

# **Untersuchung und Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhaltens oxidpartikelverstärkter Stähle**

Zur Erlangung des akademischen Grades  
**Doktor der Ingenieurwissenschaften**  
der Fakultät für Maschinenbau  
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte  
**Dissertation**  
von

Dipl.-Ing. Luis Straßberger  
aus Stuttgart

Tag der mündlichen Prüfung: 31. März 2017  
Referent: Prof. Dr.-Ing. Jarir Aktaa  
Korreferent: Prof. Dr. rer. nat. Anton Möslang



## Kurzfassung

Der zukünftige Energiebedarf soll überwiegend durch regenerative Energien gedeckt werden. Da ihre Verfügbarkeit schwer vorhersagbar ist, sie natürlichen Schwankungen unterworfen sind und ihre Speicherung derzeit noch nicht gelöst ist, müssen konventionelle Kraftwerke dieses Defizit ausgleichen. Das ständige An- und Abfahren verursacht allerdings unerwünschte Kriech-Ermüdungsbelastungen auf Kraftwerkskomponenten. Des Weiteren soll durch eine weitere Erhöhung des Frischdampfdrucks und der Temperatur die Effizienz von Energieumwandlungssystemen gesteigert werden. Oxidpartikelverstärkte (ODS-)Stähle erweisen sich für diese Bedingungen besonders geeignet, da sie über eine ausgesprochen gute Hochtemperaturfestigkeit bzw. -wechselfestigkeit verfügen. Für eine zuverlässige Vorhersage der Lebensdauer in Kraftwerken, muss zuvor das viskoplastische Verformungsverhalten bekannt sein und ausreichend durch ein kontinuumsmechanisches Stoffgesetz abgebildet werden.

In dieser Arbeit wird das Hochtemperaturverformungsverhalten eines ferritisch-martensitischen ODS-Stahls (ODS T91) untersucht und mit einem, auf dem Aktaa und Schmitt Modell basierenden, viskoplastischen Stoffgesetz modelliert. Dazu wird zunächst das Werkstoffverhalten unter monotoner, zyklischer und Kriech-Ermüdungsbelastung für Temperaturen bis 700 °C charakterisiert. Auf der Basis der gewonnenen Daten wird ein geeignetes Stoffgesetz ertüchtigt. Die Startwerte der Modellparameter werden aus den experimentellen Ergebnissen ermittelt und in einem nächsten Schritt an einen speziell entwickelten zyklischen Versuch mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten angepasst und optimiert. Die optimierten Parameter werden mit den Ergebnissen der Ermüdungsversuche validiert.

In Kapitel vier wird der untersuchte ODS-Stahls vorgestellt. Der spezielle pulvermetallurgische Herstellungsprozess von ODS T91 wird erläutert und das resultierende Gefüge im Ausgangszustand mit dem Transmissions-elektronenmikroskop (TEM) charakterisiert.

Im fünften Kapitel wird das viskoplastische Verformungsverhalten anhand von Zugversuchen, Ermüdungsversuchen und einem zyklischen Versuch mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten untersucht. Die Zugversuche wurden bei Temperaturen von Raumtemperatur bis 700 °C durchgeführt. Die Temperaturabhängigkeit der ermittelten mechanischen Materialkenngrößen (Streckgrenze  $R_{p,0,2}$ , Zugfestigkeit  $R_m$ , Gleichmaßdehnung  $A_g$  und Bruchdehnung  $A$ ) wird mit denen des Matrixmaterials und denen anderer ODS-Stähle verglichen und diskutiert. Die Entwicklung der Gefüge- und Versetzungsstrukturen, speziell die Wechselwirkung der Versetzungen mit den Oxidpartikeln wurde detailliert mit dem TEM charakterisiert und mit den mechanischen Eigenschaften korreliert.

Die dehnungskontrollierten Ermüdungsversuche wurden unter symmetrischen Belastungsbedingungen ( $R' = -1$ ) bei Temperaturen zwischen 500 bis 650 °C und drei unterschiedlichen Dehnamplituden durchgeführt. Die Ergebnisse wurden hinsichtlich des Wechselverformungsverhaltens und der Ermüdungslbensdauer diskutiert und mit denen des Matrixmaterials verglichen. Die TEM-Untersuchungen an den ermüdeten Proben wurden mit dem Ermüdungsverhalten verknüpft.

Anschließend wird die Entwicklung des zyklischen Versuchs mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten vorgestellt und dessen Ergebnisse hinsichtlich des Haltezeiteinflusses und der Belastungsgeschichte diskutiert.

Das sechste Kapitel untersucht die kontinuumsmechanische Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhaltens mit einem Stoffgesetz, das auf dem Aktaa und Schmitt Modell basiert. Zunächst werden aus den experimentellen Ergebnissen Startwerte der Modellparameter für die anschließende numerische Optimierungsrechnung ermittelt. Die Optimierung wird für jede Temperatur an den zyklischen Versuchen mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten durchgeführt. Um die Güte der optimierten Parameter zu überprüfen, werden sie mit den Ergebnissen der Ermüdungsversuche validiert.

## Abstract

Renewable energies should mainly cover the future energy needs in Germany. Since their availability is hardly predictable, they are dependent on natural fluctuations and their storage has not yet been solved, conventional power plants have to compensate those shortages. The frequent start-ups and shut-downs lead to undesired thermal cycling on structural parts of power plants and thus to additional creep-fatigue loads. At the same time, pressures and temperatures are increased to improve the generating efficiency of power plants. Oxide dispersion strengthened (ODS) steels seem to be a promising material for such extreme service conditions due to their good mechanical strength, high creep resistance and high temperature corrosion resistance. However, the description of the viscoplastic deformation behavior is vital to make reliable lifetime predictions.

The scope of this work is to investigate the high-temperature deformation behavior of a ferritic-martensitic ODS steel (ODS T91) and its modeling using a viscoplastic constitutive law which is based on the Akaa and Schmitt model. For this purpose, the materials behavior was characterized under monotonic, cyclic and creep-fatigue conditions at temperatures up to 700 °C. Based on the experimental results, a suitable constitutive law was developed, which enables the simulation of the viscoplastic deformation behavior. The starting values of the model parameters were determined from the experimental results followed by a numerical optimization with a newly developed multiple-step cyclic test including hold times. The optimized parameters were validated with the results from the fatigue tests.

The fourth chapter presents the investigated ODS material. It contains the special powder-metallurgical fabrication of ODS T91 and resulting microstructure which was analyzed in detail using transmission electron microscopy (TEM).

In the fifth chapter, the viscoplastic deformation behavior was studied using

tensile tests, fatigue tests and a multiple-step cyclic test. The tensile tests were carried out at temperatures ranging from room temperature to 700 °C. The temperature dependence of the determined mechanical properties (yield stress  $R_{p,0.2}$ , tensile strength  $R_m$ , uniform elongation  $A_g$  and total elongation  $A$ ) was compared to those of the matrix material and those of other ODS steels. The evolution of microstructure and dislocations was correlated with the mechanical properties.

The strain controlled fatigue tests were performed under symmetrical loading conditions ( $R' = -1$ ) at temperatures between 500 bis 650 °C and three different strain amplitudes. The cyclic stress response and the cyclic strain-life resistance were analyzed in detail and compared to those of the matrix material. The TEM studies of the fatigue specimens were linked to the cyclic behavior.

Thereafter, the development of a multiple-step cyclic including hold times is presented. The results are discussed with respect to the influence of hold time and the loading history.

The sixth chapter examines the continuum mechanical modeling of the viscoplastic deformation behavior using a constitutive law, based on the Aktaa and Schmitt model. First, the starting values of the model parameters were determined from the experimental results. The subsequent numerical optimization was performed using the multiple-step cyclic test including hold times. To check the quality of the optimized parameters, they were validated by the results of the fatigue tests.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Kurzfassung</b> . . . . .	<b>vii</b>
<b>Abstract</b> . . . . .	<b>ix</b>
<b>Abkürzungs- und Symbolverzeichnis</b> . . . . .	<b>xv</b>
<b>1 Einleitung</b> . . . . .	<b>1</b>
<b>2 Forschungsstand</b> . . . . .	<b>7</b>
2.1 Oxidpartikelverstärkung (ODS) . . . . .	7
2.1.1 Ferritische und ferritisch-martensitische ODS-Stähle	8
2.1.2 Herstellung . . . . .	10
2.2 Mechanische Eigenschaften . . . . .	12
2.2.1 Härtungsmechanismen . . . . .	13
2.2.2 Kriechen . . . . .	19
2.2.3 Ermüdung und Kriechermüdung . . . . .	23
2.3 Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhaltens .	32
2.3.1 Das Chaboche-Modell . . . . .	37
2.3.2 Modifizierung durch Aktaa und Schmitt . . . . .	39
<b>3 Methodik</b> . . . . .	<b>43</b>
3.1 Zugversuch . . . . .	43
3.1.1 Zugprüfstand . . . . .	43
3.1.2 Zugproben . . . . .	44
3.1.3 Versuchsdurchführung . . . . .	44

3.2	Ermüdungsversuch . . . . .	45
3.2.1	LCF-Prüfstand . . . . .	45
3.2.2	LCF-Proben . . . . .	45
3.2.3	Versuchsdurchführung . . . . .	47
3.2.4	Auswertung . . . . .	48
3.3	Transmissionselektronenmikroskopie . . . . .	51
3.3.1	Verwendete Mikroskope . . . . .	52
3.3.2	TEM-Probenherstellung . . . . .	52
<b>4</b>	<b>Untersuchtes Material: ODS T91 . . . . .</b>	<b>53</b>
4.1	Herstellung . . . . .	53
4.2	Gefüge im Ausgangszustand . . . . .	55
4.3	Zusammenfassung . . . . .	61
<b>5</b>	<b>Viskoplastisches Verformungsverhalten . . . . .</b>	<b>63</b>
5.1	Zugversuch . . . . .	63
5.1.1	Zugeigenschaften . . . . .	64
5.1.2	Gefügeentwicklung . . . . .	68
5.1.3	Diskussion . . . . .	72
5.1.4	Zusammenfassung . . . . .	80
5.2	Ermüdungsverhalten bei anwendungsnahen Temperaturen . . . . .	81
5.2.1	Wechselverformungsverhalten . . . . .	81
5.2.2	Ermüdungswiderstandsfähigkeit . . . . .	87
5.2.3	Gefügeentwicklung nach zyklischer Beanspruchung . . . . .	94
5.2.4	Diskussion . . . . .	103
5.2.5	Schlussfolgerung . . . . .	114
5.3	Zyklischer Versuch mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten . . . . .	116
5.3.1	Entwicklung des Versuchs . . . . .	116
5.3.2	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	119

5.3.3 Zusammenfassung . . . . .	128
<b>6 Modellierung . . . . .</b>	<b>129</b>
6.1 Modifizierung des Modells von Aktaa und Schmitt . . . . .	129
6.2 Bestimmung der Modellparameter . . . . .	132
6.2.1 Bestimmung geeigneter Startwerte . . . . .	133
6.2.2 Numerische Parameteroptimierung . . . . .	142
6.2.3 Strategie . . . . .	144
6.2.4 Ergebnisse der Parameteroptimierung . . . . .	145
6.3 Validierung der Modellparameter . . . . .	149
6.4 Zusammenfassung . . . . .	153
<b>7 Schluss . . . . .</b>	<b>157</b>
7.1 Zusammenfassung . . . . .	157
7.2 Fazit . . . . .	160
7.3 Ausblick . . . . .	161
<b>A Modellierung . . . . .</b>	<b>163</b>
A.1 Mehrachsige Formulierung des verwendeten Stoffgesetzes . . . . .	163
<b>B Tabellen . . . . .</b>	<b>165</b>
B.1 Chemische Zusammensetzung von ODS T91 . . . . .	165
B.2 Ermüdungsversuch 500 °C . . . . .	166
B.3 Ermüdungsversuch 600 °C . . . . .	167
B.4 Ermüdungsversuch 650 °C . . . . .	168
<b>C Abbildungen . . . . .</b>	<b>169</b>
<b>D Technische Zeichnungen . . . . .</b>	<b>175</b>
<b>Danksagung . . . . .</b>	<b>201</b>

**Publikationsliste . . . . . 203**

# Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

## Formelzeichen

$A$	Bruchdehnung	%
$A_g$	Gleichmaßdehnung	%
$b$	Betrag des Burgersvektors	nm
$c$	Konzentration	mol/m <sup>3</sup>
$c'$	Ermüdungsduktilität	–
$D$	Schädigung	–
$d$	Durchmesser	m
$d_Z$	Zener-Korngröße	m
$E, E_Z, E_D$	E-Modul und Zug- bzw. Druckmodul	GPa
$F$	Kraft	N
$f$	Volumenanteil	Vol.%
$G$	Schubmodul	GPa
$g$	Betrag des Beugungsvektor	nm
$h$	Höhe	m
$i$	Zählvariable	–
$K$	Isotrope Ver- bzw. Entfestigung	
$k$	Boltzmann-Konstante	J/K
$k'$	Verfestigungskoeffizient	–
$l$	Länge	m
$M$	Taylorfaktor	–
$m$	Zählvariable	–
$N$	Zyklenzahl	–
$n$	Norton-Exponent; Spannungs-Exponent; Zählvariable	–

## Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

---

$n'$	Verfestigungsexponent	–
$N_B$	Bruchlastspielzahl	–
$N_t$	Übergangsermüdungslebensdauer	–
$p$	Druck	N/m <sup>2</sup>
$p$	akkumulierte inelastische Dehnung	–
$Q$	Aktivierungsenergie	J
$R$	Festigkeit	MPa
$r$	Radius, Teilchenradius	m
$R'$	Spannungsverhältnis	–
$R^*$	thermischer Anteil zur Festigkeit	MPa
$R_E$	athermischer Anteil zur Festigkeit	MPa
$R_m$	Zugfestigkeit	MPa
$R_{p,0,2}$	Ersatzstreckgrenze	MPa
$T$	Temperatur	K
$t$	Zeit	s
$v$	Geschwindigkeit	m/s
$v_{zug}$	Abzugsgeschwindigkeit	m/s
$w$	Gewichtungsfaktor	–
$x$	Längsrichtung im kartesischen Koordinatensystem	m
$y$	Querrichtung im kartesischen Koordinatensystem	m
$z$	Hochachse im kartesischen Koordinatensystem	m
rpm	Umdrehungen pro Minute, <i>engl.</i> revolutions per minute	–
$T_m$	Schmelztemperatur	K
$\alpha$	Linearer Wärmeausdehnungskoeffizient	1/K
$\gamma$	Proportionalitätskonstante	–
$\gamma_{GF}$	Grenzflächenbildungsenergie	J/m <sup>2</sup>
$\Delta\eta$	Wirkungsgrad	%
$\Delta\sigma$	Spannungsschwingbreite	MPa
$\Delta\varepsilon$	Dehnungsschwingbreite	–
$\varepsilon$	Dehnung	–

$\varepsilon_a$	Dehnamplitude	–
$\varepsilon'_B$	Ermüdungsduktilitätskoeffizient	–
$\vartheta$	Temperatur	°C
$\lambda$	Teilchenabstand	nm
$\lambda_s$	Subkorngröße	nm
$\Theta$	Schmelztemperatur	°C
$\Omega$	kinematische Ver- bzw. Entfestigung	MPa
$\psi$	isotrope Ver- bzw. Entfestigung	–
$\rho_f$	Versetzungsdichte	m/m <sup>3</sup>
$\sigma$	Spannung	MPa
$\sigma_a$	Spannungsamplitude	MPa
$\sigma_{kor}$	korrigierte Spannung	MPa
$\sigma_m$	Mittelspannung	MPa
$\tau$	Schubspannung	MPa
$\chi^2$	Fehlerfunktion	–

## Indizes

0	Ausgangswert, Startwert
<i>el</i>	elastisch
<i>in</i>	inelastisch
<i>min</i>	maximal
<i>min</i>	minimal
<i>pl</i>	plastisch
<i>s</i>	Sättigung
<i>th</i>	thermisch
<i>x</i>	Komponente in x-Richtung
<i>y</i>	Komponente in y-Richtung
<i>z</i>	Komponente in z-Richtung

## Abkürzungen

ATEM	Analytische Transmissionselektronenmikroskopie
DF	Dunkelfeld
EPV	Einprobenversuch
F/M	ferritisch-martensitisch
FEM	Finite-Elemente-Methode
FFT	<i>engl.</i> Fast Fourier Transformation, schnelle Fourier-Transformation
GETMAT	GE <sub>n</sub> IV and Transmutation MATerials
HAADF	<i>engl.</i> High-Angle Annular Dark Field
HCF	<i>engl.</i> high cycle fatigue, Langzeitermüdung
HF	Hellfeld
HIP	Heiß-isostatisches Pressen
HRTEM	<i>engl.</i> high resolution transmission electron microscopy
ISRM	<i>engl.</i> inelastic strain rate modified, inelastisch dehnraten-modifiziert
kfz	kubisch flächenzentriert
KG	Korngrenze
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
krz	kubisch raumzentriert
MA	<i>engl.</i> mechanical alloying, mechanisches Legieren
NC	Nanocluster
RAFM	<i>engl.</i> reduced activation ferritic-martensitic, niedrig aktivierbar ferritisch-martensitisch
REM	Rasterelektronenmikroskop
RMS	<i>engl.</i> root mean-square, Quadratmittel
RT	Raumtemperatur
SPS	Spark Plasma Sintern
STEM	<i>engl.</i> scanning transmission electron microscope, Rastertransmissionselektronenmikroskop

TEM	Transmissionselektronenmikroskop
YAG	$Y_3Al_5O_7$ Granat
YAH	$YAlO_3$ hexagonal
YAM	$Y_4Al_2O_9$ monoklin
YAP	$YAlO_3$ Perowskit
ZSD	zyklische Spannungs-Dehnungs-(Kurve)

### Bezeichnungsgrundsätze

$\bar{x}, \bar{X}$	Mittelwert einer skalaren Größe
$\mathbf{x}, \mathbf{X}$	tensorielle Größe
$\dot{x}, \dot{X}$	Ableitung nach der Zeit, Rate bzw. Geschwindigkeit
$\tilde{x}, \tilde{X}$	effektive Größe
$\vec{x}, \vec{X}$	vektorielle Größe
$x, X$	skalare Größe, Betrag einer komplexen Größe



# 1 Einleitung

In Deutschland wird eine Energiewende angestrebt, die im Erneuerbare-Energien-Gesetz [1] und dem Atomgesetz [2] verankert wurde. Ein Ziel ist es den Anteil der regenerativen Energien an der Stromversorgung bis zum Jahr 2025 auf 40 bis 45 % und bis 2035 auf 55 bis 60 % zu erhöhen. Die Abbildung 1.1 zeigt den zunehmenden Anteil der erneuerbaren Energien zur brutto Stromerzeugung<sup>1</sup> in Deutschland von 1991 bis 2015 [3]. Zudem beschloss der Deutsche Bundestag als Folge der Nuklearkatastrophe von Fukushima einen stufenweisen Ausstieg aus der Kernenergie bis 2022. Um dennoch den wachsenden Bedarf an elektrischer Energie zu decken, die CO<sub>2</sub>-Emissionen zu senken und natürlich vorkommende Ressourcen fos-

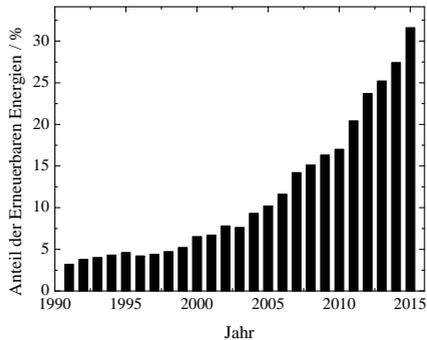


Abbildung 1.1: Anteil der Erneuerbaren Energien zur brutto Stromerzeugung in Deutschland von 1991 bis 2015 [3].

<sup>1</sup>Die brutto Energieerzeugung entspricht der insgesamt erzeugten elektrischen Energie ohne den Eigenbedarf der Kraftwerke.

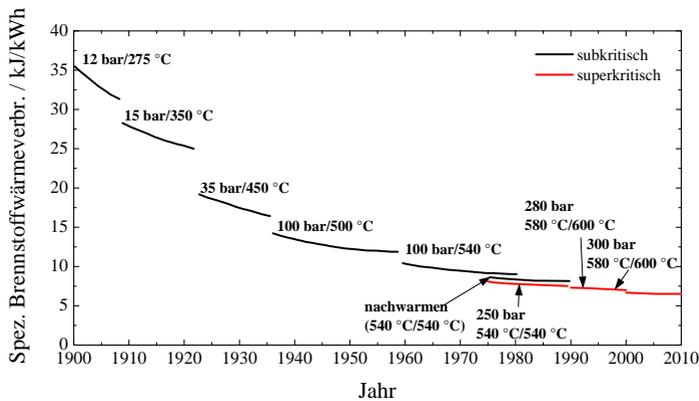


Abbildung 1.2: Effizienz von Dampfturbinen in Abhängigkeit der Frischdampfparameter (nach [4]).

siler Energiequellen zu schonen, muss der thermische Wirkungsgrad konventioneller Kraftwerke gesteigert werden (siehe Abbildung 1.2 [4]). Dazu müssen Dampfdruck und -temperatur bei der Energieumwandlung weiter erhöht werden. Zum Beispiel wird ein typisches 700 MW-Kohlekraftwerk mit einem Dampfdruck von 200 bar und einer Dampftemperatur von 540 °C betrieben [5]. Eine Erhöhung der Frischdampftemperatur um 10 K und eine Anhebung des Drucks um 50 bar würden den theoretischen Wirkungsgrad um  $\Delta\eta = 0,54\%$  steigern.

In der Energietechnik werden derzeit je nach Hochtemperaturkorrosionsbeständigkeit bzw. Kriechfestigkeit hitzebeständige, warmfeste oder hochwarmfeste Stähle verbaut [6]. Ihre Einsatztemperatur liegt etwas oberhalb von 550 °C. Beispielsweise wird in Kraftwerken der ferritisch-martensitische (F/M-)Stahl P91/T91 bis zu Temperaturen unterhalb von 600 °C eingesetzt [7, 8, 9].<sup>2</sup> Bei noch höheren Temperaturen bzw. unter korrosiver Umgebung muss unter anderem auf die austenitischen Edelstähle oder die

<sup>2</sup>Dieser Stahl dient als Matrixmaterial für den in dieser Arbeit untersuchten oxidpartikelverstärkten (ODS) T91.

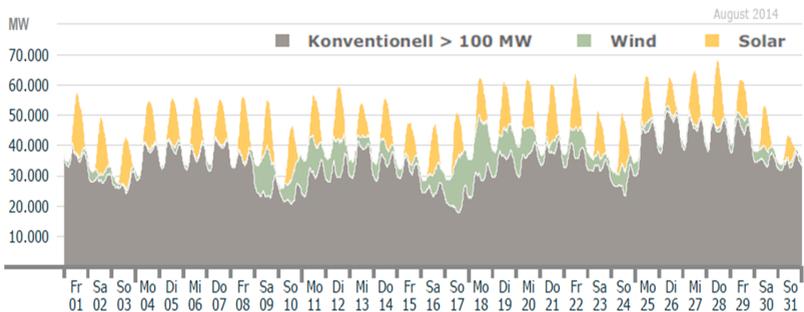


Abbildung 1.3: Stromproduktion in Deutschland vom August 2014 (aus [12]).

Nickelbasis-Superlegierungen zurückgegriffen werden. Aufgrund des hohen Nickelpreises werden sie allerdings nur vereinzelt in konventionellen Dampfkraftwerken verbaut.

Die F/M-oxidpartikelverstärkten (ODS-)Stähle sind potentielle Werkstoffe für zukünftige Wärmeumwandlungssysteme bei Temperaturen oberhalb von 650 °C. [10, 11] Sie zeichnen sich aufgrund der fein verteilten Oxidpartikel durch eine sehr gute Hochtemperaturwiderstandsfähigkeit aus, wobei der hohe Cr-Gehalt für eine ausreichende Korrosion- bzw. Oxidationsbeständigkeit sorgt. Zudem besitzen sie eine hohe thermische Leitfähigkeit und einen geringen thermischen Ausdehnungskoeffizienten. Die guten Eigenschaften unter Bestrahlungseinfluss (z.B.: geringes Schwellen) machen sie auch für den Einsatz in Kernkraftwerken und zukünftigen Fusionsreaktoren interessant.

Der Ausbau der erneuerbaren Energien birgt einige Herausforderungen. Zur Verdeutlichung ist in Abbildung 1.3 die Stromproduktion in Deutschland vom August 2014 für die Anteile an Solar-, Wind- und konventionellen Energien dargestellt [12]. Zum einen sind regenerative Energien natürlichen Schwankungen, wie Tag und Nacht bzw. Sommer und Winter, unterworfen, zum anderen ist die Vorhersage ihrer Verfügbarkeit schwierig, da sie stark vom Wetter abhängen. Die Speicherung des Energieüberschusses, beispiels-

weise an windreichen Tagen, stellt eine weitere Herausforderung dar.

Um daher mögliche Defizite in der Stromerzeugung auszugleichen, werden konventionelle Kraftwerke nicht mehr unter Dauerlast betreiben, sondern werden je nach Bedarf an- und abgefahren. Dies führt zu höheren mechanischen und thermo-mechanischen Wechselbelastungen auf Kraftwerkskomponenten. In der Folge sind die Werkstoffe neben den Kriechbelastungen im Dauerbetrieb zusätzlichen Ermüdungsbelastungen ausgesetzt. Diese Belastungsarten führen zu einem frühzeitigen Versagen der Werkstoffe. Die zuverlässige Vorhersage der Lebensdauer von Kraftwerkskomponenten ist daher für die Auslegung von Bauteilen von größter Bedeutung.

Die heutzutage vorhandene Rechenleistung moderner Computer ermöglicht die Auslegung, Dimensionierung und Analyse von Bauteilen mit der Finite-Elemente-Methode (FEM). Sie kann die Entwicklungszeit und somit die Kosten reduzieren. Für die meisten Berechnungen wird ein rein elastisches Verformungsverhalten angenommen. Dies führt allerdings zu einer konservativen Auslegung, d.h. zu geringeren erlaubten Lebensdauern bzw. zur Überdimensionierung. Aufgrund der hohen Belastungen auf Kraftwerkskomponenten und der komplexen Wechselwirkung zwischen Kriech- und Ermüdungsschädigung werden den Berechnungen des Verformungsverhaltens vermehrt viskoplastische Stoffgesetze zugrunde gelegt. Durch die Kopplung mit Modellen der Kontinuumsschädigungsmechanik kann auf diese Weise die Lebensdauer von Bauteilen exakter vorhergesagt werden. Die Abbildung des viskoplastischen Verformungsverhaltens der ODS-Stähle ist eine Grundvoraussetzung für eine zuverlässige Lebensdauervorhersage. Für die Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhaltens haben sich in den letzten Jahren vermehrt Stoffgesetze, basierend auf dem Chaboche-Modell, bewährt [13, 14, 15, 16, 17].

Ziel dieser Arbeit ist die Untersuchung des viskoplastischen Verformungsverhaltens eines F/M-ODS-Stahls (ODS T91) bei anwendungsnahen Temperaturen bis zu 700 °C und dessen Modellierung. Hierfür wird ein eigens

---

modifiziertes Stoffgesetz verwendet, das auf dem Modell von Aktaa und Schmitt [13] basiert. Dieses beruht wiederum auf dem etablierten Chaboche-Modell [18].

Zunächst wird das Hochtemperaturverformungsverhalten unter monotoner, zyklischer und Kriech-Ermüdungsbelastung untersucht. Speziell die Ermüdungs- und Kriech-Ermüdungseigenschaften der ODS-Stähle wurden in der Literatur nur rudimentär diskutiert [19, 20, 21, 22, 23, 24, 25]. Die Entwicklungen der Gefüge- und Versetzungsstruktur in Abhängigkeit von der Temperatur und der Belastung werden mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) umfassend analysiert und mit dem Werkstoffverhalten korreliert.

ODS-Materialien werden derzeit nur im Labormaßstab hergestellt. Für die Untersuchungen stehen daher nur geringe Mengen an Probenmaterial zur Verfügung. Um dennoch ausreichend experimentelle Daten für die Modellierung zu generieren, wurde ein zyklischer Versuch mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten (Einprobenversuch, EPV) entwickelt. Der EPV ermöglicht die Analyse des Kriech-Ermüdungsverhaltens und des Einflusses der Haltezeiten und der Belastungsgeschichte.

Aus den Ergebnissen des viskoplastischen Verformungsverhaltens wurde ein kontinuumsmechanisches Stoffgesetz, basierend auf dem Modell von Aktaa und Schmitt, abgeleitet. Die Startwerte der Modellparameter für die anschließende Optimierungsrechnung wurden aus Ergebnissen der Ermüdungsversuche und der EPVs ermittelt und verglichen. Die numerische Parameteroptimierung wurde ausschließlich am EPV durchgeführt und die resultierenden Modellparameter mit den Ergebnissen der Ermüdungsversuche validiert. Folgende Fragestellungen wurden bei der Modellierung genauer untersucht.

- Wie müssen die Stoffgesetze für ODS-Stähle modifiziert werden?
- Können die Modellparameter eines viskoplastischen Stoffgesetzes mit nur einem Versuch bestimmt werden?

- Kann das viskoplastische Verformungsverhalten von ODS-Stählen ausreichend durch das ausgewählte kontinuumsmechanische Stoffgesetz abgebildet werden?

## 2 Forschungsstand

### 2.1 Oxidpartikelverstärkung (ODS)

Die Oxidpartikelverstärkung (ODS, *engl.* oxide dispersion strengthening) ist eine Möglichkeit die Festigkeit bzw. die Hochtemperaturwiderstandsfähigkeit metallischer Werkstoffe zu verbessern. Das grundlegende Prinzip ist es, harte nicht lösliche Partikel (Dispersoide) fein verteilt in das Matrixmaterial einzubringen. Sie können von Versetzungen nicht ohne Weiteres geschnitten werden und behindern somit die plastische Verformung des Festkörpers. Die Teilchenhärtung wird in Abschnitt 2.2.1 näher erläutert.

Erste Ansätze metallische Werkstoffe durch nanoskalige Partikel zu verstärken, gab es bereits im Jahr 1910 [26]. Damals wurde Wolfram mit Thoriumoxid verstärkt, um die Hochtemperatüreigenschaften von Glühspindeln zu verbessern. Der Durchbruch gelang allerdings erst 1970 durch die Entwicklung des mechanischen Legierens (MA, *engl.* mechanical alloying) [27] (siehe Abschnitt 2.1.2). Gleichzeitig wurde die Forschung an ODS-Legierungen sehr intensiv durch die Gasturbinenindustrie gefördert. Die bis dato eingesetzten ausscheidungsgehärteten Stähle bzw. Nickelbasis-Superlegierungen zeigten zwar herausragende Hochtemperaturzeitstandfestigkeiten und exzellente Oxidationseigenschaften. Bei sehr hohen Temperaturen vergrößerten die Ausscheidungen allerdings bzw. lösten sich vollständig auf. Im Gegensatz dazu stellte sich heraus, dass die keramischen Dispersoide thermisch stabil sind [28, 29] und somit bis annähernd zum Schmelzpunkt (ca.  $0,9 \cdot T_m^1$ ) des Matrixmaterials zur Festigkeit beitragen. Des Weiteren wurde die Entwicklung der ferritischen und martensitischen

---

<sup>1</sup> $T_m$ : Schmelzpunkt des Materials in K.

ODS-Stähle durch den Bedarf der Fusionstechnologie für Komponenten, die nahe des Plasmas eingesetzt werden sollen, vorangetrieben [30]. Zu einem späteren Zeitpunkt stieg das Interesse an ODS-Stählen auch im Bereich der Kernspaltung als Brennstoffhüllrohre für schnelle Brüter [31]. Einen guten Überblick der historischen Entwicklung von ODS-Materialien wurde von Jones [26] zusammengestellt.

### 2.1.1 Ferritische und ferritisch-martensitische ODS-Stähle

Um den Wirkungsgrad von Energiewandlungssystemen zu steigern, wurden die Temperatur und der Dampfdruck in den letzten 50 Jahren kontinuierlich erhöht (vgl. Abbildung 1.2). Dies war nur durch eine stete Weiterentwicklung und Optimierung der ferritisch-martensitischen (F/M-)Stähle möglich. Derzeit besitzen sie eine Kriechlebensdauer von  $10^5$  h bei  $650\text{ }^\circ\text{C}$  und  $60\text{ MPa}$  [4]. Die zukünftigen Fusions- und Kernspaltungsreaktoren sowie fossile Kraftwerke sollen jedoch bei noch höheren Temperaturen und Drücken betrieben werden. Das martensitische Grundmaterial würde diesen extremen Bedienungen nicht mehr standhalten [32].

Nickelbasis-Legierungen zeichnen sich zwar durch ihre bessere Hochtemperaturbeständigkeit aus. Sie sind allerdings für konventionelle Kraftwerke zu kostspielig. Zudem entstehen in fortschrittlichen Kernreaktoren aufgrund der hohen Strahlenbelastung mit energiereichen Neutronen Heliumblasen, die zu einer Kriechversprödung des Werkstoffs und somit zu geringeren Lebensdauern führen [33].

Aus diesem Grund wurden die kriechbeständigen, martensitischen 12Cr-Stähle mit Oxidpartikeln verstärkt. Die Oxidpartikelverstärkung sorgt für die nötige Zeitstandfestigkeit und verbessert zusätzlich die Bestrahlungswiderstandsfähigkeit. In der weiteren Entwicklung wurde der Cr-Gehalt zur Verbesserung der Hochtemperatur- und Oxidationsbeständigkeit auf 14 bis  $22\text{ \%}^2$  erhöht [34]. Dies wirkte sich allerdings negative auf die Bruch-

---

<sup>2</sup>Alle Konzentrationen sind in Gew.%, wenn nichts anderes angegeben ist.

zähigkeit aus. Um dem entgegenzuwirken, wurde die Cr-Konzentration auf 14 bis 16 % herabgesetzt und ca. 4 % Al hinzugefügt [35]. Dadurch wurde die Festigkeit etwas verringert und die Kerbschlageigenschaften verbessert. Bei der Kernfusion entstehen aus dem Brennstoff keine radioaktiven Abfälle. Problematisch sind nur Werkstoffe, die in der Nähe des Plasmas eingesetzt werden. Sie können aufgrund der hochenergetischen Neutronen aktiviert werden. Deshalb wurden in der Fusionstechnologie die hoch aktivierbaren Elemente, wie Nb, Mo, Ni, Cu, Al und Co durch weniger problematische Elemente (Ta,W) ersetzt oder auf ein Minimum reduziert. Dies führte zur erfolgreichen Entwicklung der niedrig aktivierbaren F/M (RAFMs, *engl.* reduced activation ferritic-martensitic) Stähle, wie z.B. Eurofer 97 und dessen ODS-Variante [36, 37].

Die optimale Einstellung der Gefügestruktur im Mikro- bzw. Nanometerbereich, wie z.B. die Korngröße bzw. -struktur und die Verteilung bzw. Zusammensetzung der Oxidpartikel, ist ein wichtiger Aspekt der Forschung und Entwicklung der ODS-Stählen. Die Atomsonde-Untersuchungen an MA957 zeigten eine hohe Dichte an 2 bis 4 nm großen mit Ti angereicherten Nanoclustern (NC) [38]. Diese Entdeckung konnte an weiteren ODS-Legierungen (12YWT [39] und 14YWT [40]) bestätigt werden. Es wurde festgestellt, dass die Zugabe von Ti die ursprüngliche Größe der  $Y_2O_3$ -Partikel reduziert, wobei komplexe Y-Ti-O-Mischoxide entstehen [41]. Mit hochauflösender Transmissionselektronenmikroskopie (HRTEM) konnte eine Pyrochlorstruktur mit der Zusammensetzung  $Y_2Ti_2O_7$  festgestellt werden [42, 43, 44]. Diese NC können die Beweglichkeit der Korngrenzen während der Rekristallisation reduzieren und unterstützen auf diese Weise die Bildung einer sehr feinen Kornstruktur.[45, 46, 47, 48] Sie liegt im Bereich von wenigen 100 nm (vgl. Feinkornhärtung in Abschnitt 2.2.1). Dieser Effekt wird als „Zener-Pinning“ bezeichnet. Sowohl die Korn- als auch die Partikelgröße bleibt unter Langzeitkriechbelastungen bei 650 bis 900 °C stabil [45]. Dabei sind die minimalen Kriechraten dieser Stähle trotz der feinen Kornstruktur sehr gering. Die ferritischen Fe-Cr-Al-ODS-Stähle, wie

z.B. PM2000, zeigen zwar ebenfalls gute Kriech- bzw. Oxidationseigenschaften. Die Y-Al-O-Mischoxide sind allerdings etwas größer und haben unterschiedliche Zusammensetzungen und Gitterstrukturen [49]:  $YAlO_3$  Perowskit (YAP),  $Y_3Al_5O_7$  Granat (YAG),  $Y_4Al_2O_9$  monoklin (YAM),  $YAlO_3$  hexagonal (YAH) [49].

### 2.1.2 Herstellung

ODS-Stähle werden grundsätzlich pulvermetallurgisch hergestellt. Die Herstellung über konventionelles Schmelzen und Gießen ist derzeit nicht möglich. Die Benetzbarkeit der Oxidpartikel ist aufgrund der großen Oberflächenspannung nicht ausreichend, um sie in die Schmelze einzubringen [50, 51]. Die starken Kapillarkräfte und Van-der-Waals Wechselwirkungen zwischen den Teilchen führen zudem zur Agglomeration der Oxidpartikel. Das mechanische Legieren (MA, *engl.* mechanical alloying) ist der wichtigste Prozessschritt bei der Herstellung von ODS-Legierungen. Das Verfahren wurde um 1966 von John S. Benjamin und seinen Kollegen zur Herstellung von  $ThO_2$  verstärktem Nickel entwickelt [27]. Seither wurde es weiterentwickelt und auf verschiedene Materialsysteme angewandt [52]. Das MA ist ein sehr komplexer Prozess. Die Prozessparameter müssen daher für jedes neue Materialsystem optimiert werden. Eine ausführliche Zusammenfassung und Beschreibung des MAs kann der Literatur entnommen werden [53].

Die Prozessroute des MAs ist in Abbildung 2.1 schematisch dargestellt [54]. Im ersten Schritt wird ein metallisches Pulver mit der gewünschten chemischen Zusammensetzung hergestellt und mit dem Pulver der Oxidpartikel vermischt. Hierzu wird entweder eine Vorlegierung gasverdüst oder das Pulver der Legierungselemente verwendet. Während des hoch-energetischen Mahlens wird durch den Zusammenprall der Mahlkugeln sehr viel plastische Verformung in das Pulvergemisch eingebracht. Die Pulverpartikel werden mehrfach Kaltverschweißt, verfestigt und wieder aufgebrochen. Das

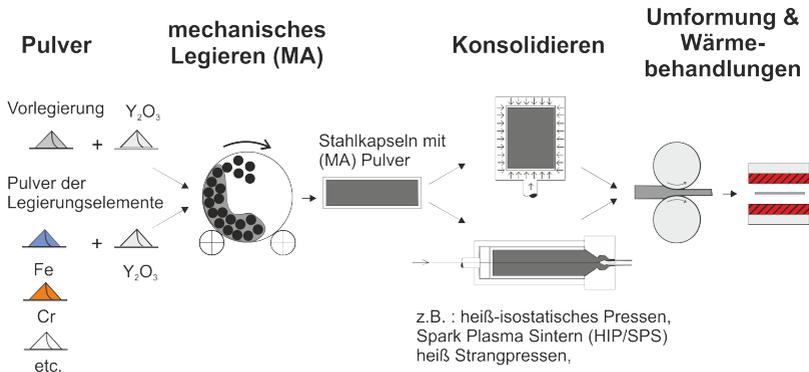


Abbildung 2.1: Schematischer Ablauf der pulvermetallurgischen Herstellung von ODS-Legierungen (nach [54]).

MA führt zur Bildung eines homogenen Mischkristalls und zu einer sehr feinen Verteilung der Oxidpartikel. Im Labormaßstab wird hierfür ein Attritor verwendet, großtechnisch und für größere Chargen werden Planetenkugelmühlen eingesetzt. Zum Schutz vor Oxidation in den nachfolgenden Prozessschritten wird das gemahlene Pulver in Stahlkapseln gefüllt und bei erhöhter Temperatur entgast.

Für die Konsolidierung des Pulvers zu einem möglichst porenfreien Festkörper gibt es verschiedene Methoden, wie zum Beispiel das heiß Strangpressen oder das heiß-isostatische Pressen (HIP). Da bei diesen Verfahren das Material längere Zeit hohen Temperaturen ausgesetzt ist, kommt es teilweise zu abnormalem Kornwachstum und zur Teilchenvergrößerung. Eine relativ neue Technik ist das Spark Plasma Sintern (SPS) [55]. Ihre Vorteile sind eine kürzere Prozessdauer und eine isotrope Mikrostruktur. Somit können die gewünschten Nanostrukturen erhalten bleiben. Die Herstellung von ODS-Stählen mittels SPS ist im großtechnischen Maßstab allerdings nicht möglich.

Im Vergleich zu den feinkörnigen NC-verstärkten Stählen, wirkt sich die feine Kornstruktur bei ODS-Legierungen aufgrund der Korngrenzenverfor-

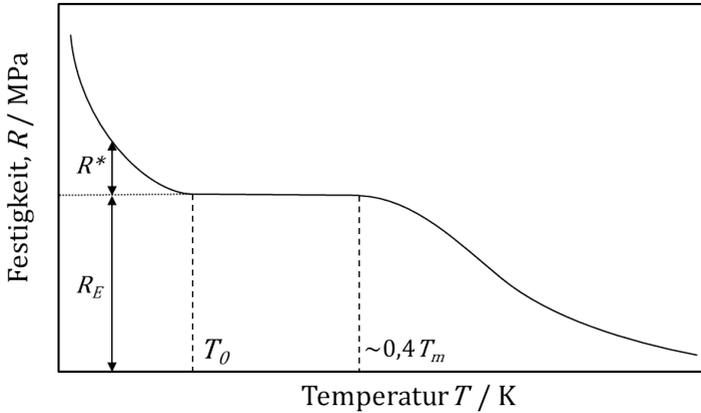


Abbildung 2.2: Temperaturabhängigkeit der Festigkeit.

mung negativ auf die Zeitstandfestigkeit aus. Längliche Kornstrukturen behindern das Abgleiten der Korngrenzen und verringern eine interkristalline Schädigung. Ein hoher Kornstreckungsgrad kann durch sekundäre Rekristallisation beim Zonenglühen eingestellt werden. Dabei wird ein Kornstreckungsgrad größer als 15 angestrebt [6]. Dies führt allerdings zu stark anisotropen Materialeigenschaften.

## 2.2 Mechanische Eigenschaften

ODS-Legierungen zeichnen sich durch ihre hohe Festigkeit aus. Sie resultiert, neben anderen Härtungsmechanismen, zum größten Teil aus der starken Hinderniswirkung der fein verteilten Oxidpartikel auf die Versetzungsbewegung. Die Festigkeit der meisten Materialien nimmt mit zunehmender Temperatur ab. Der Verlauf der Streckgrenze bzw. der Zugfestigkeit ist in Abbildung 2.2 schematisch dargestellt. Bei moderaten Temperaturen setzt

sich die Festigkeit  $R$  aus einen thermischen  $R^*$  und athermischen Anteil  $R_E$  zusammen [6]:

$$R = R^* + R_E. \quad (2.1)$$

Der thermische Anteil wird durch die Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls beeinflusst, wohingegen die Härtungsmechanismen den athermischen Anteil bestimmen. Wird die Temperatur erhöht, verringert sich zunächst der thermische Anteil  $R^*$  bis nur noch  $R_E$  die Festigkeit bestimmt. Oberhalb von  $T_0$  bleibt die Festigkeit über einen größeren Temperaturbereich annähernd konstant. Bei Temperaturen oberhalb von  $0,4 \cdot T_m$  geht die Tieftemperatur- in die Hochtemperaturverformung über, wobei nach und nach die Härtungsmechanismen aufgrund thermisch aktivierter Prozesse ihre Wirkung verlieren. Klueh *et al.* gibt eine gute Zusammenfassung über die mechanischen Eigenschaften verschiedener ODS-Stähle [56].

Im folgenden Abschnitt 2.2.1 wird zunächst auf die unterschiedlichen Härtungsmechanismen der ODS-Legierungen eingegangen. Anschließend folgen zwei Abschnitte über das Kriechverhalten und das Ermüdungs- bzw. Kriechermüdungsverhalten.

### **2.2.1 Härtungsmechanismen**

Metalle sind in ihrer elementaren Form meistens zu duktil um sie als Struktur- bzw. Konstruktionswerkstoffe zu verwenden. Ihre gute Verformbarkeit resultiert aus der ungerichteten metallischen Bindung und der regelmäßigen kristallografischen Anordnung der Atome. Die Träger der plastischen Verformung sind die Versetzungen.

Um die Festigkeit eines Werkstoffs zu steigern, gibt es verschiedene Härtungsmechanismen, wie z.B. die Kaltverfestigung, die Mischkristallhärtung, die Korngrenzenhärtung und die Teilchenhärtung. Ihnen gemein ist das Einbringen von Hindernissen für die Versetzungsbewegung. Moderne Werkstoffe, wie ODS-Stähle, bedienen sich häufig mehrere Härtungsmechanis-

men, um die gewünschten mechanischen Eigenschaften einzustellen. Im folgenden werden die wichtigsten Mechanismen kurz beschrieben:

### 1. Mischkristallhärtung:

Durch das Einbringen von (substitutionellen bzw. interstitiellen) Fremdatomen mit unterschiedlichem Radius wird das Matrixgitter verzerrt. Diese Fehlpassung erzeugt ein Spannungsfeld, das mit dem der Versetzungen wechselwirkt. Der Verformungswiderstand  $\tau_y$  bei einer sphärischen Verzerrung  $\epsilon_s$ , ergibt sich nach Fleischer [57] zu:

$$\tau_y = \frac{G |\epsilon_s|^{3/2} \sqrt{c}}{700}, \quad (2.2)$$

wobei  $G$  der Schubmodul und  $c$  die Konzentration an Fremdatomen ist. Für eine tetragonale Verzerrung des Matrixgitters berechnet sich die Festigkeitssteigerung durch [58]

$$\tau_{TET} = \gamma G \sqrt{c}, \quad (2.3)$$

wobei  $\gamma$  eine Proportionalitätskonstante ist. Neben diesen sogenannten parelastischen Wechselwirkungen gibt es zusätzlich dielastische (Schubmodul-Effekt) und chemische Wechselwirkungen (Suzuki-Effekt) [59].

Die Mischkristallhärtung spielt bei ODS-Stählen eine untergeordnete Rolle. Cr, Al, Ti, Mo und W sind die vorwiegend verwendeten Legierungselemente, wobei nur die letzten beiden gelöst in der Matrix vorliegen und somit zur Mischkristallhärtung beitragen [60, 61]. Cr dient als Ferritbildner und trägt wie Al [54] zum Schutz vor Korrosion bei. Al führt allerdings zur Bildung verschiedener Y-Al-O-Mischoxide [62] (vgl. Abschnitt 2.1.1). Ti verringert die Oxidpartikelgröße und trägt zur Bildung der Y-Ti-O-NC bei [41].

## 2. Feinkornhärtung:

Korngrenzen können von Versetzungen nur sehr schwer überwunden werden und sind somit starke Hindernisse für die Versetzungsbewegung. Je kleiner die Korngröße, desto früher stauen sich Versetzungen auf. Das Spannungsfeld der aufgestauten Versetzungen ist der aufgebrachten Schubspannung entgegengesetzt und bewirkt eine abstoßende Kraft auf die nachfolgenden Versetzungen. Der Versetzungsaufstau erzeugt lokal in einem benachbarten Korn eine höhere Spannung. Dadurch können in diesem Korn ungünstig orientierte Gleitsysteme aktiviert werden. Die Festigkeitssteigerung  $\tau_{HP}$  errechnet sich aus der Hall-Petch-Gl. [63, 64]:

$$\tau_{HP} = \tau_0 + \frac{k'_{HP}}{\sqrt{d}}, \quad (2.4)$$

wobei  $d$  der Korndurchmesser,  $k'_{HP}$  die Hall-Petch-Konstante und  $\tau_0$  die kritische Schubspannung des Einkristalls ist.

Im Gegensatz zu anderen Härtungsmechanismen nimmt durch die Feinkornhärtung gleichzeitig die Festigkeit und die Duktilität zu. Aufgrund der feinen Kornstruktur sind statistisch betrachtet die Gleitsysteme einer größeren Anzahl an Körnern günstig zur angelegte Schubspannung orientiert.

Die Feinkornhärtung war in der frühen Entwicklung der ODS-Legierungen weniger interessant, da mit abnehmender Korngröße gleichzeitig die Anzahl der Korngrenzen zunimmt. Dies wirkt sich aufgrund der dort schneller ablaufenden Diffusion negativ auf die Hochtemperaturfestigkeit aus. Große Kornstrukturen mit Vorzugstextur und einer geringen transversalen Korngrenzendichte wurden daher bevorzugt [54] (siehe Abschnitt 2.1.2).

Moderne ODS-Legierungen besitzen dennoch ein sehr feine Kornstruktur. Die Korngröße liegt im Bereich von wenigen 100nm. Die untere Grenze der eingestellten Zener-Korngröße  $d_z$  hängt dabei un-

mittelbar vom Teilchendurchmesser  $d$  und dem Volumenanteil  $f$  der Oxidpartikel ab [65]:

$$dz = \frac{4\alpha d_p}{3f}, \quad (2.5)$$

wobei  $\alpha$  ein Parameter im Bereich zwischen  $1/4$  und  $3/8$  ist. Die fein verteilten  $Y_2Ti_2O_7$ -NC stabilisieren das feinkörnige Gefüge auch nach mehrstündiger Wärmebehandlung bis ca.  $1000^\circ\text{C}$  [45, 46, 47, 48]. Trotz des ultra-feinkörnigen Gefüges sind diese Materialien ausgesprochen kriechbeständig [45]. Mögliche Erklärungen sind eine verminderte Selbstdiffusion von Fe durch die Bildung von Sauerstoffleerstellenkomplexen [66], die große Anzahl der NC an den Korngrenzen oder eine Anreicherung von Cr und W an den selbigen [67].

