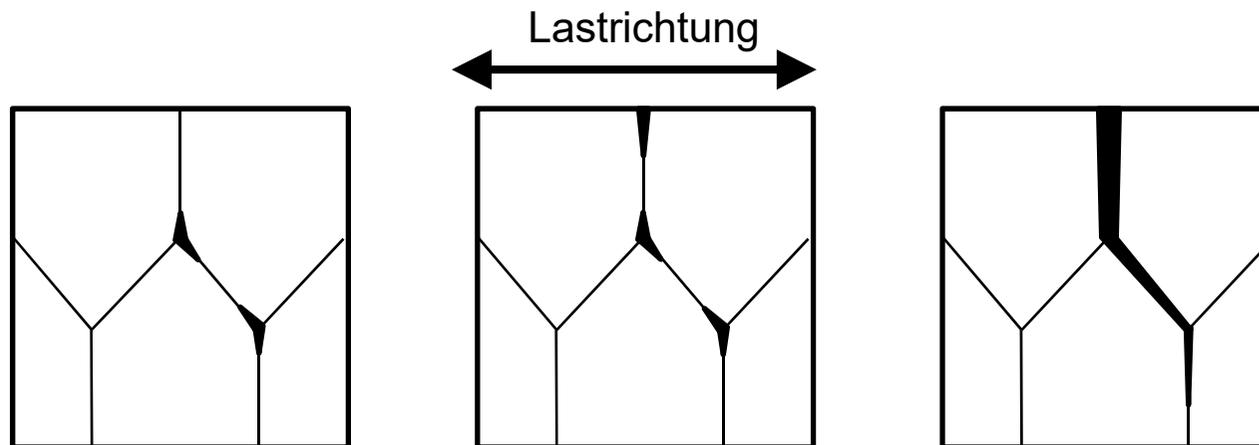
Modell zur Entstehung von Wedge-Type Rissen in Abhängigkeit der Phasenlage nach Fujino & Taira (ICM 3, 1979):



- Gleiten von Korngrenzen, Richtung abhängig von der Phasenlage (AISI 304 Stahl)
- Korngrenzengleiten vorwiegend bei hohen Temperaturen
- Lokal induzierte Spannungen öffnen Wedge-Type Risse
- Geringe Temperaturen bei Rückverformung → Wedge-Type Risse schließen sich nicht