Ähnlich der Feinkornhärtung wirken bei modifizierten (mod.) 9Cr-1Mo Stählen die martensitischen Lattengrenzen als Hindernisse für die Versetzungsbewegung. Sie sind vergleichbar mit einem lamellaren Gefüge, das aus langgestreckten Subkorngrenzen besteht. Der Widerstand gegen plastische Verformung ergibt sich durch [68]:

$$\tau_{sk} = \frac{\alpha Gb}{\lambda_s}, \quad (2.6)$$

wobei  $\lambda_s$  die Subkorngröße (für langgestreckte Subkörner wird der minimale Durchmesser verwendet),  $b$  ( $=0,25\text{ nm}$ ) der Burgersvektor und  $\alpha$  ( $=10$ ) eine Konstante ist.

### 3. Teilchenhärtung:

Eine Möglichkeit der Teilchenhärtung ist das Aushärten, d.h. die Bildung von sphärischen Ausscheidungen beim Auslagern eines übersättigten Mischkristalls. Dieser entsteht beim Abschrecken einer Legierung aus einem Einphasengebiet mit abnehmender Löslichkeit eines Legierungselements. Da die Konzentration dieses Element bei

Raumtemperatur (RT) zu hoch ist, befindet es sich in einem metastabilen Zustand. Beim anschließenden Auslagern kann dieses Element sich, wie im Fall von vielen Eisenlegierungen, als Nitrid, Karbid oder intermetallische Phase ausscheiden. Diese Ausscheidungen behindern die Versetzungsbewegung und steigern somit die Festigkeit des Materials. Das Aushärten wird allerdings bei höheren Temperaturen unwirksam, da die Ausscheidungen vergrößern oder sich komplett auflösen.

Bei der Dispersionshärtung werden durch den Herstellungsprozess nichtmetallische Dispersoide (z.B.:  $Y_2O_3$ , ThO, BeO, etc.) homogen im Matrixmaterial verteilt. Der Schmelzpunkt der Partikel liegt weit oberhalb des zu verstärkenden Materials ( $\Theta_{Fe} = 1538^\circ C$ ,  $\Theta_{Y_2O_3} = 2400^\circ C$ ), wodurch die Oxidpartikel bis zu sehr hohen Temperaturen thermodynamisch stabil sind und die festigkeitssteigernde Wirkung im Gegensatz zur Ausscheidungshärtung erhalten bleibt.

In beiden Fällen ist das Prinzip der Härtung jedoch gleich und hängt sehr stark von der Größe und der kristallographischen Beziehung zwischen Matrix und Teilchen ab. Sind die Teilchen kohärent, schwach und sehr klein, können sie von den Versetzungen geschnitten werden. Die für das Schneiden notwendige Spannung ist gegeben durch [22]:

$$\tau_{schneid} = \frac{\gamma_{GF} \pi d}{2b\lambda}, \quad (2.7)$$

wobei  $\gamma_{GF}$  die Energie für die neu gebildete Oberfläche,  $d$  der Teilchendurchmesser und  $\lambda$  der Abstand zwischen den Teilchen ist. Eine Abschätzung der Schneidspannung von Kubena *et al.* (mit  $\gamma = 20 \text{ J/m}^2$ ,  $d = 2,2 \text{ nm}$  und  $\lambda = 30\text{--}40 \text{ nm}$ ) ergab einen sehr hohen Wert von ca. 10 GPa [22]. Dieser Wert übersteigt die theoretische Festigkeit von Eisen, somit ist das Schneiden der Teilchen für ODS-Stähle eher unwahrscheinlich.

Sind die Teilchen größer und inkohärent, müssen sich die Verset-

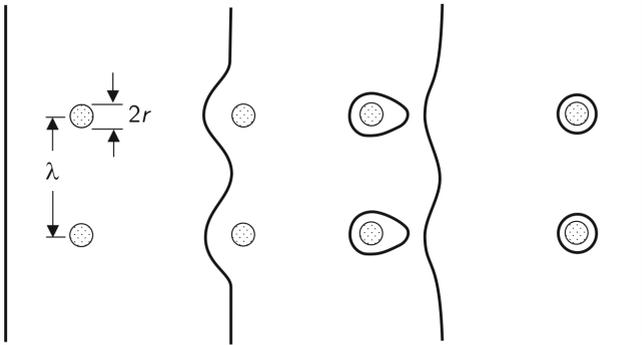


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung des Orowan-Mechanismus [59].

zungen zwischen den Hindernissen ausbauchen. Die Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Teilchen wird durch den Orowan-Mechanismus bestimmt [69], dabei bleiben Versetzungsringe um die Teilchen zurück (siehe Abbildung 2.3). Unter Berücksichtigung eines effektiven Abstandes zwischen den Teilchen, die zufällig auf einer Gleitebene verteilt sind, ergibt sich nach Seeger folgende Erhöhung der Schubspannung [70]:

$$\tau_{or} = \frac{0,8\alpha(r)Gb}{\lambda}, \quad (2.8)$$

wobei  $\alpha(r)$  der „barrier strength“ Koeffizient ist. Er ergibt sich aus dem Winkel zwischen zwei benachbarten Versetzungssegmenten zum Zeitpunkt des Ablösens der Versetzung von einem Hindernis und ist ein Maß für seine Stärke. Kann eine Versetzungen das Hindernis nicht durchdringen ist  $\alpha(r) = 1$  und Gl. 2.8 geht in die Orowan-Gl. über.

Die kritische Fließspannung  $\sigma_k$  des Vielkristalls [71]

$$\sigma_k = M\tau_k \quad (2.9)$$

ergibt sich aus der kritischen Schubspannung  $\tau_k$  und dem Taylor-Faktor  $M$ . Wie sich die einzelnen Beiträge zur Festigkeit des Materials aufsummieren lassen, ist noch unklar. Eine einfache lineare Superposition der einzelnen Beiträge überschätzt oft die experimentell bestimmte Streckgrenze. Kocks argumentierte, dass eine Addition nur möglich ist, wenn sich die Dimensionen der Hindernisse (des Widerstands auf der Gleitebene) um eine Größenordnung unterscheiden [72]. Des weiteren gilt für den Fall gleich starker Hindernisse mit unterschiedlicher Dichte, die von den Versetzungen nicht durchdrungen werden können (z.B. Teilchen und Waldversetzungen), dass der Widerstand auf den Gleitebenen proportional zur Quadratwurzel der Flächendichte der Hindernisse ist.

Die Korrelation von mikrostrukturellen Größen des Gefüges von ODS-Stählen und den mechanischen Eigenschaften – speziell die Modellierung der Festigkeit – ist ein wichtiger Aspekt bei der Entwicklung dieser Materialien [60, 73, 74, 75].

Mit zunehmender Temperatur verlieren die unterschiedlichen Härtungsmechanismen nach und nach ihre Wirksamkeit. Manche der Mechanismen eignen sich daher besser für die Optimierung der Hochtemperaturwiderstandsfähigkeit als andere. Tabelle 2.1 zeigt bis zu welchen Temperaturen die Härtungsmechanismen effektiv zur Festigkeit beitragen.

### 2.2.2 Kriechen

Kriechen ist die zeitabhängige plastische Verformung eines Festkörpers beim Anlegen einer konstanten Last. Kriechverformungen werden erst bei Temperaturen oberhalb ca.  $0,4 \cdot T_m$  für die Technik relevant, unterhalb können sie vernachlässigt werden [6]. Die Kriechkurven stellen die im Kriechversuch auftretende Dehnung als Funktion der Zeit  $t$  dar. Eine weitere Möglichkeit ist die Auftragung der Kriechrate  $\dot{\epsilon}(t)$ .

Grundsätzlich wird zwischen dem primären, sekundären und tertiären Kriechen unterschieden. Beim Anlegen einer konstanten Last bzw. Spannung

Tabelle 2.1: Wirksamkeit der Härtungsmechanismen mit zunehmender Temperatur [76].

Härtungsmechanismus	Effektive Temperatur	Wechselwirkungen / Mechanismus
Kaltverfestigung	$\sim 0,3 \cdot T_m$	Versetzungen untereinander
Korngrenzenhärtung	$\sim 0,3 \cdot T_m$	Korngrenze / Versetzungen
Mischkristallhärtung	$\sim 0,4 \cdot T_m$	Gitterverspannungen / Versetzungen
Ausscheidungs- härtung	$\sim 0,6 \cdot T_m$	metastabile Ausscheidungen 2.Phase/ Versetzungen
Oxidpartikel- verstärkung (ODS)	$\sim 0,9 \cdot T_m$	nicht lösliche 2. Phase stabilisiert Körner, Subkörner und das Kriechen

stellt sich zunächst eine anfängliche Dehnung  $\epsilon_0$  ein. Anschließend nimmt die Dehnung im primären Kriechbereich mit der Zeit zu, wobei die Dehnrage abnimmt. Die Ursache ist eine Verfestigung des Materials. Das sekundäre Kriechen zeichnet sich durch eine konstante Zunahme der Dehnung mit der Zeit aus. In diesem Bereich ist die Dehnrage minimal und nimmt einen konstanten Wert an. Er wird deshalb auch als stationäres Kriechen bezeichnet. Ver- und Entfestigungsprozesse halten sich in diesem quasi-stationären Zustand die Waage. Im tertiären Bereich nimmt die Dehnrage wegen der Kriechschädigung stark zu, bis schließlich das Material versagt.

Die minimale Kriechrate ist für die Charakterisierung des zugrundeliegenden Verformungsmechanismus von besonderer Bedeutung. Die stationäre

Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_s$  lässt sich empirisch durch einen Norton-Ansatz in Abhängigkeit der Spannung  $\sigma$  und Temperatur  $T$  beschreiben [58, 59]:

$$\dot{\epsilon}_s = A \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right), \quad (2.10)$$

wobei  $A$  und  $n$  Materialkonstanten,  $Q$  die Kriechaktivierungsenergie und  $k$  die Boltzmann-Konstante ist.  $n$  wird auch als Spannungs- bzw. Norton-Exponent bezeichnet und beschreibt die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechrate. Dieser ergibt sich aus der Steigung der doppelt-logarithmischen Auftragung der stationären Kriechgeschwindigkeit als Funktion der angelegten Spannung. Je nach Versuchstemperatur und angelegter Spannung wird zwischen Versetzungskriechen ( $n > 1$ ) und Diffusionskriechen ( $n = 1$ ) unterschieden. Letzteres tritt bei niedrigen Spannungen und hohen Temperaturen auf. Der durch Diffusion stattfindende Materialtransport ist hierbei für die Kriechverformung verantwortlich. Die Diffusion verläuft entweder über das Volumen („Nabarro-Herring-Kriechen“) oder entlang der Korngrenzen („Coble-Kriechen“). Der dominierende Mechanismus kann den von Frost und Ashby entwickelten Verformungsmechanismus-Diagrammen ( $\sigma/G$  vs.  $T/T_m$ ) entnommen werden [77].

Die exzellente Hochtemperaturwiderstandsfähigkeit und die hervorragenden Kriecheigenschaften der ODS-Legierungen sind weitgehend verstanden [78, 79, 80]. Sie zeichnen sich im Vergleich zu anderen metallischen Werkstoffen durch einen sehr hohen Norton-Exponent aus ( $n \geq 100$ ). Der Verlauf der Kriechrate als Funktion der Spannung ist in Abbildung 2.4 schematisch dargestellt. Ein derart hoher Norton-Exponent lässt sich nur unter der Annahme einer Schwellspannung  $\sigma_0$  erklären, unterhalb der die Kriech-

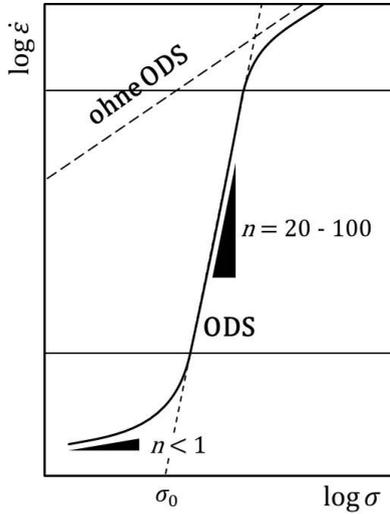


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung der minimalen Kriechrate als Funktion der Spannung zur Erläuterung des Schwellspannungsverhaltens von ODS-Legierungen [79].

verformung vernachlässigbar gering wird. Unter Berücksichtigung dieser Schwellspannung kann Gl. 2.10 wie folgt erweitert werden:

$$\dot{\epsilon}_s = A' (\sigma - \sigma_0)^{n'} \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right), \quad (2.11)$$

Dazu wird ein neuer Spannungsexponent  $n'$  und die Konstante  $A'$  eingeführt. Das Schwellspannungskonzept ist rein phänomenologisch und gibt nicht den metallphysikalischen Hintergrund des Effekts wieder. Es ermöglicht dennoch eine adäquate Beschreibung des Kriechverhaltens von ODS-Legierungen, ohne die Verwendung hoher Spannungsexponenten bzw. Aktivierungsenergien.

Das Versetzungsklettern kann dieses Phänomen allein nicht beschreiben. TEM-Untersuchungen haben gezeigt, dass Versetzungen auf der Rückseite

der Oxidpartikel gepinnt werden („backside-pinning“) [81]. Das Überwinden des Hindernisses ist nicht mehr der dominierende Effekt, sondern das Ablösen der Versetzung von der Rückseite der Partikel.

### **2.2.3 Ermüdung und Kriechermüdung**

Werkstoffe und Bauteile in Kraftwerken sind aufgrund von Wartungsintervallen und vermehrt durch den Ausbau regenerativer Energien Ermüdungsbelastungen ausgesetzt. Sie entstehen durch thermische und thermomechanische Wechselbelastungen. Die Prüfung der thermomechanischen Ermüdung ist eine Möglichkeit die Lebensdauer von Kraftwerkskomponenten experimentell zu bestimmen. Diese Versuche sind auf Grund der gleichzeitigen Variation von Temperatur und Dehnung sehr aufwendig, benötigen viel Zeit und sind dementsprechend kostspielig. Zudem wurden für diese Versuche keine Standards entwickelt. Die zweite Möglichkeit besteht in der Durchführung von isothermen Ermüdungs- bzw. Kriechermüdungsversuchen (Versuche mit Haltezeit) [7]. Sie sind standardisiert und ihre Ergebnisse können unter Verwendung geeigneter Stoffgesetze zur Vorhersage der Lebensdauer verwendet werden. Im folgenden Abschnitt werden die Grundlagen der Ermüdung erläutert. Darauf aufbauend wird das Ermüdungs- bzw. Kriechermüdungsverhalten der 7 bis 12 % Stähle und der ODS-Stähle betrachtet. Die Ermüdungseigenschaften metallischer Werkstoffe wurden ausführlich in [7, 82, 83] beschrieben.

#### **Grundlegendes**

Die Werkstoffermüdung zählt zu den häufigsten Versagensarten konstruktiver Bauteile. Die Ursache ist die zyklische Beanspruchung des Werkstoffs, welche auch bei Belastungen unterhalb der Streckgrenze zu bleibenden Veränderungen im Gefüge bzw. der Versetzungsstruktur führen kann. Drei Aspekte spielen hierbei eine wichtige Rolle:

- Wechselverformungsverhalten (zyklische Ver- bzw. Entfestigung),

- Bildung eines Ermüdungsrissses und
- Ausbreitung des Ermüdungsrissses.

Die vorliegende Arbeit untersucht in erster Linie das Wechselverformungsverhalten. Deshalb werden die Punkte zwei und drei nur am Rande betrachtet.

Ermüdungsversuche werden entweder spannungs- oder dehnungskontrolliert gefahren. Historisch wurden zunächst Ermüdungsversuche mit symmetrischer Spannungsbelastung in Zug und Druck durchgeführt. Sie führten zur Auslegung von Bauteilen zur Vermeidung eines Ermüdungsbruchs anhand des Wöhlerdiagramms [84]. Bis heute werden diese Versuche zur Auslegung von Bauteilen verwendet, deren Belastungen überwiegend elastisch sind. Aufgrund der vielen Lastspielzahlen von  $N_B > 10^5$  werden sie als Langzeitermüdungs- (HCF-)Versuche bezeichnet (HCF, *engl.* high cycle fatigue). In diesem Fall bestimmt die Festigkeit die Ermüdungswiderstandsfähigkeit des Materials, wobei die Rissbildung das Lebensdauer bestimmende Ereignis ist.

Die dehnungskontrollierten Ermüdungsversuche gewinnen an Bedeutung, wenn hohe Sekundärspannungen, wie z.B. an Kerben, auftreten und der inelastische gegenüber dem elastischen Verformungsanteil groß ist. Hier hängt die Lebensdauer von der Verformbarkeit (Duktilität) des Materials ab. Die Rissausbreitung bestimmt die Ermüdungswiderstandsfähigkeit und die Zyklenzahl bis zum Versagen ist kurz  $N_B < 10^4$  (LCF, *engl.* low cycle fatigue, Kurzeitermüdung). Die Ermüdungsversuche in dieser Arbeit wurden im LCF-Bereich durchgeführt. Deshalb werden im Folgenden Ermüdungsversuche mit symmetrischer Dehnungsbelastung behandelt.

Im dehnungskontrollierten Ermüdungsversuch wird der Werkstoff zumeist mit einer Dreiecksschwingung beansprucht. Der resultierende Werkstoffwiderstand wird in Form einer Spannung aufgezeichnet (siehe Abbildung 2.5). Die Spannungs-Dehnungs- ( $\sigma$ - $\epsilon$ -)Hysterese stellt den Spannungsverlauf als Funktion der Dehnung in jedem Zyklus dar. Nehmen die Maximalspannung

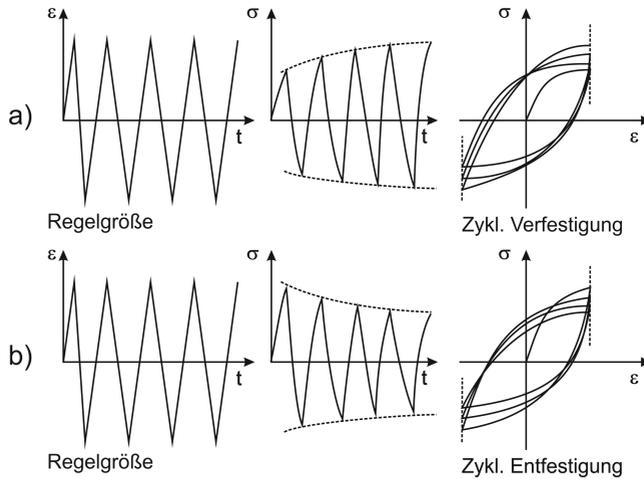


Abbildung 2.5: Mess- und Regelgrößen bei einem Ermüdungsversuch mit symmetrischer Dehnungbelastung (aus [85]).

gen mit der Zyklenzahl zu, wird dies als zyklische Verfestigung (siehe Abbildung 2.5a) und umgekehrt als zyklische Entfestigung (siehe Abbildung 2.5b) bezeichnet. Das zyklische Ver- bzw. Entfestigungsverhalten wird in Wechselverformungskurven abgebildet (siehe Abbildung 2.6). Sie zeigen die Spitzenspannungen als Funktion der Zyklenzahl.

Nach einer anfänglichen Ab- bzw. Zunahme der Spitzenspannungen folgt oft ein Sättigungsbereich, d.h. die Form und Größe der Hysterese bleibt konstant. Die sich dabei einstellende Versetzungsstruktur ist kennzeichnend für den jeweiligen Werkstoff, die Größe der Belastung und die Temperatur [82, 83]. Wichtige Einflussgrößen sind die Kristallstruktur (kfz/krz), die Stapelfehlerenergie und das Vorhandensein einer Nah- bzw. Fernordnung (durch z.B. kohärente Teilchen/Ausscheidungen). Sie beeinflussen den Gleichcharakter und somit die quasi stationäre Anordnung der Versetzungen im Sättigungszustand.

Die Ausführungen in diesem Abschnitt zeigen die Komplexität der Ermüdung

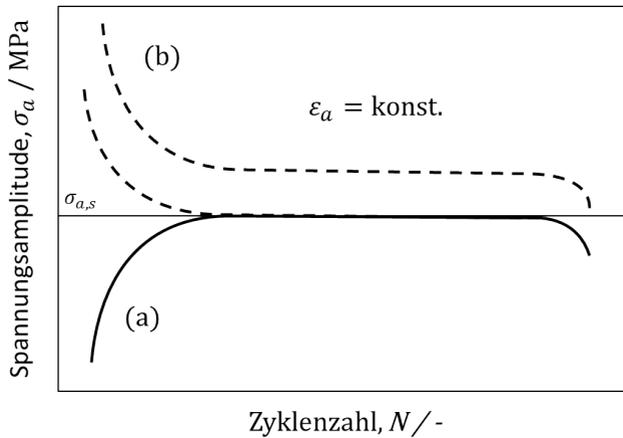


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung der Wechselverformungskurven für (a) Wechselver- und (b) -entfestigungsverhalten [83].

metallischer Werkstoffe. Die folgenden Ausführungen beschränken sich deshalb auf den aktuellen Forschungsstand zum Ermüdungsverhalten der F/M 7 bis 12 % Cr-Stähle und dem der ODS-Stähle.

### Ermüdungsverhalten der 7 bis 12 % Cr-Stähle

Die Entwicklung der 7 bis 12 % Cr-Stähle begann Anfang des 20. Jahrhunderts als Werkstoff für Gasturbinenschaufeln [86] und wird bis heute fortgesetzt. Die später zulegierten Elemente Mo, W, V, Nb und N dienen hauptsächlich zur Verbesserung der Zeitstandfestigkeit. Ziel der Entwicklung des durch V und Nb optimierten ASME T91 war eine Zeitstandfestigkeit von  $10^5$  h bei  $600^\circ\text{C}$  und  $100\text{ MPa}$  [87]. Experimentell wurde die gewünschte Kriechlebensdauer mit  $113000\text{ h}$  allerdings nur für  $80\text{ MPa}$  erreicht [88]. Darüber hinaus besitzen die mod. 9Cr-1Mo Stähle hervorragende Oxidations- und Korrosionseigenschaften. Sie werden deshalb in petrochemischen und chemischen Anlagen, im Gas- bzw. Dampfturbinen-

bau, in der Luft- und Raumfahrtindustrie, in konventionellen Kraftwerken sowie in Kernkraftwerken eingesetzt und sind ein potentieller Werkstoff für zukünftige Fusionsreaktoren [7].

In Zukunft sollen regenerative Energieträger einen Großteil des Strombedarfs decken. Die Vorhersage ihre Verfügbarkeit ist allerdings schwierig, sie sind natürlichen Schwankungen unterworfen und ihre Speicherung bei einem Überschuss ist zur Zeit nicht realisierbar. Um gegebenenfalls Engpässe bei der Stromversorgung abzufangen, müssen konventionelle Kraftwerke öfters an- und abgefahren werden. In der Folge sind Bauteile zusätzlich zur statischen Belastung im Dauerbetrieb einer häufigeren Wechselbelastung ausgesetzt. Darüber hinaus muss die erste Wand eines Kernfusionsreaktors ebenfalls thermo-mechanischen Ermüdungsbelastungen standhalten. [89, 90] Sie werden durch thermische Veränderungen im brennenden Plasma und Wartungsintervalle verursacht. Zusätzlich wirken starke elektromagnetische Kräfte auf die erste Wand.

Das Ermüdungsverhalten der martensitischen 7 bis 12 % Cr-Stähle wurde von Klueh [7] zusammengefasst und ausführlich diskutiert. Das charakteristische Merkmal dieser Stähle ist die ausgeprägte zyklische Entfestigung, die sowohl bei RT [91] als auch bei erhöhten Temperaturen [91, 92, 93] auftritt. Die zyklische Entfestigung findet an Luft schneller statt als im Vakuum [92]. Hier ist zu beachten, dass die Dehnung der Versuche im Vakuum diametral an taillierten Proben gemessen wurde. Dies führt bei entfestigenden Materialien zu einer lokalisierten Verformung. Teilweise wurde in den ersten 10 Zyklen eine leichte Verfestigung festgestellt.

Bei einer Auftragung der Spitzenspannungen als Funktion der Zyklenzahl bzw. der akkumulierten inelastischen Dehnung kann der Verlauf der Entfestigung in drei Bereiche unterteilt werden [13]. Dies wird an der Wechselverformungskurve von P91 [94] in Abbildung 2.7 deutlich. Im ersten Bereich, bis ca.  $N/N_B = 0,3$ , nimmt die zyklische Festigkeit zunächst stark ab und geht allmählich in den zweiten Bereich über. Hier nehmen die Spit-

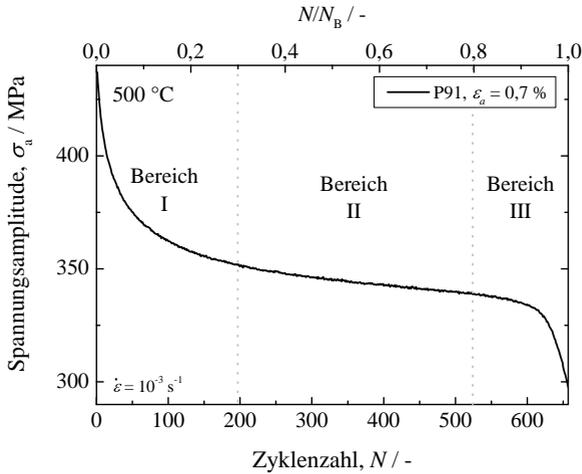


Abbildung 2.7: Zyklisches Entfestigungsverhalten der mod. 9Cr-1Mo Stähle am Beispiel von P91 [94].

zenspannungen mit der Zyklenzahl deutlich langsamer und linear ab. Der dritte Bereich ( $N/N_B > 0,8$ ) ist durch einen erneuten starken Abfall der Festigkeit geprägt. Es resultiert aus der Bildung eines makroskopischen Ermüdungsrisses.

Analytische Transmissionselektronenmikroskop (ATEM-)Untersuchungen der ermüdeten Proben haben gezeigt [91, 92, 93, 95], dass die Hauptursache der zyklischen Entfestigung die Neuordnung von Versetzungen ist. Im Ausgangszustand liegt aufgrund der getemperten martensitischen Lattenstruktur eine sehr hohe Versetzungsdichte vor. Die Wechselbelastung führt zur Bildung von globularen Versetzungszellen und Subkörnern. Eine weitere mögliche Ursache der zyklischen Entfestigung ist die Vergrößerung von Karbiden oder eine Minderung der Mischkristallhärtung, da bei längeren Haltezeitperioden Molybdän aus der Matrix in  $(\text{CrFe})_{23}\text{C}_6$  Ausscheidungen eingebaut wird [96]. Gefügeuntersuchungen an mod. 9Cr-1Mo Stahl Proben, die einer Kriechbelastung über  $10^5$  h bei  $600\text{ °C}$  und  $80\text{ MPa}$  ausgesetzt

waren, zeigten zudem die Bildung von Laves Phasen ( $\text{Fe}_2\text{Mo}$ ) [88]. Druck- bzw. Zughaltezeiten bei maximaler und minimaler Dehnung in jedem Zyklus führen je nach Versuchsbedingungen zu einer Verringerung der Spannungsschwingbreite [92, 96]. Bei höheren Temperaturen um  $600^\circ\text{C}$  und größeren Belastungsamplituden ist der Effekt relativ gering [92, 97]. Ermüdungsversuche bei  $538^\circ\text{C}$  und  $\epsilon_a = 0,205\%$  zeigen eine deutlich größere Abnahme der Spannungsschwingbreite im Vergleich zu einem Versuch ohne Haltezeit [96]. Eine Spannungsrelaxation während einer Zughaltezeit bewirkt hauptsächlich eine zusätzliche Abnahme der Zugspitzenspannungen und umgekehrt. In der Folge entsteht eine Mittelspannung [98].

Generell ist das zyklische Entfestigungsverhalten mod. 9Cr-1Mo Stähle für den Einsatz als Konstruktionswerkstoff in Kraftwerken unerwünscht. Andererseits werden die 8 bis 12 % Cr-Stähle seit Jahrzehnten im Kraftwerksbau eingesetzt. Deshalb sind der Herstellungsprozess und die jeweiligen Wärmebehandlungen, die Fügetechniken und die mechanischen Eigenschaften dieser Werkstoffe weitestgehend bekannt. Die Verstärkung der getempert martensitischen Lattenstruktur mit fein verteilten Oxidpartikeln ist ein vielversprechender Ansatz die Gefüge und Versetzungsstruktur dieser Materialien zu stabilisieren und somit die zyklische Festigkeit zu optimieren. Das Ermüdungsverhalten von eisenbasierten ODS-Stählen wird im nächsten Abschnitt diskutiert.

### **Ermüdungsverhalten der ODS-Stähle**

Das Ermüdungsverhalten von ODS bzw. ausscheidungsgehärteter Materialien hängt sehr stark von der Auswirkung der zyklischen Belastung auf die Geometrie und die Verteilung der Teilchen sowie auf ihre gegenseitigen Wechselwirkungen ab [82]. Grundsätzlich können kleine und kohärent vorliegende Teilchen von Versetzungen geschnitten werden, so dass sie nicht mehr zur Festigkeit beitragen. Größere Teilchen, die inkohärent sind,

müssen entweder durch den Orowan-Mechanismus oder durch thermisch aktivierte Quergleit- bzw. Kletterprozesse überwunden werden. Erhöht sich in der Folge die Versetzungsdichte kommt es zu einer anfänglichen Verfestigung.

Das Ermüdungsverhalten von eisenbasierten ODS-Stählen ist bisher nur sehr wenig untersucht. In der frühen Entwicklungsphase von ODS-Stählen untersuchte Banhardt et al. [99] den Einfluss der Korngröße und -morphologie auf die Ermüdungswiderstandsfähigkeit von PM 2000 im dehnungsgesteuerten LCF-Versuch. Die längste Lebensdauer wurde durch eine relativ feine Gefügestruktur erreicht. Es wurden allerdings keine klaren Tendenz festgestellt.

In den letzten Jahren untersuchte die Forschungsgruppe um Kuběna die Ermüdungseigenschaften des F/M-9Cr ODS Eurofer Stahls und zweier ferritischer 14Cr-ODS-Stählen [20, 21, 22, 23, 24, 25]. Es wurde festgestellt, dass die fein verteilten Oxidpartikel nicht nur die Betriebsfestigkeit verbesserten, sondern auch das Wechselverformungsverhalten stabilisierten. Die ferritischen 14Cr-ODS-Stähle zeigten zu Beginn der Versuche eine leichte zyklische Entfestigung und je nach Belastung bzw. Temperatur eine anschließende Verfestigung bzw. Stabilisierung des zyklischen Verhaltens.

Im Gegensatz dazu zeigte der F/M-9Cr ODS Eurofer Stahl ein kontinuierliches zyklisches Entfestigungsverhalten ähnlich des Matrixmaterials (siehe Abschnitt 2.2.3). Im Vergleich zur nicht-ODS-Variante ist die zyklische Entfestigung jedoch deutlich weniger ausgeprägt [20, 21, 22, 23]. Diese vielversprechenden Ermüdungseigenschaften wurden mit der Fähigkeit der Oxidpartikel korreliert, die Mikrostruktur zu stabilisieren [24, 25].

Die stabilisierende Wirkung der Oxidpartikel auf das Wechselverformungsverhalten und die Entwicklung der Mikrostruktur wurde auch von anderen Forschungsgruppen festgestellt [19, 100, 101, 102, 103]. Chauhan et al. wiesen zusätzlich darauf hin, dass die Zugabe von Oxidpartikeln allein nicht ausreicht, um das zyklische Antwortverhalten zu stabilisieren.

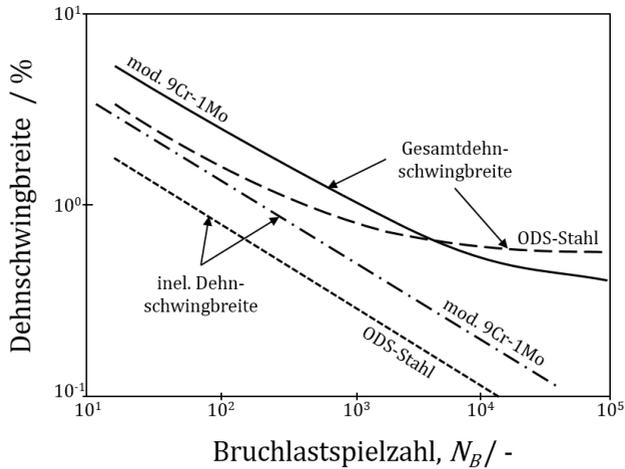


Abbildung 2.8: Schematischer Vergleich zwischen Ermüdungswiderstandsfähigkeit eines mod. 9Cr-1Mo Stahls und den ODS-Stählen (nach Ukai und Ohtsuka [19]).

Darüber hinaus ist eine homogene Teilchenverteilung unerlässlich um die Bildung einer dreidimensionalen Versetzungsstruktur zu verhindern. Es hat sich gezeigt, dass die Verarbeitung der ODS-Stähle und die resultierende Gefügestruktur eine wichtige Rolle spielen. Sie bestimmt letztendlich das Ermüdungsverhalten [103].

Abbildung 2.8 zeigt schematisch den Einfluss der Oxidpartikelverstärkung auf die Ermüdungswiderstandsfähigkeit [19]. Der ODS Stahl zeichnet sich durch seine höhere Festigkeit aus, wohingegen der mod. 9Cr-1Mo Stahl eine bessere Verformbarkeit aufweist. In der Folge schneiden ODS-Legierungen im HCF-Bereich besser ab und zeigen ein schlechteres LCF-Verhalten (vgl. Abbildung 2.8). Es wird vermutet, dass die Rissausbreitungsgeschwindigkeit mit dem zyklischen J-Integral korreliert [104], das für ODS-Stähle aufgrund der höheren Festigkeit größer ist.

Straßberger *et al.* untersuchte das Hochtemperaturermüdungsverhalten zweier neuartiger austenitischer ODS-Edelstähle bei 650 °C [105]. Sie zeigen eine leichte anfängliche Verfestigung mit anschließender Stabilisierung. Aufgrund ihrer guten Hochtemperaturwiderstandsfähigkeit besitzen die austenitischen ODS-Edelstähle einen hohen elastischen und geringen inelastischen Verformungsanteil. Dies resultiert, ähnlich den F/M-ODS-Stählen, in einer besseren Ermüdungswiderstandsfähigkeit bei kleinen Dehnamplituden.

Die eisenbasierten ODS-Stähle besitzen vielversprechende Ermüdungseigenschaften für die in der Kraftwerkstechnik angestrebten Temperaturen bis 650 °C. Die Anzahl der zuvor diskutierten wissenschaftlichen Arbeiten zeigt jedoch, dass die Untersuchungen des Ermüdungsverhaltens der ODS-Stähle noch am Anfang stehen. Speziell die Auswirkungen der zyklischen Belastung auf die Wechselwirkungen zwischen Oxidpartikeln und Versetzungen muss noch ausgiebiger erforscht werden, um die zyklische Festigkeit und die Ermüdungswiderstandsfähigkeit optimal einzustellen. Deshalb wird in Abschnitt 5.2 die Ermüdung von ODS T91 hinsichtlich des Wechselverformungsverhaltens und der Ermüdungswiderstandsfähigkeit untersucht und mit der sich einstellenden Gefüge- bzw. Versetzungsstruktur korreliert.

### **2.3 Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhaltens**

Die Viskoplastizität beschreibt in der Kontinuumsmechanik die zeitabhängige inelastische Verformung eines Festkörpers. Sie äußert sich experimentell durch eine Dehnratenabhängigkeit der Verfestigung, durch Kriechverformung unter konstanter Last oder durch die Spannungsrelaxation für eine bestimmte Dehnungsbelastung (siehe Abbildung 2.9).

Aus historischer Sicht wurden die von der Zeit unabhängige Plastizität und die von der Zeit abhängige Kriechverformung separat von einander untersucht und modelliert. Die daraus entstandenen Stoffgesetze, wie z.B. das

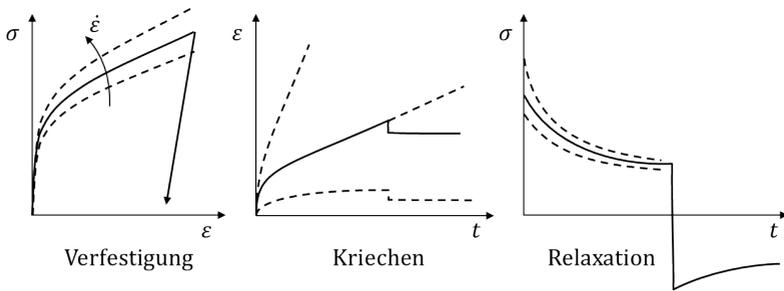


Abbildung 2.9: Elastoviskoplastisches Verformungsverhalten eines Festkörpers (nach [106]).

Nortonsche Kriechgesetz oder die Ramberg-Osgood-Gl., scheitern allerdings (a) bei der Beschreibung eines stabilisierten Wechselverformungsverhaltens, (b) unterschiedlich starken Dehnungsbelastungen im plastischen Bereich oder (c) wenn eine komplexe Belastungsgeschichte vorliegt [107]. Viskoplastische Stoffgesetze sollten daher die folgenden Phänomene ausreichend beschreiben können:

- Nicht-linearer Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung
- Monotone und zyklische Materialverhalten
- Isotrope Ver- bzw. Entfestigung aufgrund von Änderungen der Streckgrenze
- Die Kinematische Ver- bzw. Entfestigung aufgrund Änderungen in der Fließkurve
- Bauschinger-Effekt
- Mittelspannungsrelaxation im dehnungsgesteuerten Versuch oder Ratcheting im spannungsgesteuerten Versuch
- Materialgedächtnis aufgrund der Belastungsgeschichte

Tabelle 2.2 fasst einige Modelle zusammen und zeigt deren Fähigkeiten die oben aufgelisteten Anforderungen an das zyklische Verhalten zu beschreiben [107, 108]. Die Liste der entwickelten Stoffgesetze ist bei weitem nicht vollständig. Die im Folgenden diskutierten Stoffgesetze geben dennoch einen guten Überblick über die unterschiedlichen Konzepte. Alle diese kontinuumsmechanischen Modelle differenzieren bereits zwischen monotonem und zyklischem Verhalten und können den Bauschinger-Effekt abbilden.

Das bi-lineare kinematische Modell von Prager [109] ist aufgrund seiner linearen Verfestigung sehr einfach und für geringe zyklische Verformungen ausreichend. Das nicht-lineare zyklische Verhalten, die zyklische Ver- und Entfestigung sowie der Einfluss der Belastungsgeschichte werden jedoch nicht berücksichtigt.

Um das reale Fließverhalten besser abzubilden, verwendete Mroz [110] in seinem Modell ein Feld mehrerer Verfestigungsmodule, die verschiedenen Fließflächen im Spannungsraum entsprechen. Die  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurve setzt sich aus mehreren linearen Segmenten mit unterschiedlicher Steigung zusammen und beschreibt somit das nicht-lineare zyklische Verhalten. Die Verwendung vieler Fließflächen hat den Nachteil, dass zur Beschreibung jeder dieser Flächen ein Tensor mit für gewöhnlich sechs Variablen und ein skalarer Parameter gespeichert werden müssen.

Das Modell von Dafalias und Popov [112] versucht daher das nicht-lineare Verhalten mit nur zwei Fließflächen abzubilden. Dies gelingt allerdings nur unter Verwendung einer Aktualisierungsregel, die wiederum mehr Speicherkapazität benötigt und zu Problemen bei komplizierten Belastungspfaden führt.

Das Modell von Armstrong und Frederick [111] erweitert das Prager-Modell durch einen sogenannten „recall term“. Er ermöglicht eine nicht-lineare Entwicklung des  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Verlaufs und führt im ersten Zyklus bei mitteldehnungsfreien Versuchen zu einem unterschiedlichen Fließverhalten unter Zug bzw. Druck und umgekehrt.

Tabelle 2.2: Leistungsfähigkeit einiger Stoffgesetze hinsichtlich zyklischer Verformung (nach [107]).

Modell	Form der Hysterese	Zykl. Ver-/Entfestigung	Ratcheting	Memory Effekt
Bi-linear kin. (ORNL) [109]	nein	nein	nein	nein
s.o. + pl. Arbeitsterm	nein	ja	nein	nein
s.o. + Mat.-Erinnerung	ja	ja	nein	ja
Mroz [110]	ja	ja	nein	nein
Dafalias and Popov	ja	ja	nein	nein
FRSV	ja	ja	nein	nein
Armstrong -Frederick [111]	ja	nein	teilweise	nein
Chaboche [18]	ja	isotrop / kin.	teilweise	nein
s.o. + Mat.-Erinnerung [106]	ja	isotrop / kin.	teilweise	ja

Das in dieser Arbeit verwendete Stoffgesetz basiert auf dem Chaboche-Modell [18]. Es wird im folgenden Abschnitt 2.3.1 detailliert erklärt. Neben dem Konzept einer Fließfläche und einem zusätzlichen isotropen Term, greift es den nicht-linearen, kinematischen Ansatz von Armstrong und Frederick auf. Das Modell wurde in den letzten Jahren erfolgreich zur Beschreibung des viskoplastischen Verformungsverhaltens vieler Materialien und für viele Belastungsarten verwendet und weiterentwickelt [13, 14, 15, 16, 17, 113, 114]. Zudem wurde es bereits in einigen Finite-Element-Codes implementiert (vgl. [115]).

Zum Beispiel ergänzten Aktaa und Schmitt [13] den nicht-linearen isotropen Term des Chaboche-Modells mit einem linearen isotropen Entfestigungsterm zur Beschreibung des kontinuierlichen Wechselentfestigungsverhaltens der F/M- bzw. RAFM-Stähle. Eine Umformulierung der Evolutionsgleichung der inelastischen Dehnung ermöglichte die Beschreibung der Abhängigkeit der Spannungsrelaxation von der isotropen Entfestigung. Die Verknüpfung mit dem ISRM (*engl.* inelastic strain rate modified, inelastisches dehnraten-modifiziertes) Modell der Kontinuumschädigungsmechanik kann die Lebensdauer F/M-Stähle unter Ermüdungsbelastungen zuverlässig vorhersagen (siehe auch Abschnitt 2.3.2).

Das Ratcheting-Verhalten (zyklisches Kriechen) wird durch das Chaboche-Modell nicht ausreichend wiedergegeben. Die meisten Arbeiten auf diesem Gebiet versuchten daher, dieses Verhalten durch eine Modifikation des dynamischen Erholungsterms der kinematischen Verfestigung zu beschreiben [17, 113, 114].

Neben den kontinuumsmechanischen Ansätzen wurden auch mikromechanische Modelle entwickelt. [116] Ihr Ziel ist es das mechanische Verhalten auf der Basis von mikrostrukturellen Begebenheiten und Veränderungen (z.B. Vergrößerung von Subkorn Grenzen, Auslöschung von Versetzungen) abzubilden. Sie kommen der Realität zwar etwas näher, ihre Homogenisierung ist allerdings sehr komplex und mit einem deutlich höheren Rechenaufwand verbunden.

### 2.3.1 Das Chaboche-Modell

Chaboche [18] publizierte 1977 seine Veröffentlichung mit dem Titel „Viscoplastic constitutive equations for the description of cyclic and anisotropic behavior of metals“. In dieser Veröffentlichung stellt er das nach ihm benannte Chaboche-Modell vor. Es gehört zu den sogenannten „Unified Modellen“, d.h. die plastische Dehnung und die Kriechdehnung werden *vereinheitlicht* als inelastische Dehnung betrachtet. Für ein leichteres Verständnis werden die viskoplastischen Stoffgesetze in dieser Arbeit für den einachsigen Belastungsfall vorgestellt. Der Vollständigkeit halber ist das für die Modellierung verwendete Modell für mehrachsige Belastungen dem Anhang A.1 zu entnehmen. Die Dehnung setzt sich unter isothermen Bedingungen wie folgt zusammen:

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}^{el} + \dot{\varepsilon}^{in}. \quad (2.12)$$

Die elastische Dehnung  $\varepsilon^{el}$  ergibt sich aus dem Hookschen Gesetz:

$$\varepsilon^{el} = \frac{\sigma}{E} \quad (2.13)$$

wobei  $\sigma$  die Spannung und  $E$  der E-Modul ist.

Das Chaboche-Modell verwendet das Konzept einer Fließfläche  $f$  auf der Basis der Mises-Vergleichsspannung:

$$f = |\sigma - \Omega| - K - k_0 \leq 0, \quad (2.14)$$

wobei  $k_0$  dem Radius der Fließfläche vor einer Belastung entspricht.  $\Omega$  ist die kinematische und  $K$  die isotrope Ver- bzw. Entfestigung. Innerhalb der Fließfläche findet keine inelastische Verformung statt. Im Vergleich zur reinen Plastizität sind Spannungszustände außerhalb der Fließfläche erlaubt. Es handelt sich um eine assoziierte Fließregel, d.h. die Fließfläche wird als Potentialfläche definiert. Folglich gilt die Normalitätsregel (Drucker-

Postulat). Die eindimensionale Evolutionsgleichung der inelastischen Verformung kann wie folgt geschrieben werden:

$$\dot{\epsilon}^{in} = \left\langle \frac{|\sigma - \Omega| - K - k_0}{Z} \right\rangle^n \operatorname{sgn}(\sigma - \Omega), \quad (2.15)$$

wobei  $Z$  und  $n$  die viskosen Parameter sind. Die Macauly Klammern  $\langle \cdot \rangle$  sind

$$\langle x \rangle = \begin{cases} x & \text{für } x > 0 \\ 0 & \text{für } x \leq 0 \end{cases}, \quad (2.16)$$

und lassen sich wie folgt berechnen:  $\langle x \rangle = (x + |x|)/2$ .

Die Evolutionsgleichung der nicht-linearen kinematischen Verfestigung  $\Omega$  bzw. Rückspannung (*engl.* „back stress“) ergibt sich in ihrer einfachsten Variante zu [117, 118]:

$$\Omega = \sum_{i=1}^n \Omega_i \quad \text{mit} \quad \dot{\Omega}_i = C_i \dot{\epsilon}^{in} - H_i \Omega_i |\dot{\epsilon}^{in}|, \quad (2.17)$$

wobei  $C_i$  und  $H_i$  temperaturabhängige Materialparameter sind. Die Verwendung mehrerer kinematischer Terme ermöglicht die bessere Beschreibung eines größeren Dehnungsbereichs und des elastisch-plastischen Übergangs. Der Ansatz entspricht dem Armstrong und Frederick Modell [111] für zeitunabhängige Plastizität (siehe Abschnitt 2.3), der später von Malinin und Khadjinsky [119] auf die Viskoplastizität angewandt wurde. Der erste Teil der Gl. 2.17 wurde dem linearen Verfestigungsmodell von Prager [109] entnommen. Der zweite Teil wird als „recall Term,“ bezeichnet. Dieser wirkt sich bei einer anfänglichen Zug-/Druck- und anschließenden Druck-/Zug-Belastung unterschiedlich auf das Fließverhalten aus, da er nur von  $|\dot{\epsilon}^{in}|$  abhängig ist. Dies ermöglicht eine adäquate Beschreibung des Bauschinger-Effekts und des nicht-linearen  $\sigma$ - $\epsilon$ -Verlaufs der Hysteresen. Der Term beschreibt werkstoffphysikalisch dynamische Erholungsprozesse (Erholungs-

term). Versetzungen ordnen sich während der plastischen Verformung zu energetisch günstigen Zellstrukturen an (Polygonisation) bzw. löschen sich gegenseitig aus.

Die Evolutionsgleichung der isotropen Ver- bzw. Entfestigung  $K$ , die auch als „drag stress“ bezeichnet wird, ist wie folgt definiert:

$$\dot{K} = c (K_s - K) |\dot{\epsilon}^{in}|. \quad (2.18)$$

$c$  und  $K_s$  sind temperaturabhängige Materialparameter. Sie beschreibt die Änderung der Fließgrenze mit zunehmender Zyklenzahl. Im Spannungsraum äußert sich die isotrope Ver- bzw. Entfestigung durch eine Vergrößerung bzw. Verkleinerung der Fließfläche.

Gl. 2.18 ermöglicht aufgrund des Grenzwerts  $K_s$  die Beschreibung der zyklischen Ver- bzw. Entfestigung für Materialien, die eine zyklische Stabilisierung aufweisen. Das komplexe kontinuierliche Wechselentfestigungsverhalten der RAFM- bzw. F/M-Stähle kann das Chaboche-Modell nicht abbilden. Daher wurde das Stoffgesetz von Aktaa und Schmitt weiterentwickelt (siehe folgender Abschnitt 2.3.2).

### 2.3.2 Modifizierung durch Aktaa und Schmitt

Das viskoplastische Verformungsverhalten von ODS T91 wurde in dieser Arbeit mit einem eigens modifizierten Modell von Aktaa und Schmitt [13] modelliert. Es wurde auf der Basis des Chaboche-Modells für F/M-Stähle entwickelt. Die Unterschiede zum Chaboche-Modell und deren Möglichkeiten werden im Folgenden erläutert.

Die Evolutionsgleichung der inelastischen Dehnrate ist als Fließbedingung formuliert. Sie ist eine Funktion der observablen Zustandsgrößen, Spannung

$\sigma$  und indirekt der Temperatur sowie der inneren Zustandsvariablen (kinematische Verfestigung  $\Omega$  und isotrope Entfestigung  $\psi$ ):

$$\dot{\epsilon}^{in} = \left\langle \frac{|\Sigma| - k_0}{Z} \right\rangle^n \text{sgn}(\Sigma) \text{ mit } \Sigma = \frac{\sigma}{\psi} - \Omega, \quad (2.19)$$

wobei  $Z$  und  $n$  die temperaturabhängigen viskosen Parameter sind. Die Auswirkungen des neu eingeführten  $\Sigma$ -Terms zeigen sich nach einer Umstellung der Gl. 2.19 zu:

$$\sigma = \psi \left( \Omega + k_0 + Z (\dot{\epsilon}^{in})^{1/n} \right) \quad (2.20)$$

Aus dieser Formulierung wird direkt ersichtlich, dass sich die zyklische isotrope Entfestigung  $\psi$ , wie experimentelle Untersuchungen zeigen [13], anders als im Chaboche-Modell nicht nur auf die Spitzenspannungen sondern auch auf die viskose Spannung  $\sigma_v = Z (\dot{\epsilon}^{in})^{1/n}$  in der Haltezeit auswirkt.

Die Evolutionsgleichung der nicht-linearen kinematischen Verfestigung basiert auf dem Ansatz von Armstrong und Frederick [111]:

$$\dot{\Omega} = H \dot{\epsilon}^{in} - C \Omega |\dot{\epsilon}^{in}| - R |\Omega|^{m-1} \Omega, \quad (2.21)$$

wobei  $H$ ,  $C$ ,  $R$  und  $m$  temperaturabhängige Materialparameter sind. Der zusätzliche statische Erholungsterm der kinematischen Verfestigung wurde eingeführt, um das Kriechen, die Spannungsrelaxation und zyklische Versuche mit Haltezeit besser zu beschreiben.

Die isotrope Entfestigung  $\psi$  setzt sich aus zwei Anteilen,  $\psi_1$  und  $\psi_2$ , additiv zusammen:

$$\psi = \psi_1 + \psi_2. \quad (2.22)$$

Für die Randbedingungen gilt:  $\psi_1(t = 0) = 0$  und  $\psi_2(t = 0) = 1$ . Die Evolutionsgleichung der ersten isotropen Entfestigung:

$$\dot{\psi}_1 = -h |\dot{\epsilon}^{in}| \quad (2.23)$$

beschreibt das längerfristige, lineare, zyklische Entfestigungsverhalten der F/M-Stähle (vgl. Abschnitt 2.2.3). Die nicht-lineare zyklische Entfestigung  $\psi_2$  wird durch:

$$\psi_2 = c(\psi_s - \psi_2) |\dot{\epsilon}^{in}| - r |\psi_2 - \psi_r|^{m_\psi - 1} (\psi_2 - \psi_r) \quad (2.24)$$

mit

$$\psi_s = 1 - \psi_{s,\infty} \left( 1 - \exp \left( -c_s \max_{-\infty < \tau < t} |\dot{\epsilon}^{in}(\tau)| \right) \right) \quad (2.25)$$

beschrieben.  $h$ ,  $c$ ,  $r$ ,  $\psi_r$ ,  $m_\psi$  und  $\psi_{s,\infty}$  sind temperaturabhängige Materialparameter. Der  $\psi_s$ -Term ermöglicht eine unterschiedlich starke Wechselentfestigung, die mit zunehmender inelastischer Dehnamplitude stärker ausgeprägt ist, wobei  $\psi_{s,\infty}$  der Grenzwert für die zyklische Entfestigung ist.

Die Lebensdauer von Bauteilen kann nur vorhergesagt werden, wenn das Versagen des Kontinuums berechnet werden kann. Aktaa und Schmitt verwenden dazu ein vereinfachtes ISRM (inelastic strain rate modified) Modell der Kontinuumschädigungsmechanik. Da die Schädigung in dieser Arbeit nicht berücksichtigt wird, soll hier nur das prinzipielle Vorgehen beschrieben werden. Die isotrope Schädigungsvariable  $D$  ist durch das Verhältnis aus geschädigter zu ungeschädigter Fläche definiert. Die Kopplung der Verformung mit der Schädigung erfolgt unter Berücksichtigung der Dehnungsäquivalenz durch das Einführen einer effektiven Spannung  $\tilde{\sigma}$  mit

$$\tilde{\sigma} = \frac{\sigma}{1 - D}. \quad (2.26)$$

Dies ermöglicht eine einfache Implementierung der Schädigung in das Stoffgesetz.



## 3 Methodik

### 3.1 Zugversuch

#### 3.1.1 Zugprüfstand

Die Zugversuche werden an einer elektro-mechanischen Universalprüfmaschine (Instron 1362) durchgeführt. Sie ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Der Prüfstand ist mit einem Zweizonen-Strahlungs-ofen ausgestattet. Das Zuggestänge und der Ofen befinden sich in einer Vakuumkammer (bis zu  $p = 10^{-7}$  mbar). Die Spannvorrichtung für die Schulterkopfproben besteht aus zwei Halbschalen und einem Spannring. Die Kraftmessdose von 50 kN sitzt am unteren Gestänge. Die Messung und Regelung

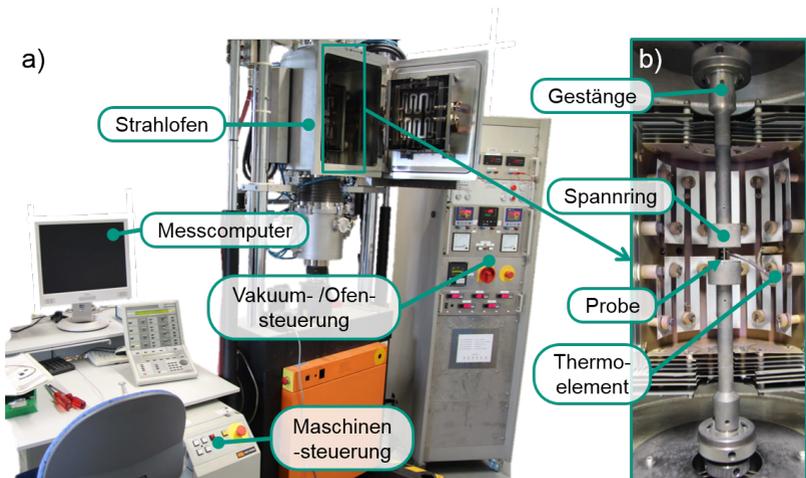


Abbildung 3.1: Zugprüfstand (a) in der Übersicht und (b) in der Detailansicht.

der Proben temperatur erfolgt über ein Platin-Platin Rhodium (Pt-PtRh)-Thermoelement, das mit einem Punktschweißgerät am unteren Spannung befestigt wird. Die Soll-Temperatur sowie die Temperatur an der Probe und der Überwurfmutter werden vor den Versuchen, wie in [120] beschrieben, kalibriert. Ein Hochtemperatur-Extensometer (bis ca. 1500 °C) der Firma Maytech dient zur Messung der Probenverlängerung. Die voreingestellte Messlänge der Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Keramikschnitten beträgt  $l_0 = 7$  mm.

#### 3.1.2 Zugproben

Die Zugversuche werden an miniaturisierten Schulterkopfproben durchgeführt, die parallel zur Stabachse des Halbzeugs gefertigt wurden (siehe Abbildung 4.1). Sie sind  $(27,00 \pm 0,05)$  mm lang und besitzen einen Messbereich von  $(6,70 \pm 0,02)$  mm  $\times$   $(2,00 \pm 0,05)$  mm. Die genaue Bemaßung der zylindrischen Proben kann der technischen Zeichnung D.1 im Anhang D entnommen werden.

#### 3.1.3 Versuchsdurchführung

Die tatsächliche Länge und der Durchmesser der Zugproben wird vor dem Versuch mit einer Mikrometerschraube bestimmt um die Genauigkeit bzw. Vergleichbarkeit der Messergebnisse zu gewährleisten. Die Probe wird in die Einspannvorrichtung eingebaut und für den Kraftschluss mit einer Vorlast von 30 N belastet. Für die Warmzugversuche wird die Vakuumkammer evakuiert bis der Druck unter  $10^{-5}$  mbar liegt. Anschließend wird die Probe spannungskontrolliert auf die gewünschte Temperatur geheizt. Nach ca. einer Stunde sind die Versuchsbedingungen konstant und der Versuch kann in der Wegregelung gestartet werden. Die Zugversuche wurden bei Raumtemperatur, 500, 600 und 700 °C und jeweils bei drei unterschiedlichen Abzugsgeschwindigkeiten ( $v_{zug} = 10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  und  $10^{-4}$  mm s<sup>-1</sup>) durchgeführt.

Das entspricht bei einer Messlänge von 7 mm Dehnraten von  $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-3}$ ,  $1,4 \cdot 10^{-4}$  und  $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

## **3.2 Ermüdungsversuch**

### **3.2.1 LCF-Prüfstand**

Die Charakterisierung des zyklischen Verformungsverhaltens wird an einer servohydraulischen Prüfmaschine (MTS 810) durchgeführt. Der Prüfstand ist in Abbildung 3.2 dargestellt. Das obere Querhaupt ist fest mit dem Rahmen verbunden, wobei das untere frei verfahren werden kann. Die Kraftmessdose (kalibriert auf eine Maximalkraft von 5 kN) sitzt zwischen dem oberen Querhaupt und der Probe. Ein Strahlungssofen mit vier Heizelementen umschließt die Probe und einen Teil des Gestänges. Die Probentemperatur wird mit einem Thermoelement (Pt-PtRh), das an den unteren Radius der LCF-Probe geschweißt ist, geregelt. Ein weiteres Thermoelement dient zur Überwachung. Jeweils eine Kühlung oberhalb und unterhalb des Ofens schützen die Kraftmessdose und das Gestänge vor dem Überhitzen. Die Verlängerung der Probe wird mit einem Hochtemperaturextensometer (Modell: PMA-12/V7/1) der Firma MAYTEC gemessen. Die Steuerung erfolgt über einen digitalen Servoregler (MTS FlexTest TM 40) und einen Messcomputer.

### **3.2.2 LCF-Proben**

Die Versuche in dieser Arbeit werden an miniaturisierten LCF-Proben durchgeführt (siehe Abbildung 3.2). Die Probengeometrie entspricht den Schulterkopffproben der Zugversuche, allerdings werden sie über ein Gewinde mit der Prüfvorrichtung verspannt. Die Proben sind  $(27,00 \pm 0,05)$  mm lang und haben einen zylindrischen Messbereich von  $(7,60 \pm 0,02)$  mm  $\times$   $(2,00 \pm 0,05)$  mm. Die exakte Bemaßung der Probe kann der technischen

---

<sup>1</sup>Die Maschinensteifigkeit wurde aufgrund der dünnen Proben vernachlässigt.

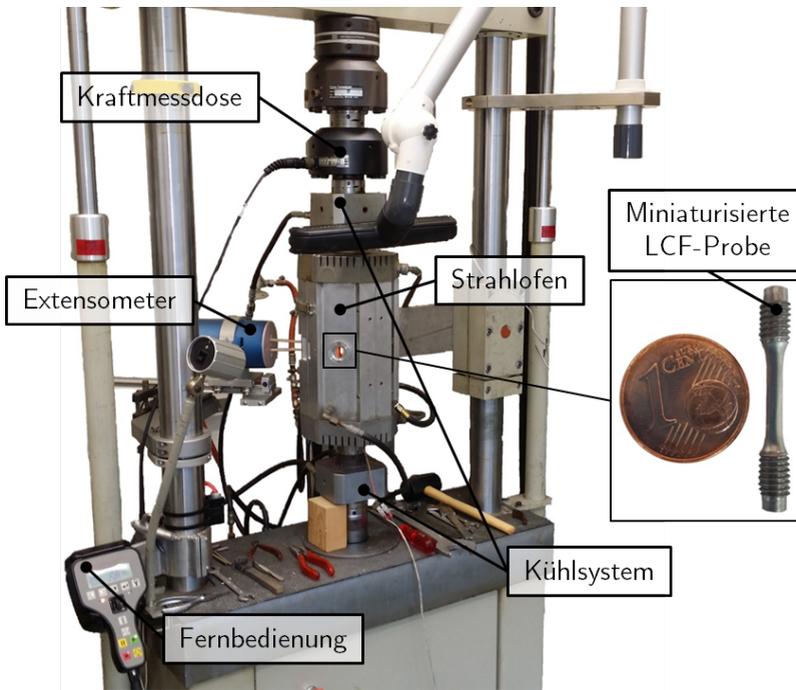


Abbildung 3.2: LCF-Prüfstand.

Zeichnung im Anhang D.2 entnommen werden. Die Verwendung miniaturisierter Proben resultiert aus der geringen Menge an ODS-Material, das für diese Arbeit zur Verfügung gestellt wurde und der Geometrie des Halbzugs. Die Rohlinge der Proben wurden mittels Drahterodieren aus dem Vollmaterial entlang der Stabachse entnommen. Die LCF-Proben wurden von einer externen Firma aus den Rohlingen gefertigt. Um eine möglichst defektfreie Oberfläche zu gewährleisten wurde der Messbereich der Proben axial geschliffen.

Tabelle 3.1: Versuchsparameter der LCF-Versuche.

Temperatur $\vartheta$ / °C	Dehnamplitude $\epsilon_a$ / %	Anzahl
500	0,4; 0,5; 0,7; 0,9	je 3
550	0,4; 0,5; 0,7; 0,75; 0,9	je 1
600	0,4; 0,5; 0,7; 0,9	je 3
650	0,4; 0,5; 0,7; 0,9	je 3

### 3.2.3 Versuchsdurchführung

#### Kurzeitermüdungsversuche

Die dehnungskontrollierten Kurzeitermüdungsversuche (LCF-Versuche) werden ohne Mitteldehnung ( $R' = -1$ ) bei Temperaturen zwischen 500 bis 650 °C und unterschiedlichen Dehnamplituden durchgeführt. Zur Übersicht sind die Versuchsparameter in Tabelle 3.1 aufgelistet. Die Dehnrates beträgt bei allen Versuchen  $\dot{\epsilon} = 0,1\% \text{ s}^{-1}$ . Um die Streuung der Lebensdauer zu beurteilen, wird jeder Versuch dreimal wiederholt. Ein Abschaltkriterium schützt den Prüfstand vor einer möglichen Beschädigung. Dieses wird nach den ersten 80 Zyklen aktiviert und unterbricht den Versuch, sobald die maximale Last pro Zyklus auf 200 N, bezogen auf die maximale Last zum Zeitpunkt der Aktivierung, abfällt.

#### Zyklischer Versuch mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten

Der zyklische Versuch mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten wurde speziell zur Anpassung der Modellparameter entwickelt (siehe Abschnitt 5.3.1). Der Versuch wird, wie die LCF-Versuche, dehnungskontrolliert, ohne Mitteldehnung ( $R' = -1$ ) und mit konstanter Dehnrates ( $\dot{\epsilon} = 0,1\% \text{ s}^{-1}$ ) durchgeführt. Der erste Zyklus jeder Dehnamplitude beinhal-

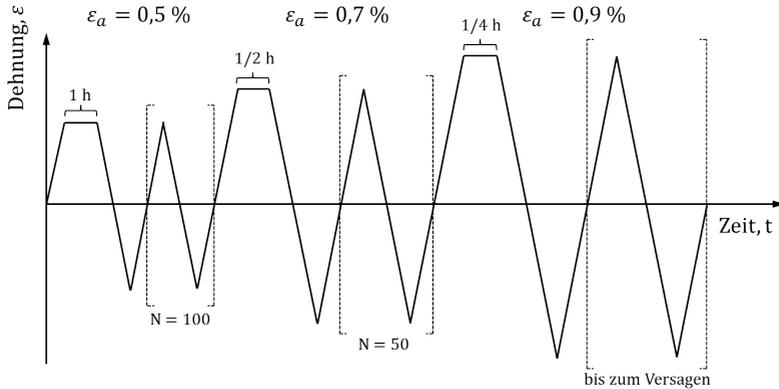


Abbildung 3.3: Belastungspfad des zyklischen Versuchs mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten.

tet eine Zughaltezeit. Die Dauer der Haltezeit ist von der Dehnamplitude abhängig (1 h bei  $\epsilon_a = 0,5\%$ , 30 min bei  $\epsilon_a = 0,7\%$  und 15 min bei  $\epsilon_a = 0,9\%$ ). Die Dehnamplitude wird stufenweise nach einer gewissen Zyklenzahl erhöht. Die Anzahl der Zyklen wurde derart gewählt, dass das Material eine ausreichende Wechselentfestigung erfährt, d.h. der lineare bzw. kontinuierliche zyklische Entfestigungsbereich erreicht wird ( $N = 100$  bei  $\epsilon_a = 0,5\%$ ,  $N = 50$  bei  $\epsilon_a = 0,7\%$  und bis zum Versagen bei  $\epsilon_a = 0,9\%$ ). Bei der größten Dehnungsamplitude wird der Versuch bis zum Ermüdungsanriss gefahren, um das kontinuierliche Wechselentfestigungsverhalten abzubilden und gegebenenfalls die Schädigung in der Modellierung zu berücksichtigen. Der Belastungspfad ist schematisch in Abbildung 3.3 abgebildet.

### 3.2.4 Auswertung

Die Rohdaten der LCF-Versuche werden zeit-getaktet in einem Textdokument gespeichert. Es wird die Zeit  $t$ , die Zyklenzahl  $N$ , die Kraft  $F$  und die Dehnung  $\epsilon$  aufgenommen. Mit dem Anfangsdurchmesser  $d$  der zylindrischen Probe wird die Spannung  $\sigma$  berechnet. Die Spannung  $\sigma$  wird über die Zeit  $t$  und die Zyklenzahl  $N$  in einem Textdokument gespeichert.

drischen Proben lässt sich die technische Spannung  $\sigma_t$  zu jedem Zeitpunkt berechnen:

$$\sigma_t = \frac{F}{\pi \left(\frac{d}{2}\right)^2}. \quad (3.1)$$

Die Druckspannungen sind bei den dehnungsgesteuerten Schwingversuchen etwas größer. Ein Grund ist die Querkontraktion der Probe, d.h. der Probenquerschnitt und somit die Spannungen sind unter Zug kleiner als unter Druck und umgekehrt. Um dies auszugleichen, wurde für die Auswertung ausschließlich die wahre Spannung  $\sigma$  betrachtet:

$$\sigma = \sigma_t (1 + \varepsilon) \quad (3.2)$$

## Spannungs-Dehnungs-Hysterese

Durch die Auftragung der im LCF-Versuch gemessenen Spannung über die auferlegte Dehnung ergeben sich die Spannungs-Dehnungs- ( $\sigma$ - $\varepsilon$ -)Hysteresen der einzelnen Zyklen. Aus ihnen lassen sich, wie in Abbildung 3.4 schematisch dargestellt, die zyklischen Materialkenngrößen zur Beschreibung des Wechselverformungsverhaltens ermitteln. Sie sind zusammen mit ihrer Bezeichnung in Tabelle 3.2 aufgelistet. Die Gesamtdehnamplitude wird zur Vereinfachung in dieser Arbeit als Dehnamplitude bezeichnet.

## Wechselverformungskurven

Die Wechselverformungskurven ergeben sich aus der Auftragung der Maximal- bzw. Spitzenspannungen  $\sigma_{max}$  als Funktion der Zyklenzahl  $N$  (siehe Abbildung 3.5). Der Ermüdungsversuch wird in der Regel vor dem vollständigen Ermüdungsbruch durch ein Abbruchkriterium gestoppt (vgl. Abschnitt 3.2.3), um die Prüfmaschine bzw. den Extensometer vor möglicher Beschädigung zu schützen. Die Bruchlastspielzahl  $N_B$  kann folglich nicht mit dem letzten durchgeführten Zyklus gleichgesetzt werden. Deshalb wird sie, wie in Abbildung 3.5 schematisch dargestellt, nach ASTM-Norm

Tabelle 3.2: Symbole und Bezeichnungen der Materialparameter, die aus der  $\sigma$ - $\epsilon$ -Hysterese ermittelt werden können.

Symbol	Bezeichnung
$E_Z, E_D$	Zug- bzw. Druckmodul
$\epsilon_a, \epsilon_{a,el}, \epsilon_{a,in}$	gesamte, elastische und inelastische Dehnamplitude
$\Delta\epsilon, \Delta\epsilon_{in}$	gesamte und inelastische Dehnungsschwingbreite
$\sigma_{min}, \sigma_{max}$	Minimal- bzw. Maximalspannung pro Zyklus
$\sigma_a$	Spannungsamplitude $\sigma_a = (\sigma_{max} - \sigma_{min})/2$
$\Delta\sigma$	Spannungsschwingbreite

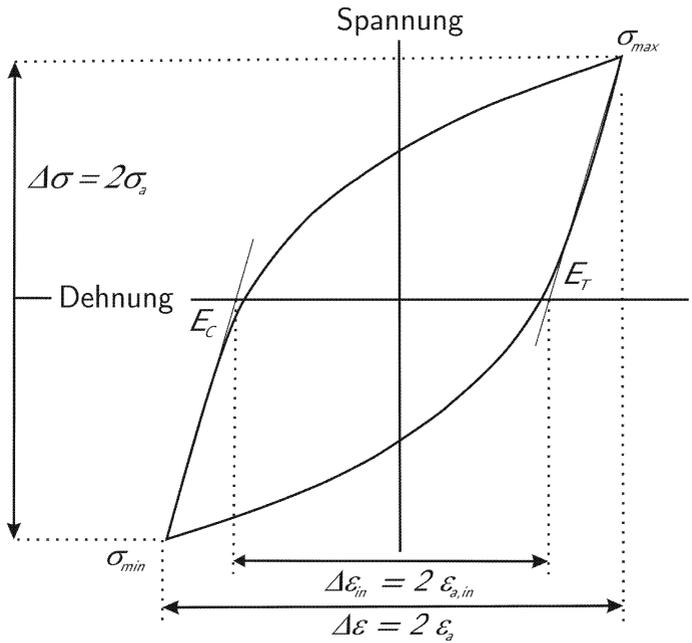


Abbildung 3.4: Bestimmung und Definition der Kenngrößen aus der  $\sigma$ - $\epsilon$ -Hysterese nach ASTM-Norm E2714-13 [121].

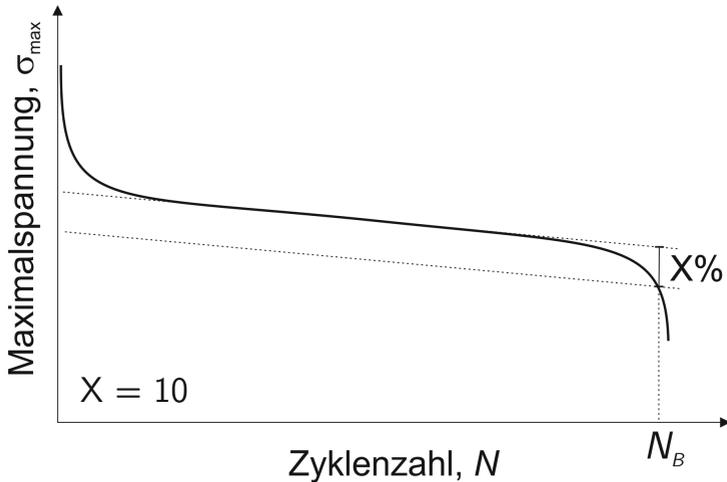


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung zur Bestimmung der Bruchlastspielzahl  $N_B$  bei kontinuierlicher zyklischer Entfestigung nach ASTM-Norm E2714-13 [121].

E2714-13 ermittelt [121].  $N_B$  entspricht der Zyklenzahl am Schnittpunkt der Hilfsgeraden mit der Wechselverformungskurve. Die Hilfsgerade ergibt sich aus der Steigung des linearen Bereichs der kontinuierlichen zyklischen Entfestigung und einer parallelen Verschiebung nach unten um den Faktor  $X\%$  mit  $X = 10$ .

### 3.3 Transmissionselektronenmikroskopie

Prinzipiell wird das Gefüge eines Werkstoffs zunächst mit der größten Methode analysiert (Lichtmikroskop) und anschließend Schritt für Schritt mit feineren Methoden untersucht (REM, TEM). Die Einzelheiten des Gefüges und der Versetzungsstruktur des untersuchten ODS-Stahls liegen im Submikrometer ( $<1 \mu\text{m}$ ) bzw. Nanometerbereich. Daher wurden die mikrostrukturellen Begebenheiten und deren Entwicklung mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) charakterisiert.

### 3.3.1 Verwendete Mikroskope

Ein Teil der TEM-Untersuchungen wurde an einem FEI Tecnai 20F durchgeführt. Es besitzt eine Beschleunigungsspannung von 200 kV. Für analytische-TEM- (ATEM-)Untersuchungen ist das Mikroskop mit einem elektronendispersiven Röntgenspektrometer (EDX) ausgestattet und kann mit einem „High Angle Annular Dark Filed“ (HAADF-)Detektor als Rastertransmissionselektronenmikroskop (STEM) betrieben werden. Das TEM eignet sich des Weiteren für hochauflösende (HR-)TEM-Aufnahmen.

Einige TEM-Proben wurden mit einem Phillips CM30 untersucht. Es besitzt eine stärkere Beschleunigungsspannung von 300 kV. Dies ermöglicht die Untersuchung auch von etwas dickeren TEM-Lamellen. Das Mikroskop eignet sich besonders gut für konventionelle Abbildungstechniken, wie z.B. Hell- bzw. Dunkelfeld (HF bzw. DF) sowie die Aufnahme der Beugungsbilder. Die Probenhalter lassen sich für beide TEMs zur Einstellung der Zonenachse um die x- und y-Achse ( $\alpha$ -Tilt und  $\beta$ -Tilt) verkippen.

### 3.3.2 TEM-Probenherstellung

Für die Herstellung der TEM-Proben wurden zunächst dünne Plättchen mit einer Diamant-Drahtsäge Well 3242 aus dem Vollmaterial bzw. den getesteten Proben geschnitten. Diese wurden mit 1200er bis 2400er Schleifpapierscheiben auf ca. 120  $\mu\text{m}$  Folien geschliffen. Im Anschluss wurden 3 mm Scheiben ausgestanzt und mit einem TenuPol-5 elektrolytisch bis zur Elektronentransparenz gedünnt. Als Elektrolyt wurde ein Gemisch aus 800 ml Methanol (absolut) und 200 ml Schwefelsäure verwendet.

Einige TEM-Proben wurden zusätzlich mit Ar-Ionen in der PIPS<sup>TM</sup> II (*engl.* precision ion polishing system) gereinigt oder gegebenenfalls weiter gedünnt.

## 4 Untersuchtes Material: ODS T91

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein ferritisch-martensitischer (F/M-)ODS-Stahl mit der Bezeichnung „ODS T91“ untersucht. Der Werkstoff basiert auf dem mod. 9Cr-1Mo Stahl T91/P91, der bereits in vielen Kraftwerkskomponenten eingesetzt wird, z.B. für Dampfkessel, Kesselteile, Kesseltrommeln oder Druckbehälter für den Apparatebau [122]. Die chemische Zusammensetzung nach dem mechanischen Legieren (MA) ist Tabelle 4.1<sup>1</sup> zu entnehmen [123]. Der Mo- und N-Gehalt sind laut Spezifikation für P91/T91 etwas zu gering [122]. Vor der pulvermetallurgischen Herstellung enthielt das T91 Stabmaterial eine ausreichende Konzentration dieser Elemente (vgl. Tabelle B.1 im Anhang). Folglich kam es zu einem Verlust von Mo und N während der Herstellung. Das Material wurde im Rahmen des GETMAT (GEn IV and Transmutation MATerials) Projekts entwickelt und für diese Arbeit zur Verfügung gestellt. Im Folgenden wird die Herstellungsrouten des Werkstoffs beschrieben. Das resultierende Gefüge wurde mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) untersucht und diskutiert. Weiter Informationen können der Literatur entnommen werden [11, 123, 124].

### 4.1 Herstellung

ODS T91 wurde von KOBELCO Research Institute, INC., einem Forschungsunternehmen in Japan, pulvermetallurgisch hergestellt (vgl. Ab-

---

<sup>1</sup>Die Elemente wurden mit Infrarotabsorption (O), ICP-Massenspektrometrie (Cr, Mo, Y) und der 'Inert gas fusion' Methode (N, O, Ar) von KOBELCO gemessen. Der Anteile an  $Y_2O_3$  und Überschusssauerstoff wurden berechnet. Die Massenanteile von V und Nb waren vor dem MA 0,20 % bzw. 0,06 %.

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung von ODS T91 nach dem MA in Gew.% [123].

C	Cr	Mo	Y	N	O	Ar	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ex. O
0,096	8,9	0,76	0,28	0,016	0,15	0,005	0,36	0,07

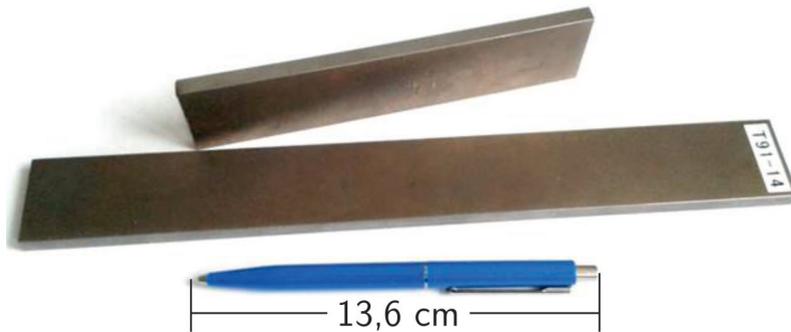


Abbildung 4.1: Halbzeug aus ODS T91.

schnitt 2.1.2). Das Ausgangsmaterial, T91, wurde zunächst gasverdüst und anschließend mit Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Pulver in einer Atritorkugelmühle für 48 h unter Argongasatmosphäre mechanisch legiert (250 rpm). Das Pulver wurde daraufhin in Stahlkapseln gefüllt und bei 400 °C und 0,1 Pa Vakuum für 3 h entgast. Um das Material zu einem porenfreien Körper zu verdichten, wurde es bei 1150 °C heiß-extrudiert und bei ebenfalls 1150 °C heiß-geschmiedet. Vor dem Kaltwalzen wurde das Material bei 780 °C für 1 h geglüht und an Luft abgekühlt. Die fertigen Halbzeuge wurden nach dem Kaltwalzen bei 1050 °C für 1 h normalisiert und bei 750 °C für 1 h getempert. Abbildung 4.1 zeigt das zur Verfügung gestellte Stabmaterial aus ODS T91. Die Abmessungen belaufen sich auf ca. 610 mm × 34 mm × 6,5 mm.

## 4.2 Gefüge im Ausgangszustand

Um das Verformungsverhalten eines metallischen Werkstoffs zu verstehen, ist es wichtig, die Gefügebeschaffenheiten zu kennen. Sie hängen von der chemischen Zusammensetzung, der Herstellung und den Wärmebehandlungen ab. ODS T91 wurde am Ende des Herstellungsprozesses bei 1050 °C im austenitischen Phasengebiet normalisiert und an der Luft abgekühlt (vgl. Abschnitt 4.1). Dabei findet aufgrund der Abkühlgeschwindigkeit und des Cr-Gehalts von ca. 9 % eine martensitische Phasenumwandlung statt [125]. Es bilden sich martensitische Lattenstrukturen mit einer hohen Versetzungsdichte. Anschließend wird der ODS-Stahl bei 750 °C für 1 h getempert. Der durch das Abkühlen aus dem austenitischen Phasengebiet entstandene Martensit wandelt sich dabei in Ferrit um und es entsteht eine sehr feine Subkornstruktur. Sie wird auch als getemperter Martenit bezeichnet. Eine ausführliche Beschreibung des Gefüges von mod. 9Cr-1Mo Stählen kann der Literatur entnommen werden [126, 68]

Abbildung 4.2 (a) zeigt die High-Angle Annular Dark Field (HAADF)-Aufnahmen des F/M-Gefüges von ODS T91 im Ausgangszustand. Die schematische Darstellung in Abbildung 4.2 (b) soll die hierarchische Mikrostruktur nochmals verdeutlichen. Die ehemaligen Austenitkorngrenzen bilden größere Bereiche, die wiederum aus massiven Blöcken des getemperten Lattenmartensits bestehen. Die mittlere Subkorngröße wurde mit dem Linienschnittverfahren bestimmt. Sie beträgt ca. 620 nm. Die Subkörner beinhalten eine relative hohe Dichte an freien Versetzungen. Sie liegt bei F/M-Stählen bei ca.  $2 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  [68].

Auf den Korngrenzen bzw. deren Trippeln befinden sich bis zu mehrere hundert Nanometer große und unregelmäßig geformte Ausscheidungen. Um ihre chemische Zusammensetzung zu bestimmen, wurden Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX-)Linienscans durchgeführt (siehe Abbildung 4.3). Im Bereich der Ausscheidung ist die Cr-Konzentration erhöht. Dies ist

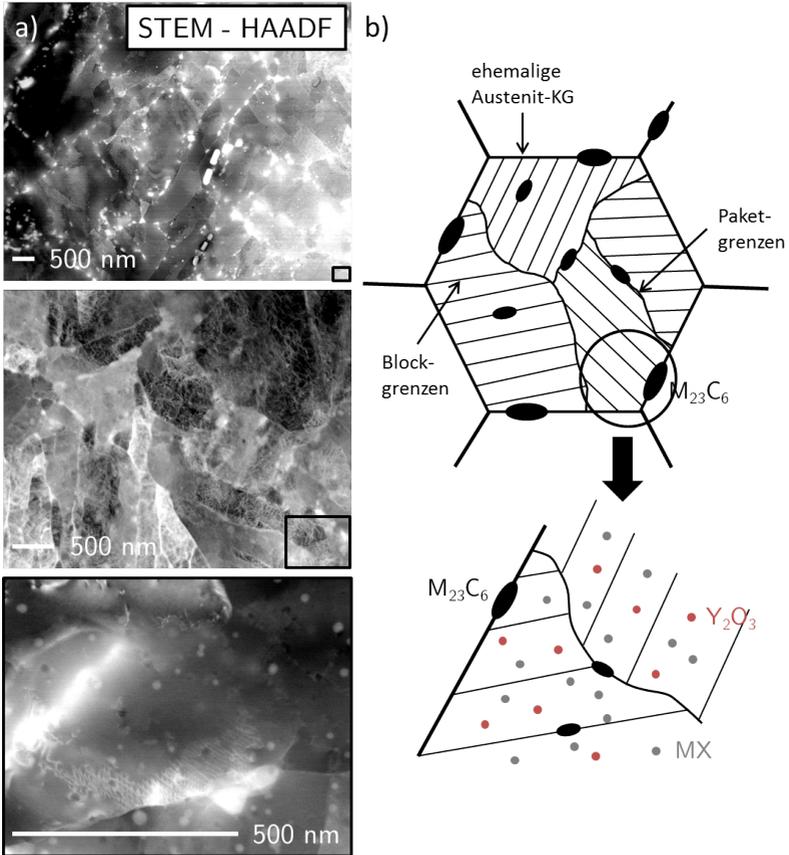


Abbildung 4.2: (a) STEM-HAADF-Aufnahmen der F/M-Gefügestruktur von ODS T91 bei unterschiedlichen Vergrößerungen. Die schwarzen Quadrate zeigen die Größe des betrachteten Ausschnitts im Bild darunter. (b) Schematische Darstellung des Gefüges (KG: Korngrenze).

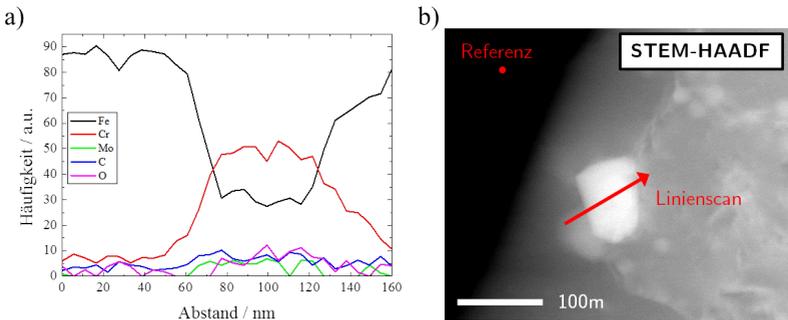


Abbildung 4.3: (a) EDX-Linienscan einer größeren Ausscheidung und (b) die dazugehörige HAADF-Aufnahme.

ein Hinweis, dass es sich bei den Ausscheidungen um Cr-haltige Karbide handelt. Zur Bestimmung der Gitterstruktur wurde die TEM-Folie für die hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie (HRTEM) in eine Zonenachse der Ausscheidung gekippt. Abbildung 4.4 zeigt eine Grenzfläche zwischen einer größeren Ausscheidung auf der rechten Seite und der ferritischen Matrix auf der linken Seite. Die Fast Fourier Transformation (FFT) im Bereich der Ausscheidung zeigt das rekonstruierte Beugungsbild der kubisch flächenzentriert (kfz-)Struktur von  $M_{23}C_6$  in der  $[111]$ -Zonenachse mit einem Gitterparameter von ca. 1,07 nm (vgl. Abbildung 4.4 i). Das zweite Beugungsbild in Abbildung 4.4 ii entspricht der ferritischen Matrix. Bei einer genaueren Betrachtung zeigt sich, dass der  $(4\bar{2}2)$ -Reflex des Karbids und der  $(110)$ -Reflex der  $\alpha$ -Fe-Matrix den selben Abstand und die selbe Richtung vom Nullstrahl haben. Daraus resultiert folgende Orientierungsbeziehung:  $\langle 112 \rangle_{M_{23}C_6} \parallel \langle 110 \rangle_{\alpha-Fe}$ . Von ferritischen Stählen mit hohem Cr-Anteil ist bekannt, dass sich während des Temperns  $M_{23}C_6$ -Karbide ( $M = Cr$ ) an den Korn- bzw. Subkorn Grenzen bilden [68].

Im Inneren der Subkörner sind bei höherer Vergrößerung deutlich kleinere Teilchen sichtbar (siehe Abbildung 4.2 (a) unten). Sie sind sehr fein und

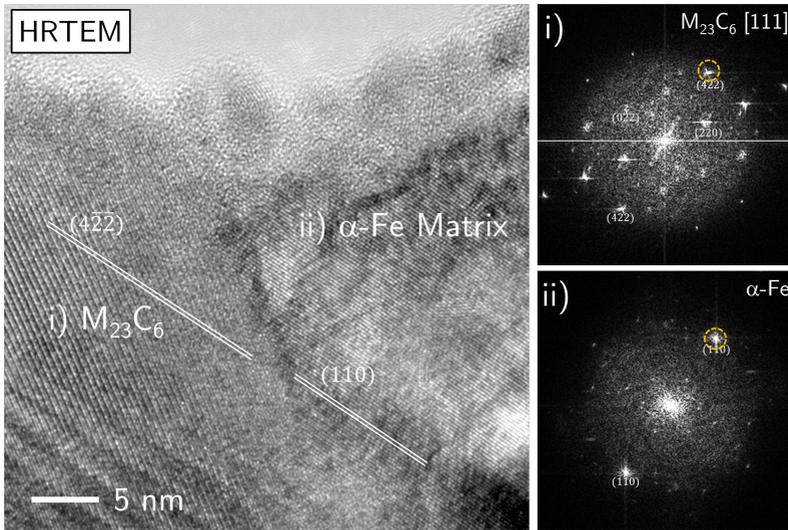


Abbildung 4.4: HRTEM-Aufnahme einer Grenzfläche zwischen  $M_{23}C_6$ -Karbid und  $\alpha$ -Fe. Die FFTs (Fast Fourier Transformation) zeigen i) die [111]-Zonenachse von  $M_{23}C_6$  und ii) zwei {011}-Beugungsreflexe der  $\alpha$ -Fe-Matrix. Die Orientierungsbeziehung  $\langle 112 \rangle_{M_{23}C_6} \parallel \langle 110 \rangle_{\alpha-Fe}$  ist durch die markierten Reflexe und die parallel verlaufenden Linien in der HRTEM-Aufnahme gekennzeichnet.

homogen im Matrixmaterial verteilt. Ihr mittlerer Durchmesser beträgt ca. 15,9 nm. Abbildung 4.5 zeigt ein EDX-Spektrum, das auf einem kleinen Partikel in der Matrix aufgenommen wurde. Die erhöhte Konzentration an Y lässt vermuten, dass es sich um nanoskalige Y-O-Partikel handelt. Abbildung 4.6 zeigt zwei HRTEM-Aufnahmen dieser Partikel. Die ebenfalls dargestellten, rekonstruierten Beugungsbilder nahe der (a) [113]- und (b) [112]-Zonenachsen belegen die kubisch raumzentrierte (krz-)Gitterstruktur von  $Y_2O_3$ . Wie schon die  $M_{23}C_6$ -Karbide, weisen auch die Oxidpartikel eine gewisse Orientierungsbeziehung zur ferritischen Matrix auf:  $\langle 100 \rangle_{Y_2O_3} \parallel \langle 110 \rangle_{\alpha-Fe}$ .

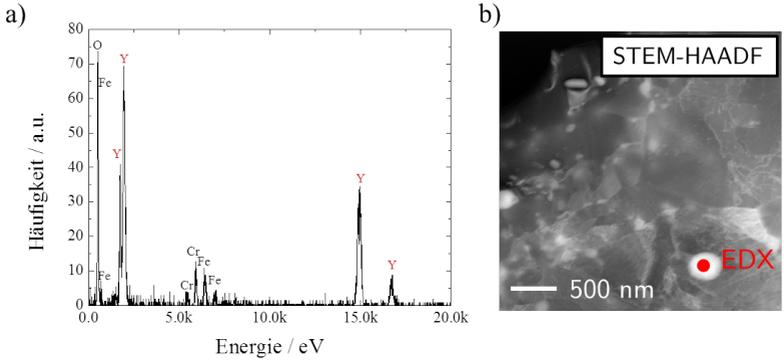


Abbildung 4.5: (a) EDX-Punktscan auf einem kleineren Partikel mit erhöhter Y-Konzentration. (b) Dazugehörige HAADF-Aufnahme.

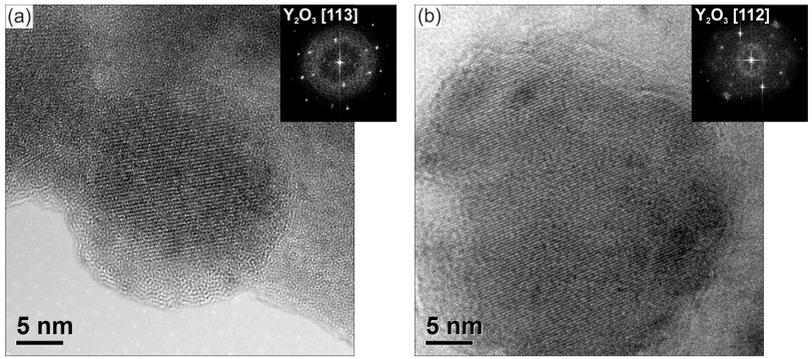


Abbildung 4.6: HRTEM-Aufnahmen von  $Y_2O_3$ -Partikeln in der (a) [113]- und (b) [112]-Zonenachse.

Die Konstitution und Zusammensetzung der Oxidpartikel wurde in der Literatur für verschiedene ODS-Legierungen ausgiebig diskutiert. Es konnte gezeigt werden, dass es sich bei den Oxidpartikeln für gewöhnlich um nicht stöchiometrische Ti-Y-O-Nanocluster (NC) handelt [46, 127, 128, 129]. Ist Al in höherer Konzentration als Legierungselement vorhanden, bilden sich eine Vielzahl an komplexen Y-Al-O-Oxiden (z.B.  $YAlO_3$  Perowskit (YAP),  $Y_3Al_5O_{12}$  Granat (YAG),  $Y_4Al_2O_9$  monoklin (YAM) und  $YAlO_3$  hexagonal (YAH)) [42, 49, 54, 130]. Stöchiometrische Y-Ti-O-Partikel, wie z.B.:  $Y_2Ti_2O_7$  und  $Y_2TiO_5$ , scheiden sich aus unter der Zugabe von Ti und der Abwesenheit von Al [49, 128, 129, 131].

Klimenkov *et al.* untersuchten die Konstitution der Oxidpartikel von ODS Eurofer [132]. Dieser Stahl enthält weder das Legierungselement Al noch Ti bzw. nur in sehr geringen Mengen. In diesem Fall besitzen die Oxidpartikel die typisch kubische  $Y_2O_3$ -Struktur, wobei sich eine durch V und Cr angereicherte äußere Schicht bildet. ODS T91 hat eine ähnliche chemische Zusammensetzung, wie ODS Eurofer. Die aktivierbaren Elemente, Mo und Nb, wurden allerdings durch W und Ta ersetzt. ODS T91 enthält laut der chemischen Zusammensetzung des T91 Stabmaterials im Ausgangszustand (siehe Tabelle B.1 im Anhang) nur eine geringe Konzentration an Al von 0,017 %. Sie ist anscheinend nicht ausreichend um Y-Al-O-Mischoxide zu bilden. Daraus lässt sich folgern, dass die Gitterstruktur der  $Y_2O_3$ -Partikel erhalten bleibt, wenn die Legierungselemente Al und Ti nur in geringen Mengen oder nicht zulegiert werden.

Die in [68, 126] beschriebenen MX-Karbonitride ( $M = V, Nb, Cr$  und  $X = C, N$ ) konnten im Ausgangszustand nicht festgestellt werden. Sie sollten allerdings homogen in den Subkornern verteilt sein, da sie normalerweise beim Tempern während der Herstellung entstehen und selbst unter Langzeitkriechbelastungen sehr stabil sind [88]. Die Größe der MX-Karbonitride liegt zwischen 20 bis 40 nm. Damit sind sie nur etwas größer als die  $Y_2O_3$ -Partikel und schwierig von ihnen zu unterscheiden. Dies könnte ein Grund sein, dass sie nicht festgestellt werden konnten.

### 4.3 Zusammenfassung

- ODS T91 besitzt eine für F/M-Stähle typische Subkornstruktur mit Block-, Paket- und Lattengrenzen, die von ehemaligen Austenitkorn-grenzen umschlossen werden. Die mittlere Subkorngröße beträgt ca. 620 nm.
- Auf den Korn, bzw. Subkorn Grenzen bilden sich während der Wärme-behandlungen große und unregelmäßig geformte  $M_{23}C_6$ -Karbide.
- In den Subkörnern befinden sich fein verteilte  $Y_2O_3$ -Partikel mit ei-nem mittleren Durchmesser von ca. 15,9 nm.



## 5 Viskoplastisches Verformungsverhalten

Im folgenden Kapitel wird das viskoplastische Verformungsverhalten von ODS T91 bei Temperaturen von Raumtemperatur (RT) bis 700 °C untersucht. Im ersten Abschnitt werden die mechanischen Eigenschaften und Kenngrößen anhand des Zugversuchs bestimmt und mit denen anderer ODS-Stähle verglichen. Die Entwicklung des Gefüges nach der Zugbeanspruchung (z.B. Veränderungen der Korn- bzw. Versetzungsstruktur) wird mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) analysiert und anschließend mit dem Hochtemperaturverformungsverhalten korreliert. Der zweite Abschnitt untersucht das Ermüdungsverhalten des ODS T91. Das Entfestigungsverhalten des Materials und die sich einstellende Versetzungsanordnung werden detailliert untersucht. Im dritten Abschnitt wird die Entwicklung eines zyklischen Versuchs mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten beschrieben. Ziel war es, mit nur einem Versuch das kinematische und isotrope Verhalten sowie den Einfluss der Haltezeit und der Belastungsgeschichte abzubilden und daran die Modellparameter eines viskoplastischen Stoffgesetzes anzupassen (siehe Kapitel 6).

### 5.1 Zugversuch

Der Zugversuch dient zur Bestimmung der Materialkennwerte aus der Fließkurve (wie z.B. E-Modul  $E$ , Streckgrenze  $R_{p,0,2}$ , Zugfestigkeit  $R_m$  oder Bruchdehnung  $A$ ). Sie geben unter anderem Aufschluss über die Steifigkeit, Festigkeit oder Verformbarkeit (Duktilität) des Materials.

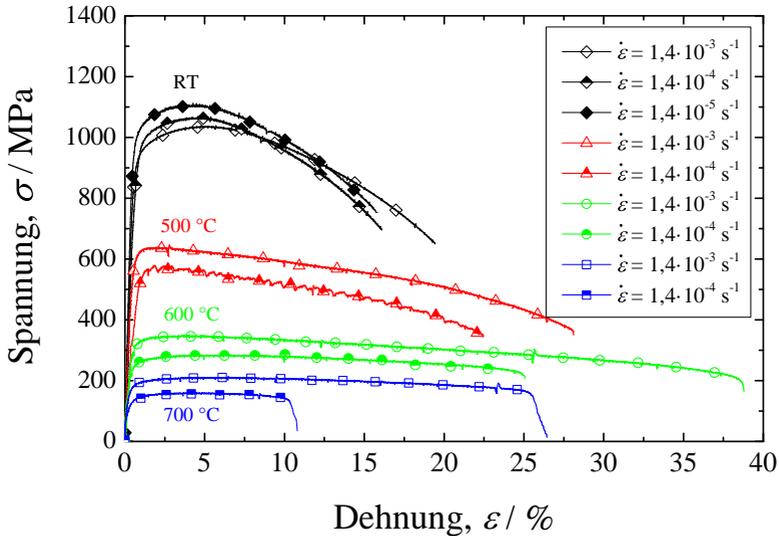


Abbildung 5.1:  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagramm von ODS T91 bei Temperaturen von RT bis 700 °C und unterschiedlichen Dehnraten  $\dot{\epsilon}$ .

### 5.1.1 Zugeigenschaften

Die Abbildung 5.1 zeigt das Spannungs-Dehnungs- ( $\sigma$ - $\epsilon$ -)Diagramm von ODS T91 bei Temperaturen von RT bis 700 °C und für drei unterschiedlichen Dehnraten ( $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-3}$  bis  $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ). Auffällig ist die hohe Zugfestigkeit des ODS-Stahls bei RT. Sie liegt für die unterschiedlichen Dehnraten zwischen ca. 1000 und 1100 MPa. Mit zunehmender Temperatur nimmt die Festigkeit ab. Das untersuchte Material zeigt nur wenig Verfestigung. Sie ist mit 100 bis 200 MPa bei RT am größten. Oberhalb von 500 °C zeigen die Fließkurven kaum noch Verfestigung. Die Spannung ändert sich nachdem die Zugfestigkeit erreicht ist mit zunehmender Verformung nur geringfügig. Das Material verhält sich annähernd elastisch-ideal-plastisch. Die Abhängigkeit der Fließkurven von der Dehnrates ist für ODS T91 gering.