## NiCr22Co12Mo9: Diskussion Versuche ohne Haltezeit

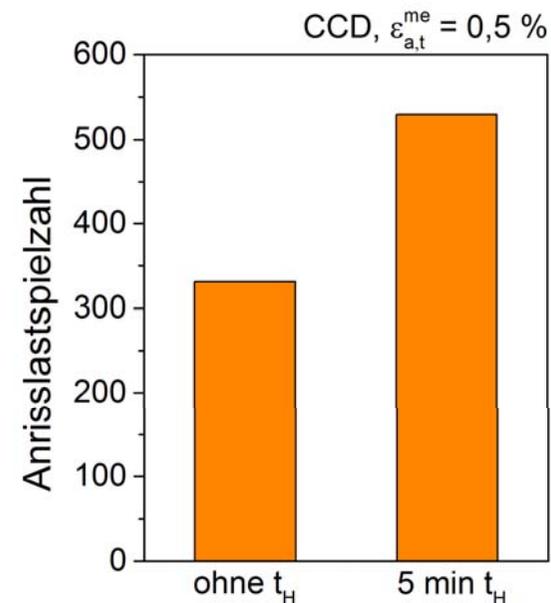
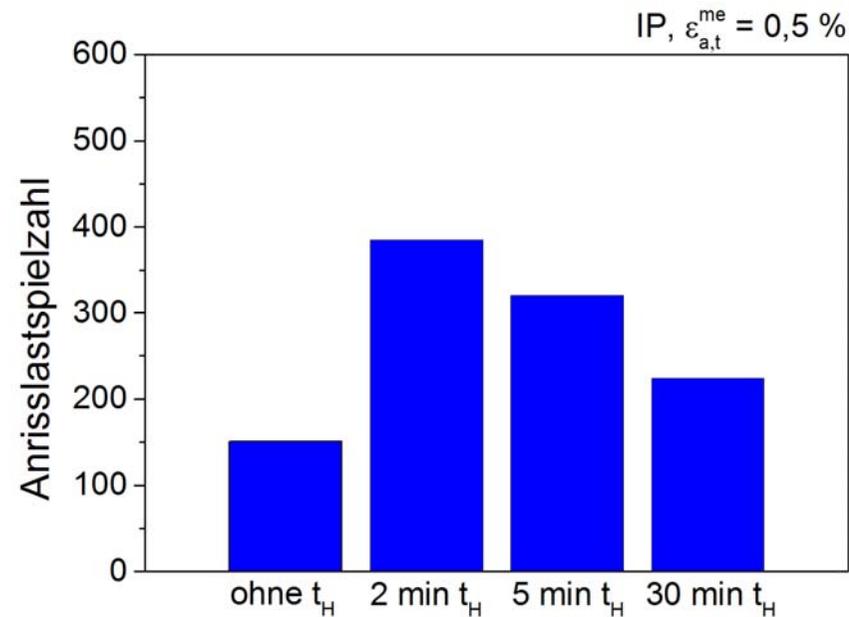
- Überlegungen gelten für CCD analog zu IP, für CD analog zu OP
- Wedge-Type Risse senkrecht zur Lastrichtung (IP, CCD) können sich entlang von Korngrenzen ausbreiten
- Geschädigte Korngrenzen bieten bevorzugten Risspfad und ermöglichen schnelle Rissausbreitung → Reduktion der Lebensdauer



- Bei OP- und CD-Versuchen sind Wedge-Type Risse nicht wachstumsfähig.
- Schädigung hauptsächlich durch Ermüdung
- Hohe Zugspannungen bei geringen Temperaturen → geringe Duktilität der äußeren Oxidschicht erleichtert Anrissbildung

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen mit Haltezeit

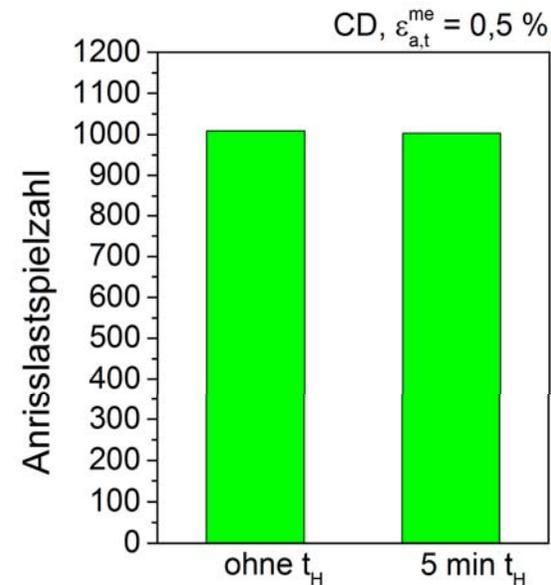
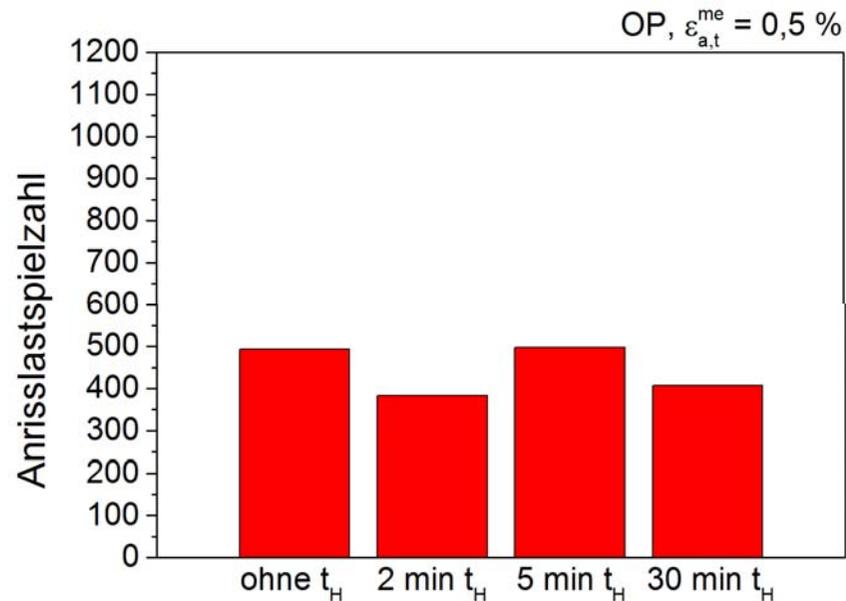
Lebensdauerverhalten IP-/CCD-Versuche:



- Lebensdauer wird durch Haltezeit verlängert
- Für IP nimmt Lebensdauer mit steigender Haltezeit ab

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen mit Haltezeit

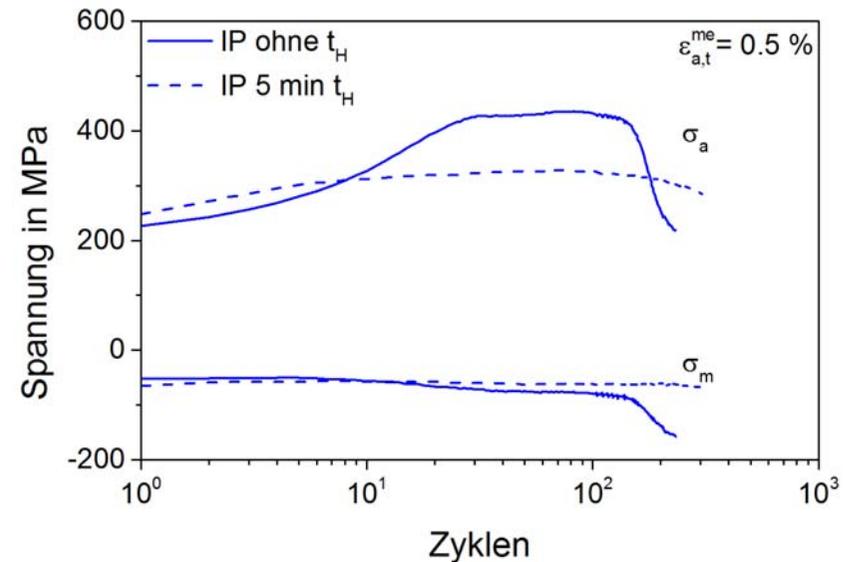
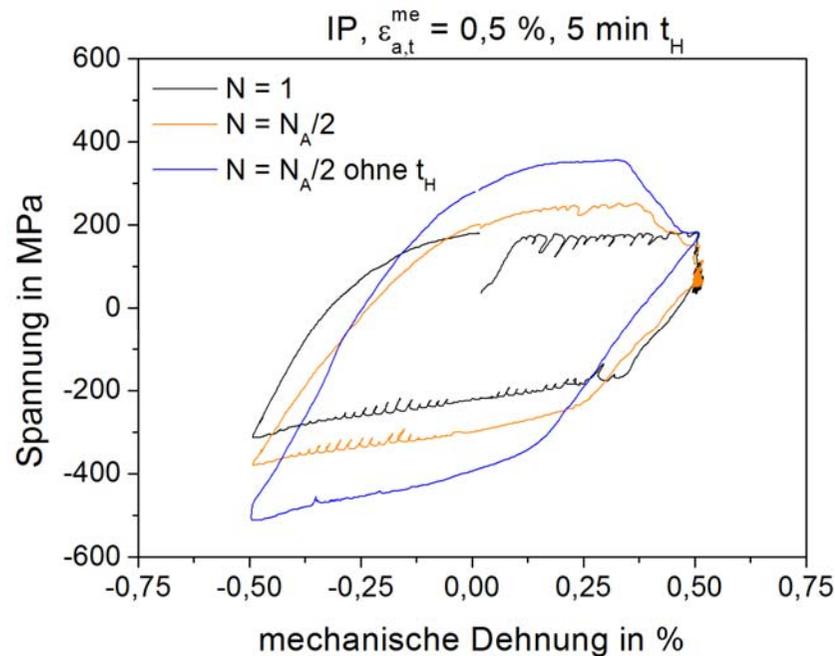
Lebensdauerverhalten OP-/CD-Versuche:



- Haltezeit hat nur geringen Einfluss auf Lebensdauer, tendenziell verkürzend
- Bei OP kein klarer Zusammenhang zwischen Dauer der Haltezeit und Lebensdauer

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen mit Haltezeit

Einfluss von Haltezeiten auf Verformungsverhalten für alle Phasenlagen ähnlich:



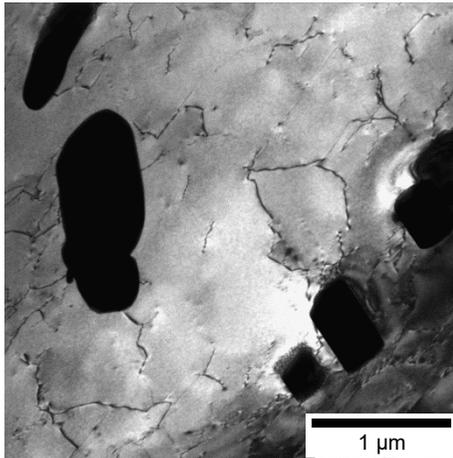
- Geringere Verfestigung als in vergleichbaren Versuchen ohne Haltezeit  
→  $\sigma_a \downarrow$ ,  $\varepsilon_{a,p} \uparrow$
- Spannungseinbrüche durch DRA ausgeprägter als in Versuchen ohne Haltezeit, tritt auch im späteren Verlauf noch auf

# NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen mit Haltezeit

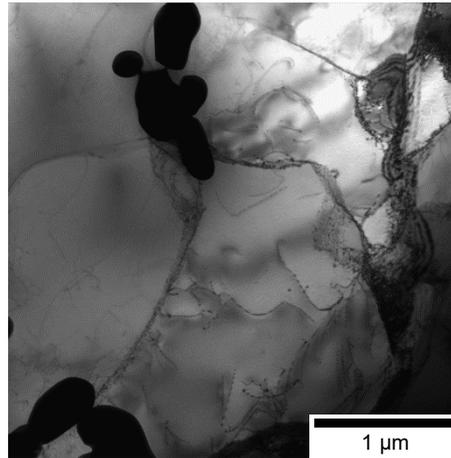
TEM-Untersuchungen:

Mikrostruktur für alle Phasenlagen ähnlich

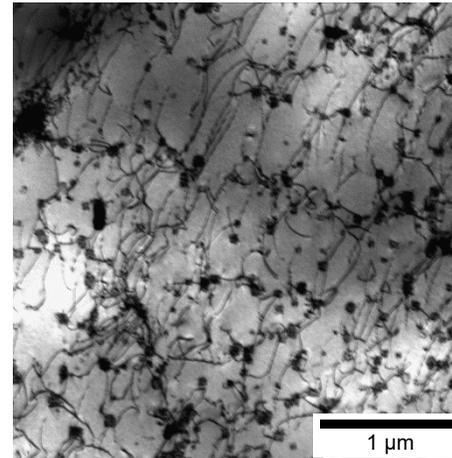
IP,  $\varepsilon_{a,t}^{me} = 0,5\%$ , 30 min  $t_H$