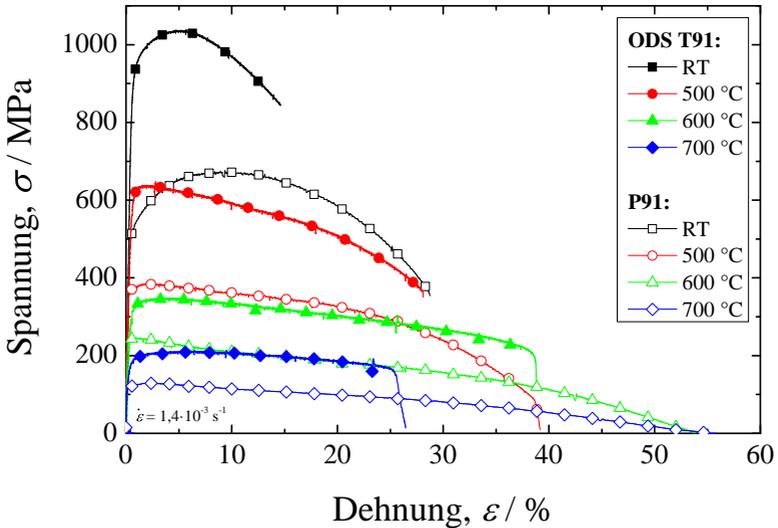


Abbildung 5.2: Vergleich der  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Diagramme zwischen ODS T91 und P91 bei Temperaturen von RT bis 700 °C ( $\dot{\varepsilon} = 1,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ).

Es ist interessant, dass die Festigkeit des Materials bei RT mit abnehmender Dehnrage zunimmt. Dies ist bei den höheren Versuchstemperaturen umgekehrt. Die Fließkurven liegen für  $\dot{\varepsilon} = 1,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ca. 80 MPa unterhalb der bei  $\dot{\varepsilon} = 1,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Die Ratenabhängigkeit der Festigkeit ändert sich mit zunehmender Temperatur nicht. Im Gegensatz dazu nimmt die Bruchdehnung bei langsameren Verfahrensgeschwindigkeiten oberhalb von 500 °C deutlich ab.

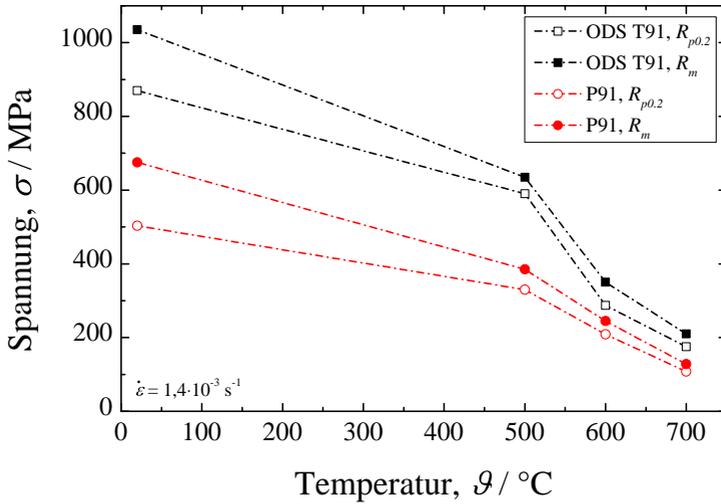
Abbildung 5.2 vergleicht die Zugkurven von ODS T91 mit dem nicht-ODS Matrixmaterial T91 bei  $\dot{\varepsilon} = 1,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Die Festigkeit des ODS-Stahls ist bei allen Temperaturen deutlich höher. Die Bruchdehnung ist allerdings um ca. die Hälfte kleiner. Das Fließverhalten beider Materialien ist vergleichbar. Bei RT besitzen die Zugkurven eine parabolische Form und weisen etwas Verfestigung auf. Bei höheren Temperaturen zeigen sie ein annähernd

Tabelle 5.1: Mechanische Kennwerte aus den  $\sigma$ - $\epsilon$ -Diagrammen von ODS T91 und P91 bei Temperaturen von RT bis 700 °C ( $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ).

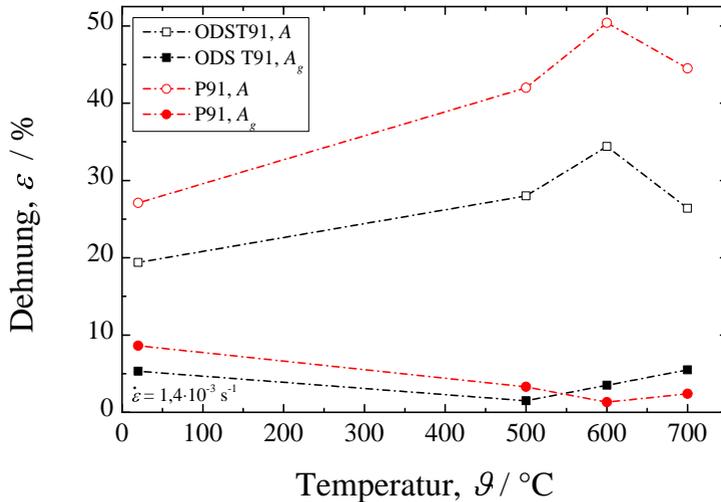
Material	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	$R_{p,0,2} / \text{MPa}$	$R_m / \text{MPa}$	$A / \%$	$A_g / \%$	$E / \text{GPa}$
ODS T91	RT	870	1035	19,4	5,3	190
	500	590	635	28,0	1,5	148
	600	287	350	34,4	3,5	110
	700	175	210	26,4	5,5	62
P91	RT	503	675	27,1	8,6	210 [122]
	500	330	385	42,0	3,3	158 [133]
	600	209	245	50,4	1,3	111 [133]
	700	108	128	44,5	2,4	73 [133]

elastisch-ideal-plastisches Verhalten.

Die aus den Fließkurven bestimmten mechanischen Kenngrößen von ODS T91 und P91 sind für  $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  in Abbildung 5.3 als Funktion der Temperatur aufgetragen und in Tabelle 5.1 zusammengefasst. Der Verlauf der Streckgrenze und der Zugfestigkeit ist typisch für kubisch raumzentrierte (krz-)Metalle [6] (vgl. Abschnitt 2.2). Die Festigkeitskennwerte nehmen oberhalb RT aufgrund der Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls zunächst leicht ab, bis nur noch der athermische Anteil zur Festigkeit beiträgt. Anschließend folgt ein Plateau. Die Festigkeit bleibt über einen großen Temperaturbereich konstant. Bei Temperaturen oberhalb von ca.  $0,4 \cdot T_m$  nimmt die Festigkeit ab. Die Härtungsmechanismen verlieren durch thermisch aktivierte Prozesse, wie z.B. Versetzungsklettern und Quergleiten von Schraubenversetzungen, nach und nach ihre Hinderniswirkung auf die Versetzungsbewegung (siehe Abschnitt 2.2.1). Die Streckgrenze und die Zugfestigkeit von ODS T91 sind bei RT um ca. 370 MPa höher verglichen mit dem Matrixmaterial (vgl. Abbildung 5.3a). Im Übergangsbereich zwischen 500 bis 700 °C nimmt die Festigkeit beider Materialien stark ab,



(a)



(b)

Abbildung 5.3: Vergleich der (a) Zugfestigkeit und Streckgrenze bzw. (b) der Bruch- und Gleichmaßdehnung von ODS T91 und P91 als Funktion der Temperatur.

wobei die Streckgrenze von ODS T91 bei 700 °C ca. 30 % höher ist. Die hervorragende Hochtemperaturfestigkeit des ODS-Stahls resultiert aus den fein verteilten  $Y_2O_3$ -Nanopartikeln. Sie wirken selbst bei hohen Temperaturen als Hindernisse für Versetzungsbewegung.

Abbildung 5.3 (b) zeigt die Gleichmaßdehnung  $A_g$  und die Bruchdehnung  $A$  von ODS T91 und P91 als Funktion der Temperatur. Qualitativ betrachtet haben die Kurven beider Materialien einen ähnlichen Verlauf. Die Bruchdehnung nimmt erst leicht zu und durchläuft bei ca. 600 °C ein Maximum. D.h. die Verformbarkeit (Duktilität) wird mit zunehmender Temperatur aufgrund dynamischer Erholungsprozesse zunächst größer. Versetzungen können ihre Gleitebene verlassen, rekombinieren oder ordnen sich zu energetisch günstigen Netzwerken an. Bei Temperaturen oberhalb von 600 °C nimmt der Einfluss der Schädigung zu. In der Folge verringert sich die Verformbarkeit des Materials. Die Bruchdehnung von ODS T91 ist bei RT ca. 7,7 % geringer als die von P91. Der Unterschied wird mit zunehmender Temperatur größer. Sie beträgt bei 700 °C ca. 18,9 %. Die Gleichmaßdehnung von P91 ist bis 500 °C größer als von ODS T91. Bei höheren Temperaturen ist es umgekehrt. Die Gleichmaßdehnung von ODS T91 wird zunächst geringer und nimmt oberhalb von ca. 500 °C wieder zu.

### 5.1.2 Gefügeentwicklung

Die Belastungen im Zugversuch und die hohen Temperaturen bis zu 700 °C führen zu Veränderungen im Gefüge und der Versetzungsstruktur des Materials. Im Umkehrschluss bestimmen diese Veränderungen das mechanische Antwortverhalten des Werkstoffs bzw. geben Aufschluss über die zugrunde liegenden Verformungsmechanismen. Um diesen Zusammenhang zwischen Mikrostruktur und den mechanischen Eigenschaften besser zu verstehen, wurde die Entwicklung des Gefüges und der Versetzungsanordnungen mit dem TEM untersucht.

Abbildung 5.4 zeigt die Teilchengrößenverteilungen der  $Y_2O_3$ -Partikel im

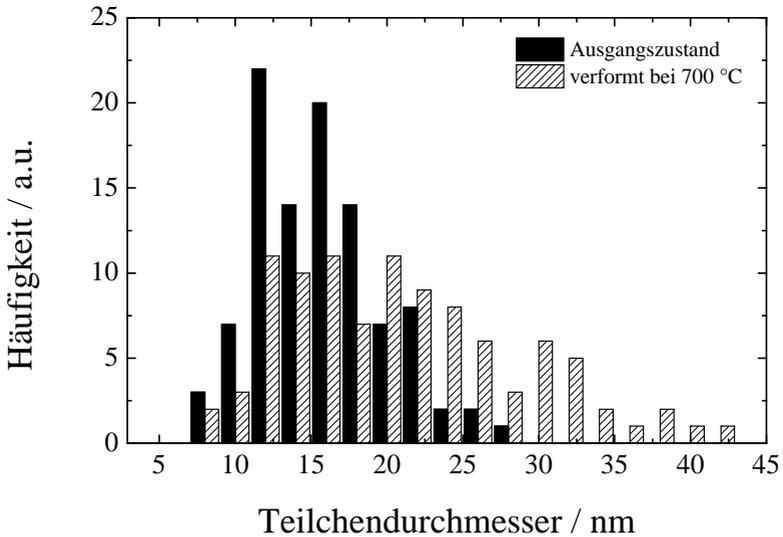


Abbildung 5.4: Teilchengrößenverteilung der nanoskaligen  $Y_2O_3$ -Partikel im Ausgangszustand und nach der Zugverformung bei 700 °C.

unverformten Zustand und nach einem Hochtemperaturzugversuch (700 °C). Für die Auswertung wurden eine Vielzahl an TEM-Aufnahmen und mindestens 100 Partikel verwendet. Die Größe und Verteilung der Partikel ändert sich kaum. Der mittlere Teilchendurchmesser vergrößert sich von 15,9 nm auf 22,9 nm. Dabei verbreitert sich die Verteilung geringfügig.

Im Gegensatz zu den thermisch stabilen  $Y_2O_3$ -Partikeln, kommt es teilweise zu einer starken Vergrößerung der  $M_{23}C_6$ -Karbide an den Korngrenzen. Abbildung 5.5 (a) zeigt ein TEM-Hellfeld (HF) einer großen, unregelmäßig geformten Ausscheidung, die an mehreren Körnern angrenzt. Die TEM-Folie wurde aus einer Zugprobe präpariert, die bei 700 °C getestet wurde. Das SADP (Abk.: *engl.* Selected Area Diffraction Pattern) von diesem Bereich zeigt die  $\alpha$ -Fe-Beugungsreflexe nahe der [001]- und [011]-Zonenachse von mehreren unterschiedlichen Körnern (siehe Abbildung 5.5 (c)). Zudem

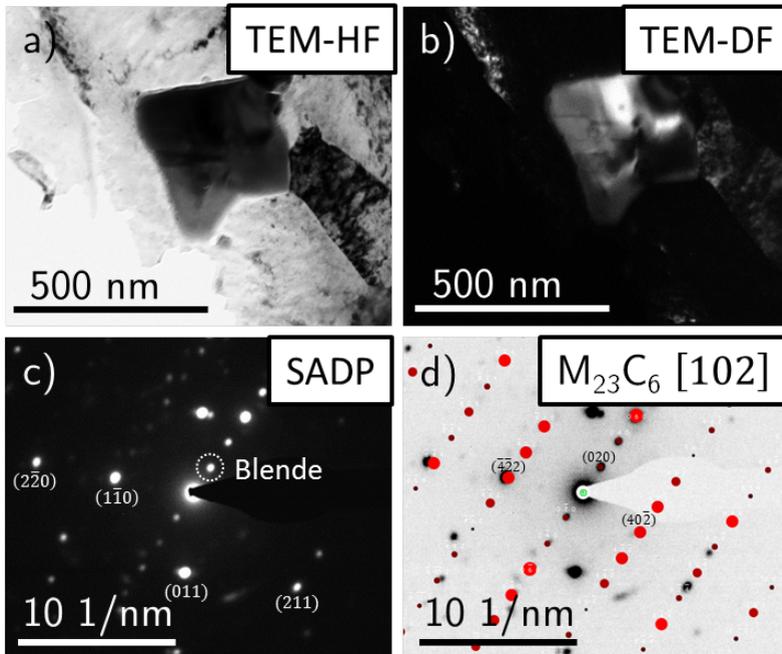


Abbildung 5.5: (a) TEM-HF zeigt großen und unregelmäßig geformten  $M_{23}C_6$ -Karbid. (b) DF von  $\vec{g} = (020)_{M_{23}C_6}$  zeigt hellen Kontrast auf Ausscheidung. (c) SADP zeigt Beugungsreflexe von mehreren  $\alpha$ -Fe-Körnern nahe der [001]- und [011]-Zonenachse. (d) SADP mit simuliertem Beugungsbild von  $M_{23}C_6$  in der [102]-Zonenachse.

sind weitere Beugungsreflexe sichtbar, die in einer Richtung einen etwas geringeren Abstand aufweisen. Die Auswertung der Abstände und Winkel im reziproken Raum ergeben die kfz-Gitterstruktur von  $M_{23}C_6$  nahe der [102]-Zonenachse. Zur Verdeutlichung ist das simulierte Beugungsbild zusammen mit dem invertierten SADP in Teilbild 5.5 (d) dargestellt und indiziert. Das TEM-Dunkelfeld (-DF) des  $(020)_{M_{23}C_6}$ -Beugungsreflexes zeigt einen hellen Kontrast im Bereich der Ausscheidung. Wie schon in Abschnitt 4.2 erwähnt, sind die  $(1\bar{1}0)_{\alpha-Fe}$ - und  $(\bar{4}22)_{M_{23}C_6}$ -Beugungsreflexe deckungsgleich, d.h.

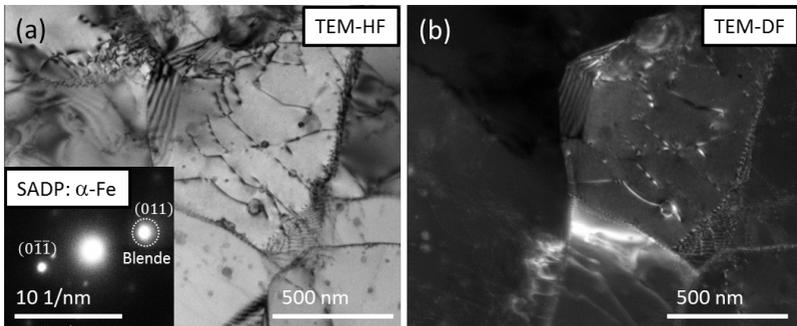


Abbildung 5.6: (a) TEM-HF einer im Zugversuch bei 700 °C ( $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) getesteten ODS T91 Probe. Sie zeigt  $\alpha$ -Fe-Körner mit kleinen, runden  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -Partikeln und Versetzungen die an der Grenzfläche zwischen Partikel und Matrix gepinnt sind. (b) DF von (101)-Beugungsreflex der  $\alpha$ -Fe-[111]-Zonenachse.

die Orientierungsbeziehung  $\langle 112 \rangle_{\text{M}_{23}\text{C}_6} \parallel \langle 110 \rangle_{\alpha\text{-Fe}}$  zwischen Matrix und Karbid bleibt trotz der Vergrößerung erhalten.

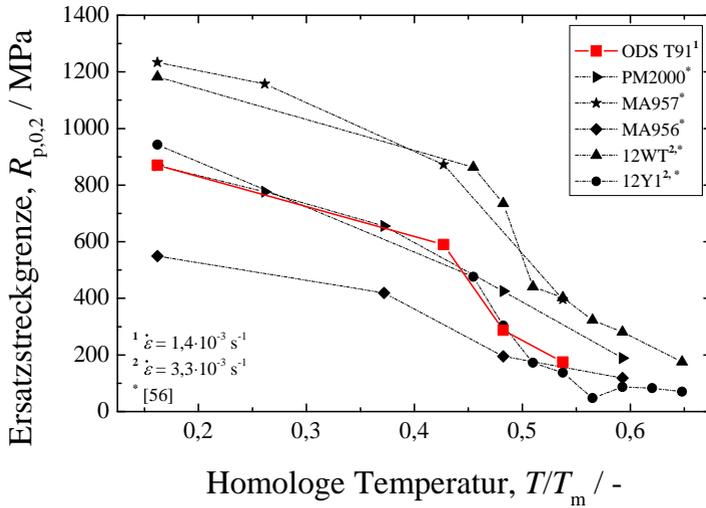
Abbildung 5.6 zeigt eine (a) TEM-HF- und (b) -DF-Aufnahmen einer Probe, die bei 700 °C und  $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  getestet wurde. Die  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -Partikel sind homogen in den  $\alpha$ -Fe-Körnern verteilt (siehe TEM-BF in Abbildung 5.6 (a)). Die feinen Linien mit einem dunklen Kontrast sind Versetzungen. Sie haften größtenteils an den nanoskaligen Partikeln. Die Krümmung der Versetzungen nimmt mit zunehmender Temperatur ab. Bei 700 °C ordnen sie sich parallel zueinander an und stauen sich auf einer Seite der Körner auf (*engl.* „pile-up“). Auf der gegenüberliegenden Seite der Körner nimmt die Versetzungsdichte ab. Das SADP im Einschub von Teilbild 5.6 (a) zeigt das Beugungsbild des mittleren Kornes nahe der  $\alpha$ -Fe-[111]-Zonenachse. Die DF-Aufnahme in Abbildung 5.6 (b) des (011)-Beugungsreflexes veranschaulicht die Versetzungsstruktur.

### 5.1.3 Diskussion

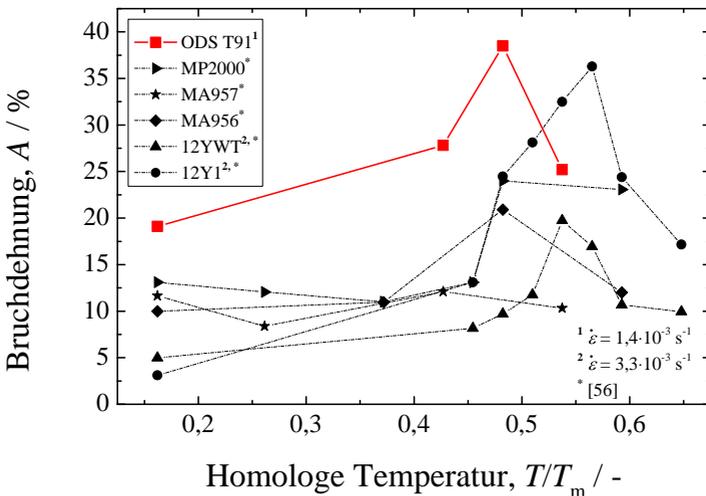
Im folgenden Abschnitt werden die aus dem Zugversuch bestimmten mechanischen Eigenschaften und Kenngrößen mit denen anderer ODS-Legierungen verglichen. Zudem werden die mechanischen Eigenschaften mit dem im TEM untersuchten Gefüge korreliert. Der Vergleich zwischen der Versetzungsstruktur im Ausgangszustand und der nach den Hochtemperaturzugversuchen (bis zu 700 °C) gibt Aufschluss über das Hochtemperaturverformungsverhalten.

Abbildung 5.7 (a) zeigt die Streckgrenze als Funktion der homologen Temperatur  $T/T_m$  von ODS T91 zusammen mit anderen kommerziell hergestellten und experimentellen ODS-Stählen [56]. ODS T91 hat für die betrachteten Temperaturen eine vergleichbare Festigkeit wie 12Y1 und PM2000. Die Streckgrenze liegt bei RT zwischen 870 MPa und 960 MPa. Bei einer Temperatur oberhalb von ca.  $0,4 \cdot T_m$  ist die Festigkeit aufgrund von diffusionskontrollierten Prozessen [6], wie z.B. der dynamischen Erholung und dem Versetzungskriechen, sehr stark von der Temperatur abhängig.

Die beiden ODS-Stähle, MA957 und 12YWT, erzielen die höchsten Festigkeitskennwerte über den gesamten Temperaturbereich. Ihre ausgezeichnete Hochtemperaturbeständigkeit beruht auf Y-, Ti- und O-reichen Nanoclustern (NC). Sie bestehen aus nur wenigen Atomlagen und besitzen einen Teilchendurchmesser von ca. 3 bis 5 nm. Untersuchungen haben gezeigt, dass Ti die Bildung der NC unterstützt, falls Al nicht oder nur in geringen Mengen zulegiert ist [41]. Sobald Al in höherer Konzentration hinzugefügt wird, bilden sich eine Vielzahl an verschiedenen Y-Al-O-Mischoxiden [42, 49, 54, 130] (vgl. Abschnitt 4.2). Da ODS T91 kein Ti und Al nur in sehr geringer Konzentration (0,017 %) enthält (siehe Tabelle B.1), scheiden sich bei der Herstellung keine NC oder Mischoxide aus. Die HRTEM-Aufnahmen in Abbildung 4.6 und die EDX-Analyse der Partikel belegen, dass es sich bei den nanoskaligen Teilchen um  $Y_2O_3$  handelt. Die Untersuchungen von Klueh *et al.* bestätigen diesen Befund für 12Y1



(a)



(b)

Abbildung 5.7: (a) Verlauf der Streckgrenze und (b) der Bruchdehnung als Funktion der homologen Temperatur von ODS T91 verglichen mit anderen kommerziell hergestellten und experimentellen ODS-Stählen [56].

[56]. Im Fall von ODS Eurofer bildete sich eine mit V und Cr angereicherte äußere Schale um einen  $Y_2O_3$ -Kern [132]. Dies konnte für ODS T91 bisher nicht nachgewiesen werden.

Abbildung 5.7 (b) zeigt die Bruchdehnung als Funktion der homologen Temperatur von ODS T91 im Vergleich mit Literaturwerten anderer ODS-Legierungen [56]. Sie ist ein gutes Maß für die Verformbarkeit bzw. Duktilität eines Materials. Im Temperaturbereich von RT bis  $500^\circ\text{C}$  nimmt die Bruchdehnung von 19,1 % auf 27,8 % leicht zu. Sie durchläuft bei  $T/T_m \approx 0,4$  ein Maximum mit 38,5 %. Bei höheren Temperaturen nimmt die Bruchdehnung ab, da es im Material aufgrund des höheren Kriechanteils zur Schädigung des Kontinuums kommt [6]. Die Versetzungen stauen sich an Hindernissen auf, wenn diese nicht überwunden werden können. Dies führt zu Spannungskonzentrationen und erleichtert die Bildung von Mikrorissen bzw. Poren, die zu Makrorissen zusammenwachsen und schließlich zum Versagen der Probe führen. Der Vergleich mit kommerziellen und experimentellen ODS- bzw. NC-Stählen zeigt, dass sich ODS T91 ca. doppelt so gut verformen lässt. Die deutlich bessere Verformbarkeit gegenüber anderen ODS-Legierungen bleibt bis zu Testtemperaturen von  $700^\circ\text{C}$  erhalten.

Das ferritisch-martensitische (F/M-)Gefüge von ODS T91 ist sehr komplex. Es besteht aus primärem Ferrit und getempertem Martensit. Die feine Subkornstruktur besteht aus Latten-, Paket- und Blockgrenzen, die eine hohe Versetzungsdichte aufweisen. An den Korn- und Subkorn Grenzen befinden sich vereinzelt mehrere hundert Nanometer große und unregelmäßig geformte  $M_{23}C_6$ -Karbide. Die  $Y_2O_3$ -Partikel mit einem mittleren Durchmesser von ca. 15,9 nm sind homogen in den Subkörnern verteilt.

Unter Berücksichtigung der vorliegenden Mikrostruktur ist die Dispersionshärtung der dominierende Härtungsmechanismus. Aufgrund der TEM-Befunde wird angenommen, dass die Versetzungen die Teilchen nicht schneiden. Sie können die  $Y_2O_3$ -Partikel nur durch den Orowan-Mechanismus

überwinden (vgl. Abbildung 2.3). Die Orowan-Spannung  $\sigma_{Or}$  ist gegeben durch [69]:

$$\sigma_{Or} = 0,8MGb \frac{\sqrt{f}}{r}, \quad (5.1)$$

wobei  $M$  der Taylorfaktor (3),  $G$  das Schubmodul (79,3 GPa bei RT),  $b$  der Burgersvektor (0,25 nm),  $r$  der Teilchenradius und  $f$  der Volumenanteil der Teilchen ist.  $r$  und  $f$  sind mikrostrukturelle Größen. Sie können anhand der Ergebnisse der TEM-Untersuchungen in Abschnitt 4 und dem Massenanteil an  $Y_2O_3$  (0,36 Gew.%) bestimmt werden. Für einen Teilchenradius von  $r = 7,95$  nm und einen Volumenanteil von  $f = 0,55$  Vol.% ergibt sich eine Orowan-Spannung von 446 MPa.

Ein weiterer Beitrag zur Festigkeit resultiert aus den Latten-, Paket und Blockgrenzen, die eine Subkornstruktur bilden. Ihre Wirksamkeit hinsichtlich der Kriechfestigkeit wurde von Maruyama *et al.* bestätigt [68]. Die Fließspannung aufgrund der Subkorn Grenzen  $\sigma_{sk}$  lässt sich wie folgt berechnen [68]:

$$\sigma_{sk} = 10Gb/\lambda_s, \quad (5.2)$$

wobei  $\lambda_s$  die Größe der Subkörner ist. Für ODS T91 beträgt  $\lambda_s = 620$  nm. Daraus ergibt sich ein zusätzlicher Beitrag zur Festigkeit von 310 MPa.

Die relativ hohe Dichte an freien Versetzungen  $\rho_f$  F/M-Stähle bewirkt eine zusätzliche Zunahme der Fließspannung. Ihr Anteil ist [68]

$$\sigma_\rho = 0,5MGb\sqrt{\rho_f}. \quad (5.3)$$

Die Versetzungsdichte konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht bestimmt werden. Typische Angaben aus der Literatur liegen zwischen  $10^{14}$  bis  $10^{15} \text{ m}^{-2}$  [68]. Die Zunahme der Festigkeit beträgt somit zwischen 297 und 940 MPa. Die Mischkristallhärtung spielt eine untergeordnete Rolle [134].

Bei RT liegt die Streckgrenze des Matrixmaterials von ODS T91 bei 503 MPa (vgl. Tabelle 5.1). Da sich ODS T91 hauptsächlich durch die zusätzliche

Dispersionshärtung unterscheidet, ergibt sich mit der berechneten Orowan-Spannung eine kritische Fließspannung von 949 MPa. Dieser Wert liegt nur ca. 80 MPa über der experimentell ermittelten Streckgrenze von 870 MPa. Diese Abschätzung ist allerdings nur möglich, wenn die Daten des Matrixmaterials bekannt sind und dieses eine vergleichbare Gefügestruktur aufweist.

Für den Fall, dass für ODS T91 nur der dominierende Härtungsmechanismus zur Festigkeit beiträgt, wird die Streckgrenze unterschätzt. Bei einer linearen Superposition der berechneten Beiträge ergibt sich eine kritische Fließspannung  $\sigma_k$

$$\sigma_k = \sigma_{sk} + \sigma_p + \sigma_{Or} \quad (5.4)$$

zwischen 1053 und 1696 MPa. Sie liegt deutlich über der Streckgrenze des untersuchten Materials.

Kocks *et al.* nahmen an, dass der Widerstand gegen das Gleiten von Versetzungen entlang ihrer Versetzungslinie proportional zur Quadratwurzel der Flächendichte der Hindernisse ist. D.h., dass sich bei zwei gleich starken Hindernissen, A und B, mit unterschiedlicher Dichte, die von Versetzungen nicht geschnitten werden können (z.B. Teilchen und Waldversetzungen), der Verformungswiderstand aus dem quadratischen Mittel der einzelnen Festigkeitsbeiträge ergibt  $\sigma_k = \sqrt{\sigma_A^2 + \sigma_B^2}$  (RMS-Methode, engl. root mean square). Eine lineare Superposition ist nur möglich, wenn sich die Dimensionen der Hindernisse um mindestens eine Größenordnung unterscheiden. In der Literatur wurden zwei dieser Ansätze erfolgreich für verschiedene Materialsysteme angewandt [75, 135, 136, 137, 138, 139]. Zhong *et al.* [75] konnten mit dem Ansatz von Deschamps und Brechet [135]:

$$\sigma_k = \sigma_0 + \sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_{Or}^2} + \sigma_{HP}, \quad (5.5)$$

wobei  $\sigma_0$  die Reibspannung und  $\sigma_{HP}$  die Korngrenzenhärtung ist, die die kritische Fließspannung eines ferritischen ODS Stahls erfolgreich abbilden.

Für ODS T91 ergibt sich daraus eine kritische Fließspannung zwischen 846 und 1350 MPa. Diese Werte stimmen im Vergleich zur linearen Addition der Festigkeitsbeiträge besser mit der gemessenen Streckgrenze überein. Der zweite Ansatz, der auf der RMS-Methode basiert, wurde für zahlreiche Hochtemperaturstähle angewandt [136, 137, 138, 139]. Hier entspricht  $\sigma_A$  der Härtung durch freie Versetzungen

$$\sigma_A = \sigma_p \quad (5.6)$$

und  $\sigma_B$  setzt sich linear aus den weiteren Beiträgen, die zur Festigkeit beitragen, zusammen

$$\sigma_B = \sigma_p + \sigma_{sk} + \dots \quad (5.7)$$

Die kritische Fließspannung für ODS T91 liegt für diesen Ansatz zwischen 614 und 1086 MPa und kann somit im Mittel die Streckgrenze des Materials am besten beschreiben.

Die vorangegangene Abschätzung der kritischen Fließspannung zeigt, dass sich die Festigkeit von ODS T91 nicht ausreichend durch ein einfaches Aufsummieren der einzelnen Beiträge beschreiben lässt. Es konnte vielmehr gezeigt werden, dass sich die RMS-Methode hierfür besser eignet.

Die Teilchengrößenverteilung in Abbildung 5.4 zeigt eine leichte Zunahme der Partikelgröße für 700 °C. Die Vergrößerung widerspricht der Annahme, dass  $Y_2O_3$  bis zum Schmelzpunkt des Matrixmaterials thermodynamisch stabil sein sollte. Das Wachstum der  $Y_2O_3$ -Teilchen und die dafür notwendige Diffusion von Y- bzw. O-Ionen ist nur möglich, wenn starke ionische Bindungen gebrochen werden. Eine mögliche Erklärung dieses Phänomens könnte eine durch die Zugverformung induziertes Wachstum der Teilchen sein. Maruyama *et al.* zeigten, dass es unter Langzeitkriechbelastungen zu einem abnormalen Wachstum der  $M_{23}C_6$ -Karbide kommt, wohingegen sich bei einem Auslagerungsversuch bei gleichen Temperatu-

ren die Teilchengröße nicht ändert [68]. Es besteht auch die Möglichkeit, dass bei der Auswertung der TEM-Aufnahmen kleine Karbide bzw. Karbonitride berücksichtigt wurden, die bei 700 °C schneller wachsen. Da mit dem TEM nicht jedes Teilchen auf seine chemische Zusammensetzung geprüft werden kann, müssten für eine genauere Bestimmung der Teilchengröße gegebenenfalls weitere Untersuchungsmethoden herangezogen werden (z.B. die Atomsonde oder Neutronenbeugung).

Frühere Untersuchungen an mod. 9Cr-1Mo Stählen zeigten, dass die Ostwald-Reifung zu einer Vergrößerung der  $M_{23}C_6$ -Karbide während Kriechversuchen bei hohen Temperaturen führt [126]. Es konnte zudem gezeigt werden, dass  $M_{23}C_6$ -Karbide, die in der Nähe von ehemaligen Austenitkorn Grenzen liegen, deutlich schneller wachsen [140, 141]. Dies könnte auch der Grund für die sehr große  $M_{23}C_6$ -Ausscheidung in Abbildung 5.5 sein. Die Veränderungen bzw. Instabilität des Gefüges sind für die Anwendung des Werkstoffs unerwünscht, da sie die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflussen können und so zu kürzeren Lebensdauern führen.

Die TEM-Untersuchungen an ODS T91 Proben, die bei hohen Temperaturen im Zugversuch getestet wurden, zeigen viele Versetzungen, die sich an der Grenzfläche zwischen  $Y_2O_3$ -Partikeln und Matrix befinden. Die starken Wechselwirkungen der Versetzungen mit den Teilchen bei moderaten Temperaturen unterhalb von 500 °C führen bei einer plastischen Verformung zu einer ausgeprägten Krümmung der Versetzungslinien. Bei 700 °C sind die Versetzungen immer noch an den  $Y_2O_3$ -Partikeln verankert. Sie bauchen sich jedoch deutlich weniger aus und stauen sich auf einer Seite der Körner auf (vgl. Abbildung 5.6). Dies wird auch in der englischsprachigen Literatur als „pile up“ bezeichnet.

Die TEM-Untersuchungen des Gefüges und der Versetzungsstruktur korrelieren sehr gut mit dem im Zugversuch beobachteten Verformungsverhalten und den mechanischen Eigenschaften des Materials (vgl. Abbildung 5.7). Die hohe Festigkeit bei  $T/T_m < 0,4$  resultiert aus der starken Hindernis-

wirkung der  $Y_2O_3$ -Partikel auf die Versetzungen. Um die Versetzungsbe-  
wegung aufrecht zu erhalten ist eine größere Schubspannung nötig, da sich  
die Versetzungen zwischen den fein verteilten Oxidpartikeln ausbauchen  
müssen. Ist die Krümmung einer Versetzungslinie stark genug, ziehen sich  
Versetzungssegmente mit unterschiedlichem Vorzeichen an, rekombinieren  
und hinterlassen einen sogenannten Versetzungs- bzw. Orowan-Ring  
um die Teilchen (siehe Orowan-Mechanismus in Abbildung 2.3). Im Be-  
reich der Hochtemperaturverformung, d.h. bei Temperaturen oberhalb von  
 $0,4 \cdot T_m$ , wird das Verformungsverhalten durch thermisch aktivierte Prozesse  
dominiert. Stufenversetzungen können beispielsweise durch Diffusion  
von Leerstellen oder Matrixatomen an den Versetzungskern die Hindernisse  
überklettern. Folglich nimmt die Festigkeit des Materials ab. Die ODS-  
Stähle zeigen selbst bei höheren Temperaturen eine größere Festigkeit als  
das Matrixmaterial (vgl. Abbildung 5.3 (a)). Dies liegt an einem weiteren  
Effekt der  $Y_2O_3$ -Partikel auf die Versetzungsbewegung, der als („back  
side pinning“) bezeichnet wird. Die Grenzfläche zwischen Matrix und Teil-  
chen ist für den Teil einer Versetzung, der das Hindernis durch Klettern  
überwunden hat, energetisch am günstigsten (vgl. Abbildung 5.6). Somit  
werden die Versetzungen auf der Rückseite der  $Y_2O_3$ -Partikel festgehalten.  
Es ist folglich nicht das Überwinden der Oxidpartikel, sondern das Ablösen  
der Versetzungen von den Teilchen, das die Festigkeit bei hohen Tempera-  
turen bestimmt [142, 143].

#### 5.1.4 Zusammenfassung

- ODS T91 besitzt eine sehr gute Hochtemperaturwiderstandsfähigkeit und stellt im Vergleich zu anderen ODS-Legierungen einen guten Kompromiss zwischen hoher Festigkeit und ausreichender Verformbarkeit dar.
- Die wichtigsten Mechanismen, die zur Festigkeit von ODS T91 beitragen sind: Dispersionshärtung, Härtung durch Subkorn Grenzen und die hohe Versetzungsdichte. Eine einfache lineare Superposition der einzelnen Beiträge führt zu keinem sinnvollen Ergebnis. Im Gegensatz dazu eignet sich die RMS-Methode deutlich besser zur Abschätzung der kritischen Fließspannung.
- Im verformten Zustand des Materials bauchen sich die Versetzungen bei  $T/T_m < 0,4$  durch die starke Hinderniswirkung der Teilchen auf die Versetzungsbewegung aus und überwinden die Partikel mittels Orowan-Mechanismus.
- Thermisch aktivierte Kletterprozesse führen bei  $T/T_m > 0,4$  zu geraden Versetzungslinien und zum Aufstauen von Versetzungen („pile-ups“) an den Korngrenzen.
- Es konnte nach der Verformung für allen Temperaturen keine Änderung der Form und Größe der Körner festgestellt werden. Die Größe der  $Y_2O_3$ -Partikel nimmt jedoch leicht zu. Dies wird möglicherweise durch die bei der Verformung induzierten Spannungen verursacht.
- Es wurde eine ausgeprägte Vergrößerung von  $M_{23}C_6$ -Karbiden in der Nähe von ehemaligen Austenitkorngrenzen festgestellt. Diese Vergrößerung kann sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirken und speziell die Zeitstandfestigkeit unter Kriechbeanspruchungen reduzieren.

## 5.2 Ermüdungsverhalten bei anwendungsnahen Temperaturen

Dieser Abschnitt behandelt das Ermüdungsverhalten von ODS T91 bei anwendungsnahen Temperaturen im Bereich von 500 bis 650 °C. Die Untersuchungen dienen dem Verständnis des viskoplastischen Verformungsverhaltens F/M-ODS-Stähle unter zyklischer Belastung und werden in Kapitel 6 zur physikalischen Anpassung und Validierung der Modellparameter eines viskoplastischen Stoffgesetzes verwendet. Im ersten Abschnitt wird das zyklische Ver- bzw. Entfestigungsverhalten mittels der Wechselverformungskurven und den zyklischen  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurven untersucht und quantifiziert. Im zweiten Abschnitt werden die ermittelten Lebensdauern mit den zyklischen Materialkenngrößen aus den Ermüdungsversuchen durch eine empirische Lebensdaueranalyse miteinander korreliert. Die TEM-Untersuchungen in Abschnitt 5.2.3 dienen dem Verständnis über die Mechanismen der Hochtemperaturwechselverformung. Zum Schluss wird das Wechselverformungsverhalten und die Ermüdungswiderstandsfähigkeit diskutiert und mit den Ergebnissen der TEM-Untersuchungen korreliert.

### 5.2.1 Wechselverformungsverhalten

Die Wechselverformungskurven von ODS T91 sind für 500, 550, 600 und 650 °C und verschiedene Dehnamplituden in Abbildung 5.8 (a) dargestellt.

Sie zeigen die Spannungsamplitude  $\sigma_a$  aus den  $\sigma$ - $\epsilon$ -Hysteresen in Abhängigkeit von der Zyklenzahl  $N$  (vgl. Abschnitt 3.2.4). Für die meisten Ermüdungsversuche nehmen die Spannungsamplituden während der gesamten Lebensdauer ab. Dies wird als kontinuierliches Wechselentfestigungsverhalten ohne Sättigung bezeichnet. Einige Versuche zeigen zudem zu Beginn der Wechselbelastung eine leichte zyklische Verfestigung. Das Wechselverformungsverhalten ist mit dem F/M-Stähle (z.B.: (G)P91/T91, P92, X20, E911, F82H und Eurofer97), die nicht durch Oxidpartikel verstärkt

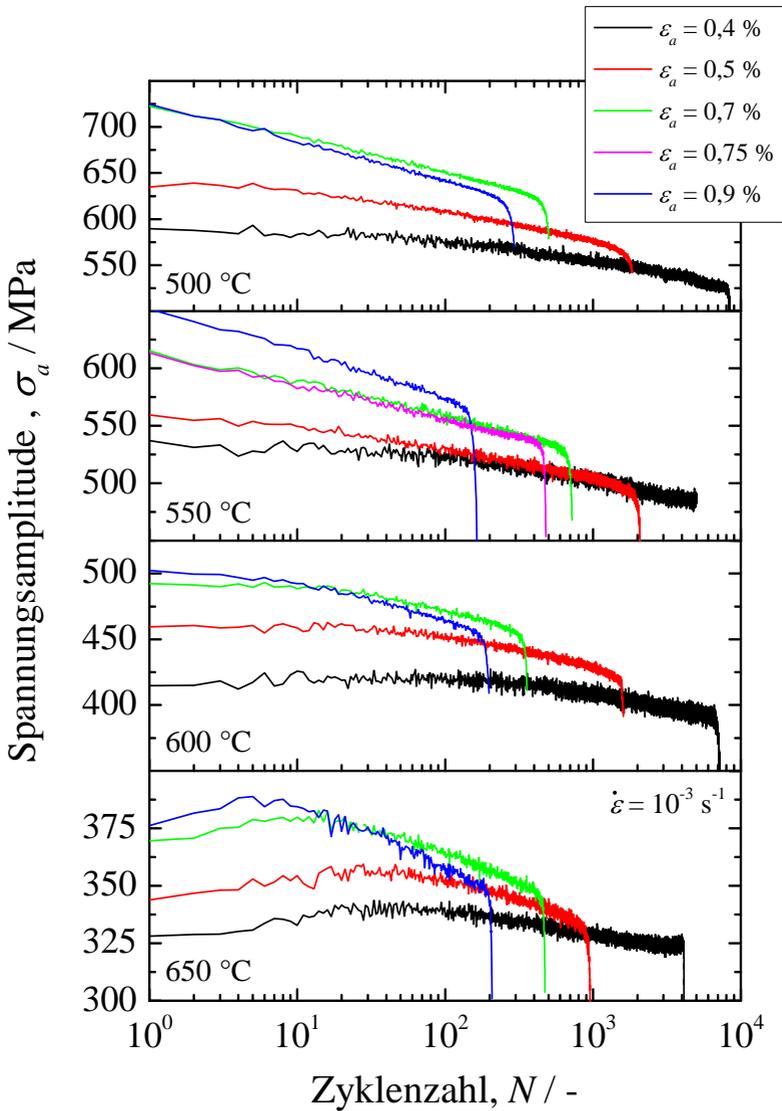


Abbildung 5.8: Logarithmische Auftragung der Spannungsamplitude als Funktion der Zyklenzahl von ODS T91 bei 500, 550, 600 und 650 °C und verschiedenen Dehnamplituden.

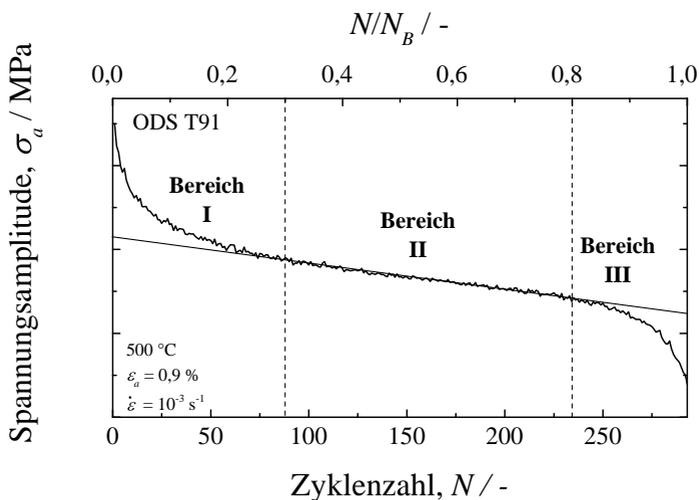


Abbildung 5.9: Charakteristisches Wechselverformungsverhalten von ODS T91.

sind, vergleichbar [13, 144, 145, 146, 147]. Die gesamte Lebensdauer bis zum Versagen kann für diese Stähle in drei charakteristische Bereiche unterteilt werden [13]. Deutlicher wird diese in der nicht-logarithmischen bzw. der normierten Darstellung (siehe Abbildung 5.9). Die Aufteilung wird wie folgt vorgenommen:

1. Der **Bereich I** ist gekennzeichnet durch die größte Abnahme der Festigkeit und umfasst ca. 30 % der Lebensdauer ( $N/N_B < 0,3$ ). Die anfängliche zyklische Entfestigung ist bei 500 °C am größten und wird mit zunehmender Temperatur geringer. Die Entwicklung der Spannungsamplitude verläuft in den ersten Zyklen je nach Temperatur und Dehnamplitude unterschiedlich. Sie nimmt für die größeren Dehnamplituden,  $\epsilon_a = 0,7$  und  $0,9\%$ , in den ersten Zyklen zunächst sehr stark mit der Zyklenzahl ab und wird gegen Ende des Bereichs I flacher. Bei niedrigeren Dehnamplituden und höheren Temperaturen kann es anfänglich zu einer leichten zyklischen Verfestigung kom-

men, bevor das Material zyklisch entfestigt (siehe Abbildung 5.8, LCF-Versuch bei 650 °C).

2. Der **Bereich II** ist charakterisiert durch eine nahezu lineare Abnahme der Spannungsamplitude mit der Zyklenzahl. Er erstreckt sich über den größten Teil der gesamten Lebensdauer ( $0,3 < N/N_B < 0,8$ ). Anders als in den meisten Lehrbüchern für eine Vielzahl an Materialien beschrieben [83], zeigt ODS T91 keine zyklische Stabilisierung bzw. Sättigung.
3. Im **Bereich III** fällt die Maximalspannung bis zum Ende der Lebensdauer stark ab ( $N/N_B > 0,8$ ). Der beschleunigte Spannungsabfall unter Zugbelastung beruht auf der Bildung und dem Wachstum eines Ermüdungsrisse.

Die LCF-Versuche wurden für jede Testbedingung drei Mal wiederholt. Dies ermöglicht eine Abschätzung der Streuung der Bruchlastspielzahlen. Aus Übersichtsgründen wird in den Abbildungen 5.8 (a) und (b) sowie Abbildung 5.23 nur eine Wechselverformungskurve je Temperatur und Dehnamplitude abgebildet. Für die Auswertung der Lebensdauer und der zyklischen Materialkenngrößen wurden alle Messkurven berücksichtigt. Trotz identischer Versuchsbedingungen weichen die Spannungsamplituden teilweise voneinander ab. Der Unterschied zwischen den Spitzenspannungen beträgt im ersten Zyklus maximal ca. 28 MPa bei 500 °C und  $\varepsilon_a = 0,7\%$ . Er wird mit zunehmender Temperatur geringer. Mögliche Ursachen für die Abweichungen sind: Inhomogenitäten im Probenmaterial, eine Vorbelastung der kleinen Proben bei der Herstellung oder während des Einbaus und Temperaturschwankungen zwischen den Versuchen bzw. Temperaturgradienten in der Probe. Eine quantitative Abschätzung der Ursachen für die Abweichung konnte aufgrund der vielen Einflussfaktoren im Nachhinein nicht durchgeführt werden.

Die zyklische  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurve (im Folgenden auch als ZSD-Kurve bezeichnet) ist eine weitere Möglichkeit zur Beschreibung des zyklischen Ver- bzw. Entfestigungsverhaltens eines Werkstoffs. Zu ihrer analytischen Beschreibung wird hier der Ansatz von Morrow [148] verwendet. Er stellt einen Zusammenhang zwischen der Spannungsamplitude im Sättigungszustand  $\sigma_{a,s}$  und der dazugehörigen inelastischen Dehnamplitude  $\varepsilon_{a,in,s}$  her:

$$\sigma_{a,s} = k' \varepsilon_{a,in,s}^{n'} \quad (5.8)$$

wobei  $k'$  und  $n'$  als zyklischer Verfestigungskoeffizient bzw. -exponent bezeichnet werden.

Die zu Beginn des Abschnitts beschriebenen Wechselverformungskurven zeigen das kontinuierliche zyklische Entfestigungsverhalten von ODS T91 (siehe Abbildung 5.8). Es findet keine Stabilisierung bzw. Sättigung der Spannungsamplituden statt. Die Spannungsamplitude und inelastische Dehnamplitude werden daher jeweils bei halber Lebensdauer ermittelt (vgl. Abschnitt 3.2.4) [83]. Die Parameter  $n'$  und  $k'$  können nun durch eine doppelt-logarithmische Auftragung von  $\sigma_a$  über  $\varepsilon_{a,in}$  bestimmt werden (siehe Abbildung 5.10). Sie sind in Tabelle 5.2 für die untersuchten Temperaturen aufgelistet. Auffällig ist, dass der Verfestigungsexponent  $n'$  mit zunehmender Temperatur nicht, wie erwartet, stetig zunimmt sondern bei 600 °C den kleinsten Wert annimmt.

Die ZSD-Kurve kann analog zur Ramberg-Osgood-Beziehung [149] mit diesen Parametern berechnet werden:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} + \left( \frac{\Delta\sigma}{2k'} \right)^{1/n'} \quad (5.9)$$

wobei  $E$  der E-Modul ist. Aus dem Vergleich mit der monotonen  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Kurve kann direkt auf das zyklische Ver- bzw. Entfestigungsverhalten geschlossen werden.

Abbildung 5.11 zeigt die ZSD-Kurven von ODS T91 für 500, 550, 600

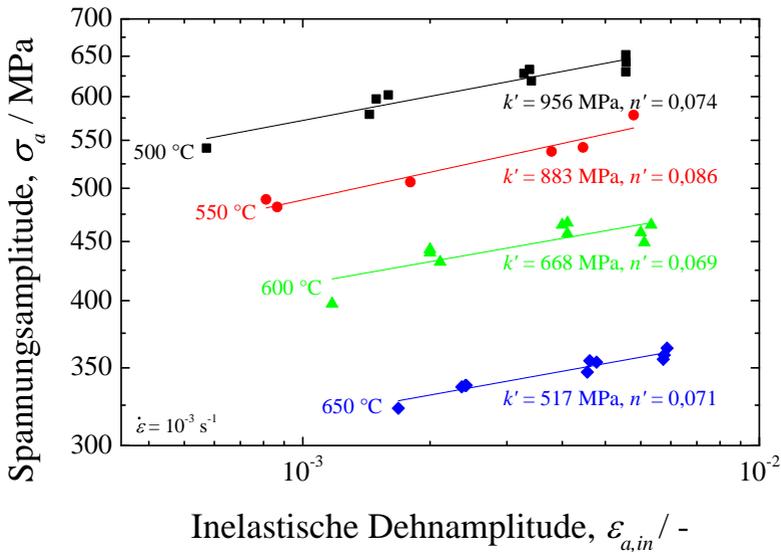


Abbildung 5.10: Bestimmung des zyklischen Verfestigungskoeffizienten und -exponenten von ODS T91 nach Morrow [148].  $\sigma_a$  und  $\varepsilon_{a,in}$  wurden für  $N_B/2$  bestimmt.

Tabelle 5.2: Zyklischer Verfestigungskoeffizient  $k'$  und -exponent  $n'$  sowie monotone Parameter  $n$  und  $k$  von ODS T91 als Funktion der Temperatur.

$\vartheta$ / °C	$k'$ / MPa	$n'$ / -	$k$ / MPa	$n$ / -
500	956	0,074	1303	0,103
550	883	0,086	-	-
600	668	0,069	1013	0.137
650	517	0,071	880	0.160

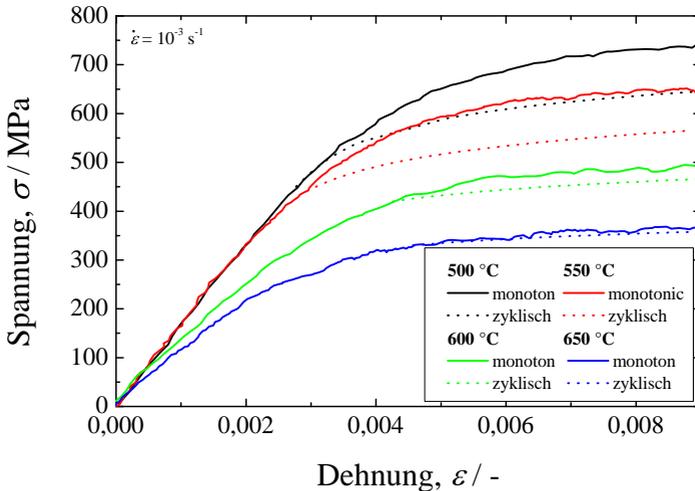


Abbildung 5.11: Vergleich der zyklischen mit der monotonen  $\sigma$ - $\epsilon$ -Kurve von ODS T91 für unterschiedliche Temperaturen.

und 650 °C im Bereich der untersuchten Dehnamplituden zusammen mit den Erstbelastungskurven der LCF-Versuche für  $\epsilon_a = 0,9\%$ . Es ist direkt ersichtlich, dass ODS T91 bei einer dehnungskontrollierten Wechselbelastung entfestigt. Die zyklische Entfestigung wird mit zunehmender Temperatur geringer. Die Verfestigungsexponenten und ein Vergleich der ZSD-Kurven mit den monotonen Fließkurven zeigen zwar, dass ODS T91 unter Ermüdungsbelastungen entfestigt, der komplexe Verlauf der zyklischen Entfestigung aus den Wechselverformungskurven wird jedoch nicht abgebildet.

## 5.2.2 Ermüdungswiderstandsfähigkeit

Die Ermüdungswiderstandsfähigkeit bei konstanter Dehnamplitude ist eine wichtige Werkstoffeigenschaft für die Auslegung von Bauteilen, die im Betrieb einer zyklischen Belastung ausgesetzt sind. Dies gilt insbesondere für strukturelle Komponenten, die bei thermischen Wechselbelastungen durch

Tabelle 5.3: Lebensdauer von ODS T91 aus je drei LCF-Versuchen in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnamplitude mit Mittelwert und Standardabweichung.

$\epsilon_a / \%$	$N_B / -$ für		
	500 °C	600 °C	650 °C
0,5	1560	1189	953
	1635	1600	1141
	1844	863	1136
$\bar{N}_B \pm \sigma_{N_B}$	1680 ± 147	1217 ± 369	1077 ± 107
0,7	503	658	470
	347	434	480
	857	355	567
$\bar{N}_B \pm \sigma_{N_B}$	569 ± 261	482 ± 157	506 ± 53
0,9	293	195	205
	256	313	162
	374	337	211
$\bar{N}_B \pm \sigma_{N_B}$	307 ± 60	281 ± 76	193 ± 27

das umgebende Material in ihrer Verformung eingeschränkt sind [83]. Im folgenden Abschnitt wird die Ermüdungswiderstandsfähigkeit, d.h. die ertragbare Anzahl an Zyklen bis zum Versagen der Proben im dehnungskontrollierten LCF-Versuch, mit der gesamten, inelastischen und elastischen Dehnamplitude korreliert und mit dem Matrixmaterial verglichen.

Die Bruchlastspielzahlen wurden aus den Wechselverformungskurven, wie in Abschnitt 3.2.4 beschrieben, bestimmt. Sie sind in Tabelle 5.3 in Abhängigkeit von Temperatur und Dehnamplitude zusammengefasst und in Abbildung 5.12 dargestellt. Tendenziell nimmt die Lebensdauer mit zunehmenden

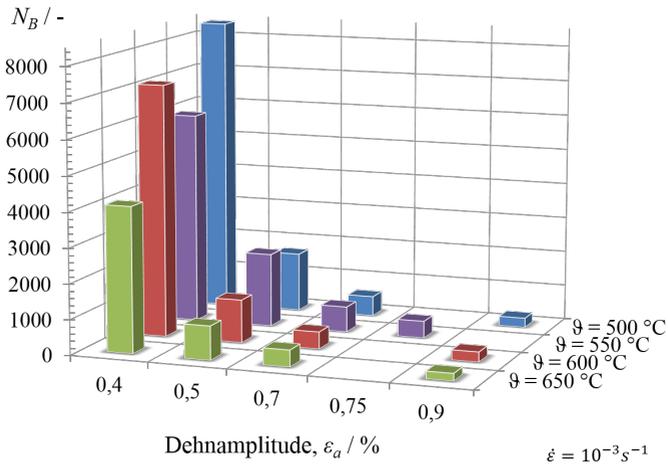


Abbildung 5.12: Einfluss der Temperatur und der Belastungsamplitude auf die Lebensdauer von ODS T91.

der Temperatur und Dehnamplitude ab. Der Einfluss der unterschiedlichen Belastungsamplituden ist im Vergleich zur Temperatur in den untersuchten Bereichen stärker. Zur Abschätzung der Streuung in den Lebensdauerdaten ist zusätzlich der Mittelwert  $\bar{N}_B$  und die Standardabweichung  $\sigma_{N_B}$  angegeben. Sie ist bei 500 °C und  $\epsilon_a = 0,7\%$  mit beinahe 50 % bezüglich des Mittelwerts am größten. Die Streuung der Lebensdauer wird bei höheren Temperaturen und größeren Belastungsamplituden, d.h. mit zunehmender inelastischer Verformung, kleiner.

Coffin [150] und Manson [151] entdeckten für metallische Werkstoffe unabhängig voneinander einen empirischen Zusammenhang zwischen der Le-

Tabelle 5.4: Parameter der Manson-Coffin Beziehung von ODS T91 bei 500, 550, 600 und 650 °C.

$\vartheta / ^\circ\text{C}$	$c' / -$	$\varepsilon'_B / -$
500	-0,62	0,24
550	-0,53	0,14
600	-0,50	0,12
650	-0,48	0,12

bensdauer  $N_B$  bzw. der Anzahl der Lastwechsel bis zum Versagen  $2N_B$  und der inelastischen Dehnamplitude  $\Delta\varepsilon_{in}/2$ :

$$\frac{\Delta\varepsilon_{in}}{2} = \varepsilon'_B (2N_B)^{c'}, \quad (5.10)$$

wobei  $\varepsilon'_B$  der Ermüdungsduktilitätskoeffizient und  $c'$  die Ermüdungsduktilität ist.  $c'$  liegt für Metalle im Bereich zwischen  $-0,7$  und  $-0,5$  [82]. Die Manson-Coffin-Beziehung beschreibt das Ermüdungsverhalten im Kurzzeitermüdungsbereich  $N_B < 10^4$ , wenn die inelastische Dehnung lebensdauerbestimmend ist.

$\varepsilon'_B$  und  $c'$  ergeben sich aus der doppelt-logarithmischen Auftragung der inelastischen Dehnamplitude als Funktion der Lastwechsel bis zum Bruch (siehe Abbildung 5.13). Sie sind in Tabelle 5.4 für die untersuchten Temperaturen zusammengefasst. Die Ermüdungsduktilität liegt für 500, 550 und 600 °C in dem oben genannten für metallische Werkstoffe typischen Bereich zwischen  $-0,7$  und  $-0,5$ . Für 650 °C ist der Wert etwas zu groß. Die Steigungen der inelastischen Linien nehmen mit zunehmender Temperatur ab (sieh schwarzer Pfeil), wobei sie für große inelastische Dehnungen bzw. geringe Lastwechsel zusammenlaufen.

Im Bereich der Langzeitermüdung wird die Lebensdauer durch die elasti-

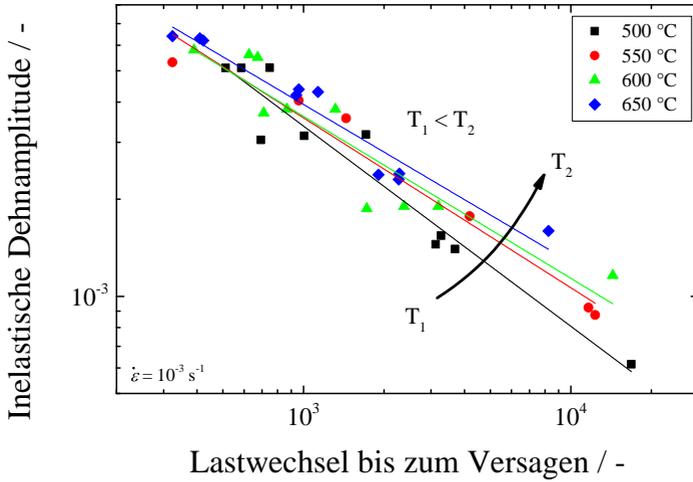


Abbildung 5.13: Inelastische Dehnamplitude als Funktion der Lastwechsel bis zum Versagen von ODS T91 bei unterschiedlichen Temperaturen.

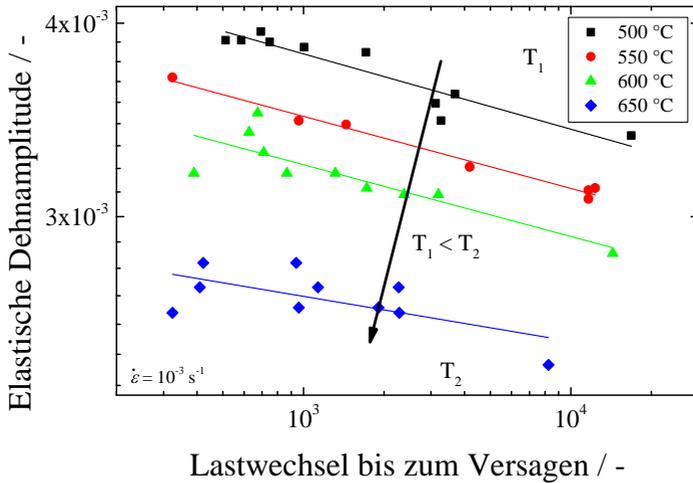


Abbildung 5.14: Elastische Dehnamplitude als Funktion der Lastwechsel bis zum Versagen von ODS T91 bei unterschiedlichen Temperaturen.

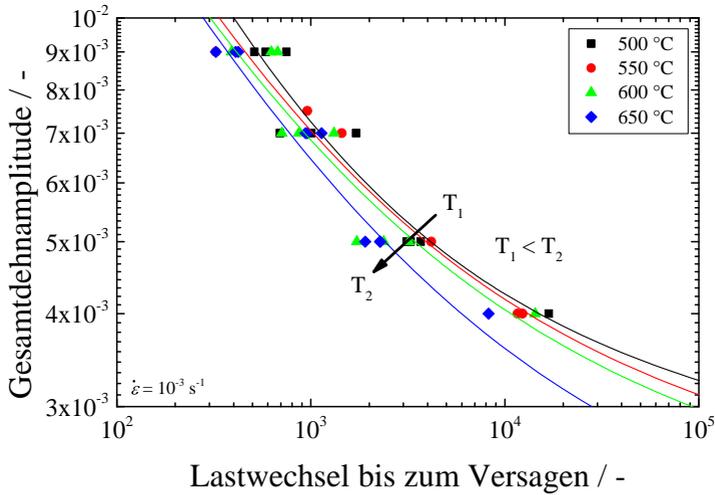


Abbildung 5.15: Gesamtdehnamplitude als Funktion der Lastwechsel bis zum Versagen von ODS T91 bei unterschiedlichen Temperaturen.

sche Dehnamplitude bestimmt. Eine verlässliche Anpassung der Basquin-Gl. [152] und somit die Prognose der Lebensdauer ist jedoch nicht möglich, da zu wenig Ermüdungsdaten für geringere Dehnamplituden ermittelt wurden. Um die Lebensdauerdaten trotzdem besser vergleichen zu können, wurde die elastische Dehnamplitude mit folgender Fit-Funktion angepasst:

$$\epsilon_{a,el} = a_1 (2N_B)^{a_2} \tag{5.11}$$

wobei  $a_1$  und  $a_2$  temperaturabhängige Konstanten sind. Mit Gl. 5.10 gilt für die Gesamtdehnamplitude:

$$\epsilon_a = \epsilon_{a,el} + \epsilon_{a,in} = a_1 (2N_B)^{a_2} + \epsilon'_B (2N_B)^{c'} \tag{5.12}$$

Gl. 5.11 wurden mit OriginPro® an die jeweiligen Daten angepasst (siehe Abbildung 5.14) und die Parameter in Tabelle 5.5 zusammengefasst.

Tabelle 5.5: Konstanten zur Beschreibung der elastischen Dehnamplitude als Funktion der Lastwechsel bis zum Versagen für unterschiedliche Temperaturen.

$\vartheta / ^\circ\text{C}$	$a_1$	$a_2$
500	0,0053	-0,049
550	0,0048	-0,049
600	0,0045	-0,046
650	0,0033	-0,029

Die elastischen Linien verlaufen nahezu horizontal, d.h. sie hängen für die untersuchten Temperaturen kaum von der Belastungsamplitude ab. Zudem ist der elastische Verformungsanteil für ODS T91 aufgrund seiner Hochtemperaturfestigkeit relativ groß. Er nimmt mit zunehmender Temperatur ab (siehe schwarzer Pfeil in Abbildung 5.14), wohingegen der inelastische Anteil dominanter wird.

Der Schnittpunkt der inelastischen mit elastischen Linie trennt zwei Bereiche der Dehnungswöhlerlinie. Er wird auch als Übergangermüdungslebensdauer  $N_t$  bezeichnet.  $N_t$  verschiebt sich mit zunehmender Temperatur zu geringeren Belastungsamplituden und längeren Lebensdauern. Bei großen Dehnamplituden dominiert der inelastische Verformungsanteil und der elastische Anteil ist vernachlässigbar. In der Folge nähert sich die inelastische Linie der Dehnungswöhlerlinie asymptotisch an. In diesem Bereich kann die Dehnungswöhlerlinie in erster Näherung durch die Manson-Coffin-Beziehung beschrieben werden. Im Gegensatz dazu überwiegt für geringe Belastungsamplituden der elastische Anteil und die inelastische Dehnung ist vernachlässigbar gering. Hier nähert sich die elastische Linie, die durch die Basquin-Beziehung beschrieben werden kann, der Dehnungswöhlerlinie immer weiter an. Die Lebensdauerdaten von ODS T91 liegen etwa in diesem Übergangsbereich. Bei 600 °C liegt die Übergangermüdungslebensdauer in

etwa in der Mitte der für die Belastungsamplituden erhaltenen Lebensdauern. Bei 650 °C ist die inelastische Dehnung etwas dominanter, wohingegen bei 500 °C die elastische Dehnung überwiegt. Die Lebensdauer kann in guter Übereinstimmung durch die Manson-Coffin-Beziehung beschrieben werden. Um die Parameter für die Basquin-Beziehung ausreichend zu bestimmen, sind, wie oben erwähnt, zu wenig Daten verfügbar. Zudem ist die Steigung der elastischen Linie sehr klein. Dies erschwert eine exakte Beschreibung, da eine kleine Änderung der elastischen Dehnung zu großen Abweichungen in der Lebensdauer führt.

### 5.2.3 Gefügeentwicklung nach zyklischer Beanspruchung

Im Folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der TEM-Untersuchungen des ermüdeten ODS T91 vorgestellt. Die TEM-Proben wurden, wie in Abschnitt 3.3.2 beschrieben, nach dem Versagen der Proben im LCF-Versuch präpariert. Der Schwerpunkt dieser Untersuchungen liegt auf der Entwicklung der Versetzungsanordnungen in Abhängigkeit von der Versuchstemperatur und der Belastungsamplitude. Die Versetzungsstrukturen variieren mit zunehmender Temperatur von dichten und ungeordnet bis hin zu geraden und gleichmäßigen Anordnungen. Die Entstehung von Versetzungszellstrukturen, -bündeln oder persistenten Gleitbändern wurde nicht beobachtet.

#### Gefüge nach LCF-Versuch bei 500 °C

Abbildung 5.16 (a) zeigt eine Hellfeld- (HF)-Aufnahme einer TEM-Probe, die nach einem LCF-Versuch bei 500 °C und  $\epsilon_a = 0,7\%$  hergestellt wurde. Die indizierten Beugungsbilder, i) nahe der  $\alpha$ -Fe- $[\bar{1}12]$ - und ii)  $\alpha$ -Fe- $[011]$ -Zonenachse, sind für den ausgewählten Bereich in den eingefügten Ausschnitten rechts oben und unten dargestellt. Für  $z = [011]_{\alpha\text{-Fe}}$  wurde die Probe um  $\alpha = 9,48^\circ$  verkippt. Die feine Kornstruktur, die schon im Ausgangszustand des Materials zu beobachten war (vgl. Abschnitt 4.2), bleibt nach der zyklischen Belastung nahezu erhalten. Zusätzlich ist die Verset-

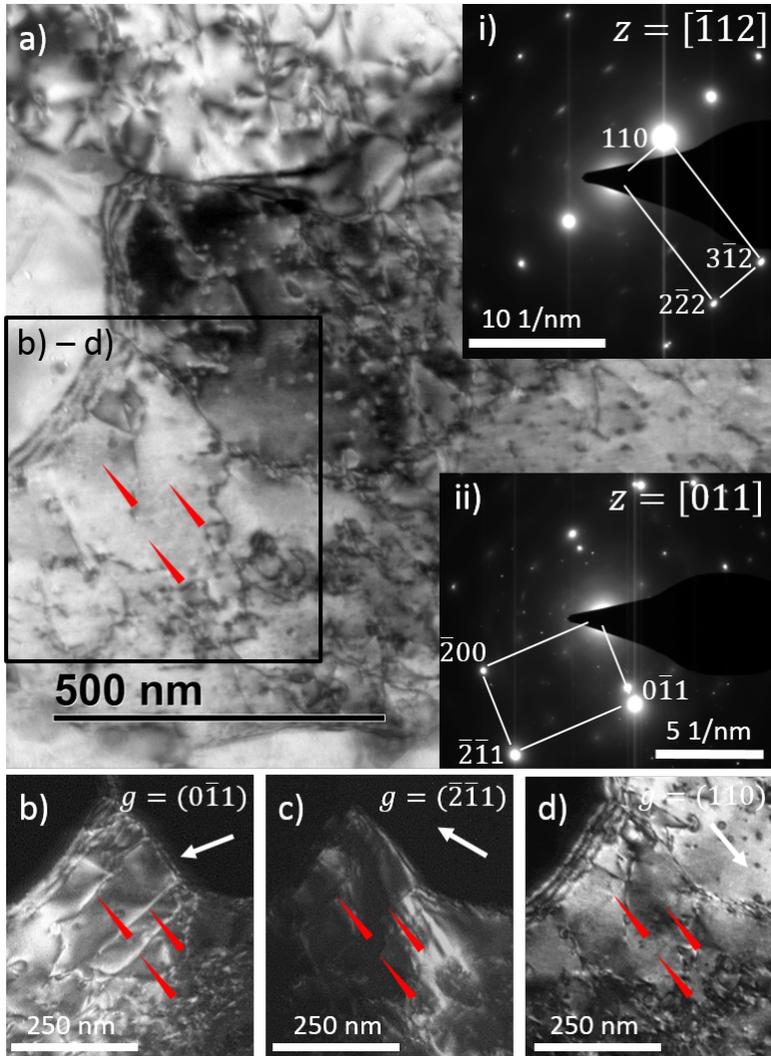


Abbildung 5.16: TEM- (a) HF- bzw. (b) bis (d) DF-Aufnahmen zeigen sehr dichte und wirre Anordnung von Versetzungen nach einem LCF-Versuch, der bei  $500^\circ\text{C}$  und  $\varepsilon_a = 0,7\%$  durchgeführt wurde. (b) Gerade verlaufende Versetzungen mit maximalem Kontrast für  $\vec{g} = (0\bar{1}1)$  sind für (c)  $\vec{g} = (\bar{2}\bar{1}1)$  und (c)  $\vec{g} = (110)$  unsichtbar.

zungsdichte weiterhin sehr hoch. Die Versetzungen zeigen keine spezifische Anordnung und sind dicht und ungeordnet in den einzelnen Körnern bzw. Subkörnern verteilt. Das Gefüge ähnelt der typisch F/M-Struktur. Weitere Aufnahmen bei gleicher Temperatur zeigten keinen merklichen Einfluss der unterschiedlichen Dehnamplituden auf die Versetzungsstruktur.

Die Dunkelfeld- (DF-)Aufnahmen in Abbildung 5.16 (b) bis (d) zeigen die in Abbildung 5.16 (a) markierte Stelle für verschiedene Beugungsbedingungen. Für  $\vec{g} = (0\bar{1}1)$  sind die mit roten Pfeilen markierten Versetzungen deutlich sichtbar. Im Gegensatz dazu zeigen die DF-Aufnahmen für die Beugungsvektoren  $\vec{g} = (\bar{2}\bar{1}1)$  und  $\vec{g} = (110)$  eine vollständige Auslöschung des Versetzungscontrasts. Diese Versetzungen verlaufen im Vergleich zu den ungeordneten Versetzungen gerade und sind im HF nicht sichtbar.

Das Auslöschungskriterium für Versetzungen ist gegeben durch [153]:

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0 \quad (5.13)$$

wobei  $\vec{b}$  der Burgersvektor ist. Anhand dieses Kriteriums kann  $\vec{b}$  für mindestens zwei vollständige Auslöschungen bestimmt werden, da  $\vec{b}$  parallel zu  $\vec{g}_1 \times \vec{g}_2$  verläuft. Wie oben bereits erwähnt, verschwindet für  $\vec{g} = (\bar{2}\bar{1}1)$  und  $\vec{g} = (110)$  der Versetzungscontrast. Das Vektorprodukt beider Beugungsvektoren ergibt einen Burgersvektor von  $\vec{b} = \pm \frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ . Er entspricht dem Burgersvektor für krz-Kristallsysteme  $\vec{b} = \frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ .

Tabelle 5.6 fasst die Werte für  $\vec{g} \cdot \vec{b}$  der Beugungsbedingungen in Abbildung 5.16 b) bis d) und der möglichen Burgersvektoren  $\vec{b} = \frac{1}{2} \langle 111 \rangle$  zusammen. Gl. 5.13 ist nur für  $\vec{b} = \pm \frac{1}{2} [1\bar{1}1]$  und die beiden Beugungsbedingungen  $\vec{g} = (\bar{2}\bar{1}1)$  sowie  $\vec{g} = (110)$  gleichzeitig erfüllt. Zusätzlich nimmt Gl. 5.13 für die Beugungsbedingung  $\vec{g} = (0\bar{1}1)$  mit sehr starkem Versetzungscontrast den Wert  $\pm 2$  an. Dies unterstreicht das Ergebnis für  $\vec{b} = \pm \frac{1}{2} [1\bar{1}1]$ . Da  $\vec{b}$  parallel zur Versetzungslinie in Abbildung 5.16 (d) verläuft, kann angenommen werden, dass die geraden Versetzungssegmente Schraubencharakter haben (vgl. Abbildung 5.17).

Tabelle 5.6: Werte des Auslöschungskriteriums für die Beugungsbedingungen  $\vec{g}$  in Abbildung 5.16 b) bis d) und verschiedene Burgersvektoren  $\vec{b} = \frac{1}{2} \langle 111 \rangle$ .

$\vec{g}_{hkl}$	Auslöschung	$\pm \frac{1}{2} [111]$	$\pm \frac{1}{2} [\bar{1}11]$	$\pm \frac{1}{2} [1\bar{1}1]$	$\pm \frac{1}{2} [11\bar{1}]$
$0\bar{1}1$	nein	0	0	$\pm 2$	$\pm 2$
$\bar{2}\bar{1}1$	ja	$\pm 2$	$\pm 2$	0	$\pm 4$
110	ja	$\pm 2$	0	0	$\pm 2$

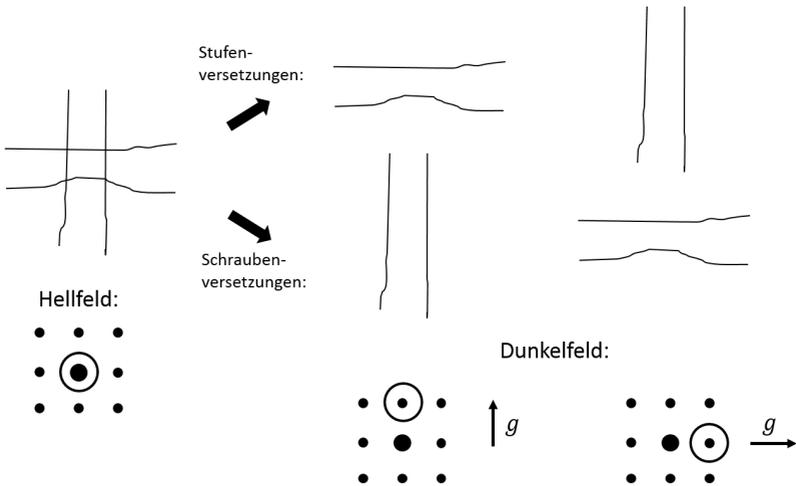


Abbildung 5.17: Schematische Darstellung des Versetzungscontrasts für Stufen- und Schraubenversetzungen nach [154].

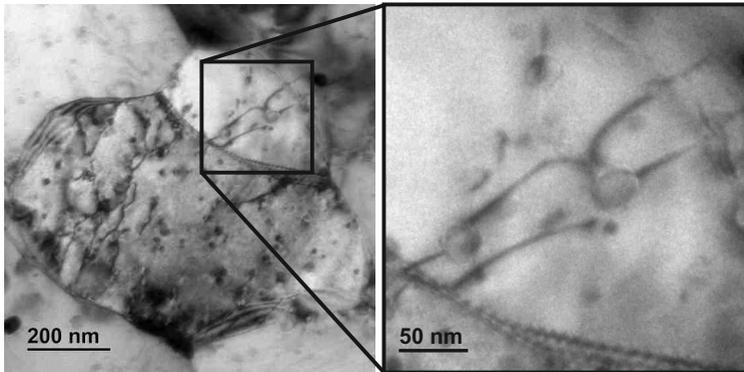


Abbildung 5.18: TEM-HF: Ausbauchen der Versetzungen an Oxidpartikeln zeigen starke Hinderniswirkung der Teilchen auf die Versetzungsbewegung bei 500 °C.

Die HF-Aufnahme in Abbildung 5.18 zeigt einen Bereich der 500 °C Probe mit mehreren Körnern, die eine Vielzahl an Oxidpartikeln und Versetzungen enthalten. Die Versetzungslinien bauchen sich deutlich zwischen den Oxidpartikeln aus und belegen die starke Hinderniswirkung auf die Versetzungsbewegung. Der vergrößerte Ausschnitt zeigt, wie sich zwei Versetzungssegmente auf der Rückseite eines Teilchens gegenseitig anziehen. Dies ist ein weiteres Indiz, dass bei 500 °C der Orowan-Mechanismus der dominierende Härtungsmechanismus ist (vgl. Abschnitt 2.2.1 und 5.1.3). Weitere Versetzungen sind an der Grenzfläche zwischen Teilchen und Matrix gepinnt.

### **Gefüge nach LCF-Versuch bei 600 °C**

Abbildung 5.19 zeigt exemplarisch die Versetzungsstruktur nach einem LCF-Versuch, der bei 600 °C und einer Dehnamplitude von  $\epsilon_a = 0,5\%$  durchgeführt wurde. Die Probe ist Nahe der [111]-Zonenachse orientiert und wurde für die DF-Aufnahmen leicht verkippt, um jeweils andere Beu-

gungsreflexe anzuregen. Die Versetzungsdichte ist etwas geringer als bei 500 °C. In den einzelnen Körnern bzw. Subkörnern gibt es neben den Bereichen mit dichten und ungeordneten Versetzungen auch versetzungsfreie Bereiche. Im Vergleich zu 500 °C ordnen sich vermehrt geradlinige Versetzungen parallel zueinander an. Der Versetzungscharakter konnte nicht bestimmt werden, da nur eine Beugungsbedingung für  $\vec{g} = (1\bar{1}0)$  zu einer vollständigen Auslöschung einiger Versetzungen führte (siehe Pfeile in Abbildung 5.19 (c)).

Die STEM-HAADF-Aufnahme (Abk.: *engl.* Scanning Transmission Electron Microscopy High-Angle Annular Dark Field) in Abbildung 5.20 zeigt deutlich die hohe Versetzungsdichte und die starke Wechselwirkung der Versetzungen mit den Dispersoiden. Die meisten Versetzungen sind an den Oxidpartikeln verankert und sind teilweise sehr stark gekrümmt.

### **Gefüge nach LCF-Versuch bei 650 °C**

Abbildung 5.21 (a) zeigt die TEM-HF-Aufnahme nach einer zyklischen Belastung bei 650 °C und einer Dehnamplitude von  $\epsilon_a = 0,5\%$ . Das dazugehörige Beugungsbild i) nahe der [101]-Zonenachse ist dem Einschub oben links zu entnehmen. Ein weiteres Beugungsbild ii) wurde nach einer Verkipfung um  $\alpha = 6,23^\circ$  für den selben Probenbereich aufgenommen. Die DF-Aufnahmen in Abbildung 5.21 (b) bis (e) zeigen das gleiche Korn für verschiedenen Beugungsbedingungen.

Die Versetzungsdichte ist deutlich geringer als bei 500 und 600 °C. Nur vereinzelt gibt es Bereiche mit dichten und ungeordneten Versetzung. Die meisten Versetzungen sind parallel zueinander angeordnet und zeigen einen geraden Verlauf. Ihre Versetzungslinien schneiden sich unter einem bestimmten Winkel, d.h. die Versetzungsbewegung findet auf zwei unterschiedlichen Gleitsystemen statt. Dies wird auch als „double slip cross-over“ bezeichnet. Die Oxidpartikel liegen auf den Versetzungslinien, d.h. sie wirken immer noch als Hindernisse für die Versetzungsbewegung. Der Charakter der Ver-

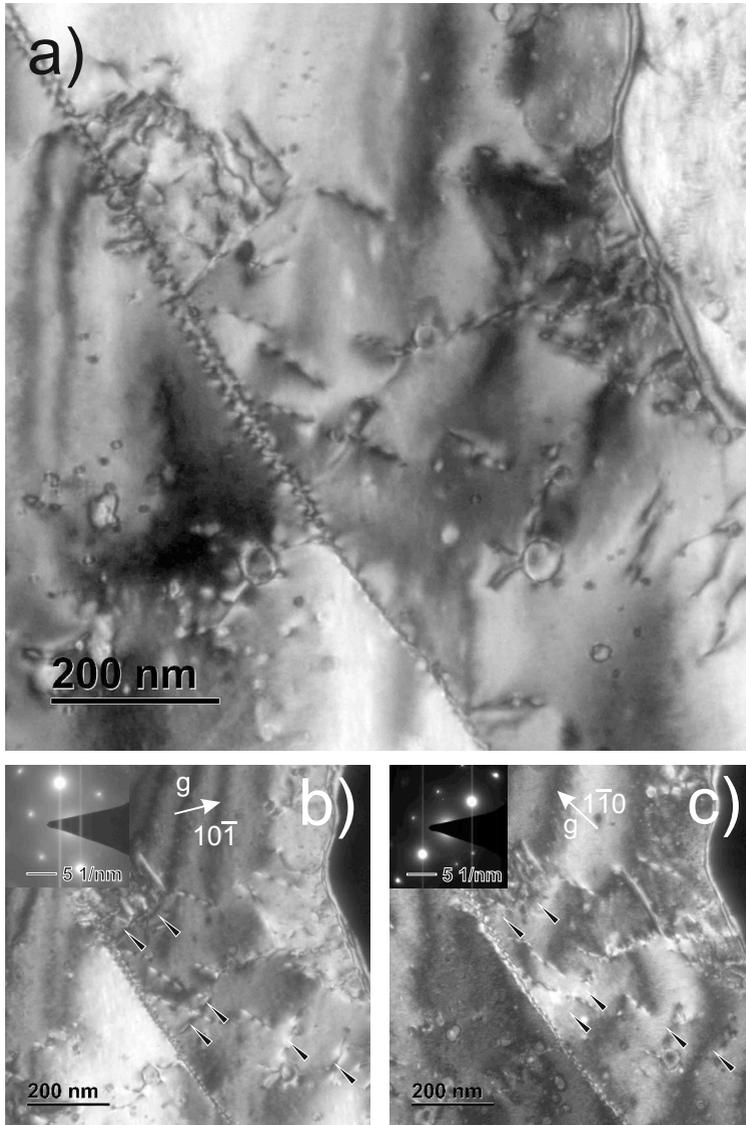


Abbildung 5.19: a) TEM-HF der Versetzungsstruktur nach einem LCF-Versuch, der bei 600 °C und  $\epsilon_a = 0,5\%$  durchgeführt wurde. DF für (b)  $\vec{g} = (10\bar{1})$  und (c)  $\vec{g} = (\bar{1}10)$ .



Abbildung 5.20: STEM-HAADF-Aufnahme zeigt hohe Versetzungsdichte und starke Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Dispersoiden bei 600 °C.

setzungen ist mit den vorliegenden Beugungsbedingungen nicht eindeutig bestimmbar, da nur für  $\vec{g} = (\bar{3}\bar{4}3)$  eine vollständige Auslöschung einiger horizontal verlaufender Versetzungen eingestellt werden konnte.

Die Korngröße in Abbildung 5.21 ist größer als bei 500 °C und 600 °C bzw. als im Ausgangszustand des Materials. Die feine Kornstruktur mit Subkorn Grenzen ist nicht mehr oder nur noch vereinzelt zu erkennen.

Abbildung 5.22 zeigt eine STEM-HAADF-Aufnahme nach einem LCF-Versuch, der bei 650 °C und einer Dehnamplitude von  $\varepsilon_a = 0,9\%$  durchgeführt wurde. Es sind viele Körner erkennbar, die einen Korndurchmesser größer als 1  $\mu\text{m}$  aufweisen. Die F/M-Gefügestruktur ist kaum noch vorhanden. Zusätzlich zeigen die feinen hellen Linien innerhalb der Körner den geradlinigen Verlauf der parallel angeordneten Versetzungen.

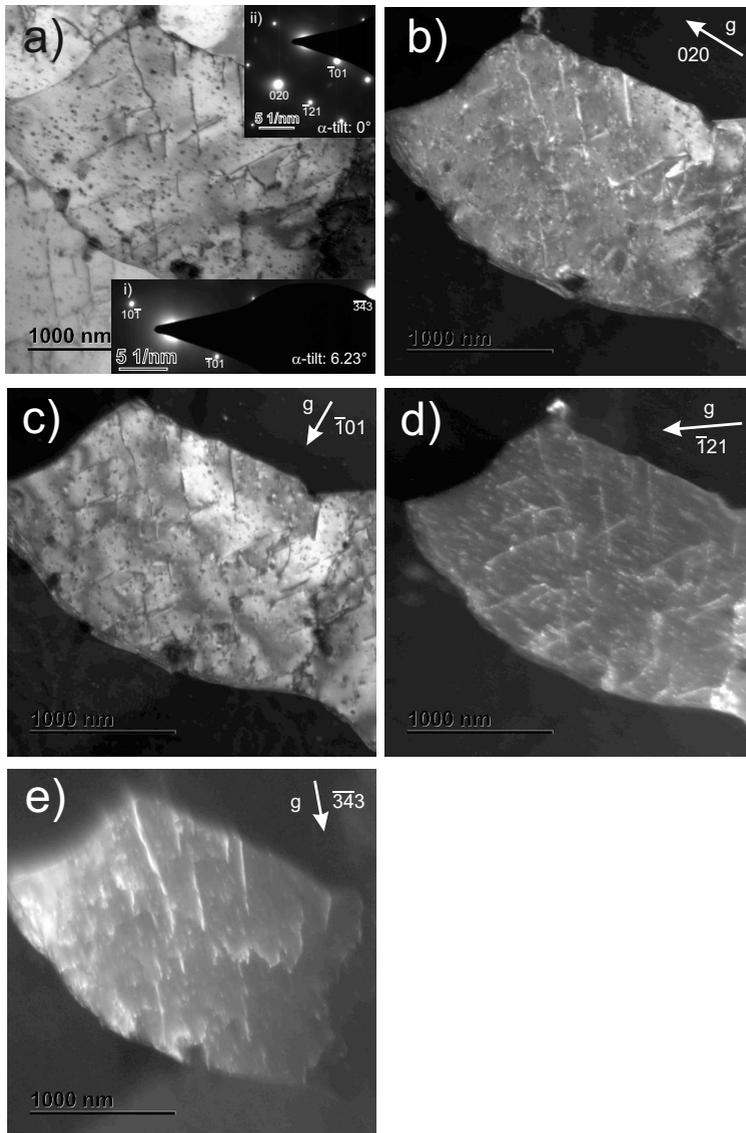


Abbildung 5.21: (a) TEM-HF zeigt Versetzungsstruktur nach einem LCF-Versuch, der bei  $650^\circ\text{C}$  und  $\epsilon_a = 0,5\%$  durchgeführt wurde. (b) bis (e) DF-Aufnahmen für verschiedene Beugungsvektoren.

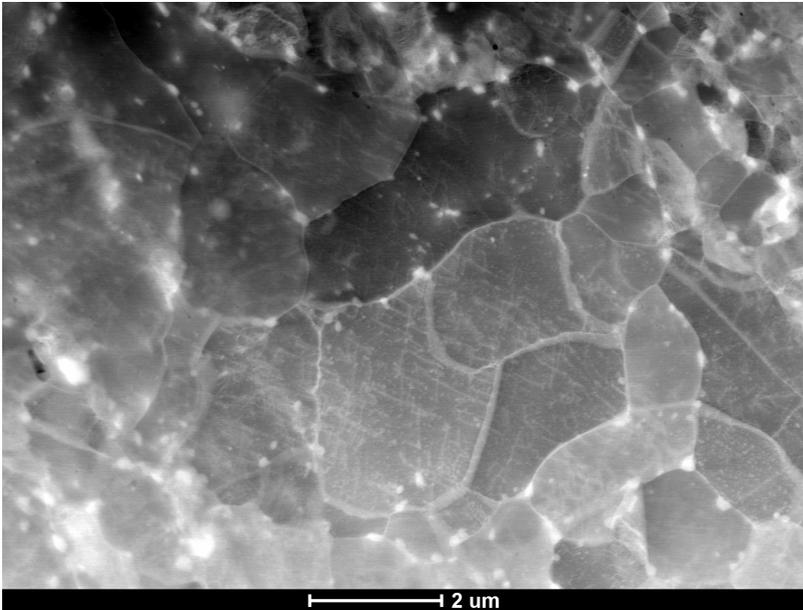


Abbildung 5.22: STEM-HAADF-Aufnahme zeigt teilweise Vergrößerung der Gefügestrukturen und parallel angeordnete Versetzungen nach einem LCF-Versuch, der bei 650 °C und  $\epsilon_a = 0,9\%$  durchgeführt wurde.

### 5.2.4 Diskussion

#### Wechselverformungsverhalten

Die Wechselverformungskurven in Abbildung 5.8 zeigen das kontinuierliche zyklische Entfestigungsverhalten von ODS T91. Generell nimmt die Spannungsamplitude mit jedem Zyklus ab. Für hohe Temperaturen und geringe Dehnamplituden findet in den ersten Zyklen der LCF-Versuche eine leichte zyklische Verfestigung statt. Das zyklische Entfestigungsverhalten des ODS-Stahls ist vergleichbar mit dem der konventionellen F/M-Stähle, wobei die gesamte Lebensdauer bis zum Versagen in drei Bereiche geglie-

dert werden kann [13]. Im ersten Bereich entfestigt ODS T91 am stärksten bevor die Wechselverformungskurven in einen deutlich flacheren, linearen Verlauf übergehen. Die Hysteresen zeigen keine Stabilisierung, d.h. die Spannungsamplitude nimmt während der gesamten Lebensdauer ab. Am Ende fällt die Festigkeit aufgrund der Schädigung des Kontinuums deutlich ab.

Die zyklische Entfestigung teilchen- bzw. ausscheidungsgehärteter Materialien kann durch mehrere Mechanismen erklärt werden [82]:

- *Wiederauflösung* von metastabilen Ausscheidungen, wenn diese von Versetzungen geschnitten werden und ihr Radius unter den kritischen Keimbildungsradius fällt.
- *Überalterung* und das damit verbundene Wachstum von Ausscheidungen. Diese können die feine Subkornstruktur nicht mehr stabilisieren, welche in der Folge wächst oder verschwindet.
- *Neuanordnung und Annihilation* der durch die martensitische Phasenumwandlung induzierten Versetzungen, wodurch innere Spannungen abgebaut werden.

Die TEM-Untersuchungen der ermüdeten Proben in Abschnitt 5.2.3 zeigen, dass die  $Y_2O_3$ -Partikel bzw. die größeren  $M_{23}C_6$ -Karbide nicht von Versetzungen geschnitten werden. Das Schneiden von Teilchen ist nur möglich, wenn diese kohärent mit der Matrix verbunden und ausreichend klein sind [59]. Die HRTEM-Untersuchungen der  $Y_2O_3$ -Partikel in Abschnitt 4.2 zeigen zwar eine Orientierungsbeziehung zwischen Teilchen und Matrix, Kohärenz wurde jedoch nicht festgestellt (siehe Abbildung 4.6).

Die Karbide an den Korngrenzen zeigen entsprechend den Untersuchungen der Zugproben (vgl. Abschnitt 5.1.2) ein deutliches Wachstum während der Verformung bei höheren Temperaturen. In der Folge ist eine Vergrößerung

der martensitischen Subkornstruktur zugunsten globularer Körner zu beobachten.

Die TEM-Untersuchungen der Versetzungsstruktur konnten qualitativ zeigen, dass die Neuordnung und Annihilation der Versetzung die Hauptursache für die zyklische Entfestigung ist. Die anfänglich sehr hohe Versetzungsdichte, die durch die martensitischen Phasenumwandlung entsteht, nimmt mit zunehmender Temperatur stärker ab. Die Versetzungsstruktur unterscheidet sich bei 500 °C kaum vom Ausgangszustand des F/M-Materials. Die Versetzungen liegen sehr dicht und ungeordnet vor. Das Gefüge entspricht dem des getemperten Martensits (vgl. Abbildung 4.2). Vereinzelt sind gerade Versetzungssegmente mit Schraubencharakter zu erkennen. Sie können bei den Versuchstemperaturen Quergleiten und somit die Oxidpartikel leichter umgehen. Somit sind sie relativ frei beweglich. Andere Versetzungssegmente sind bei 500 °C, ähnlich wie bei den Zugversuchen, sehr stark gekrümmt. Die Versetzungen bauchen sich zwischen den Dispersoiden aus und bilden Orowan-Ringe (siehe Abbildung 5.18). Die starke Hinderniswirkung ist der Grund für die hohe Festigkeit des Materials bei 500 °C. Mit zunehmender Temperatur werden die ungeordneten Bereiche mit hoher Versetzungsdichte weniger. In den meisten Körnern verlaufen die Versetzungen gerade und parallel zueinander. Ihr gegenseitiger Abstand ist ähnlich. Die Versetzungen bilden zwei Gruppen mit unterschiedlicher Orientierung, die sich in einem bestimmten Winkel kreuzen. Die Versetzungsbewegung findet somit auf zwei unterschiedlichen Gleitsystemen statt. Dies wird in der englischsprachigen Literatur auch als „double slip crossover“ bezeichnet.

Das zyklische Ver- bzw. Entfestigungsverhalten von Metallen kann aus den Ergebnissen der Zugversuche prognostiziert werden. Die Untersuchungen von Smith *et al.* [155] haben gezeigt, dass die meisten Materialien mit einem Verhältnis der Zugfestigkeit zur Ersatzstreckgrenze  $R_m/R_{p,0,2}$  größer als 1,4 zyklisch verfestigen, wogegen solche Materialien mit einem Verhältnis kleiner als 1,2 entfestigen. Für  $1,2 < R_m/R_{p,0,2} < 1,4$  konnte entweder eine zy-

klische Ver- oder Entfestigung festgestellt werden. Das Verhältnis von  $R_m$  zu  $R_{p,0,2}$  von ODS T91 beträgt 1,07 bei 500 °C (vgl. Abschnitt 5.1.1). Folglich sollte, wie die LCF-Versuche zeigen, keine Verfestigung auftreten. Bei 600 und 650 °C beträgt  $R_m/R_{p,0,2}$  1,22 und 1,2. Bei diesen Temperaturen wurde für ODS T91 in den ersten Zyklen eine leichte Verfestigung festgestellt.

Die meisten Untersuchungen des Ermüdungsverhaltens F/M-Stähle zeigten keine anfängliche Verfestigung [13, 146, 156]. Nagesha *et al.* konnte eine ähnliche Zunahme der Festigkeit wie bei ODS T91 in den ersten Zyklen der LCF-Versuche für mod. 9Cr-1Mo Stähle feststellen [144]. Es wurden drei Möglichkeiten für die Verfestigung angenommen:

- Gegenseitige Wechselwirkung zwischen Versetzungen
- Bildung feiner Ausscheidungen an den Versetzungen während des Versuchs
- Wechselwirkung zwischen Versetzungen und gelösten Fremdatomen

Die elastischen Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und gelösten Fremdatomen lassen sich durch das Phänomen der dynamischen Reckalterung erkennen. Ein Anzeichen hierfür ist beispielsweise ein gezackter Verlauf der Fließkurven in einem bestimmten Bereich der Temperatur und der Dehnrates. Dies konnte für ODS T91 nicht festgestellt werden (vgl. Abschnitt 5.1.1). Da die leichte anfängliche Verfestigung nur wenige Zyklen betrifft und keine merklichen Auswirkungen auf das gesamte Wechselverformungsverhalten hat, wurde es nicht weiter untersucht.

Eine kritische Beurteilung der ZSD-Kurven in Abschnitt 5.2.1 zeigt, dass sie zur Beschreibung des Wechselverformungsverhaltens F/M-ODS-Stähle nicht ausreichen. Aufgrund des kontinuierlichen zyklischen Entfestigungsverhaltens können die zu ihrer Bestimmung notwendigen Materialkenngrößen (z.B.: Spannungsamplitude und inelastischen Dehnamplitude) nicht für einen zyklisch stabilisierten Zustand bestimmt werden. Sie sind deshalb

für eine gewisse Zyklenzahl bzw. für die halbe Lebensdauer definiert. Zudem sind für eine ausreichende Anpassung des zyklischen Verfestigungskoeffizienten bzw. -exponenten aus Gl. 5.8 eine größere Anzahl an LCF-Versuchen mit unterschiedlichen Dehnamplituden nötig. Eine Vorhersage des Wechselver- bzw. -entfestigungsverhaltens außerhalb des untersuchten Bereichs der Dehnamplituden führt eventuell zu unrealistischen Ergebnissen. Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die ZSD-Kurven im angepassten Bereich zwar vorhersagen, ob der Werkstoff zyklisch ver- oder entfestigt, der komplexe Verlauf des Wechselverformungsverhalten kann jedoch nicht abgebildet werden. Aus diesem Grund sollten zur Beschreibung des kontinuierlichen zyklischen Entfestigungsverhaltens F/M-ODS-Stähle die Wechselverformungskurven verwendet werden.

Für die Modellierung des Werkstoffverhaltens ist es hilfreich die Spannungsamplitude als Funktion der akkumulierten inelastischen Dehnung darzustellen (siehe Abbildung 5.23). Die inelastische Verformung bewirkt eine Änderung der Versetzungsdichte bzw. deren Anordnung und ist folglich mit für das zyklische Ver- und Entfestigungsverhalten des Materials verantwortlich. Ein weiterer Vorteil dieser Auftragung ist eine bessere Vergleichbarkeit zwischen unterschiedlichen Dehnamplituden.

Die Evolutionsgleichungen der isotropen Ent- bzw. Verfestigung viskoplastischer Stoffgesetze beschreiben im Experiment den Verlauf der Spannungsamplitude bezüglich der Maximalspannung als Funktion der akkumulierten inelastischen Dehnung (siehe Abbildung 5.24). In einem späteren Kapitel wird ihre physikalische Anpassung an die Versuchsdaten beschrieben (vgl. Abschnitt 6.2.1). Die so erhaltenen Parameter sind ein Maß für die Entfestigung und erlauben einen Vergleich mit anderer Materialien. Sie sind für ODS T91 und zwei F/M-Stähle [13] in Tabelle 5.7 aufgelistet. Der Parameter  $\psi_{s,\infty}$  beschreibt, wie stark das Material relativ zur Spitzenspannung des ersten Zyklus entfestigt. Die zyklische Entfestigung von ODS T91 ist im Vergleich zu F82H mod. und Eurofer 97 um den Faktor drei geringer.