OP,  $\varepsilon_{a,t}^{me} = 0,5\%$ , 5 min  $t_H$



IP,  $\varepsilon_{a,t}^{me} = 0,5\%$ , ohne  $t_H$



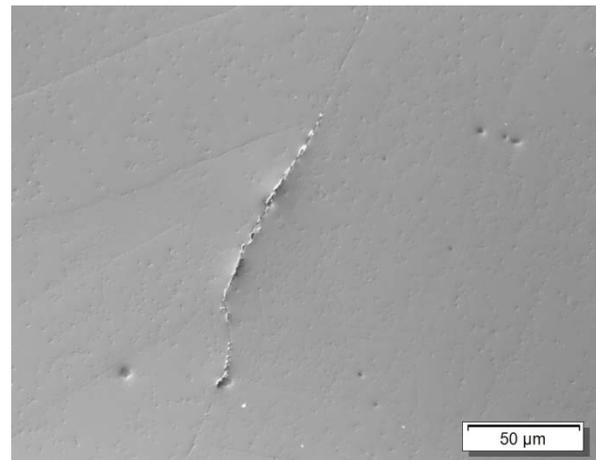
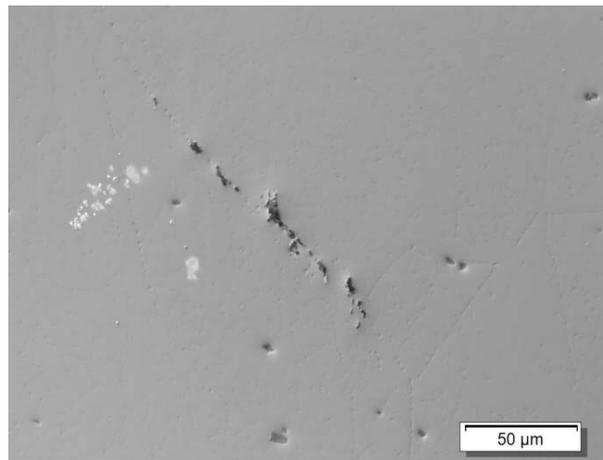
- Sekundärkarbide deutlich vergrößert, häufig nicht mehr kohärent
- Tendenz zu geringerer Versetzungsdichte und stärker ausgeprägten Subkörnern
- → Geringere Verfestigung

## NiCr22Co12Mo9: Ergebnisse aus Versuchen mit Haltezeit

Schädigung ist qualitativ gleich wie bei Versuchen ohne Haltezeit:

- IP / CCD: überwiegend interkristalline Schädigung
- OP / CD: überwiegend transkristalline Schädigung
- Richtung interkristalliner Risse abhängig von der Phasenlage
- Bei IP / CCD zusätzlich Round-Type Poren entlang von Korngrenzen

Lastrichtung



## ***NiCr22Co12Mo9: Diskussion Versuche mit Haltezeit***

Einfluss von Haltezeiten:

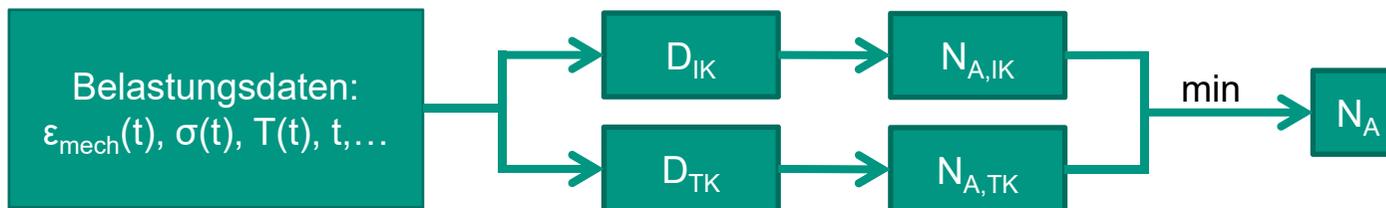
- Geringere Verfestigung, da feinverteilte Sekundärkarbide vergrößern.  
→  $\sigma_a$  nimmt ab,  $\epsilon_{a,p}$  nimmt zu
- Durch verstärkte Diffusion von Cr-Atomen Spannungseinbrüche durch DRA über die gesamte Versuchsdauer
  