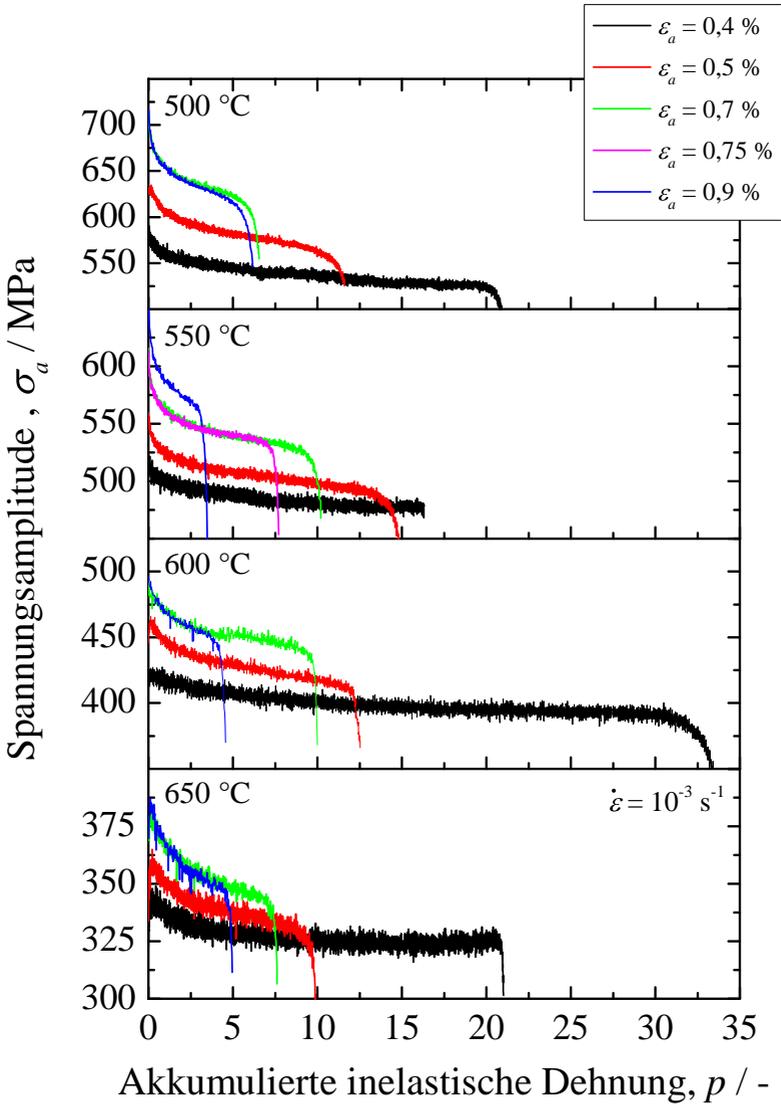


Abbildung 5.23: Spannungsamplitude als Funktion der akkumulierten inelastischen Dehnung von ODS T91 bei 500, 550, 600 und 650 °C und verschiedenen Dehnamplituden.

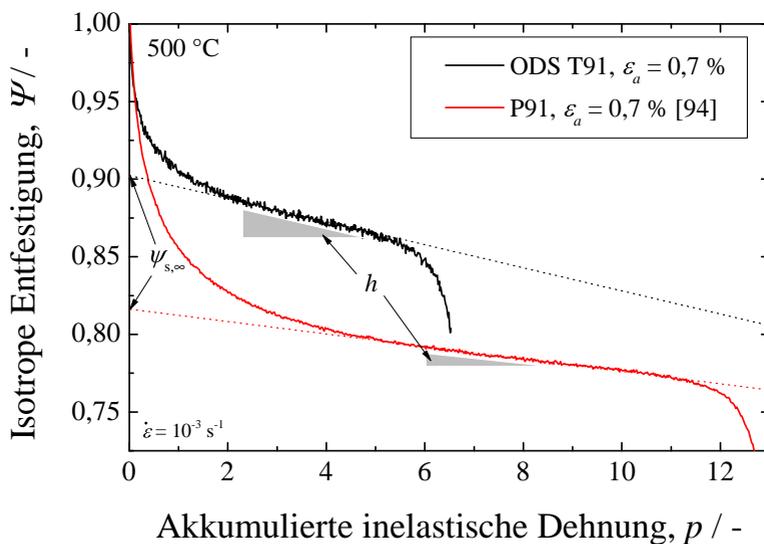


Abbildung 5.24: Vergleich des Wechselentfestigungsverhaltens von ODS T91 und P91 [94] bei 500 °C und  $\varepsilon_a = 0,7\%$ .

Tabelle 5.7: Modellparameter der isotropen Entfestigung zur Quantifizierung der zyklischen Entfestigung unterschiedlicher Materialien.

Material	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	$\psi_{s,\infty} / -$	$h / -$	Quelle
ODS T91	500	0,12	$5,07 \cdot 10^{-3}$	
	600	0,11	$5,43 \cdot 10^{-3}$	
	650	0,09	$1,2 \cdot 10^{-3}$	
F82H mod.	450	0,308	$1,7 \cdot 10^{-3}$	
	550	0,346	$1,87 \cdot 10^{-3}$	[13]
	650	0,377	$4,25 \cdot 10^{-3}$	
Eurofer 97	450	0,293	$1,85 \cdot 10^{-5}$	
	550	0,35	$9,8 \cdot 10^{-4}$	[13]

Abbildung 5.24 veranschaulicht diesen Sachverhalt am Beispiel von ODS T91 und P91 bei 500 °C. Dies ist ein Indiz für die stabilisierende Wirkung der Oxidpartikel auf das zyklische Entfestigungsverhalten. Eine Verbesserung des Wechselverformungsverhaltens konnte auch für andere ODS-Stähle festgestellt werden [19, 100, 101, 102]. Chauhan *et al.* haben kürzlich gezeigt, dass hierbei eine homogene Verteilung der Teilchen eine wichtige Rolle spielt [103]. Im Unterschied zu den nicht ODS-Stählen wird  $\psi_{s,\infty}$  für ODS T91 mit zunehmender Temperatur kleiner. Eine Erklärung für die geringere zyklische Entfestigung mit zunehmender Temperatur könnten statische und dynamische Erholungsprozesse sein, die schon während des Hochheizens oder bei der ersten Belastung die Festigkeit reduzieren. Die statische Erholung führt zum Abbau von Eigenspannungen. Dabei lagern sich Versetzungen um und löschen sich gegenseitig aus. In der Folge nimmt die Festigkeit ab. Bei der dynamischen Erholung können Versetzungen während der inelastischen Verformung durch Quergleiten oder diffusionskontrollierte Kletterprozesse ihre Gleitebene verlassen. Versetzungen mit unterschiedlichen Vorzeichen können dadurch rekombinieren oder sich bei gleichen Vorzeichen zu energetisch günstigeren Versetzungsanordnungen zusammenschließen. Der Parameter  $h$  beschreibt die Steigung des linearen Bereichs der zyklischen Entfestigung bei einer Auftragung der Spannungsamplitude als Funktion der akkumulierten inelastischen Dehnung (siehe Abbildung 5.24). Wie  $\psi_{s,\infty}$  nimmt auch  $h$  für den ODS-Stahl mit steigender Temperatur ab und für die konventionellen 9Cr-Stähle zu.

### Empirische Lebensdaueranalyse

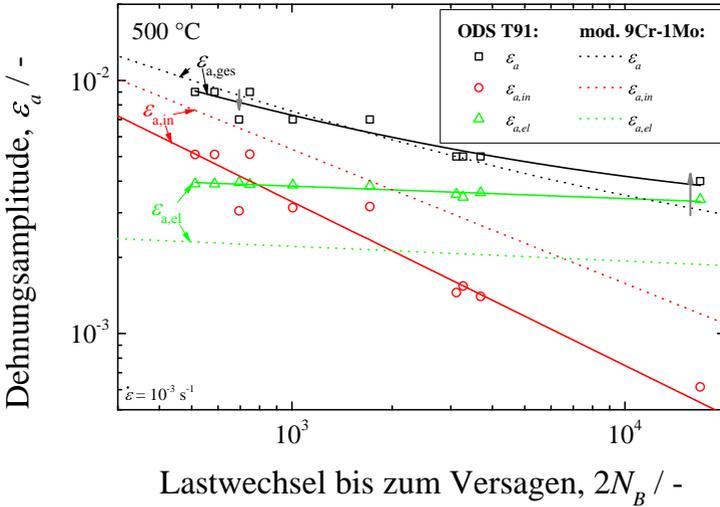
Die Lebensdauer zyklisch belasteter Werkstoffe ist in den meisten Fällen begrenzt. Ihre Vorhersage ist deshalb für die Auslegung von Bauteilen von größtem Interesse. Eine Möglichkeit ist die empirische Lebensdaueranalyse. Sie verknüpft experimentell leicht zugängliche Materialkenngrößen der LCF-Versuche ( $\epsilon_a$ ,  $\epsilon_{a,in}$  und  $\epsilon_{a,el}$ ) mit der Anzahl der Lastwechsel bis

zum Versagen. Die Abbildungen 5.25 (a) und (b) zeigen die elastische, inelastische und gesamte Dehnamplitude als Funktion der Lastwechsel bis zum Versagen von ODS T91 und einem mod. 9Cr-1Mo Stahl [156] bei 500 °C und 600 °C. Die inelastische Linie wurde mit der Manson-Coffin-Beziehung angepasst. Die Anpassung der elastischen und folglich auch der gesamten Dehnamplitude konnte nicht mit der Basquin-Gl. durchgeführt werden, da für eine zuverlässige Beschreibung der Lebensdauer im Langzeitermüdungs- (HCF)-Bereich (HCF, Abk. *engl.* high-cycle-fatigue) mehr Daten bei geringeren Belastungsamplituden und höheren Bruchlastspielzahlen nötig sind. Zum besseren Vergleich der Lebensdauerdaten mit denen des mod. 9Cr-1Mo Stahls wurden Trendlinien als optisches Hilfsmittel für die elastische bzw. gesamte Dehnamplitude angepasst (vgl. Abschnitt 5.2.2).

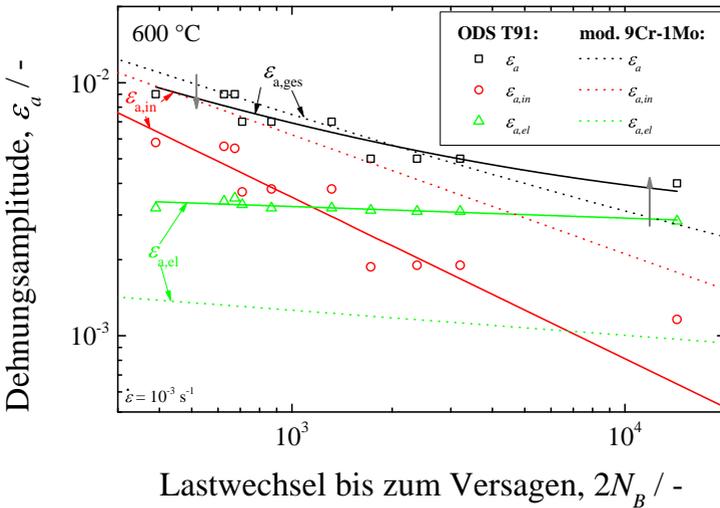
Die inelastischen Lebensdauerdaten können sehr gut durch die Manson-Coffin-Beziehung beschrieben werden. Der Ermüdungsduktilitätskoeffizient  $c'$  von ODS T91 liegt in dem für Metalle typischen Bereich zwischen  $-0,5$  und  $-0,7$  [82] (vgl. Tabelle 5.4). Er ist für die betrachteten Temperaturen etwas größer im Vergleich zu dem des mod. 9Cr-1Mo Stahls [156]. Die Werte für  $c'$  und  $\epsilon'_B$  stimmen zudem gut mit denen anderer ODS-Stähle bei vergleichbaren Temperaturen überein [19, 22, 101].

Auf den ersten Blick liegen die Lebensdauerdaten beider Materialien für 500 und 600 °C bezüglich der Dehnamplitude im selben Bereich. Dies wird noch deutlicher, wenn die Streuung der Bruchlastspielzahl berücksichtigt wird. Für eine genauere Analyse der Lebensdauerdaten werden die elastischen und inelastischen Dehnamplituden als Funktion der Lastwechsel bis zum Versagen im Folgenden separat voneinander betrachtet.

Die Abbildungen 5.25 (a) und (b) zeigen deutlich, dass ODS T91 im Vergleich zum mod. 9Cr-1Mo Stahl aufgrund seiner besseren Hochtemperaturwiderstandsfähigkeit einen kleineren inelastischen und größeren elastischen Anteil zur Gesamtdehnamplitude aufweist. In der Folge schneiden sich die elastischen und inelastischen Linien für den ODS-Stahl bei größeren Belastungsamplituden und geringeren Lebensdauern. Der Schnittpunkt wird als



(a)



(b)

Abbildung 5.25: Gesamte, inelastische und elastische Dehnungsamplitude als Funktion der Lastwechsel bis zum Versagen von ODS T91 und einem mod. 9Cr Stahl [156] bei 500 und 600 °C.

Übergangermüdungslebensdauer bezeichnet. Sie trennt, wie im Ergebnisteil 5.2.2 beschrieben, den Bereich der Dehnungswöhlerlinie, der von der inelastischen Verformung dominiert wird, von dem Bereich, indem die elastische Verformung überwiegt. Bei großen Belastungsamplituden nähert sich die inelastische Linie der Dehnungswöhlerlinie asymptotisch an und kann durch die Manson-Coffin-Gerade beschrieben werden. Umgekehrt wird der Abstand zwischen elastischer Linie und Dehnungswöhlerlinie bei geringen Belastungsamplituden immer geringer. Hier kann die Lebensdauer durch die Basquin-Beziehung beschrieben werden. Die Lebensdauerdaten von ODS T91 liegen in diesem Übergangsbereich. Die Ermüdungswiderstandsfähigkeit von ODS T91 wird für die untersuchten Bedingungen gut durch die Manson-Coffin-Beziehung wiedergegeben. Für niedrige Belastungsamplituden stehen allerdings zu wenig Daten für eine zuverlässige Prognose zur Verfügung. Zudem ist die elastische Gerade sehr flach, d.h. eine kleine Änderung in der elastischen Dehnamplitude führt zu großen Abweichungen in der Bruchlastspielzahl. Der hohe elastische Anteil von ODS T91, lässt dennoch vermuten, dass die Ermüdungswiderstandsfähigkeit für kleinere Dehnamplituden gegenüber dem mod. 9Cr-1Mo Stahl überlegen ist. Landgraf konnte schon früh zeigen, dass im Allgemeinen duktile Materialien mit einem hohen inelastischen Anteil bei großen Belastungsamplituden höhere Bruchlastspielzahlen ertragen.[157] Materialien mit einer hohen Festigkeit und hohem elastischen Anteil schneiden hingegen bei kleinen Belastungsamplituden besser ab. Dieser Trend soll durch die nach oben und unten zeigenden, grauen Pfeile in den Abbildungen 5.25 (a) und (b) verdeutlicht werden.

Wie schon bei den ZSD-Kurven müssen für die empirische Lebensdaueranalyse  $\varepsilon_{a,el}$  und  $\varepsilon_{a,in}$  für die halbe Lebensdauer bestimmt werden.  $\varepsilon_{a,el}$  und  $\varepsilon_{a,in}$  für Materialien mit kontinuierlicher Wechselentfestigung für die halbe Lebensdauer bzw. eine vorher festgelegte Zyklenzahl definiert. Dies mindert die Vergleichbarkeit der Parameter zwischen unterschiedlichen Mate-

rialien, da diese Methode nicht eindeutig ist. Ein weiteres Problem ist, dass manche Materialien bei kleinen Belastungsamplituden vom linearen Zusammenhang der Manson-Coffin-Beziehung in der doppelt-logarithmischen Auftragung abweichen [157]. Eine Prognose der Lebensdauer von diesen Materialien wird dadurch zusätzlich erschwert. Da die Auslegung mittels dieser relativ einfachen Lebensdauervorhersage einige Schwierigkeiten mit sich bringt, ist dies gleichzeitig eine Motivation, das viskoplastische Verformungsverhalten von ODS-Legierungen zu modellieren, um unter Berücksichtigung eines geeigneten Schädigungsmodells die Lebensdauer möglichst genau zu berechnen.

### 5.2.5 Schlussfolgerung

- ODS T91 zeigt ein ähnliches kontinuierliches zyklisches Entfestigungsverhalten wie die nicht-ODS-F/M-Stähle.
- Die ZSD-Kurven allein reichen nicht aus, um das kontinuierliche zyklische Entfestigungsverhalten F/M-ODS-Stähle zu beschreiben.
- Der Vergleich der isotropen Parameter zeigt eine geringere zyklische Entfestigung von ODS T91 gegenüber dem Matrixmaterial. Dies ist ein Hinweis auf die stabilisierende Wirkung der Oxidpartikelverstärkung.
- Die Neuordnung und gegenseitige Auslöschung von Versetzungen ist der dominierende Entfestigungsmechanismus. Des Weiteren vergrößern die  $M_{23}C_6$ -Karbide mit zunehmender Temperatur an den Korngrenzen, wodurch die feine F/M-Subkornstruktur einer vermehrt globularen Subkornstruktur weicht.
- Die Ermüdungslebensdauer kann im untersuchten Bereich gut durch die Manson-Coffin-Beziehung wiedergegeben werden.

- ODS T91 erträgt für die auferlegten Dehnamplituden ca. die gleiche Anzahl an Lastwechsel wie das Matrixmaterial. Die vergleichbar hohe Festigkeit und somit geringere inelastische Dehnung lässt vermuten, dass die Ermüdungswiderstandsfähigkeit des ODS T91 gegenüber dem konventionellen Stahl für kleinere Dehnamplituden überlegen ist (vgl. [19, 105]). Zudem weist ODS T91 selbst für die in zukünftigen Kraftwerken angestrebten Temperaturen um die 650 °C akzeptable Lebensdauern auf. Bei diesen Temperaturen können die mod. 9Cr-1Mo Stähle nicht mehr eingesetzt werden.

### **5.3 Zyklischer Versuch mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten**

Im Bereich der Kriechermüdung treten, neben der kinematischen und isotropen Ver- bzw. Entfestigung, eine Vielzahl an Phänomenen auf, die durch geeignete Evolutionsgleichungen und deren Parameter beschrieben werden müssen. Darunter fallen dynamische bzw. statische Erholung, Memory-Effekte oder auch die Schädigung des Kontinuums. Die Parameterbestimmung viskoplastischer Stoffgesetze erfordert für gewöhnlich eine Vielzahl an Versuchen: Zugversuche mit unterschiedlichen Dehnraten, Kriech- bzw. Spannungsrelaxationsversuche und Ermüdungsversuche mit und ohne Haltezeit. Da dies während der Entwicklung eines neuen Materials aufgrund der geringen Menge oder der Geometrie des Halbzeugs nicht möglich ist, wurde in dieser Arbeit ein zyklischer Versuch mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten entwickelt, der auf einem Versuch von Huber und Tsakmakis basiert [158].

Die einzelnen Entwicklungsschritte vom ersten Ansatz bis zum aktuellen Versuch, der zur Optimierung der Modellparameter verwendet wurde, werden im nächsten Unterkapitel diskutiert. Anschließend werden die Ergebnisse vorgestellt und in der Diskussion hinsichtlich der Belastungsgeschichte und dem Einfluss der Haltezeit mit den Ermüdungsversuchen verglichen. Zur einfacheren Beschreibung wird dieser Versuch im Folgenden als Einprobenversuch (EPV) bezeichnet.

#### **5.3.1 Entwicklung des Versuchs**

Die Versuchsabläufe bzw. die Versuchsparameter sind für alle EPVs in Tabelle 5.8 aufgelistet. Für den ersten Ansatz wurde zunächst auf einen schon vorhandenen Belastungspfad zurückgegriffen – den sogenannten „Simplified Incremental“-Test [158, 159]. Er besteht aus drei Belastungssequenzen mit steigenden Dehnamplituden ( $\epsilon_a = 0,5, 0,7$  und  $0,9\%$ ). In jeder Sequenz

Tabelle 5.8: Versuchsparameter der vier EPVs. Für eine besseres Verständnis steht die Zyklenzahl in Klammern bei der Dehnrage. Die Änderungen sind kursiv dargestellt. Haltezeit im letzten<sup>†</sup> bzw. ersten<sup>‡</sup> Zyklus je Dehnamplitude.

Versuch	$\epsilon_a / \%$	$\dot{\epsilon} (N) / s^{-1}$	Haltezeit / s
EPV I <sup>†</sup>	0,5	$10^{-3}(8), 10^{-4}(4), 10^{-5}(2)$	1000
	0,7	$10^{-3}(8), 10^{-4}(4), 10^{-5}(2)$	2000
	0,9	$10^{-3}(8), 10^{-4}(4), 10^{-5}(2)$	4000
EPV II <sup>†</sup>	0,5	$10^{-3}(25)$	3600
	0,7	$10^{-3}(25)$	3600
	0,9	$10^{-3}(25)$	3600
EPV III <sup>‡</sup>	0,5	$10^{-3}(50)$	3600
	0,7	$10^{-3}(25)$	3600
	0,9	$10^{-3}(inf.)$	3600
EPV IV <sup>‡</sup>	0,5	$10^{-3}(100)$	3600
	0,7	$10^{-3}(50)$	1800
	0,9	$10^{-3}(inf.)$	900

wird die Dehnrage beginnend bei  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$  nach 8, 4 und 2 Zyklen um eine Zehnerpotenz verringert. Im letzten Zyklus jeder Sequenz mit konstanter Dehnamplitude wird eine Zughaltezeit durchgeführt. Sie variiert von 1000 s bei  $\epsilon_a = 0,5\%$  bis 4000 s bei  $\epsilon_a = 0,9\%$ .

Es hat sich gezeigt, dass die Ergebnisse des ersten EPVs nicht ausreichen, um das zyklische Verformungsverhalten ausreichend abzubilden. Die Zyklenzahl ist für das Auftreten einer zyklischen Ent- bzw. Verfestigung zu gering. Es hat sich zudem herausgestellt, dass die Spannung in der Haltezeit bei größeren Dehnamplituden schneller relaxiert. Die Dauer der drei Haltezeiten ist folglich bei der geringsten Belastungsstufe zu kurz und bei der

größten zu lang. Ein weiterer Nachteil dieses Versuchs ist die mit 8 h relativ lange Versuchsdauer. Sie resultiert aus den Abschnitten mit den niedrigen Dehnraten ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$  und  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ), die den größten Anteil des Versuchs ausmachen. Da ODS-Legierungen kaum eine Dehnratenabhängigkeit zeigen (vgl. Abschnitt 5.1.1), werden die folgenden Versuche auf die schnellste Dehnungsgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  reduziert. Zudem wird die Dehnratenabhängigkeit auch durch die Spannungsrelaxation in der Haltezeit abgebildet.

Für den zweiten EPV wurde zusätzlich die Zyklenzahl bei jeder Belastungsstufe auf 25 und die Haltezeiten auf eine Stunde erhöht. Durch die Änderungen in der Versuchsführung konnte zumindest das zyklische Entfestigungsverhalten für die beiden größeren Belastungsamplituden, ausreichend ermittelt werden. Die Zyklenzahl reichte bei  $\epsilon_a = 0,5 \%$  nicht aus um eine merkliche zyklische Entfestigung zu erreichen. Die lineare Abnahme der Festigkeit im Zweiten Bereich der Lebensdauer ist zudem nicht sichtbar. Die Haltezeit ist mit einer Stunde ausreichend. Die Spannungsrelaxationen gehen für alle Belastungsstufen in eine Sättigung über. Allerdings unterscheiden sich die Spannungen in den Relaxationsphasen nur geringfügig. Dies wird durch die vor der Haltezeit stattfindende zyklische Entfestigung verursacht. Aus diesem Grund wurde die Haltezeit für die weiteren Versuche im ersten Zyklus jeder Dehnamplitude durchgeführt, wenn die Unterschiede in der Spannung am größten sind.

Die Zyklenzahl wurde im dritten Entwicklungsschritt der EPVs für die geringste Dehnamplitude ( $\epsilon_a = 0,5 \%$ ) auf 50 erhöht und für die höchste ( $\epsilon_a = 0,9 \%$ ) bis zum Einsetzen des Ermüdungsbruchs gefahren. Die Erhöhung der Zyklenzahl für die niedrigste Belastungsstufe reicht allerdings noch nicht aus, das kontinuierliche zyklische Entfestigungsverhalten ausreichend zu untersuchen. Hinzu kommt, dass das Material bei geringer Belastungsamplitude anfänglich leicht zyklisch verfestigt, bevor die typische Entfestigung

auftritt. Die Versuchsführung bis zum Versagen gibt Aufschluss über die Schädigung und letzten Endes die Lebensdauer des Materials und kann gegebenenfalls in der Modellierung berücksichtigt werden. Ein weiterer Vorteil ist eine vollständige Abbildung des zyklischen Entfestigungsverhaltens, das auch bei einem einzelnen LCF-Versuch mit konstanter Dehnamplitude auftritt.

Im letzten Entwicklungsschritt wurde die Zyklenzahl für  $\epsilon_a = 0,5$  und  $0,7\%$  auf 100 und 50 verdoppelt. Zudem wurden die Haltezeiten variiert, um den Einfluss ihrer Dauer zu berücksichtigen. Der Belastungspfad ist in Abbildung 3.3 in Abschnitt 3.2.3 schematisch dargestellt. Der vierte EPV zeigt bei allen Belastungsstufen das typische kontinuierliche zyklische Entfestigungsverhalten und die gezielt eingesetzten Haltezeiten ermöglichen eine Untersuchung der Spannungsrelaxation und ihren Einfluss auf das folgende zyklische Verformungsverhalten. In den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse des vierten EPVs für unterschiedliche Temperaturen vorgestellt und diskutiert.

#### 5.3.2 Ergebnisse und Diskussion

Die Abbildung 5.26 zeigt den Verlauf der Spitzenspannungen als Funktion der Zyklenzahl aus dem EPV bei  $500^\circ\text{C}$ . Um den Einfluss der Haltezeit und der Belastungsgeschichte zu verdeutlichen, wurden die Wechselverformungskurven der LCF-Versuche bei gleicher Temperatur für die jeweilige Dehnamplitude dem Diagramm hinzugefügt. Da die auftretenden Effekte für alle untersuchten Temperaturen vergleichbar sind und mit zunehmender Temperatur geringer werden, sind die Ergebnisse für  $600$  und  $650^\circ\text{C}$  den Abbildungen C.1 und C.2 im Anhang zu entnehmen.

Die Spitzenspannungen des EPVs und des LCF-Versuchs sind für die erste Belastung unter Zug in etwa identisch. Nach der ersten Haltezeit und der damit verbundenen Spannungsrelaxation ist die Druckspitzenspannung des

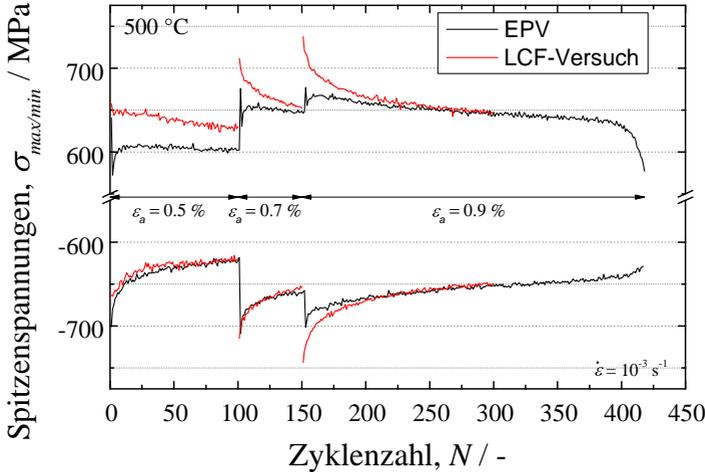


Abbildung 5.26: Spitzenspannungen aus dem EPV und den LCF-Versuchen bei  $500\text{ }^\circ\text{C}$ .

EPVs um ca. 35 MPa größer als die des LCF-Versuchs. Im zweiten Zyklus nach der Haltezeit ist zudem die Zugspitzenspannung um ca. 70 MPa geringer. Die Spannungsrelaxation führt in der Folge zu negativen Mittelspannungen und einem asymmetrischen Verlauf der Spitzenspannungen. Dieser als Haltezeiteinfluss bezeichnete Effekt tritt nach jeder Spannungsrelaxation auf. Er ist bei  $500\text{ }^\circ\text{C}$  am stärksten ausgeprägt und nimmt mit zunehmender Temperatur ab. Der Verlauf der Spitzenspannungen des EPVs ist bei  $650\text{ }^\circ\text{C}$  für die niedrigste Belastungsstufe ( $\epsilon_a = 0,5\%$ ) identisch mit dem der LCF-Versuche. In beiden Fällen weist ODS T91 in den ersten Zyklen eine leichte zyklische Verfestigung auf (vgl. Abbildung 5.8), bevor das Material in das typische zyklische Entfestigungsverhalten der F/M-Stähle übergeht (vgl. Abschnitt 5.2.1).

In den Folgezyklen nach der Haltezeit nehmen die Zugspitzenspannungen zunächst etwas zu. Das Spannungsniveau des LCF-Versuchs wird jedoch

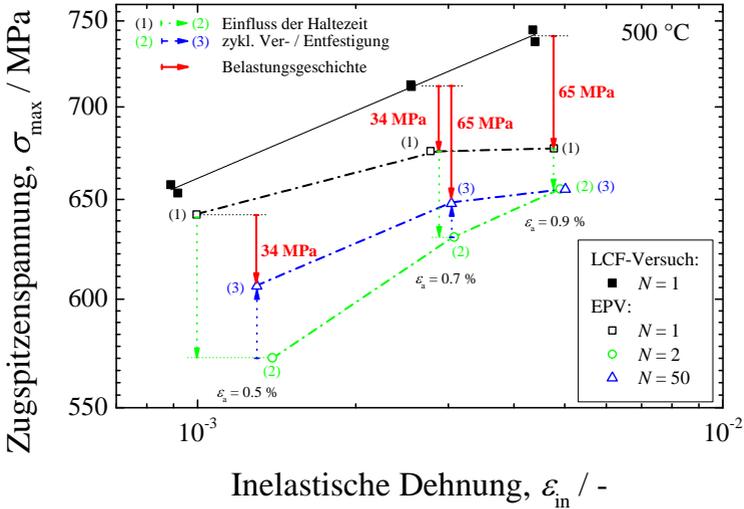
nicht mehr erreicht. Nach ca. 10 bis 20 Zyklen nehmen die Zugspitzenspannungen ab, wobei die zyklische Entfestigung im Vergleich zu den LCF-Versuchen deutlich langsamer abläuft. Dies führt mit zunehmender Zyklenzahl zu einer Annäherung der Wechselverformungskurven beider Versuche bis sie beinahe deckungsgleich sind. Die Annäherung der Wechselverformungskurven findet bei den größeren Dehnamplituden schneller statt.

Der Einfluss der Zughaltezeit auf die Druckspitzenspannungen ist geringer als auf die Zugspitzenspannungen. Zudem überlagert sich unter Druck die zyklische Entfestigung, die zu einer Abnahme der Druckspitzenspannungen führt, mit dem Haltezeiteinfluss, der eine Druckmittelspannung verursacht. Aus diesem Grund sind die Druckspitzenspannungen bei  $500^{\circ}\text{C}$  und  $\epsilon_a = 0,7\%$  beinahe deckungsgleich (siehe Abbildung 5.26).

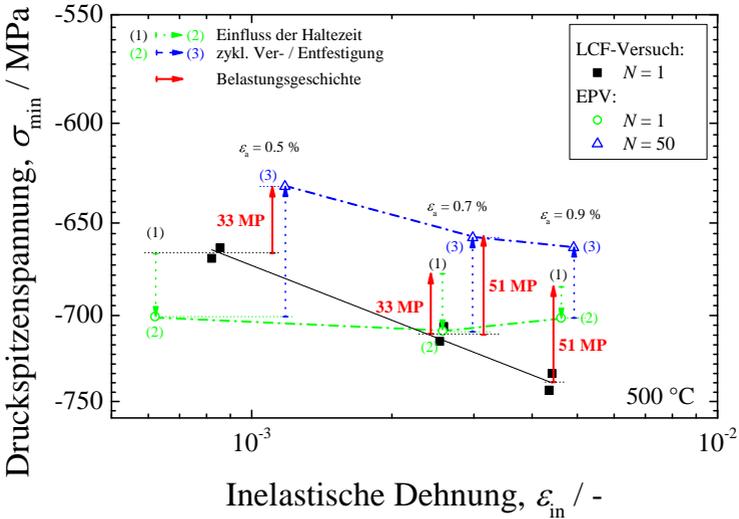
Der Einfluss der Belastungsgeschichte auf die Spitzenspannungen wird direkt nach einer Erhöhung der Dehnamplitude deutlich. Im ersten Zyklus ist die Zugspitzenspannung des EPVs im Vergleich zum LCF-Versuch bei  $\epsilon_a = 0,7\%$  um ca. 34 MPa geringer und bei  $\epsilon_a = 0,9\%$  um ca. 65 MPa.

Um den Einfluss der Haltezeit, der zyklischen Ver- bzw. Entfestigung und der Belastungsgeschichte auf die Spitzenspannungen unter Zug- und Druckbelastung quantitativ zu untersuchen, wurden die Spitzenspannungen vor und nach der Haltezeit bzw. nach 50 Zyklen in einem zyklischen  $\sigma$ - $\epsilon$ - (ZSD)-Diagramm dargestellt (siehe Abbildung 5.27 (a) und (b)). Als Referenz wurden zusätzlich die Spitzenspannungen der LCF-Versuche bei  $\epsilon_a = 0,5, 0,7$  und  $0,9\%$  für jeweils den ersten Zyklus dargestellt. Da sie Punkten auf der Fließkurve entsprechen, zeigen sie im ZSD-Diagramm eine lineare Abhängigkeit von der inelastischen Dehnung, die im Diagramm durch eine dünne schwarze Gerade verdeutlicht wird (vgl. Gl. 5.8).

Die Belastungsgeschichte führt aufgrund der zyklischen Ver- bzw. Entfestigung und dem Haltezeiteinfluss zu Abweichungen von dieser Referenzlinie. Im Gegensatz zu den EPVs zeigen die ZSD-Kurven der LCF-Versuche nach der zyklischen Entfestigung weiterhin einen linearen Zusammenhang (sie-



(a)



(b)

Abbildung 5.27: Einfluss der Haltezeit, zyklischen Ver- bzw. Entfestigung und Belastungsgeschichte auf die Spitzenspannungen unter (a) Zug- und (b) Druckbelastung bei 500 °C.

he Abbildung 5.10). Im Folgenden werden die oben Beschriebenen Effekte anhand der Abbildung 5.27 und den eingezeichneten Nummern und Markierungen, zunächst unter Zug- und im Anschluss unter Druckbelastung, näher erläutert und quantifiziert:

(1)  $\mapsto$  (2) für  $\epsilon_a = 0,5\%$ : Nach der Haltezeit ( $N = 2$ ) ist die Zugspitzenspannung um ca. 70 MPa geringer als im ersten Zyklus (grüner Pfeil). Der Haltezeiteinfluss ist für alle Belastungsstufen in Tabelle 5.9 zusammengefasst.

(2)  $\mapsto$  (3) für  $\epsilon_a = 0,5\%$ : In den Folgezyklen ohne Haltezeit nehmen die Zugspitzenspannungen wieder zu (blauer Pfeil). Nach 50 Zyklen beträgt die Entfestigung bezüglich dem ersten Zyklus ca. 34 MPa (roter Pfeil).

$\epsilon_a = 0,5\% \mapsto \epsilon_a = 0,7\%$ : Die Zugspitzenspannung des ersten Zyklus nach der Belastungserhöhung auf  $\epsilon_a = 0,7\%$  ist entsprechend der zuvor stattgefundenen Belastungsgeschichte um ebenfalls ca. 34 MPa reduziert (roter Pfeil).

Dieser Effekt wiederholt sich bei der nächsten Belastungsänderung von  $\epsilon_a = 0,7\%$  auf  $\epsilon_a = 0,9\%$ . Die Zugspitzenspannung ist in diesem Fall aufgrund der Vorbelastung um ca. 65 MPa geringer (vgl. Abbildung 5.27 (a)). Die Auswertung der EPVs liefert für 600 und 650 °C vergleichbare Ergebnisse. Unter Druckbelastung gestaltet sich die Auswertung etwas Komplexer, da die Druckspitzenspannungen im ersten Zyklus bereits von der Haltezeit beeinflusst wurden (vgl. Abbildung 5.27 (b)):

(1)  $\mapsto$  (2) für  $\epsilon_a = 0,5\%$ : Die Druckspitzenspannung ist im ersten Zyklus ( $N=1$ ) nach der Spannungsrelaxation in der Haltezeit um ca. 35 MPa größer als im LCF-Versuch (grüner Pfeil). Die Zunahme der Druckspitzenspannungen ist halb so groß wie die Abnahme der Spitzenspannungen unter Zug (vgl. Tabelle 5.9).

(2)  $\mapsto$  (3) für  $\epsilon_a = 0,5\%$ : In den nächsten Zyklen ohne Haltezeit nehmen die Druckspitzenspannungen ab (blauer Pfeil). Nach 50 Zyklen ist die Festigkeit um ca. 33 MPa bezüglich der Referenzspannung reduziert (roter Pfeil).

$\epsilon_a = 0,5\% \mapsto \epsilon_a = 0,7\%$ : Auf der nächsten Belastungsstufe ist der Einfluss der Belastungsgeschichte nicht direkt ersichtlich, da der Haltezeiteinfluss der Vorbelastung entgegen wirkt. Die Druckspitzenspannungen des EPVs und des LCF-Versuchs sind im ersten Zyklus identisch. Unter der Annahme, dass sich die Vorbelastung ohne die Haltezeit, wie unter Zug, in vollem Ausmaß auf die Druckspitzenspannung auswirkt (roter Pfeil), wäre  $\sigma_{min}(N = 1) = 666$  MPa (siehe Markierung (1) bei  $\epsilon_a = 0,7\%$ ).

(1)  $\mapsto$  (2) für  $\epsilon_a = 0,7\%$ : Die Haltezeit führt, wie zuvor bei  $\epsilon_a = 0,5\%$ , zu einer Zunahme der Druckspitzenspannungen, die der geleisteten zyklischen Entfestigung entgegenwirkt (grüner Pfeil). Somit ergibt sich ein Haltezeiteinfluss von ca. 31 MPa (siehe Tabelle 5.9).

Wie schon unter Zugbelastung wiederholt sich dieser Effekt für die nächste Belastungsstufe (siehe Abbildung 5.27 (b)) sowie bei 600 und 650 °C. Aus Tabelle 5.9 geht hervor, dass der Haltezeiteinfluss auf die Spitzenspannungen unter Druckbelastung um 0,5 bis 0,69 geringer ist als unter Zug.

Für die Modellierung der zyklischen Entfestigung bzw. für eine Bestimmung von Startwerten für die Parameteroptimierung ist es hilfreich, dass sich die Belastungsgeschichte in vollem Umfang auf die Spitzenspannungen nach einer Belastungserhöhung auswirken. Somit kann die isotrope Ver- bzw. Entfestigung direkt aus dem EPV bestimmt werden (vgl. Abschnitt 6.2.1).

Wie zuvor beschrieben führt die Zughaltezeit zu geringeren Zugspitzenspannungen und leicht größeren Spannungen unter Druck. In der Folge entsteht eine negative Mittelspannung. Die Druckmittelspannungen sind für

Tabelle 5.9: Einfluss der Haltezeit unter Zug- und Druckbelastung. Werte mit \* sind nicht direkt aus Abbildung 5.27 ersichtlich und wurden, wie im Text beschrieben, berechnet.

$\epsilon_a / \%$	$\Delta\sigma_{Zug} / \text{MPa}$	$\Delta\sigma_{Druck} / \text{MPa}$	$\Delta\sigma_{Druck} / \Delta\sigma_{Zug} / -$
0,5	-70	35	0,5
0,7	-45	31*	0,69
0,9	-22	15*	0,68

Tabelle 5.10: Mittelspannung im Folgezyklus nach der Haltezeit der EPVs für 500, 600 und 650 °C und unterschiedliche Dehnamplituden.

$\sigma_m(N = 2) / \text{MPa}$	500 °C	600 °C	650 °C
$\epsilon_a = 0,5 \%$	-53,6	-19,3	-8,0
$\epsilon_a = 0,7 \%$	-31,5	-16,7	-7,8
$\epsilon_a = 0,9 \%$	-18,7	-9,1	-5,6

die untersuchten Temperaturen und Belastungsstufen für jeweils den ersten Zyklus nach der Haltezeit in Tabelle 5.10 zusammengefasst. Sie ist für 500 °C und  $\epsilon_a = 0,5 \%$  am größten und nimmt mit zunehmender Temperatur und Dehnamplitude ab.

Kriechermüdungsversuche an mod. 9Cr-1Mo Stählen haben gezeigt, dass Haltezeiten in jedem Zyklus zu einer Verschiebung der Mittelspannung führten [92, 96]. Zughaltezeiten verursachten Druckmittelspannungen und Haltezeiten unter Druck umgekehrt Zugmittelspannungen. Haltezeiten in beiden Belastungsrichtungen führten zu einer symmetrischen Abnahme der Ermüdungsfestigkeit sowohl unter Zug als auch unter Druck. Es wurde gezeigt, dass dieser Effekt bei kleineren Dehnamplituden, d.h. mit größerem elastischen Verformungsanteil, stärker ausgeprägt ist.

Aufgrund der Haltezeit erfährt das Material eine zusätzliche inelastische

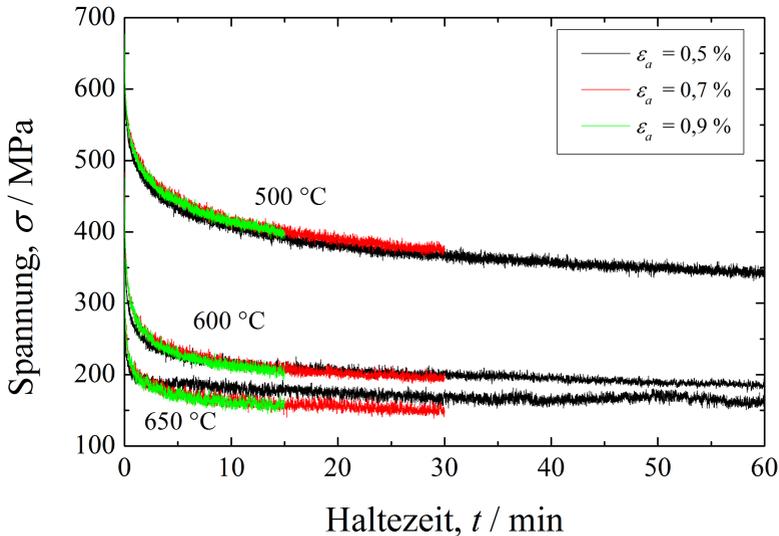


Abbildung 5.28: Spannungsrelaxationskurven der EPVs bei unterschiedlichen Temperaturen und Dehnamplituden.

Dehnung. Sie nimmt während der Spannungsrelaxation zu. Die Probe weist nach der anschließenden Entlastung eine größere bleibende Verformung auf. Zum Erreichen der nächsten maximalen Druckbelastung muss die Probe stärker verformt werden, woraufhin die Druckspitzenspannung leicht steigt. Unter Zug erzeugt die zusätzliche inelastische Dehnung je nach Dauer der Haltezeit und Temperatur eine zusätzliche Entfestigung. Sie wirkt sich selbst auf die Folgezyklen ohne Haltezeit aus, wobei die Zugspitzenspannungen mit der Zyklenzahl wieder zunehmen.

Die Abbildung 5.28 zeigt die Spannungsrelaxationskurven während der Haltezeit der EPVs bei 500, 600 und 650 °C und unterschiedlichen Dehnamplituden. Die Kurven sind trotz zunehmender Spitzenspannungen bei konstanter Temperatur beinahe deckungsgleich. Die Spannungsrelaxations-

kurve bei  $650^{\circ}\text{C}$  und  $\varepsilon_a = 0,5\%$  liegt etwas oberhalb der anderen Kurven und zeigt einen deutlich welligeren Verlauf im Bereich der Sättigung. Dies ist ein Hinweis auf Regelungsprobleme während des Versuchs.

Die Spannungsrelaxation führt zu einer zusätzlichen inelastischen Dehnung und zu negativen Mittelspannungen. Die Spannungen fallen zunächst sehr stark ab und gehen anschließend in einen Bereich über, in welchem sie sich nur noch geringfügig ändern. Mit zunehmender Temperatur ist die Spannung zu Beginn der Haltezeit geringer, fällt allerdings schneller ab. Relativ betrachtet liegt der Spannungsabfall für alle Temperaturen zwischen 50 bis 60 %. In absoluten Zahlen nimmt die Spannung bei  $500^{\circ}\text{C}$  mit ca. 300 MPa am stärksten ab. Bei  $650^{\circ}\text{C}$  sind es ca. 200 MPa.

### 5.3.3 Zusammenfassung

- Die Spannungsrelaxation während der Haltezeit führt zu einer Zunahme der Druckspitzenspannungen und einer Abnahme der Zugspitzenspannungen. Die Zunahme der Spannung unter Druck entspricht ca. 0,5 bis 0,7 der Abnahme unter Zug.
- In den Folgezyklen ohne Haltezeit nehmen die Zugspitzenspannungen zunächst etwas zu und gehen nach ca. 10 bis 20 Zyklen in das zyklische Entfestigungsverhalten der LCF-Versuche über. Die Geschwindigkeit der zyklischen Entfestigung entspricht dem aktuellen Spannungsniveau bzw. der bereits akkumulierten inelastischen Dehnung.
- Nach einer Erhöhung der Dehnamplitude sind die Spitzenspannungen bezüglich der Erstbelastung auf das selbe Belastungsniveau entsprechend der Vorbelastung reduziert.
  - ⇒ Die Startwerte für die Optimierung der Modellparameter können direkt aus den EPVs ermittelt werden.
- Der Verlauf der Spannungsrelaxation ist hauptsächlich von der Temperatur abhängig.

## 6 Modellierung

Das viskoplastische Verformungsverhalten von ODS T91 wird mit einem modifizierten Stoffgesetz basierend auf dem Modell von Aktaa und Schmitt [13], das in Abschnitt 2.3.2 vorgestellt wurde, modelliert. Im ersten Abschnitt werden die Modifikationen erläutert. Der zweite Abschnitt befasst sich mit der Anpassung und Optimierung der Modellparameter an die Versuchsergebnisse aus Kapitel 5. Daraufhin werden die anhand der Einprobenversuche (EPVs) optimierten Parameter mit den LCF-Versuchen validiert. Zum Schluss werden die Ergebnisse der Modellierung zusammenfassend diskutiert.

### 6.1 Modifizierung des Modells von Aktaa und Schmitt

Die Untersuchung des viskoplastischen Verformungsverhaltens haben gezeigt, dass die bestehenden Stoffgesetze einige Effekte, die während der Zugversuche, LCF-Versuche und EPVs auftreten, nicht ausreichend beschreiben können. Ausgehend vom Modell von Aktaa und Schmitt [13], das erfolgreich auf ferritisch/martensitische (F/M-)Stähle angewandt wurde, wurden entsprechende Modifizierungen durchgeführt, die im Folgenden näher erläutert werden.

Um die Form der Spannungs-Dehnungs- ( $\sigma$ - $\varepsilon$ -)Hysteresen für alle Temperaturen und über einen großen Bereich der inelastischen Verformung hinreichend zu beschreiben, wurde eine zweite Evolutionsgleichung zur Beschreibung der kinematischen Verfestigung eingeführt (vgl. Gl. 2.17 [117, 118]):

$$\dot{\Omega}_1 = H_1 \dot{\varepsilon}^{in} - C_1 \Omega_1 |\dot{\varepsilon}^{in}| - R_1 |\Omega_1|^{m_1-1} \Omega_1 \quad (6.1)$$

und

$$\dot{\Omega}_2 = H_2 \dot{\epsilon}^{in} - C_2 \Omega_2 |\dot{\epsilon}^{in}| - R_2 |\Omega_2|^{m_2-1} \Omega_2, \quad (6.2)$$

wobei

$$\Omega = \Omega_1 + \Omega_2. \quad (6.3)$$

Dies ist besonders bei niedrigeren Temperaturen wichtig, da das Material stärker verfestigt und die zeitabhängige Verformung geringer ist (vgl. Abschnitt 6.2.1). Die Einführung eines zweiten kinematischen Terms lässt sich auch werkstoffphysikalisch begründen. Die erste Evolutionsgleichung beschreibt die Hindernisse auf die Versetzungsbewegung mit geringer Reichweite (z.B. direkte Wechselwirkung der Versetzungen untereinander oder mit Teilchen), wohingegen die zweite die weitreichenden Wechselwirkungen berücksichtigt (z.B. Versetzungsaufstauungen). Der zusätzliche statische Erholungsterm der kinematischen Verfestigung gewährleistet eine optimale Beschreibung der Spannungsrelaxation in der Haltezeit.

Die Ergebnisse der LCF-Versuche zeigen, dass ODS T91 bei 650 °C in den ersten Zyklen leicht verfestigt (siehe Abschnitt 5.2.1). Die anfängliche Verfestigung findet auch bei den EPVs statt (siehe Abschnitt 5.3.2). Da das Stoffgesetz von Aktaa und Schmitt nur über einen linearen und einen nicht-linearen isotropen Entfestigungsterm verfügt, wurde ein zusätzlicher isotroper Verfestigungsterm hinzugefügt:

$$\dot{\psi}_3 = c_h (\psi_h - \psi_3) |\dot{\epsilon}^{in}|, \quad (6.4)$$

wobei für  $\psi$  weiterhin gilt

$$\psi = \psi_1 + \psi_2 + \psi_3 \quad (6.5)$$

mit  $\psi_1(t=0) = 0$ ,  $\psi_2(t=0) = 1$  und  $\psi_3(t=0) = 0$ .  $c_h$  und  $\psi_h$  sind temperaturabhängige Materialparameter. Gl. 6.4 wird bei 500 und 600 °C nicht

berücksichtigt.

Die isotrope Entfestigung  $\psi$  strebt mit zunehmender akkumulierter inelastischer Dehnung gegen den Grenzwert  $\psi_s$ . Die physikalische Anpassung der isotropen Parameter an die Entfestigungskurven hat gezeigt, dass dieser Grenzwert vom Betrag der inelastischen Dehnamplitude des aktuellen Zyklus abhängt. Das Modell von Aktaa und Schmitt berücksichtigt diese Abhängigkeit durch Gl. 2.25. Die Formulierung erlaubt allerdings nur eine Zunahme der inelastischen Dehnamplitude. In einem Versuch mit abnehmender Belastungsamplitude, würde das Modell eine zu starke Entfestigung vorhersagen. Der EPV enthält im ersten Zyklus beispielsweise eine Haltezeit. Aufgrund der Spannungsrelaxation erfährt das Material eine zusätzliche inelastische Dehnung. Findet in den Folgezyklen keine Haltezeit mehr statt, wäre die vorhersage der zyklischen Entfestigung zu groß. Aus diesem Grund wurde Gl. 2.25 wie folgt erweitert:

$$\psi_s = 1 - \psi_{s,\infty} (1 - \exp(-c_s \varepsilon_\psi^{in})), \quad (6.6)$$

mit

$$\varepsilon_\psi^{in} = \begin{cases} 0 & \text{für } t = 0 \\ |\varepsilon^{in}| & \text{für } |\varepsilon^{in}| > \varepsilon_\psi^{in} \quad \vee \quad \dot{\varepsilon}^{in} = 0 \end{cases}. \quad (6.7)$$

Zum Zeitpunkt  $t = 0$  ist die wirksame inelastische Dehnung  $\varepsilon_\psi^{in}$  null. Es findet keine isotrope Entfestigung statt. Sobald inelastische Verformung auftritt, d.h. der Betrag der inelastischen Dehnung  $|\varepsilon^{in}|$  größer als  $\varepsilon_\psi^{in}$  ist, entspricht  $\varepsilon_\psi^{in}$  dem aktuellen Wert von  $|\varepsilon^{in}|$ . Bei einer Entlastung wird die Änderung der inelastischen Verformung null und die wirksame inelastische Dehnung nimmt ebenfalls den Wert von  $|\varepsilon^{in}|$  an. Somit wird im Folgezyklus nach einer Reduzierung auf eine geringere Belastungsstufe die wirksame inelastische Dehnung angepasst.

Die Anpassung und Optimierung der Modellparameter an das Stoffgesetz von Aktaa und Schmitt hat gezeigt, dass der statische Erholungsterm der

nicht-linearen isotropen Entfestigung keine bessere Beschreibung der experimentellen Ergebnisse von ODS T91 liefert. Er wurde aus diesem Grund für die Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhalten von ODS T91 nicht berücksichtigt.

Das vollständige viskoplastische Stoffgesetz für mehrachsige Belastungen kann dem Anhang A.1 entnommen werden.

### 6.2 Bestimmung der Modellparameter

Viskoplastische Stoffgesetze bestehen neben den äußeren, beobachtbaren ( $\sigma$ ,  $\varepsilon$ ) und inneren ( $\Omega$ ,  $\psi$ ) Zustandsgrößen aus einer Vielzahl an Modellparametern. Sie müssen für jedes Material und jede Temperatur mit experimentellen Daten geeigneter Versuche optimiert werden. Die Optimierung erfolgt über numerische Verfahren. Im Folgenden ist das allgemeine vorgehen aufgelistet.

- Bestimmung geeigneter Startwerte für die Optimierung durch:
  - Verwendung von Parametersätzen vergleichbarer Materialien,
  - „Versuch und Irrtum“ („trial and error“) oder
  - schrittweise Bestimmung der Modellparameter unter vereinfachenden Annahmen durch eine physikalische Anpassung (siehe Abschnitt 6.2.1).
- Definition einer Fehlerfunktion zur Quantifizierung der Abweichung zwischen Versuchsergebnissen und dem simulierten Materialverhalten.
- Optimierung der Modellparameter mit numerischen Methoden (z.B. Gradientenverfahren wie Simplex).
- Validierung der optimierten Modellparameter.

Die Modellparameter viskoplastischer Stoffgesetze sind stark voneinander abhängig. Sie können deshalb nach der numerischen Optimierung deutlich von den Startwerten der physikalischen Anpassung abweichen. Die Wahl geeigneter Grenzen der Parameter ist daher sehr wichtig.

### 6.2.1 Bestimmung geeigneter Startwerte

Einige Parameter der viskoplastischen Stoffgesetze können durch geeignete Auftragung der Versuchsergebnisse in einer ersten Näherung abgeschätzt werden. Dazu werden physikalisch begründete Vereinfachungen getroffen. Ein Vorteil der physikalischen Anpassung der Parameter ist eine direkte Überprüfung der Richtigkeit der verwendeten Evolutionsgleichungen.

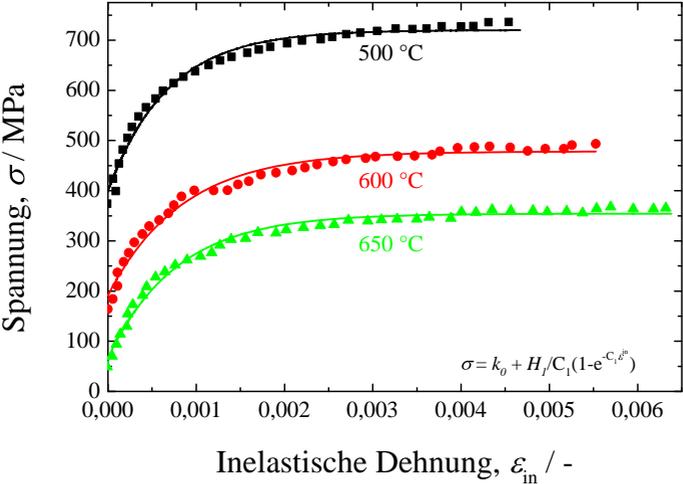
#### Parameter der kinematischen Verfestigung

Die erste inelastische Verformung eines Festkörpers und die damit einhergehende Spannungszunahme wird hauptsächlich durch die kinematische Verfestigung beschrieben. Im Gegensatz dazu wirkt sich die isotrope Ver- bzw. Entfestigung erst über mehrere Zyklen aus. Somit kann in diesem Bereich  $\psi = 1$  angenommen werden. Für die Spannung gilt nach Integration von Gl. 2.21 unter Vernachlässigung der statischen Erholung:

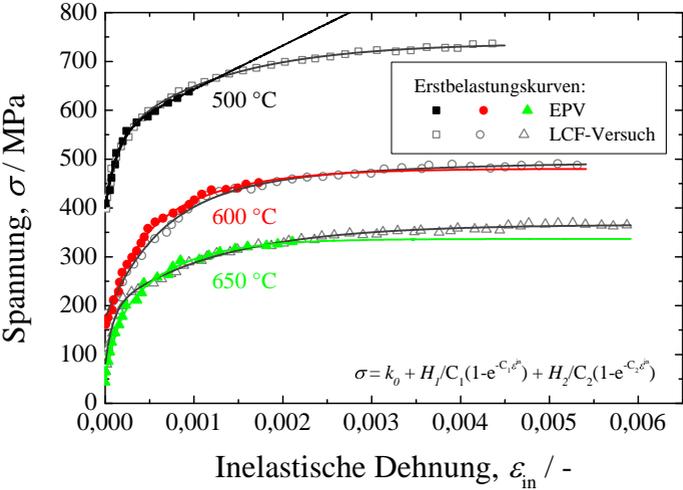
$$\sigma = k_0 + \frac{H}{C} \left( 1 - e^{-C\varepsilon^{in}} \right) \quad (6.8)$$

wobei  $k_0$  die Größe der Fließfläche vor der Belastung darstellt. Gl. 6.8 ermöglicht die Anpassung der kinematischen Parameter  $C$  und  $H$  an die Erstbelastungskurven der LCF-Versuche bzw. der EPVs oder an die Fließkurven der Zugversuche.

Abbildung 6.1 (a) zeigt die Anpassung der kinematischen Parameter an die Erstbelastungskurven der LCF-Versuche für die untersuchten Temperaturen.  $H$  und  $C$  sind in Tabelle 6.1 aufgelistet. Sie können die Erstbelastungskurven bei 600 und 650 °C gut beschreiben. Bei 500 °C werden die Spannun-



(a)



(b)

Abbildung 6.1: (a) Anpassung der kinematischen Verfestigung an die Erstbelastungskurven der LCF-Versuche und (b) Vergleich der Anpassung zweier kinematischer Terme an die Erstbelastungskurven der LCF-Versuche und der EPVs.

gen jedoch für geringe inelastische Dehnungen überschätzt und für große inelastische Dehnungen unterschätzt. Deshalb wurde, wie schon im ersten Abschnitt 6.1 beschrieben, eine zweite kinematische Evolutionsgleichung eingeführt. Für die Spannung folgt:

$$\sigma = k_0 + \frac{H_1}{C_1} \left(1 - e^{-C_1 \varepsilon^{in}}\right) + \frac{H_2}{C_2} \left(1 - e^{-C_2 \varepsilon^{in}}\right) \quad (6.9)$$

Die Anpassungen sind in Abbildung 6.1 (b) dargestellt und die kinematischen Parameter sind in Tabelle 6.1 aufgelistet. Der zusätzliche Term ermöglicht es, die Erstbelastungskurven über einen großen Bereich von Belastungsamplituden auch bei 500 °C mit guter Übereinstimmung zu beschreiben.

Die Erstbelastungskurven der EPVs sind zusätzlich in Abbildung 6.1 (b) dargestellt. Ihr Verlauf ist in etwa identisch mit dem der LCF-Versuche. Wegen der geringeren Belastungsamplitude stehen weniger Daten für die Anpassung zur Verfügung. Im Bereich der Messwerte können die mit Gl. 6.9 angefitzten Kurven die Verfestigung gut beschreiben. Die dazugehörigen Parameter sind in Tabelle 6.1 aufgelistet. Die für größere Belastungen extrapolierten Abschnitte der Kurven weichen vom tatsächlichen Verlauf der Messkurven ab. Die Abweichungen sind bei 600 und 650 °C größer als bei der Anpassung mit Gl. 6.8 in Abbildung 6.1 (a). Eine spätere Optimierung am EPV würde dennoch zu besseren Ergebnissen führen, da Abbildung 6.1 (a) für eine kinematische Evolutionsgleichung bereits den besten Fit darstellt. Somit können die Parameter des EPVs für 600 und 650 °C als Startwerte verwendet werden. Bei 500 °C findet trotz gleicher Dehnamplitude weniger inelastische Verformung statt. Die Kurve zeigt noch keine Sättigung. In der Folge wird die Verfestigung im extrapolierten Bereich deutlich überschätzt. Hier ist es fraglich, ob eine spätere Optimierung zu einem besseren Ergebnis führt.

Tabelle 6.1: Startwerte der kinematischen Parameter von Anpassung an Erstbelastungskurven der LCF-Versuche und EPVs.

Ansatz / Versuch	Parameter	500 °C	600 °C	650 °C
Gl. 6.8 LCF-Versuch	$k_0$ / MPa	440	181	121
	$H$ / MPa	427452	393594	322836
	$C$ / –	1521	1301	1376
Gl. 6.9 LCF-Versuch	$k_0$ / MPa	400	174	78
	$H_1$ / MPa	947682	407340	1331440
	$C_1$ / –	6893	1697	11704
	$H_2$ / MPa	162761	40315	138911
	$C_2$ / –	811	503	767
Gl. 6.9 EPV	$k_0$ / MPa	400	148	49
	$H_1$ / MPa	1120600	563252	862769
	$C_1$ / –	7310	4119	9047
	$H_2$ / MPa	89642	221958	294674
	$C_2$ / –	$3 \cdot 10^{-5}$	1137	1529

### Parameter der isotropen Ver- bzw. Entfestigung

Die isotrope Ver- bzw. Entfestigung  $\psi$  entspricht in der Kontinuumsmechanik einer Größenänderung der Fließfläche. Im LCF-Versuch bewirkt sie eine Zu- bzw. Abnahme der Spitzenspannungen mit zunehmender Zyklenzahl (siehe Wechselverformungskurven in Abschnitt 5.2.1). Nach dem Modell von Aktaa und Schmitt ist die zyklische Entfestigung über das Verhältnis zwischen den Spitzenspannungen  $\sigma_{max}(N)$  je Zyklus  $N$  und der Spitzenspannung im ersten Zyklus  $\sigma_{max}(N = 1)$  definiert. Unter Berücksichtigung

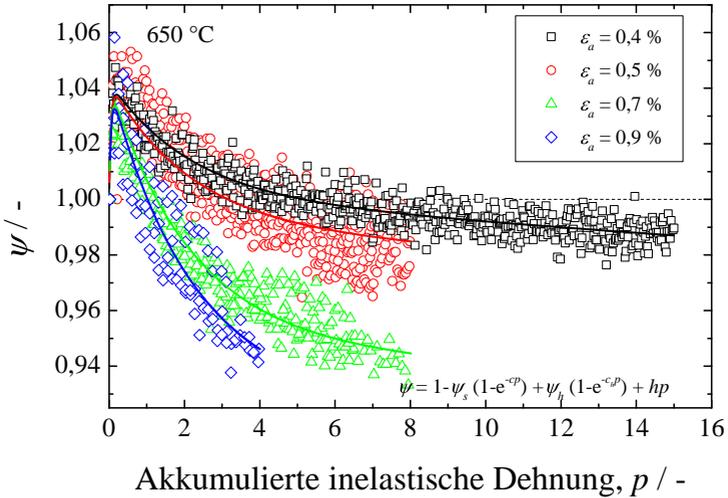


Abbildung 6.2: Anpassung der isotropen Ver- bzw. Entfestigung an die LCF-Versuche bei 650 °C.

der in Abschnitt 6.1 eingeführten dritten isotropen Evolutionsgleichung ergibt sich nach der Integration und mit Gl. 6.5 folgender Ausdruck:

$$\psi = \frac{\sigma_{max}(N)}{\sigma_{max}(N=1)} = 1 - \psi_s (1 - e^{-cp}) + \psi_h (1 - e^{-chp}) + hp, \quad (6.10)$$

wobei die akkumulierte inelastische Dehnung  $p$  vereinfachend wie folgt abgeschätzt wird:

$$p = \sum_{N=1}^{N_B} 4\epsilon_{a,in}(N) \quad (6.11)$$

Abbildung 6.2 zeigt exemplarisch die Anpassung der isotropen Parameter an die LCF-Versuche bei 650 °C. Die Ergebnisse für 500 und 600 °C sind dem Anhang C.3 beigefügt. Es wurden für die Anpassungen je Belastungsamplitude alle durchgeführten LCF-Versuche berücksichtigt. Dies erklärt neben dem Messrauschen die breite Streuung der Datenpunkte. Die isotro-

Tabelle 6.2: Startwerte der isotropen Parameter von den LCF-Versuchen.

Parameter	500 °C	600 °C	650 °C
$h / -$	0,0050	0,0054	0,0009
$\varepsilon_a = 0,4 \%$	-	-	0,041
$\psi_s / -$	0,067	0,032	0,051
$\varepsilon_a = 0,5 \%$	0,10	0,052	0,092
$\varepsilon_a = 0,7 \%$	0,11	0,070	0,111
$\varepsilon_a = 0,9 \%$	2,46	1,18	0,47
$c / -$	0	0	0,042
$\psi_h / -$	0	0	19,3
$c_h / -$	0,12	0,11	0,11
$\psi_{s,\infty} / -$	618	167	367
$c_s / -$			

pen Parameter sind in Tabelle 6.2 zusammengefasst.  $c_h$  und  $\psi_h$  wurden für 500 und 600 °C gleich null gesetzt, da keine anfängliche Verfestigung auftrat.

Die Ergebnisse der LCF-Versuche in Abschnitt 5.2.1 zeigen, dass die Dauer der linearen zyklischen Entfestigung von der Belastungsamplitude abhängt. Sie wird mit zunehmender Dehnamplitude geringer (siehe Abbildung 5.8). Bei  $\varepsilon_a = 0,9 \%$  gehen die Wechselverformungskurven beinahe direkt vom ersten in den dritten Bereich der zyklischen Entfestigung über. Dies führt zu einer Überschätzung von  $h$  für große Dehnamplituden, falls Gl. 6.10 einzeln an die unterschiedlichen Belastungsamplituden angepasst wird. Des Weiteren würde der Grenzwert der zyklischen Entfestigung  $\psi_s$  mit zunehmender Belastungsamplitude kleiner werden. Dies ist physikalisch widersprüchlich. Aus diesem Grund wird der isotrope Parameter  $h$  für die geringste Dehnamplitude angepasst und für die höheren Belastungsamplituden konstant

gehalten. Auf diese Weise kann das zyklische Entfestigungsverhalten mit einem Parameter für  $h$  beschrieben werden.

Die Anpassung der isotropen Ver- bzw. Entfestigung wurde bei 650 °C ebenfalls schrittweise durchgeführt. Im ersten Schritt wurde Gl. 6.10 an die Daten der geringsten Belastungsamplitude angepasst. Im zweiten Schritt wird der Parameter  $h$  aus dem oben genannten Grund für das Fitting der weiteren Dehnamplituden fixiert. Da sich  $c$ ,  $\psi_h$  und  $c_h$  für die unterschiedlichen Dehnamplituden kaum unterscheiden, wurden sie gemittelt und im letzten Schritt zur Bestimmung von  $\psi_s$  fixiert.

Die Formulierung für  $\psi_s$  aus Gl. 2.25 ermöglicht eine Bestimmung der Parameter  $\psi_{s,\infty}$  und  $c_s$ . Dazu werden die Werte für  $\psi_s$  gegen die inelastischen Dehnamplitude bei halber Lebensdauer für jede Belastungsamplitude aufgetragen. Die angepassten Kurven und die experimentellen Daten sind in Abbildung 6.3 dargestellt. Die Startwerte der Parameter  $\psi_{s,\infty}$  und  $c_s$  sind ebenfalls Tabelle 6.2 zu entnehmen.

Die Startwerte der isotropen Parameter können auch mit den EPVs bestimmt werden. Dies geht direkt aus den Untersuchungen des viskoplastischen Verformungsverhaltens in Abschnitt 5.3 hervor. Die eingeführten Spannungsrelaxationen in den Haltezeiten und der Einfluss der Belastungsgeschichte müssen allerdings berücksichtigt werden. Die EPVs haben gezeigt, dass die zyklische Entfestigung nach einer Erhöhung auf die nächste Belastungsstufe erhalten bleibt, d.h. nach einer Belastungserhöhung ist die Spitzenspannung entsprechend der zuvor stattgefundenen zyklischen Entfestigung reduziert. Dies zeigt sich auch an der geringeren Abnahme der Festigkeit in den Folgezyklen nach einer Belastungserhöhung.

Des Weiteren ist der Einfluss der Haltezeit problematisch, da er teilweise zu einer Verschiebung der Mittelspannungen und zu einer zusätzlichen Entfestigung führt. Um den Einfluss der Haltezeit auf den Verlauf der Spitzenspannungen zu minimieren, wird zur Bestimmung der isotropen Entfestigung  $\psi$

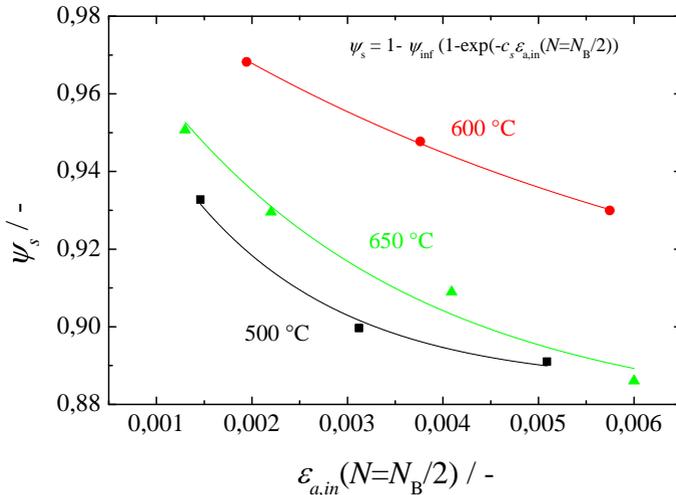


Abbildung 6.3: Bestimmung der isotropen Parameter  $\psi_{s,\infty}$  und  $c_s$  aus den Grenzwerten der zyklischen Entfestigung  $\psi_s$  für verschiedene Dehnamplituden.

die Spannungsamplitude  $\sigma_a$  verwendet bzw. die ersten Zyklen nach der Haltezeit vernachlässigt. Daraus folgt für die isotrope Entfestigung:

$$\psi = \frac{\sigma_a(N)}{\sigma_{Zug-/LCF-Versuch}(\epsilon_a)}, \quad (6.12)$$

wobei  $\sigma_{Zug-/LCF-Versuch}$  eine Referenzspannung einer vergleichbaren Erstbelastungskurve aus einem Zug- bzw. LCF-Versuch für die jeweilige Belastungsamplitude  $\epsilon_a$  ist. Die Entfestigungskurven werden nach einer Belastungserhöhung mit der jeweils zuvor erreichten akkumulierten inelastischen Dehnung fortgesetzt.

Die Abbildungen 6.4 (a), (b) und (c) zeigen analog zum vorherigen Abschnitt die physikalische Anpassung von Gl. 6.10 an die Daten der EPVs bei 500, 600 und 650 °C zur Bestimmung der isotropen Parameter. Aus der Auftragung der isotropen Entfestigung  $\psi$  als Funktion der akkumulierten

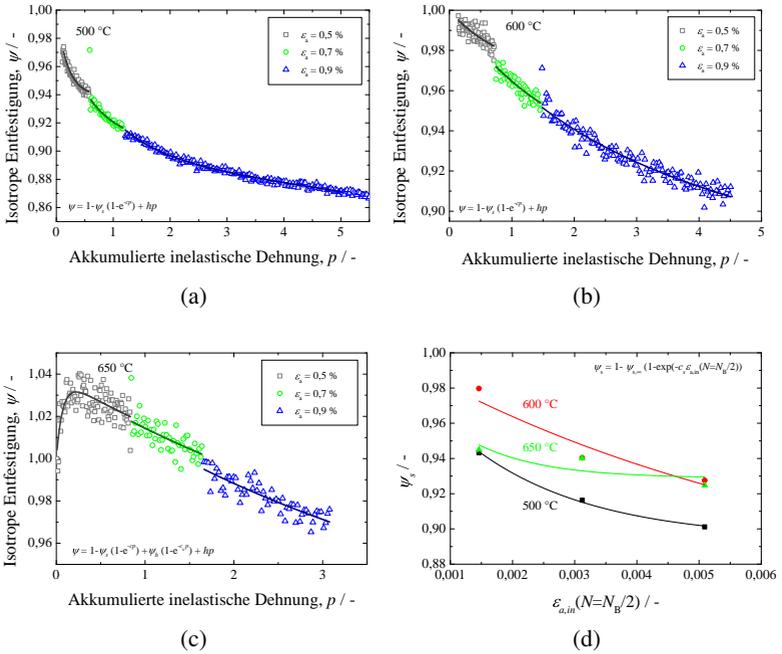


Abbildung 6.4: Bestimmung der Startwerte der isotropen Ver- bzw. Entfestigung mit den EPVs bei (a) 500 °C, (b) 600 °C und (c) 650 °C. (d) Bestimmung von  $\psi_{s,\infty}$  und  $c_s$  aus den Grenzwerten  $\psi_s$  der zyklischen Entfestigung für verschiedene Dehnamplituden.

inelastischen Dehnung wird nochmals deutlich, dass die zyklische Entfestigung der vorherigen Dehnamplitude nach einer Belastungserhöhung auf  $\varepsilon_a = 0,7\%$  und anschließend auf  $\varepsilon_a = 0,9\%$  erhalten bleibt. D.h. die zyklische Entfestigung wird mit der aktuellen Dehnamplitude fortgesetzt und läuft gegen den jeweiligen Grenzwert  $\psi_s$ . Dieser hängt nach Gl. 6.6 von der maximalen inelastischen Dehnung des aktuellen Zyklus ab. Da die Anpassung für jede Belastungsamplitude verschiedene Werte für  $\psi_s$  liefert, können  $\psi_{s,\infty}$  und  $c_s$  mit Gl. 6.6 bestimmt werden (siehe Abbildung 6.4 (d)). Die Parameter der anfänglichen zyklischen Verfestigung, die bei 650 °C

Tabelle 6.3: Startwerte der isotropen Parameter von den EPVs.

Parameter	500 °C	600 °C	650 °C	
$h / -$	0,006	0,006	0,006	
$\varepsilon_a = 0,5 \%$	0,057	0,020	0,055	
$\psi_s / -$	$\varepsilon_a = 0,7 \%$	0,084	0,060	0,060
	$\varepsilon_a = 0,9 \%$	0,099	0,072	0,075
$c / -$	2,98	0,92	0,47	
$\psi_{s,\infty} / -$	0,11	0,14	0,07	
$c_s / -$	517	146	909	
$\psi_h / -$	0	0	0,038	
$c_h / -$	0	0	14,4	

auftritt, wurden für die niedrigste Dehnamplitude bestimmt und für die größeren Belastungsamplituden konstant gehalten. Der Parameter  $h$  der linearen zyklischen Entfestigung wurde für  $\varepsilon_a = 0,9 \%$  im Bereich mit konstanter Steigung ermittelt und für die Anpassung der anderen Parameter fixiert. Die ermittelten Startwerte der isotropen Parameter aus den EPVs bei 500, 600 und 650 °C sind in Tabelle 6.3 zusammengefasst.

### 6.2.2 Numerische Parameteroptimierung

Die Modellparameter wurden einschließlich am EPV optimiert und später an den LCV-Versuchen validiert. Das Flussdiagramm in Abbildung 6.5 zeigt schematisch den Ablauf der numerischen Parameteroptimierung. Zur Anpassung und Optimierung der Modellparameter wurde das Computerprogramm Fminuit verwendet. Es ist eine für MATLAB portierte Version von MINUIT, das in den 1970er-Jahren von Fred James am CERN entwickelt

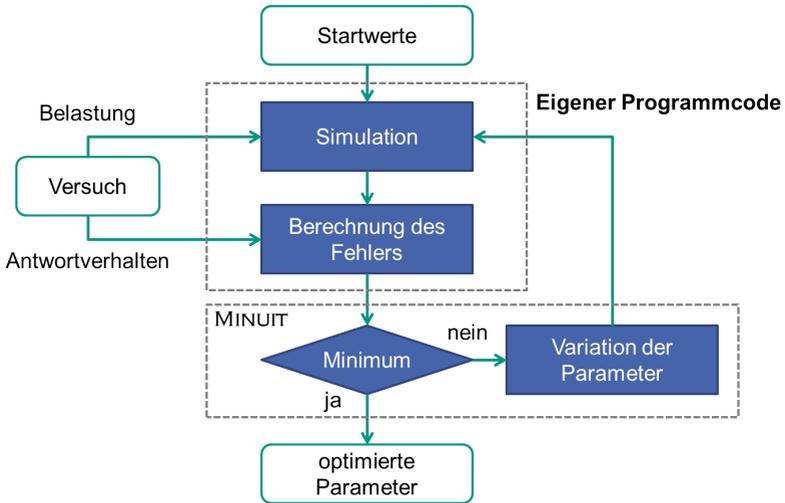


Abbildung 6.5: Flussdiagramm zur Veranschaulichung der numerischen Parameteroptimierung.

wurde [160]. Das Programm bietet verschiedene Methoden, um das Minimum einer benutzerdefinierten Fehlerfunktion  $\chi^2$  zu finden:

$$\chi^2(\alpha) = \sum_{m=1}^{m_{Seg}} \frac{w_{m,Seg}}{n_{Dat,m}} \sum_{n=1}^{n_{Dat,m}} \left( \sigma_{mn}^{Mod}(\alpha) - \sigma_{mn}^{Exp} \right)^2. \quad (6.13)$$

Sie basiert auf der Methode des kleinsten Quadrats und beschreibt die Abweichung zwischen den Messwerten  $\sigma_{mn}^{Exp}$  der einzelnen Segmente des EPVs  $m$  für  $n$  Datenpunkte und den Ergebnissen eines theoretischen Modells  $\sigma_{mn}^{Mod}(\alpha)$ , das mehrere Materialparametern  $\alpha$  enthalten kann.

Beim EPV wird zwischen Segmenten, in welchen die Dehnung variiert  $\varepsilon_v$  und in denen sie auf einem bestimmten Niveau gehalten wird  $\varepsilon_h$ , unterschieden (siehe Abbildung 6.6).  $w_{m,Seg}$  ist ein Gewichtungsfaktor, der von der Art des Segments  $\varepsilon_v/\varepsilon_h$  und seiner Häufigkeit  $m_{\varepsilon_v}/m_{\varepsilon_h}$  im EPV abhängt. Ohne ihn würden die Spannungsrelaxationen nicht ausreichend berücksichtigt

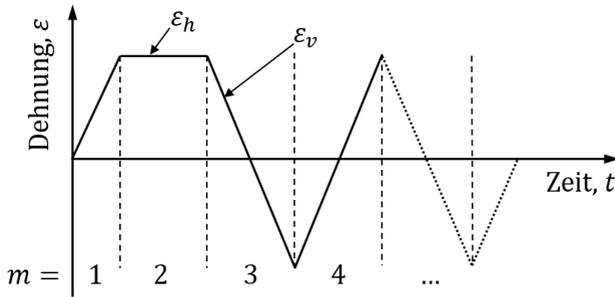


Abbildung 6.6: Unterteilung des EPVs für die Gewichtung der Segmente mit sich variierender und gehaltener Dehnung.

werden, da der EPV nur drei Haltezeiten und je nach Lebensdauer deutlich mehr Zyklen beinhaltet. Der Gewichtungsfaktor ist wie folgt definiert:

$$w_{m,Seg} = \begin{cases} 1 & \text{für } Seg = \varepsilon_v, \\ \frac{m_{\varepsilon_v}}{m_{\varepsilon_h}} & \text{für } Seg = \varepsilon_h \end{cases}, \quad (6.14)$$

wobei  $m_{\varepsilon_h}$  der Anzahl der Segmente mit Haltezeit und  $m_{\varepsilon_v}$  der Anzahl der Segmente mit sich variierender Dehnung entspricht.

### 6.2.3 Strategie

Das Vorgehen zur Optimierung der Modellparameter am EPV soll im Folgenden erläutert werden. Dabei ist die Hierarchie der Parameter zu beachten, d.h. wann und in welchem Umfang sie sich auf das viskoplastische Verformungsverhalten auswirken. Sie entspricht der Reihenfolge, die zur Bestimmung der Startwerte in Abschnitt 6.2.1 verwendet wurde. Die an die LCF-Versuche bzw. EPVs angepassten Parameter werden als Startwerte für die Optimierung verwendet. Die Parameteroptimierung wurde wie folgt durchgeführt:

## Erster Zyklus

1. Im ersten Schritt werden die viskosen Parameter  $n$ ,  $Z$  und  $k_0$  an die Erstbelastungskurve bis zum Beginn der ersten Haltezeit angepasst. Die Parameter der statischen Erholung der kinematischen Verfestigung werden zunächst vernachlässigt. Alle anderen Parameter werden konstant gehalten.
2. Zur optimalen Beschreibung der Spannungsrelaxation werden im nächsten Schritt die Parameter der statischen Erholung der kinematischen Verfestigung  $m_1$ ,  $R_1$ ,  $m_2$  und  $R_2$  an den ersten Zyklus mit Haltezeit angepasst.
3. Es werden alle kinematischen und viskosen Parameter gleichzeitig optimiert, die die Form der Hysterese beschreiben.

## Spitzenspannungen

Die Parameter der isotropen Ver- bzw. Entfestigung legen den Verlauf der Spitzenspannungen fest. Um sie möglichst gut zu bestimmen, wird der Fehler zwischen den minimalen und maximalen Spannungen der Simulation und dem Experiment berechnet. Die kinematischen Parameter werden konstant gehalten. Weichen die Spannungsrelaxationskurven nach der Optimierung vom Experiment ab, werden die Parameter  $R_1$  und  $R_2$  nochmal einzeln angepasst. Die EPVs wurden bis zum Versagen der Probe gefahren. Da das Modell keine Schädigung berücksichtigt, wurde die Optimierung der Parameter bei  $\varepsilon_a = 0,9\%$  und 75 Zyklen abgebrochen. Der Parameter  $h$  beschreibt bereits nach der physikalischen Anpassung das lineare zyklische Entfestigungsverhalten. Er wurde deshalb nicht optimiert.

### 6.2.4 Ergebnisse der Parameteroptimierung

Zur Darstellung der Qualität der numerischen Anpassung sind die Ergebnisse der Simulation für die Spitzenspannungen und die Spannungsrelaxa-

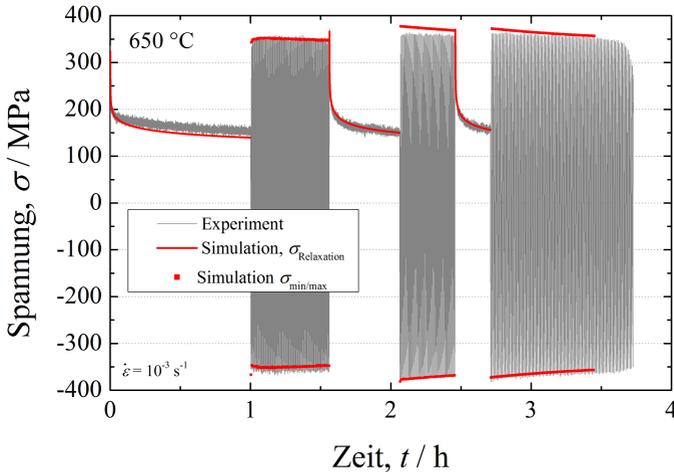


Abbildung 6.7: Vergleich zwischen Experiment und Simulation des EPVs für die optimierten Parameter bei 650 °C.

tionen in der Haltezeit zusammen mit den experimentellen Daten des EPVs bei 650 °C in einem Spannungs-Zeit-Diagramm abgebildet (siehe Abbildung 6.7). Die  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Diagramme in Abbildung 6.8 und 6.9 zeigen zudem die Hysteresen für jeweils den ersten und letzten Zyklus jeder Dehnamplitude. Aufgrund der einsetzenden Schädigung wurde bei  $\varepsilon_a = 0,9\%$  der 75. Zyklus verwendet. Der Übersicht halber wurden die Ergebnisse für 500 und 600 °C dem Anhang C beigefügt (siehe Abbildungen C.4 bis C.9). Die optimierten Parameter sind jeweils bezüglich ihrer Hierarchie in den Tabellen 6.4, 6.5 und 6.6 aufgelistet.

Die verwendeten Evolutionsgleichungen des modifizierten Stoffgesetzes nach Aktaa und Schmitt [13] können mit den optimierten Modellparametern die Messergebnisse in guter Übereinstimmung beschreiben. Die Form der Hysteresen wird für alle Temperaturen ausreichend wiedergegeben. Die

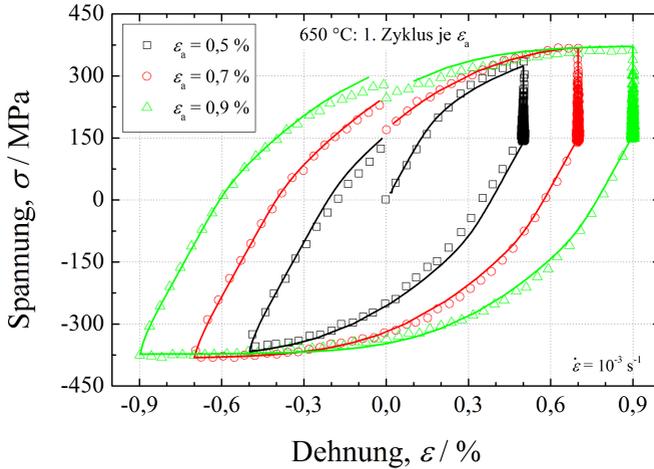


Abbildung 6.8: Vergleich zwischen Experiment und Simulation der Hysterese im ersten Zyklus jeder Dehnamplitude des EPVs für die optimierten Parameter bei 650 °C.

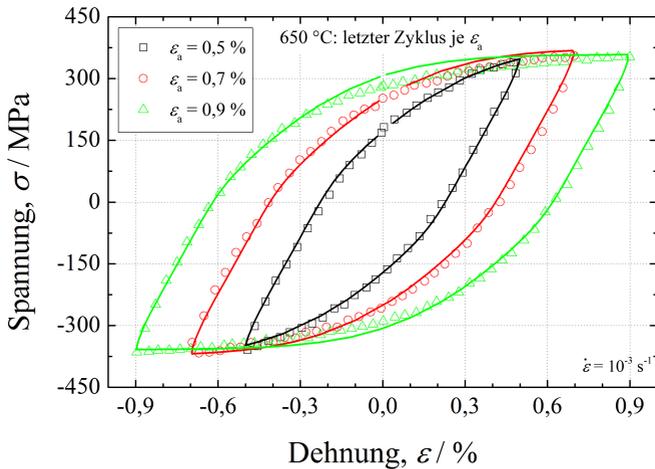


Abbildung 6.9: Vergleich zwischen Experiment und Simulation der Hysterese im letzten Zyklus jeder Dehnamplitude des EPVs für die optimierten Parameter bei 650 °C.

Tabelle 6.4: E-Modul und optimierte Parameter  $n$ ,  $Z$  und  $k$ .

Parameter	500 °C	600 °C	650 °C
$E / \text{MPa}$	160000	140000	120000
$n / -$	9,10	3,51	3,85
$Z / \text{MPa s}^{1/n}$	921	1391	1160
$k_0 / \text{MPa}$	0,65	2,10	25,00

Tabelle 6.5: Optimierte, kinematische Parameter.

Parameter	500 °C	600 °C	650 °C
$H_1 / \text{MPa}$	122730	114660	80325
$C_1 / -$	400	595	516
$R_1 / \text{MPa}^{1-m_s-1}$	$3,8 \cdot 10^{-8}$	$5,9 \cdot 10^{-15}$	$4,5 \cdot 10^{-27}$
$m_1 / -$	3,0	5,7	12,0
$H_2 / \text{MPa}$	270000	630080	343170
$C_2 / -$	3516	4175	30025
$R_2 / \text{MPa}^{1-m_s-1}$	$0,8 \cdot 10^{-6}$	$9,9 \cdot 10^{-19}$	$1,0 \cdot 10^{-8}$
$m_2 / -$	3,0	9,8	12,0

Spitzenstressungen werden bei 650 °C unter Zug- und Druckbelastung am besten getroffen.

Bei niedrigeren Temperaturen nimmt der Einfluss der Haltezeit auf die Spitzenstressungen der Folgezyklen zu. Er fñhrt zu einer gleichzeitigen Verschiebung und Verkleinerung der Hysteresese. Dieser Effekt kann das Modell mit den verwendeten Parametern nicht abbilden. Deshalb werden die Spitzenstressungen unter Zugbelastung nicht mehr getroffen. Die Abweichung ist bei 500 °C am größten (siehe Abbildung C.4).

Tabelle 6.6: Optimierte, isotrope Parameter.

Parameter	500 °C	600 °C	650 °C
$h / -$	0,0051	0,0054	0,0010
$c / -$	2,80	1,20	0,47
$\psi_{s,\infty} / -$	0,15	0,11	0,14
$c_s / -$	400	167	313
$c_h / -$	0	0	15
$\psi_h / -$	0	0	0,34

### 6.3 Validierung der Modellparameter

Die optimierten Modellparameter für ODS T91 wurden mit den Ergebnissen der LCF-Versuche validiert. Abbildung 6.10 zeigt die Hysteresen des ersten Zyklus für die untersuchten Temperaturen und Dehnamplituden. Die simulierten Kurven stimmen gut mit den experimentellen Daten überein. Bei geringeren Belastungsamplituden und mit zunehmender Temperatur wird die Form der Hysteresen besser beschrieben. Bei 650 °C ist die Übereinstimmung am besten.

Ein wichtiger Indikator für Vertrauenswürdigkeit der Modellparameter ist, ob das zyklische Ver- bzw. Entfestigungsverhalten richtig abgebildet wird. Daher wurden die Spitzenspannungen der simulierten LCF-Versuche mit den experimentellen Daten in den Abbildungen 6.11, 6.12 und 6.13 als Funktion der Zyklenzahl dargestellt. Die simulierten Kurven zeigen eine gute Übereinstimmung mit den Wechselverformungskurven. Sowohl das anfängliche als auch das längerfristige, lineare zyklische Entfestigungsverhalten können ausreichend beschrieben werden. Zudem kann die zusätzliche Evolutionsgleichung der isotropen Verfestigung  $\psi_3$  mit den zwei Parame-

tern  $\psi_h$  und  $c_h$  die bei 650 °C zu Beginn des LCF-Versuchs auftretende leichte zyklische Verfestigung zufriedenstellend abbilden.

Unter Berücksichtigung der in Abschnitt 6.2.2 definierten Fehlerfunktion Gl. 6.13 kann die Güte der Modellierung abgeschätzt werden. Die Ergebnisse des Fehlers zwischen den Simulationen und den experimentellen Daten sind für die Wechselverformungskurven in Tabelle 6.7 zusammengefasst.  $\chi^2(\alpha)$  wird mit zunehmender Temperatur und abnehmender Belastungs-

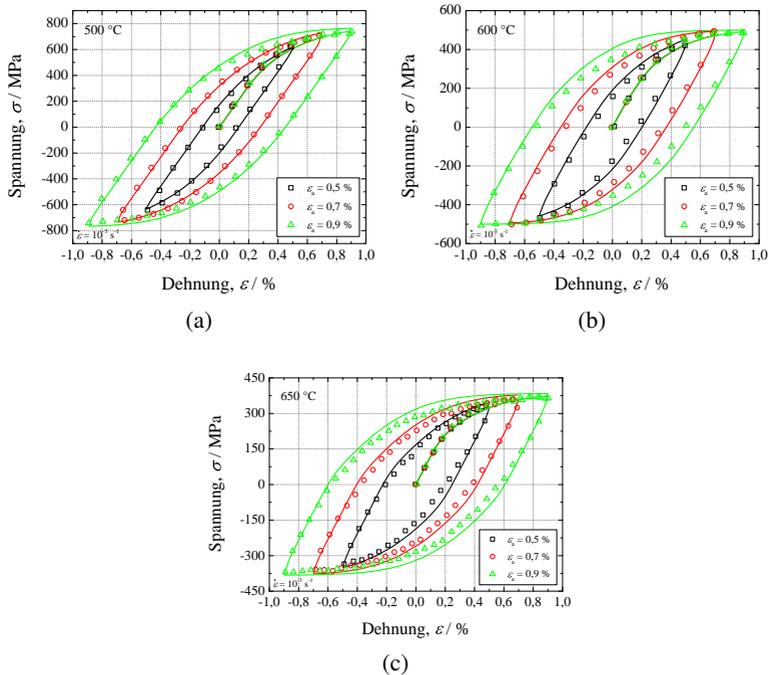


Abbildung 6.10: Simulation des ersten Zyklus verschiedener LCF-Versuche für die optimierten Modellparameter und Vergleich mit den experimentellen Daten bei (a) 500 °C, (b) 600 °C und (c) 650 °C.

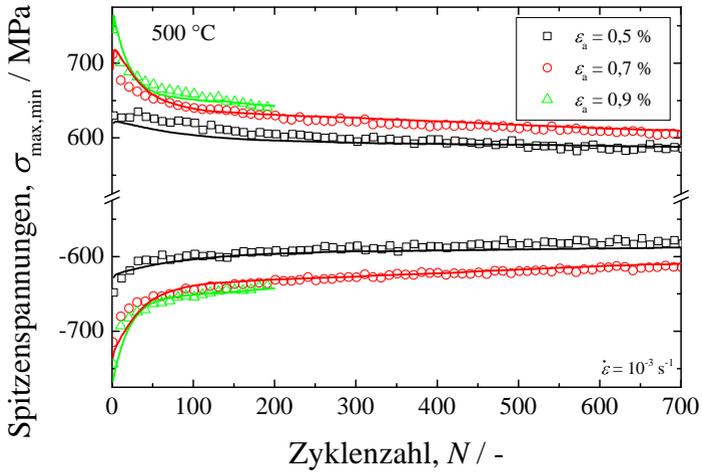


Abbildung 6.11: Simulation der Spitzenspannungen der LCF-Versuche von ODS T91 für die optimierten Modellparameter bei 500 °C.

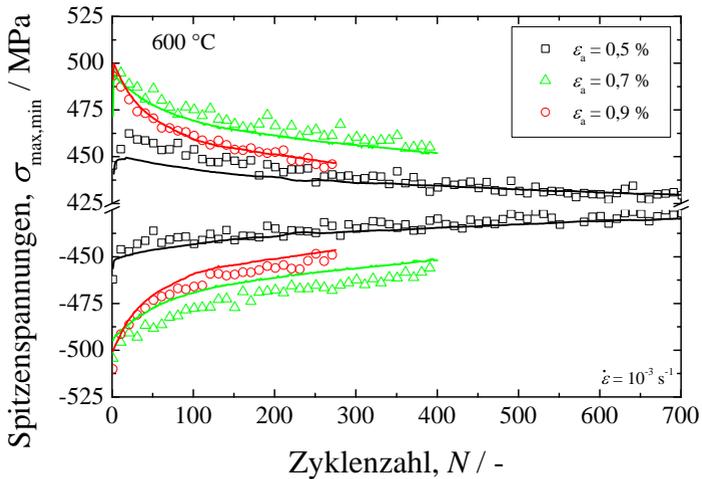


Abbildung 6.12: Simulation der Spitzenspannungen der LCF-Versuche von ODS T91 für die optimierten Modellparameter bei 600 °C.

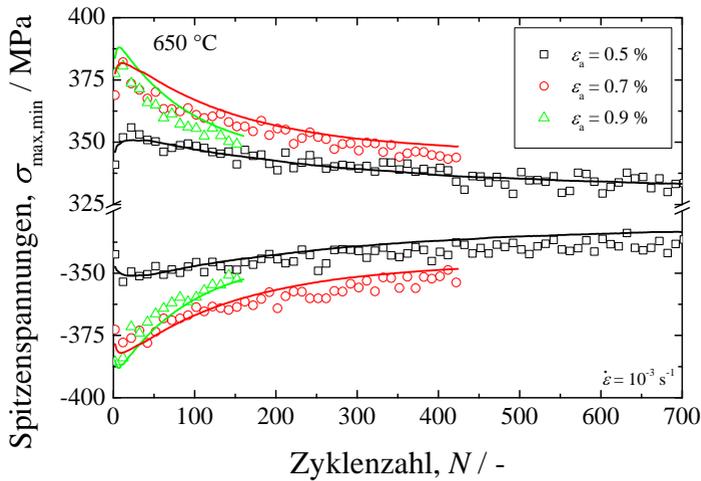


Abbildung 6.13: Simulation der Spitzenspannungen der LCF-Versuche von ODS T91 für die optimierten Modellparameter bei 650 °C.

Tabelle 6.7: Fehler zwischen Simulation und Experiment der Wechselverformungskurven.

$\chi^2(\alpha)$	500 °C	600 °C	650 °C
$\epsilon_a = 0,5\%$	44	17	13
$\epsilon_a = 0,7\%$	129	48	16
$\epsilon_a = 0,9\%$	284	15	25

amplitude geringer. Der Fehler ist mit  $\chi^2(\alpha) = 13$  bei 650 °C und  $\epsilon_a = 0,5\%$  am kleinsten. Zusammenfassend zeigt die Validierung an den LCF-Versuchen, dass die EPVs zur Bestimmung von Parametersätzen geeignet sind.

## 6.4 Zusammenfassung

Die Anpassung und anschließende Optimierung der Modellparameter an die in Kapitel 5 vorgestellten Versuchsergebnisse haben gezeigt, dass das Stoffgesetz von Aktaa und Schmitt für die Beschreibung des viskoplastischen Verformungsverhaltens von ODS T91 teilweise erweitert werden musste (siehe Abschnitt 6.1).

Die kinematische Verfestigung läuft aufgrund ihrer Formulierung, ähnlich dem beschränkten Wachstum, gegen den Grenzwert  $H/C$ . Da ODS T91 bei 500 °C stärker verfestigt als bei 600 und 650 °C (vgl. Abbildung 6.1), d.h. die Spannungen für die untersuchten Dehnamplituden nicht in einen horizontalen Verlauf übergehen, ist es sinnvoll eine zweite kinematische Evolutionsgleichung einzuführen. Der erste Beitrag zur Rückspannung beschreibt die stärkere Krümmung der Fließkurve für kleinere Dehnungen, wohingegen der zweite Beitrag den flacheren Verlauf bei größeren Dehnungen wiedergibt. Die physikalischen Anpassungen der Gl. 6.8 und 6.9 haben gezeigt, dass selbst bei 600 und 650 °C die Erstbelastungskurven der LCF-Versuche mit zwei kinematischen Termen besser beschrieben werden können (vgl. Abbildung 6.1 (a) und (b)). Die Einführung eines zweiten Terms kann auch analog zu den unterschiedlichen Härtungsmechanismen, die auf verschiedenen Ebenen zur Festigkeit beitragen, betrachtet werden. Die erste kinematische Evolutionsgleichung berücksichtigt die Hindernisse für die Versetzungsbewegung mit kurzer Reichweite, wie z.B. Teilchen auf einer Gleitebene. Der zweite Term beschreibt die weitreichenden Wechselwirkungen, die beispielsweise durch das Aufstauen von Versetzungen an Korngrenzen entstehen.