- OP/CD: Effekte durch geringere Spannungen und höhere plastische Dehnung gleichen sich etwa aus  
→ geringer Einfluss auf die Lebensdauer
  
- IP/CCD: zusätzlich reduzierte Korngrenzenschädigung, da geringere Zugspannungen bei hohen Temperaturen  
→ Lebensdauererlängerung möglich
- Zunehmende Haltezeitdauer führt zu verstärkter Porenbildung an Korngrenzen  
→ Lebensdauer nimmt ab

# NiCr22Co12Mo9: Beschreibung der Lebensdauer

Entwicklung eines einfachen empirischen Modells zur Beschreibung der Lebensdauer:

- Zwei dominante Schädigungsarten in Abhängigkeit der Temperatur bei hohen Zugspannungen:
    - Interkristalline Schädigung bei IP und CCD
    - Transkristalline Schädigung bei OP und CD
  - Vernachlässigbare Wechselwirkung
- Zwei Schädigungsparameter der Form:  $D = CN_A^{-\alpha}$

Lebensdauervorhersage:



## NiCr22Co12Mo9: Beschreibung der Lebensdauer

Zu berücksichtigende Einflussgrößen:

- $D_{IK}$ : Korngrenzengleiten, Ermüdung
- $D_{TK}$ : Ermüdung, maximale Zugspannung, Dicke der Oxidschicht

$$D_{IK} = \varepsilon_{a,p} \int_{t_1}^{t_2} |\sigma|^n \operatorname{sgn}(\sigma) \frac{\exp\left(-\frac{Q_{Kr}}{RT}\right)}{T} dt \quad , \text{ für negative Werte: } D_{IK} = 0$$

Mit:  $t_2 - t_1 =$  Zyklusdauer;  $n =$  Norton-Exponent;  $Q_{Kr} =$  Aktivierungsenergie für den bei hohen Temperaturen wirkenden Kriechprozess

$$D_{TK} = \varepsilon_{a,p} \sigma_{max} \left( \int_{t_1}^{t_2} \exp\left(-\frac{Q_{Ox}}{RT}\right) dt \right)^k$$

Mit:  $Q_{Ox} =$  Aktivierungsenergie für Oxidschichtwachstum

$D_{TK}$  hat die Form des frequenzmodifizierten Ostergren-Parameters

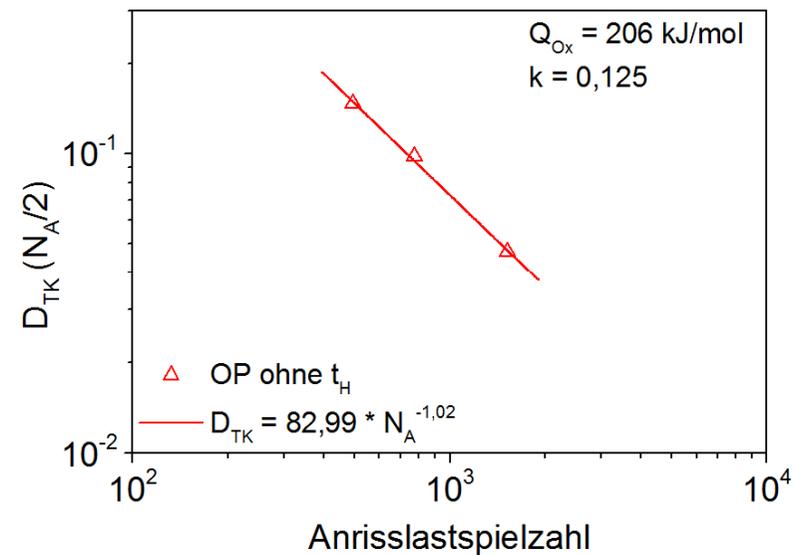
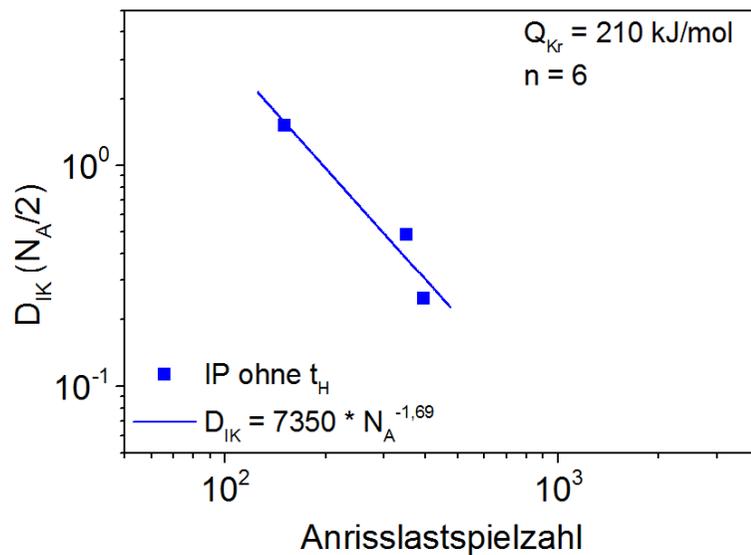
Ostergren, JTEVA, 1976

# NiCr22Co12Mo9: Beschreibung der Lebensdauer

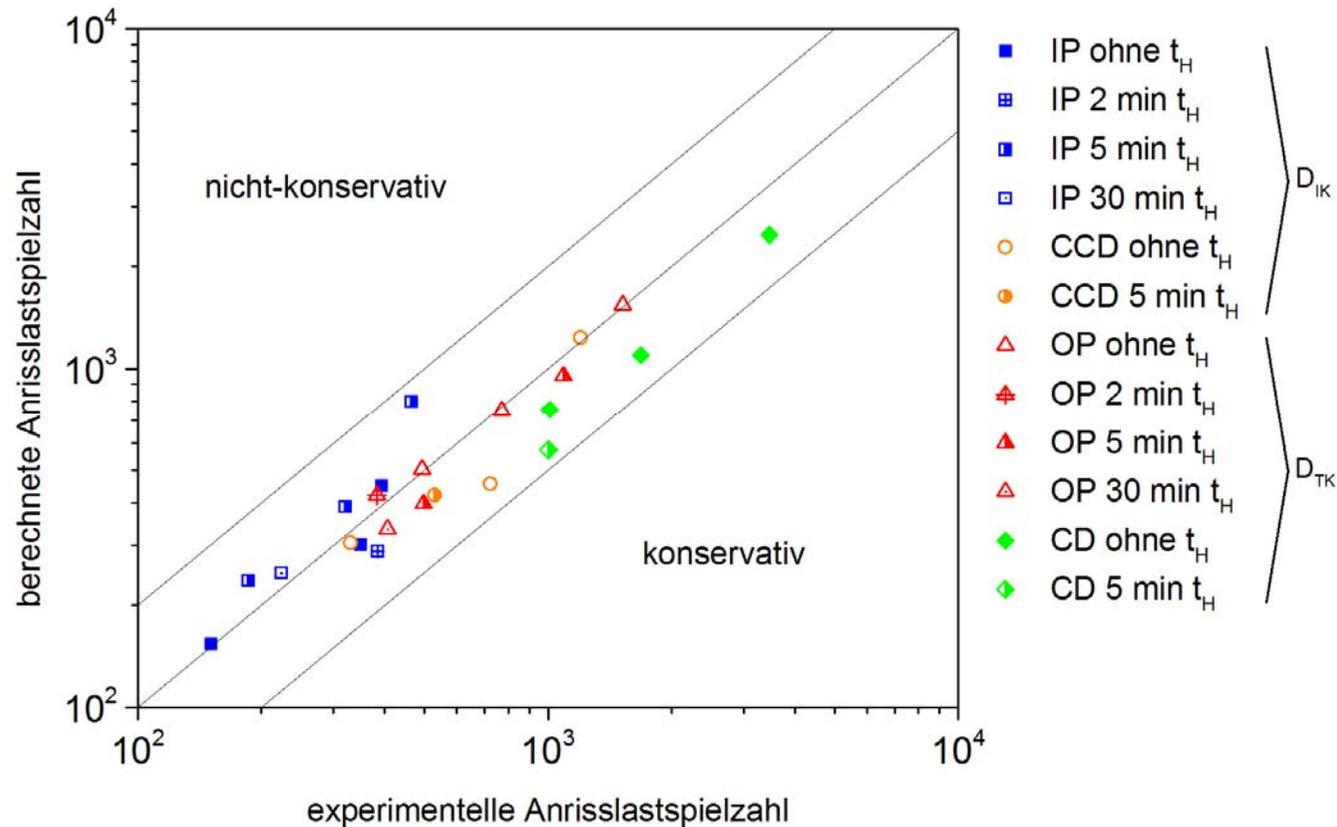
- $n = 6$
- $Q_{Kr} = 210 \text{ kJ/mol}$
- $k = 0,125$
- $Q_{Ox} = 206 \text{ kJ/mol}$

Merckling 1990, Diss. Uni Karlsruhe

Antolovich, Metal Trans A, 1981  
Al-Hatrab, Appl Surf Sci, 2014



# NiCr22Co12Mo9: Beschreibung der Lebensdauer



- Lebensdauervorhersage zufriedenstellend
- Weitere Validierung wünschenswert

## Zusammenfassung

- Das thermisch-mechanische Ermüdungsverhalten von zwei Nickelbasislegierungen wurde bei verschiedenen Phasenlagen und optionalen Haltezeiten untersucht.
- Für NiCr22Co12Mo9 wird die Lebensdauer stark von der Phasenlage beeinflusst. In haltezeitfreien Versuchen ergibt sich die Reihenfolge:  
IP < CCD < OP < CD
- In Abhängigkeit der Phasenlage wurden zwei dominante Schädigungsarten identifiziert:
  - IP, CCD: interkristalline Schädigung, W-Typ-Risse senkrecht zur Last.  
→ Lebensdauerreduktion durch schnelle Rissausbreitung entlang geschädigter Korngrenzen
  - OP, CD: transkristalline Rissausbreitung. W-Typ Risse parallel zur Last, die sich nicht ausbreiten.  
→ Lebensdauerreduktion durch frühe Anrisse der äußeren Oxidschicht bei geringen Temperaturen und hohen Zugspannungen.

## Zusammenfassung

- Die Phasenlage hat einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Mikrostruktur und das Verfestigungsverhalten .
- Haltezeiten führen zu einer reduzierten Verfestigung durch Vergrößerung von Sekundärkarbiden:
  - Bei IP- und CCD-Versuchen ist durch geringere Zugspannung bei hohen Temperaturen eine Verlängerung der Lebensdauer möglich.
  - Bei OP- und CD-Versuchen <sup>Gehen Sie hier eine Formel ein</sup> wiegen sich die Effekte durch geringere Spannungen und höhere plastische Dehnungen etwa auf  
→ Geringer Einfluss auf die Lebensdauer.
- Für die beiden identifizierten Schädigungsarten wurden zwei Schädigungsparameter vorgeschlagen, die für die betrachteten Phasenlagen und Haltezeiten zufriedenstellend mit der Lebensdauer korrelieren.