Die Wechselverformungskurven der LCF-Versuche und die Ergebnisse der EPVs zeigen bei 650 °C zu Beginn der Versuche eine leichte zyklische Verfestigung. Dieser Effekt kann sehr gut durch eine weitere isotrope Evolutionsgleichung abgebildet werden (siehe Abbildung 6.13). Prinzipiell ließe sich das Wechselverformungsverhalten unter Vernachlässigung der anfäng-

lichen Verfestigung auch ohne die dritte isotrope Evolutionsgleichung beschreiben. Aus werkstoffphysikalischer Sicht ist ein zusätzlicher isotroper Aufbauterm dennoch sinnvoll, da die zyklische Ver- bzw. Entfestigung zwei konkurrierende Prozesse sind. In den meisten Fällen überwiegt je nach Temperatur, Belastungsbedingung oder Ausgangszustand des Materials einer der beiden.

Die kinematischen Parameter wurden für eine erste Abschätzung an die Erstbelastungskurven der LCF-Versuch bis  $\epsilon_a = 0,9\%$  und die EPVs bis  $\epsilon_a = 0,5\%$  angepasst (siehe Abbildung 6.1b). Im besten Fall sollte die Bestimmung der Parameter allein mit dem EPV möglich sein. Ein Vergleich der Anpassungen an die Erstbelastungskurven der LCF-Versuche und EPVs zeigt, dass die ermittelten Parameter des EPVs bei  $500\text{ }^\circ\text{C}$  die Fließkurve für größere Dehnungen deutlich überschätzen. Für die EPVs bei  $600$  und  $650\text{ }^\circ\text{C}$  ist die inelastische Dehnung bei gleicher Belastungsamplitude größer und die Verfestigungskurve geht bereits in einen horizontalen Verlauf über. Dies ermöglicht für diese Temperaturen eine erste Abschätzung der kinematischen Parameter mit nur einem Versuch.

Die Verwendung der Fließkurven aus den Zugversuchen ist eine Alternative dieses Problem zu umgehen. Sie werden ohnehin zur Bestimmung der mechanischen Kenngrößen benötigt, sind leicht zugänglich bzw. können mit relativ geringem Aufwand bestimmt werden (siehe Abschnitt 5.1.1). Da die Zugversuche in dieser Arbeit an einem anderen Prüfstand durchgeführt worden sind, weichen die Spannungen für die gleiche Soll-Temperaturen etwas voneinander ab. Eine Bestimmung von Startwerten der kinematischen Verfestigung ist dennoch möglich, da die Modellparameter anschließend numerische optimiert werden.

Die Startwerte zur Optimierung der isotropen Parameter können direkt aus den Ergebnissen der LCF-Versuche durch eine Auftragung der isotropen Ver- bzw. Entfestigung  $\psi$  als Funktion der akkumulierten inelastischen Deh-

nung  $p$  bestimmt werden. Bei den EPVs führen der Einfluss der Haltezeit und die Belastungsgeschichte zu einer Verschiebung der Spitzenspannungen bzw. zu einer verstärkten zyklischen Entfestigung. Dies erschwert die Bestimmung der isotropen Parameter aus nur einem Versuch.

Eine detaillierte Analyse der EPVs in Abschnitt 5.3 hat gezeigt, dass der Einfluss der Haltezeit sich zwar auf die Spitzenspannungen, jedoch kaum auf die Spannungsamplitude auswirkt. Somit kann die isotrope Ver- bzw. Entfestigung  $\psi$  mittels der Spannungsamplitude berechnet werden. Zudem wird die bei einer niedrigeren Dehnamplitude erreichte zyklische Entfestigung bei einer Belastungserhöhung beibehalten. Unter Berücksichtigung dieser Effekte können die isotropen Parameter analog zu den LCF-Versuchen direkt aus den Ergebnissen der EPVs bestimmt werden (siehe Abbildung 6.4). Ein Vergleich der Parameter aus den LCF-Versuchen und den EPVs zeigt, dass sie teilweise sehr gut übereinstimmen oder zumindest in derselben Größenordnung liegen. Folglich können die isotropen Parameter, die anhand der EPVs ermittelt worden sind, ebenfalls als Startwerte für die anschließende Optimierung verwendet werden. Die Vorteile dieser Methode sind, dass für die Bestimmung der Modellparameter weniger Versuche, Probenmaterial und Zeit nötig sind. Folglich können Kosten eingespart werden.

Die zyklische Entfestigung von ODS T91 ist im Vergleich zum konventionellen P91 deutlich geringer (siehe Abbildung 5.24). Zudem sind die in den Versuchen auftretenden Effekte, z.B. der Einfluss der Haltezeit, im Bereich von wenigen MPa und relativ zu den Spitzenspannungen gering. Oft sind sie kaum größer als das Messrauschen oder liegen im Bereich der Streuung mehrerer Versuche. Die Optimierung der Modellparameter ist daher eine besondere Herausforderung, um im Umkehrschluss die Effekte exakt wiederzugeben. Die Optimierungsstrategie, die für die EPVs entwickelt wurde, sollte deshalb Schritt für Schritt befolgt werden. Sie berücksichtigt die Hierarchie der Modellparameter. Für die Beschreibung des isotropen Verhaltens ist es beispielsweise unabdingbar zuvor das kinematische Verhalten korrekt

abzubilden. Falsche isotrope Parameter wirken sich hingegen deutlich weniger auf die kinematischen Parameter aus.

Der in Abschnitt 6.2.1 beschriebene Einfluss der Spannungsrelaxation in der Haltezeit auf die Folgezyklen kann derzeit nicht ausreichend durch die verwendeten Evolutionsgleichungen und Modellparameter wiedergegeben werden. Die Evolutionsgleichungen der kinematischen Verfestigung können zwar eine Verschiebung der Mittelspannungen beschreiben, der dynamische Erholungsterm hebt diesen Effekt allerdings im Folgezyklus zu schnell auf. Demzufolge werden nach einer Haltezeit unter Zug die Maximalspannungen  $\sigma_{max}$  nicht exakt abgebildet (siehe Abbildung C.4). Der Einfluss der Haltezeit wird mit zunehmender Temperatur geringer. Dies erleichtert die Modellierung der Spitzenspannungen.

Abschließend lässt sich festhalten, dass das auf dem Aktaa und Schmitt Modell basierende modifizierte Stoffgesetz das viskoplastische Verformungsverhalten von ODS T91 gut beschreiben kann. Die Validierung mit den optimierten Parameter zeigt eine gute Übereinstimmung der simulierten Kurven mit den Ergebnissen der LCF-Versuche.

# 7 Schluss

## 7.1 Zusammenfassung

Die Untersuchung des viskoplastischen Verformungsverhaltens eines neuen Werkstoffs, wie des oxidpartikelverstärkten (ODS) T91, mit einem kontinuumsmechanischen Stoffgesetz umfasst:

- Eine umfangreiche mechanische Charakterisierung durch monotone, zyklische und Kriech- bzw. Kriech-Ermüdungsversuche mit Haltezeit (siehe Kapitel 5),
- die Entwicklung eines geeigneten Stoffgesetzes (siehe Abschnitt 6.1),
- die Anpassung und Optimierung der Modellparameter (siehe Abschnitt 6.2) und
- die Validierung der optimierten Parameter (siehe Abschnitt 6.3).

In dieser Arbeit wurde diese Vorgehensweise befolgt. Aufgrund der geringen Menge an ODS-Probenmaterial wurde zusätzlich ein spezieller zyklischer Versuch mit mehrstufiger Belastungsänderung und Haltezeiten entwickelt (siehe Abschnitt 5.3). Dieser ermöglicht die Anpassung und Optimierung der Modellparameter für eine Temperatur mit nur einem Versuch. Im Folgenden werden die einzelnen Kapitel zusammengefasst.

Die Ergebnisse der Zugversuche zeigen die hohe Festigkeit des Werkstoffs im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur (RT) und 700 °C. Im Vergleich zu anderen ODS-Stählen besitzt ODS T91 zudem eine ausreichende

Verformbarkeit. Somit ist dieser Werkstoff ein guter Kompromiss zwischen Festigkeit und Duktilität. Die Hochtemperaturfestigkeit beruht zum einen auf der starken Hinderniswirkung der fein verteilten Oxidpartikel ( $f = 0,55 \text{ Vol.}\%$ ,  $d = 15,9 \text{ nm}$ ) und zum anderen auf der starken Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Teilchen. Des Weiteren trägt die geringe Subkorngröße (ca. 620 nm) der martensitischen Lattenstruktur maßgeblich zur Festigkeit bei.

Die transmissionselektronenmikroskopischen (TEM-)Untersuchungen zeigen, dass die Gefügestruktur trotz der starken Verformung und der hohen Temperatur stabil bleibt. Die  $M_{23}C_6$ -Karbide vergrößern allerdings deutlich bei 700 °C, besonders wenn sie auf ehemaligen Austenitkorgrenzen liegen. Zudem wurde eine leichte Vergrößerung der  $Y_2O_3$ -Partikel festgestellt.

Die Versetzungsstrukturen unterscheiden sich je nach Temperaturbereich. Von RT bis ca.  $0,4 \cdot T_m$  bauchen sich die Versetzungen zwischen den Oxidpartikeln aus und bilden Versetzungsringe. Die Festigkeit wird hauptsächlich durch den Orowan-Mechanismus bestimmt. Bei Temperaturen oberhalb von ca.  $0,4 \cdot T_m$  überklettern die Versetzungen die Dispersoide durch thermisch aktivierte Prozesse. Die Versetzungssegmente sind gerade, parallel und stauen sich teilweise an den Korngrenzen auf. Im Vergleich zum Matrixmaterial (P91/T91) ist die Festigkeit der ODS-Variante bei 700 °C dennoch größer, da die Anzahl der Hindernisse größer ist und die Versetzungen an deren Rückseite verankert sind.

Das Ermüdungsverhalten wurde für symmetrische Dehnungsbelastungen im Temperaturbereich zwischen 500 bis 650 °C und verschiedene Dehnamplituden untersucht. ODS T91 zeigt ein komplexes, kontinuierliches Wechselverformungsverhalten. Es ist vergleichbar mit dem des Matrixmaterials, wobei die zyklische Entfestigung geringer ausfällt. Eine mögliche Erklärung ist die stabilisierende Wirkung der Oxidpartikel auf das Wechselverformungsverhalten. In den ersten Zyklen nimmt die Festigkeit von ODS T91 am stärksten ab. Anschließend geht der Verlauf der Spitzenspannungen

in eine kontinuierliche bzw. lineare zyklische Entfestigung über. Am Ende der gesamten Lebensdauer fallen die Spitzenspannung ab, da aufgrund der Ermüdungsschädigung ein makroskopischer Riss entsteht.

Die TEM-Untersuchungen an den ermüdeten Proben zeigen, dass die anfänglich hohe Versetzungsdichte nach der zyklischen Belastung und mit zunehmender Temperatur abnimmt. Ähnlich wie im Zugversuch bauchen sich die Versetzungen bei geringen Temperaturen noch deutlich aus, wohingegen bei höheren Temperaturen eine parallele Versetzungsanordnungen vorliegt. Die Versetzungsbewegung findet auf zwei unterschiedlichen Gleitsystemen („double slip cross-over“) statt. Dies lässt vermuten, dass die Annihilation und Umordnung von Versetzungen die Hauptursache für die zyklische Entfestigung sind. Die Bildung von Versetzungsnetzwerken oder -zellen konnte nicht festgestellt werden.

Die Ermüdungslebensdauer konnte im untersuchten Bereich gut durch die Manson-Coffin-Beziehung beschrieben werden. Die Ermüdungswiderstandsfähigkeit von ODS T91 war für die aufgebrachten Dehnamplituden bis 600 °C in derselben Größenordnung, wie die des Matrixmaterials. Aufgrund der höheren Festigkeit sollte die Ermüdungslebensdauer der ODS-Variante im Langzeitermüdungsbereich, d.h. für geringere Belastungsamplituden, überlegen sein, da der inelastische Verformungsanteil kleiner ist.

Der Einprobenversuch (EPV) wurde speziell für die Anpassung und Optimierung der Modellparameter des verwendeten Stoffgesetzes entwickelt. Zusätzlich ermöglicht der Versuch die Untersuchung des Einflusses der Haltezeit und der Belastungsgeschichte. Die Versuchsergebnisse haben gezeigt, dass die Zugspitzenspannung im Folgezyklus nach der Haltezeit abnimmt. Gleichzeitig werden die Druckspitzenspannungen leicht erhöht. Es entsteht eine geringe Mittelspannung, die in den anschließenden Zyklen ohne Haltezeit mit zunehmender zyklischer Belastung verschwindet.

Eine detaillierte Untersuchung des Einflusses der Haltezeit und der Belastungsgeschichte zeigte, dass sich nach einer Belastungserhöhung die zuvor

aufgebaute zyklische Entfestigung und die Abnahme der Festigkeit durch die Spannungsrelaxation in vollem Umfang auf die Spitzenspannungen der Folgezyklen auswirkt. Die zyklische Entfestigung läuft nach einer Erhöhung der Dehnamplitude daher langsamer ab. Diese Tatsache wurde genutzt, um Startwerte der Modellparameter des verwendeten viskoplastischen Stoffgesetzes zu ermitteln.

Das viskoplastische Verformungsverhalten von ODS T91 wurde mit einem eigens modifizierten Stoffgesetz, basierend auf dem Aktaa und Schmitt Modell, untersucht. Zur Beschreibung der Nichtlinearität der Hysteresen bei verschiedenen Temperaturen und über eine große Spanne an Belastungen wurde ein zweiter kinematischer Verfestigungsterm hinzugefügt. Zudem wurde eine dritte isotrope Evolutionsgleichung verwendet, welche die geringe, anfängliche zyklische Verfestigung abbilden kann.

Die Modellparameter des ertüchtigten Stoffgesetzes wurden erfolgreich an die experimentellen Daten angepasst und numerisch optimiert. Dabei stellte sich heraus, dass es möglich ist, geeignete Parameter mit nur einem Versuch (dem EPV) zu generieren. Die Validierung an den Ermüdungsversuchen verdeutlicht die Güte der optimierten Parameter.

### **7.2 Fazit**

Der untersuchte ODS T91-Stahl besitzt aufgrund der fein verteilten Oxidpartikel selbst bei hohen Temperaturen eine sehr hohe Festigkeit und eignet sich daher sehr gut im Bereich der Hochtemperaturwerkstofftechnik. Zudem ist ODS T91 im Vergleich zu anderen ODS-Stählen ausreichend duktil.

ODS T91 weist eine gute zyklische Festigkeit auf, wobei die zyklische Entfestigung geringer ist als die des Matrixmaterials. Im LCF-Bereich bei 500 und 600 °C besitzt ODS T91 keine nennenswert besseren Ermüdungseigenschaften als das Matrixmaterial. Die Ermüdungswiderstandsfähigkeit im HCF-Bereich ist aufgrund der hohen Festigkeit des ODS-Stahls hinge-

gen sehr vielversprechend. Darüber hinaus zeigt ODS T91 bei 650 °C kaum geringer Lebensdauern als bei den niedrigeren Temperaturen. Die konventionellen mod. 9Cr-1Mo Stähle können in diesem angestrebten Temperaturbereich nicht eingesetzt werden.

Mit dieser Arbeit konnte erfolgreich gezeigt werden, dass zum einen das viskoplastische Verformungsverhalten von ODS-Stählen ausreichend durch das entwickelte Stoffgesetz beschrieben werden und zum anderen ein Parametersatz für die jeweilige Temperatur mit nur einem Versuch bestimmt werden kann. Dies ist ein wichtiger Schritt für die Auslegung dieser Werkstoffe für die Anwendung als Kraftwerkskomponenten.

### **7.3 Ausblick**

Über diese Arbeit hinaus empfiehlt sich eine weitere Untersuchung der folgenden Aspekte:

- Analyse und Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhaltens mit dem Einprobenversuch für weitere Werkstoffsysteme.
- Validierung der Modellparameter für komplexere Belastungsarten bzw. Kriech-Ermüdungsversuchen mit Haltezeiten in jedem Zyklus.
- Modifizierung des Stoffgesetzes zur Beschreibung des in dieser Arbeit beobachteten Einflusses der Haltezeit.
- Kopplung des entwickelten Stoffgesetzes mit Modellen der Kontinuumschädigungsmechanik zur Vorhersage der Lebensdauer.



# A Modellierung

## A.1 Mehrachsige Formulierung des verwendeten Stoffgesetzes

Evolutionsgleichungen der gesamten, thermischen, elastischen und inelastischen Dehnung:

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}} = \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{el} + \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{in} + \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{th}$$

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{th} = \alpha (T - T_0) \mathbf{1}$$

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{el} = \mathbf{E} : \boldsymbol{\sigma}$$

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{in} = \frac{3}{2} \left\langle \frac{\Sigma_{eq} - k}{Z} \right\rangle^n \frac{\boldsymbol{\Sigma}}{\Sigma_{eq}}$$

$$\text{mit } \boldsymbol{\Sigma} = \frac{\mathbf{s}}{\psi} - \boldsymbol{\Omega} \quad \text{und} \quad \Sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \boldsymbol{\Sigma} : \boldsymbol{\Sigma}}$$

Kinematische Evolutionsgleichungen:

$$\boldsymbol{\Omega} = \boldsymbol{\Omega}_1 + \boldsymbol{\Omega}_2$$

$$\dot{\boldsymbol{\Omega}}_1 = \frac{2}{3} H_1 \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{in} - C_1 \boldsymbol{\Omega}_1 \dot{p} - R_1 |\Omega_{1,eq}|^{m_1-1} \boldsymbol{\Omega}_1$$

$$\dot{\boldsymbol{\Omega}}_2 = \frac{2}{3} H_2 \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{in} - C_2 \boldsymbol{\Omega}_2 \dot{p} - R_2 |\Omega_{2,eq}|^{m_2-1} \boldsymbol{\Omega}_2$$

$$\text{mit } \dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{in} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{in}} \quad \text{und} \quad \Omega_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \boldsymbol{\Omega} : \boldsymbol{\Omega}}$$

Isotrope Evolutionsgleichungen:

$$\psi = \psi_1 + \psi_2 + \psi_3$$

mit den folgenden Randbedingungen :

$$\psi_1(t=0) = 0, \quad \psi_2(t=0) = 1 \quad \text{und} \quad \psi_3(t=0) = 0.$$

$$\dot{\psi}_1 = -h\dot{p}$$

$$\dot{\psi}_2 = c(\psi_s - \psi_2)\dot{p}$$

$$\dot{\psi}_3 = c_h(\psi_h - \psi_3)\dot{p}$$

$$\text{mit} \quad \psi_s = 1 - \psi_{s,\infty} \left( 1 - e^{-c_s \epsilon_{\psi}^{in}} \right)$$

$$\text{und} \quad \epsilon_{\psi}^{in} = \begin{cases} 0 & \text{für } t = 0 \\ \epsilon_{eq}^{in}(t) & \text{für } \epsilon_{eq}^{in}(t) > \epsilon_{\psi}^{in} \quad \forall \quad \dot{p} = 0 \end{cases}$$

$$\text{mit} \quad \epsilon_{eq}^{in}(t) = \sqrt{\frac{2}{3} \boldsymbol{\epsilon}^{in}(t) : \boldsymbol{\epsilon}^{in}(t)}$$

$\boldsymbol{s}$  ist der deviatorische Anteil des Spannungstensors  $\boldsymbol{\sigma}$  mit:

$$\boldsymbol{s} = \boldsymbol{\sigma} - \frac{1}{3} \text{Sp}(\boldsymbol{\sigma}) \mathbf{1},$$

wobei  $\text{Sp}(\boldsymbol{\sigma})$  die Spur des Spannungstensors und  $\mathbf{1}$  der Einheitstensor ist.

### Erklärung der Tensorschreibweise

$\mathbf{A} : \mathbf{B} \hat{=} A^{ij} B^{ij}$  zweifache Verjüngung

$\mathbf{A} \cdot \cdot \mathbf{B} \hat{=} A^{ij} B^{ji}$  zweifache Verjüngung

Für symmetrische Tensoren entspricht die zweifache Verjüngung der Spur der einfachen Verjüngung der Tensoren  $\mathbf{A}$  und  $\mathbf{B}$ :

$$\mathbf{A} : \mathbf{B} = \mathbf{A} \cdot \cdot \mathbf{B} \hat{=} A^{ij} B^{ji} = \text{Sp}(\mathbf{AB}).$$

## B Tabellen

### B.1 Chemische Zusammensetzung von ODS T91

Tabelle B.1: Chemischen Zusammensetzung des T91 Stabmaterials vor der pulvermetallurgischen Herstellung von ODS T91 und Spezifikation aus der Literatur [122] (Angaben in Gew.%).

Element	T91	Spezifikation T91
C	0,11	0,07-0,14
Si	0,37	0,20-0,50
Mn	0,44	0,30-0,60
P	0,011	$\leq 0,020$
S	0,001	$\leq 0,010$
Cr	8,61	8,0-9,5
Mo	0,93	0,85-1,05
Ni	0,27	$\leq 0,40$
V	0,22	0,18-0,25
Al	0,017	$\leq 0,02$
N	0,049	0,030-0,070
Nb	0,07	0,06-0,10

**B.2 Ermüdungsversuch 500 °C**Tabelle B.2: Ermüdungseigenschaften aus der  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Hysterese von ODS T91 bei 500 °C für  $N_B/2$ .

$\varepsilon_a / \%$	$\varepsilon_{a,pl} / \%$	$\varepsilon_{a,el} / \%$	$\sigma_{max} / \text{MPa}$
0,5	0,145	0,355	597
0,5	0,140	0,360	579
0,5	0,154	0,346	602
0,7	0,314	0,386	633
0,7	0,305	0,395	628
0,7	0,317	0,393	619
0,9	0,510	0,390	630
0,9	0,510	0,390	652
0,9	0,511	0,389	642

### B.3 Ermüdungsversuch 600 °C

Tabelle B.3: Ermüdungseigenschaften aus der  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Hysterese von ODS T91 bei 600 °C für  $N_B/2$ .

$\varepsilon_a / \%$	$\varepsilon_{a,in} / \%$	$\varepsilon_{a,el} / \%$	$\sigma_{max} / \text{MPa}$
0,5	0,19	0,31	440
0,5	0,20	0,31	432
0,5	0,19	0,31	443
0,7	0,38	0,32	457
0,7	0,38	0,32	467
0,7	0,37	0,33	465
0,9	0,58	0,32	465
0,9	0,56	0,34	449
0,9	0,55	0,35	458

**B.4 Ermüdungsversuch 650 °C**Tabelle B.4: Ermüdungseigenschaften aus der  $\sigma$ - $\varepsilon$ -Hysterese von ODS T91 bei 650 °C für  $N_B/2$ .

$\varepsilon_a / \%$	$\varepsilon_{a,pl} / \%$	$\varepsilon_{a,el} / \%$	$\sigma_{max} / \text{MPa}$
0,4	0,159	0,241	323
0,5	0,238	0,262	338
0,5	0,240	0,260	337
0,5	0,230	0,270	338
0,7	0,420	0,280	355
0,7	0,438	0,262	354
0,7	0,430	0,270	347
0,9	0,630	0,270	359
0,9	0,640	0,260	364
0,9	0,620	0,280	356

## C Abbildungen

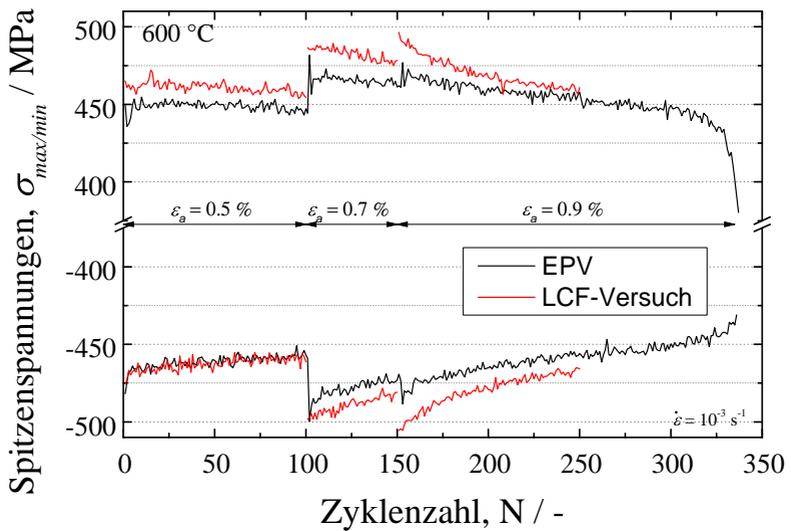


Abbildung C.1: Spitzenspannungen aus dem EPV und den LCF-Versuchen bei 600 °C.

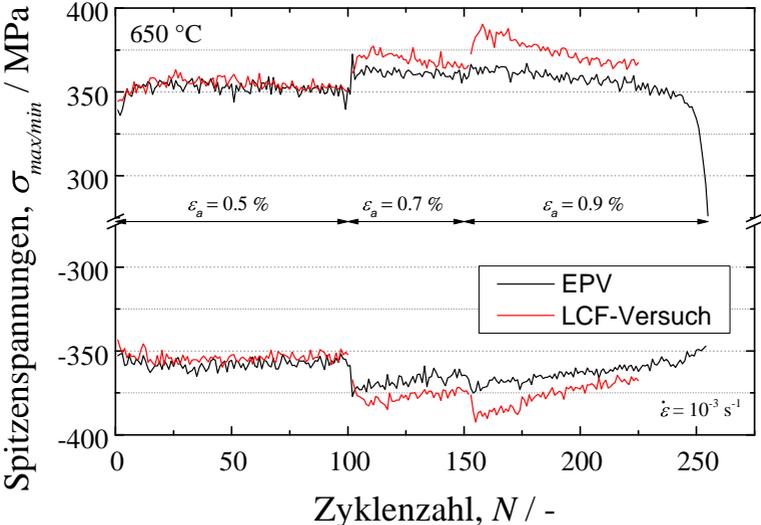
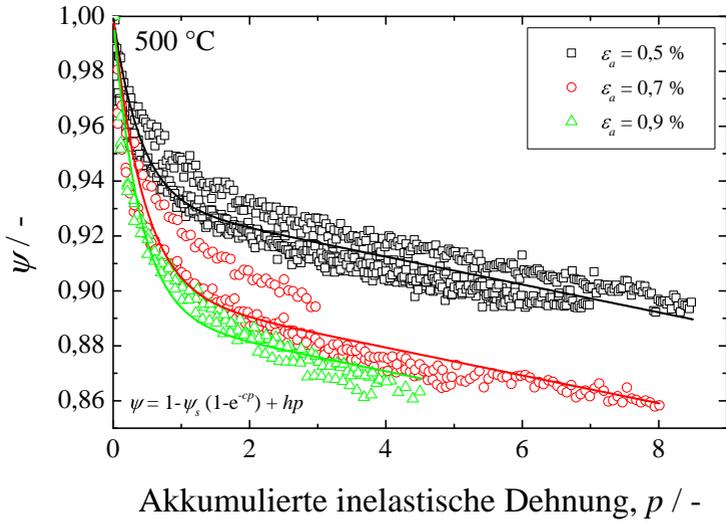
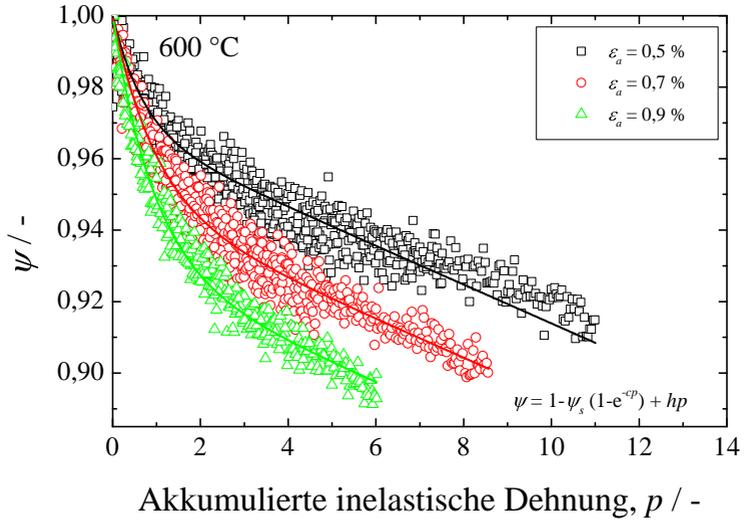


Abbildung C.2: Spitzenstressen aus dem EPV und den LCF-Versuchen bei 650 °C.



(a)



(b)

Abbildung C.3: Anpassung der isotropen Ver- bzw. Entfestigung  $\psi$  an die LCF-Versuche bei (a) 500 °C und (b) 600 °C.

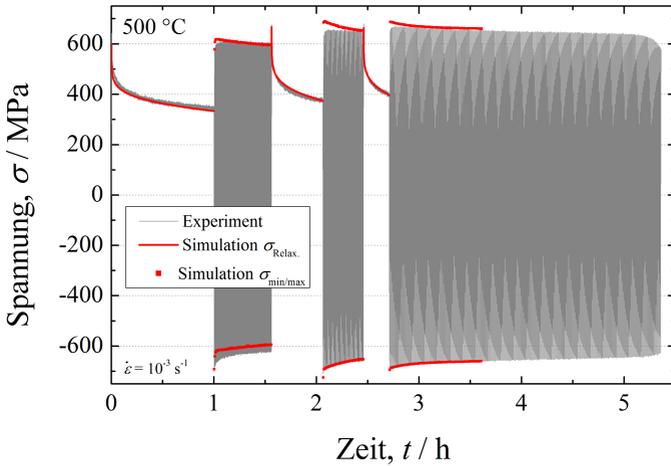


Abbildung C.4: Vergleich zwischen Experiment und Simulation des EPVs für die optimierten Parameter bei 500 °C.

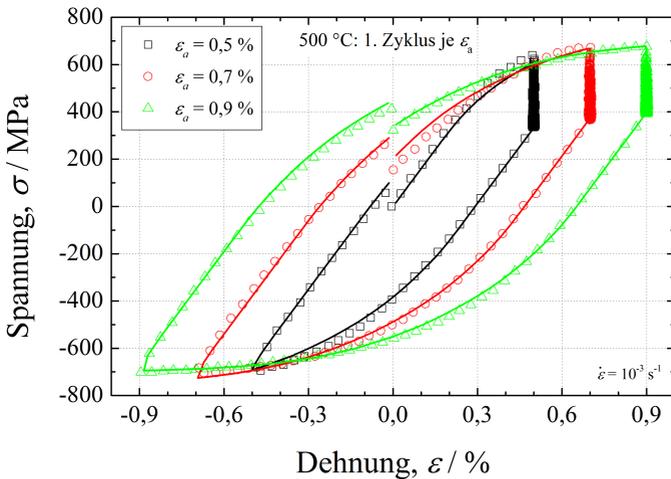


Abbildung C.5: Vergleich Experiment und Simulation der Hysteresen im ersten Zyklus jeder Dehnampplitude des EPVs für die optimierten Parameter bei 500 °C.

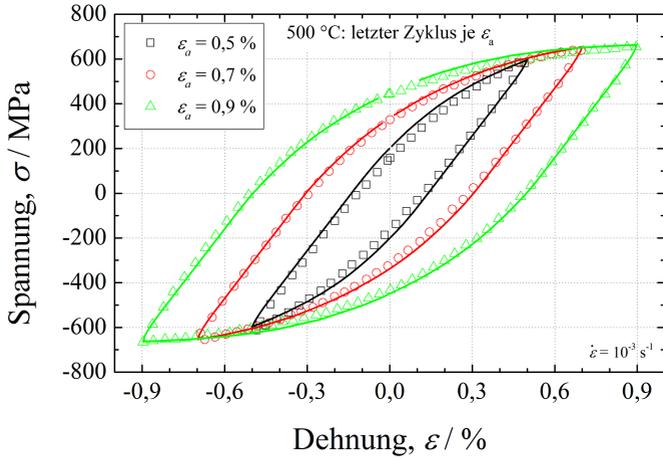


Abbildung C.6: Vergleich Experiment und Simulation der Hysterese im letzten Zyklus jeder Dehnamplitude des EPVs für die optimierten Parameter bei 500 °C.

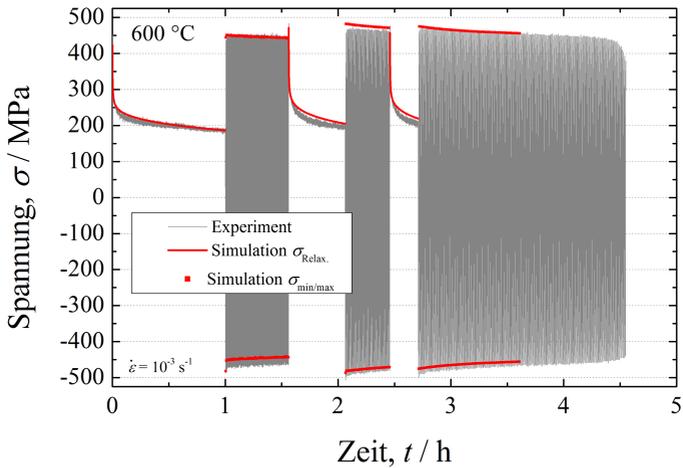


Abbildung C.7: Vergleich zwischen Experiment und Simulation des EPVs für die optimierten Parameter bei 600 °C.

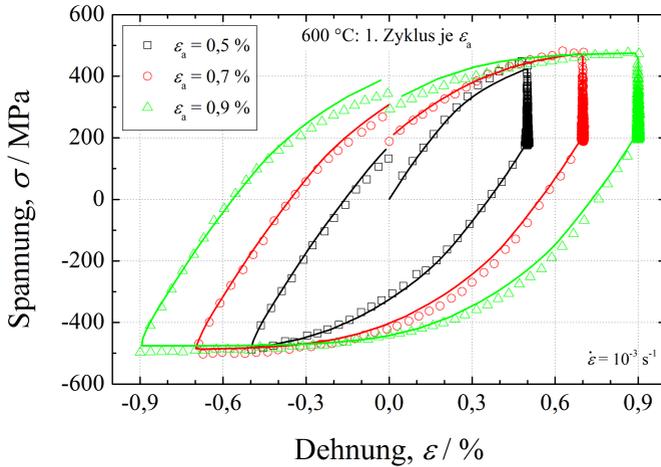


Abbildung C.8: Vergleich Experiment und Simulation der Hysterese im ersten Zyklus jeder Dehnampplitude des EPVs für die optimierten Parameter bei 600 °C.

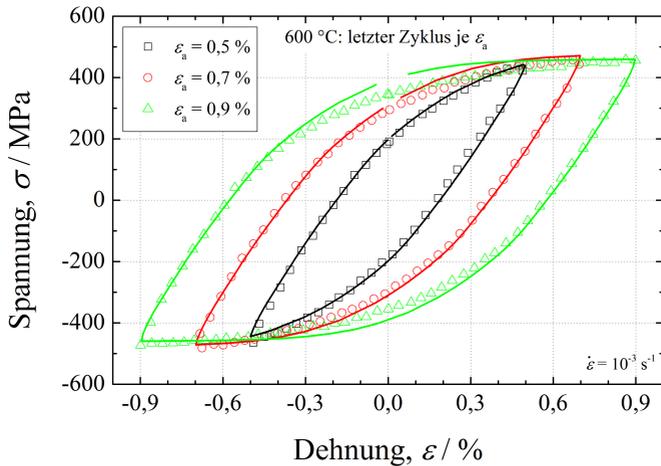


Abbildung C.9: Vergleich Experiment und Simulation der Hysterese im letzten Zyklus jeder Dehnampplitude des EPVs für die optimierten Parameter bei 600 °C.

## D Technische Zeichnungen

### Schulterkopf-Probe

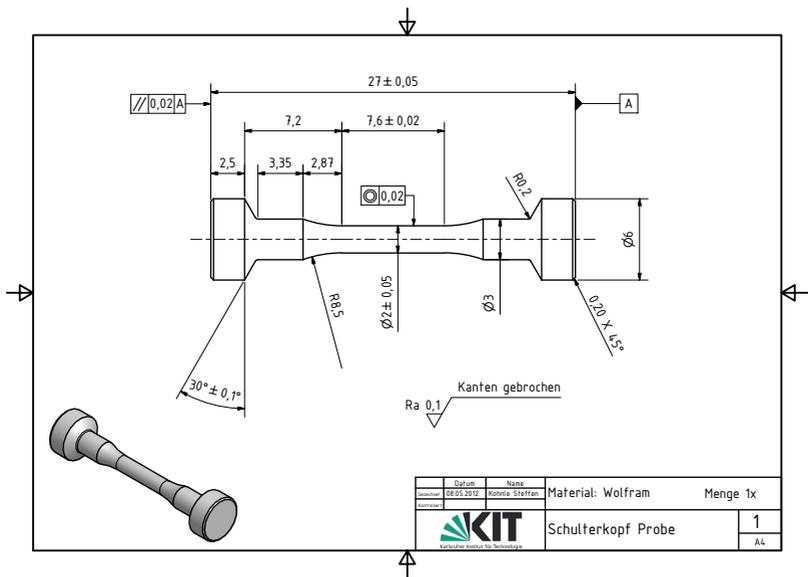


Abbildung D.1: Technische Zeichnung der Schulterkopf-Probe für die Zugversuche.



## Literaturverzeichnis

- [1] *Erneuerbare-Energien-Gesetz vom 21. Juli 2014 (BGBl. I S. 1066), das zuletzt durch Artikel 2 Absatz 10 des Gesetzes vom 21. Dezember 2015 (BGBl. I S. 2498) geändert worden ist.* 21.6. 2014
- [2] *Atomgesetz in der Fassung der Bekanntmachung vom 15. Juli 1985 (BGBl. I S. 1565), das durch Artikel 1 des Gesetzes vom 26. Juli 2016 (BGBl. I S. 1843) geändert worden ist*
- [3] Bruttostromerzeugung in Deutschland von 1990 bis 2013 nach Energieträgern, Arbeitsgemeinschaft Energiebilanzen e.V., letzter Zugriff 04.10.2016. [http://www.ag-energiebilanzen.de/index.php?article\\_id=29&filename=20131220\\_brd\\_stromerzeugung1990-2013.pdf](http://www.ag-energiebilanzen.de/index.php?article_id=29&filename=20131220_brd_stromerzeugung1990-2013.pdf)
- [4] MAYER, K.-H. ; MASUYAMA, F.: The development of creep-resistant steels. Version: 2008. <http://dx.doi.org/10.1533/9781845694012.1.15>. In: ABE, F. (Hrsg.) ; KERN, T.-U. (Hrsg.) ; VISWANATHAN, R. (Hrsg.): *Creep-Resistant Steels*. Woodhead Publishing, 2008. – ISBN 978–1–84569–178–3, 15 - 77
- [5] STRAUSS, K.: *Kraftwerkstechnik: Zur Nutzung fossiler, nuklearer und regenerativer Energiequellen*. Springer, 2009 <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-01431-4>. – ISBN 978–3–642–01431–4
- [6] BÜRCEL, R. ; MAIER, H.-J. (Hrsg.) ; NIENDORF, T. (Hrsg.): *Handbuch Hochtemperatur- Werkstofftechnik : Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, -Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen*.

4. überarbeitete Auflage. Vieweg+Teubner Verlag / Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, 2011 <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-8348-9907-1>. – ISBN 978-3-8348-9907-1
- [7] KLUEH, R.L. ; HARRIES, D.R.: High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear applications. West Conshohocken, PA : ASTM, 2001. – Forschungsbericht. – ISBN 0-8031-2090-7
- [8] KLUEH, R.L. ; NELSON, A.T.: Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors. In: *J. Nucl. Mater.* 371 (2007), Nr. 1-3, 37-52. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.05.005>. – ISSN 0022-3115
- [9] SHIRZADI, A. (Hrsg.) ; JACKSON, S. (Hrsg.): *Structural Alloys for Power Plants: Operational Challenges and High-Temperature Materials*. Amsterdam : Elsevier, Woodhead Publ., 2014. – ISBN 978-0-85709-238-0
- [10] KLUEH, R.L. ; MAZIASZ, P.J. ; KIM, I.S. ; HEATHERLY, L. ; HOELZER, D.T. ; HASHIMOTO, N. ; KENIK, E.A. ; MIYAHARA, K.: Tensile and creep properties of an oxide dispersion-strengthened ferritic steel. In: *J. Nucl. Mater.* 307-11, Part 1 (2002), 773-777. [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115\(02\)01046-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115(02)01046-2). – ISSN 0022-3115
- [11] FAZIO, C. ; BRICENO, D.G. ; RIETH, M. ; GESSI, A. ; J.H. ; MALLERBA, L.: Innovative materials for Gen IV systems and transmutation facilities: The cross-cutting research project GETMAT. In: *Nucl. Eng. Des.* 241 (2011), Nr. 9, 3514-3520. <http://dx.doi.org/10.1016/j.nucengdes.2011.03.009>. – ISSN 0029-5493
- [12] BURGER, B.: *Stromproduktion aus Solar- und Windenergie 2014 zuletzt zugegriffen: 9.10.2016*. online. <https://www.is.e.fraunhofer.de/de/downloads/pdf-files/data-nivc-/stromproduktion-aus-solar-und-windenergie-2014.pdf>. Version: Januar 2015

- [13] AKTAA, J. ; SCHMITT, R.: High temperature deformation and damage behavior of RAFM steels under low cycle fatigue loading: Experiments and modeling. In: *Fusion Eng. Des.* 81 (2006), Nr. 19, 2221–2231. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fusengdes.2006.03.002>. – ISSN 0920–3796
- [14] HYDE, C.J. ; SUN, W. ; HYDE, T.H. ; ROUSE, J.P. ; FARRAGHER, T. ; O'DOWD, N.P. ; LEEN, S.B.: Cyclic Viscoplasticity Testing and Modeling of a Service-Aged P91 Steel. In: *Journal of Pressure Vessel Technology* 136 (2014), Nr. 4
- [15] BARRETT, R.A. ; FARRAGHER, T.P. ; HYDE, C.J. ; O'DOWD, N.P. ; O'DONOGHUE, P.E. ; LEEN, S.B.: A Unified Viscoplastic Model for High Temperature Low Cycle Fatigue of Service-Aged P91 Steel. In: *ASME. J. Pressure Vessel Technol* 136 (2014), 8. <http://dx.doi.org/10.1115/1.4025618>
- [16] LU, J. ; SUN, W. ; BECKER, A. ; SAAD, A.A.: Simulation of the fatigue behaviour of a power plant steel with a damage variable. In: *Int. J. Mech. Sci.* 100 (2015), 145–157. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2015.06.019>. – ISSN 0020–7403
- [17] ZHANG, K. ; AKTAA, J.: Characterization and modeling of the ratcheting behavior of the ferritic-martensitic steel P91. In: *J. Nucl. Mater.* 472 (2016), 227–239. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.10.050>. – ISSN 0022–3115
- [18] CHABOCHE, J.L.: Viscoplastic constitutive equations for the description of cyclic and anisotropic behaviour of metals. In: *Bull. Acad. Polon. Sci., Ser. Sci. Tech.* 25 (1977), Nr. 1, S. 33–42
- [19] UKAI, S. ; OHTSUKA, S.: Low cycle fatigue properties of ODS ferritic-martensitic steels at high temperature. In: *J. Nucl. Mater.* 367–370, Part A (2007), Nr. 0, 234–238. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.03.020>. – ISSN 0022–3115

- [20] FOURNIER, B. ; SAUZAY, M. ; BARCELO, F. ; RAUCH, E. ; RENAULT, A. ; COZZIKA, T. ; DUPUY, L. ; PINEAU, A.: Creep-Fatigue Interactions in a 9 Pct Cr-1 Pct Mo Martensitic Steel: Part II. Microstructural Evolutions. In: *Metall. Mater. Trans. A* 40 (2009), Nr. 2, 330–341. <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-008-9687-y>. – ISSN 1543–1940
- [21] KUBĚNA, I. ; KRUML, T. ; FOURNIER, B. ; POLÁK, J.: Low Cycle Fatigue Behaviour of ODS Steels for Nuclear Application. In: *Key Eng. Mater.* 465 (2011), S. 556–559
- [22] KUBĚNA, I. ; FOURNIER, B. ; KRUML, T.: Effect of microstructure on low cycle fatigue properties of ODS steels. In: *J. Nucl. Mater.* 424 (2012), Nr. 1–3, 101–108. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2012.02.011>. – ISSN 0022–3115
- [23] FOURNIER, B. ; STECKMEYER, A. ; ROUFFIE, A.-L. ; MALAPLATE, J. ; GARNIER, J. ; RATTI, M. ; WIDENT, P. ; ZIOLEK, L. ; TOURNIE, I. ; RABEAU, V. ; GENTZBITTEL, J.M. ; KRUML, T. ; KUBENA, I.: Mechanical behaviour of ferritic ODS steels – Temperature dependancy and anisotropy. In: *J. Nucl. Mater.* 430 (2012), Nr. 1–3, 142–149. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2012.05.048>. – ISSN 0022–3115
- [24] KUBĚNA, I. ; POLÁK, J. ; MARMY, P. ; KRUML, T.: A Comparison of Microstructure Evolution due to Fatigue Loading in Eurofer 97 and ODS Eurofer Steels. In: *Procedia Eng.* 74 (2014), 401–404. <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2014.06.288>. – ISSN 1877–7058
- [25] KUBĚNA, I. ; POLÁK, J. ; PLOCINSKI, T. P. ; HÉBERT, C. ; ŠKORÍK, V. ; KRUML, T.: Microstructural stability of ODS steels in cyclic loading. In: *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 38 (2015), Nr. 8, 936–947. <http://dx.doi.org/10.1111/ffe.12284>. – ISSN 1460–2695

- [26] JONES, A.R.: *Historical Perspective - ODS alloy Development*. presented at ODS 2010 Materials Workshop, Fe-ODS alloys: Role and Future Application. [https://www.netl.doe.gov/File%20Library/Events/2010/ods/Andy\\_Jones\\_Historical\\_perspective.pdf](https://www.netl.doe.gov/File%20Library/Events/2010/ods/Andy_Jones_Historical_perspective.pdf). Version: 17.-18. Nov 2010
- [27] BENJAMIN, J.S.: Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. In: *Metall. Trans.* 1 (1970), 2943–2951. <http://dx.doi.org/10.1007/BF03037835>. – ISSN 1073–5615
- [28] BENN, R.C. ; KANG, S.K.: Long-term mechanical behavior of some ODS alloys. In: AL., M. G. (Hrsg.): *Superalloys 1984* TMS-AIME, 1984, S. 319
- [29] EWING, B.A. ; JAIN, S.K.: Development of Inconel\* Alloy MA 6000 Turbine Blades For Advanced Gas Turbine Engine Designs. In: DUHL, D.N. (Hrsg.) ; MAURER, G. (Hrsg.) ; ANTOLOVICH, S. (Hrsg.) ; LUND, C. (Hrsg.) ; REICHMAN, S. (Hrsg.): *Superalloys 1988* TMS, 1988, S. 131–140
- [30] OKSIUTA, Z. ; OLIER, P. ; CARLAN, Y. de ; BALUC, N.: Development and characterisation of a new ODS ferritic steel for fusion reactor application. In: *J. Nucl. Mater.* 393 (2009), Nr. 1, 114–119. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2009.05.013>. – ISSN 0022–3115
- [31] KIMURA, A. ; CHO, H.-S. ; TODA, N. ; KASADA, R. ; YUTANI, K. ; KISHIMOTO1, H. ; IWATA, N. ; UKAI, S. ; FUJIWARA, M.: High-Cr ODS steels R&D for high burn-up fuel cladding. In: *Structural Materials for Innovative Nuclear Systems (SMINS)*. Karlsruhe, Germany, 4-6 June 2007 : OECD, 2008, S. 103–114
- [32] HOFFELNER, W.: Structural materials containing nanofeatures for advanced energy plants. Version: 2014. <http://dx.doi.org/10>.

- 1533/9780857097552.2.221. In: SHIRZADI, A. (Hrsg.) ; JACKSON, S. (Hrsg.): *Structural Alloys for Power Plants*. Woodhead Publishing, 2014 (Woodhead Publishing Series in Energy). – ISBN 978-0-85709-238-0, 221–249
- [33] BARNES, BR.S.: Embrittlement of stainless steels and nickel-based alloys at high temperature induced by neutron radiation. In: *Nature* 206 (965), Nr. 4991, 1307. <http://dx.doi.org/10.1038/2061307a0>. – ISSN 0028-0836
- [34] KIMURA, A. ; KASADA, R. ; IWATA, N. ; KISHIMOTO, H. ; ZHANG, C.H. ; ISSELIN, J. ; DOU, P. ; LEE, J.H. ; MUTHUKUMAR, N. ; OKUDA, T. ; INOUE, M. ; UKAI, S. ; OHNUKI, S. ; FUJISAWA, T. ; ABE, T.F.: Super ODS Steels: R & D for fuel cladding of Gen IV Systems. In: *Innovative Materials Immune to Radiation (IMIR-1)*, 22-26 Aug, 2010
- [35] CHO, H.S. ; KIMURA, A. ; UKAI, S. ; FUJIWARA, M.: Corrosion properties of oxide dispersion strengthened steels in super-critical water environment. In: *J. Nucl. Mater.* 329–333, Part A (2004), 387–391. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.040>. – ISSN 0022-3115
- [36] LINDAU, R. ; MÖSLANG, A. ; RIETH, M. ; KLIMIANKOU, M. ; MATERNA-MORRIS, E. ; ALAMO, A. ; TAVASSOLI, A.-A.F. ; CAYRON, C. ; LANCHI, A.-M. ; FERNANDEZ, P. ; BALUC, N. ; SCHÄUBLIN, R. ; DIEGELE, E. ; FILACCHIONI, G. ; RENSMAN, J.W. ; SCHAAF, B.v.d. ; LUCON, E. ; DIETZ, W.: Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts. In: *Fusion Eng. Des.* 75–79 (2005), 989–996. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fusengdes.2005.06.186>. – ISSN 0920-3796

- [37] EHRLICH, K.: Materials research towards a fusion reactor. In: *Fusion Eng. Des.* 56–57 (2001), 71–82. [http://dx.doi.org/10.1016/S0920-3796\(01\)00236-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0920-3796(01)00236-8). – ISSN 0920–3796
- [38] MILLER, M.K ; HOELZER, D.T ; KENIK, E.A ; RUSSELL, K.F: Nanometer scale precipitation in ferritic MA/ODS alloy MA957. In: *J. Nucl. Mater.* 329–333, Part A (2004), 338–341. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.085>. – ISSN 0022–3115
- [39] MILLER, M.K. ; HOELZER, D.T. ; BABU, S.S. ; KENIK, E.A. ; RUSSELL, K.F: High Temperature Microstructural Stability of a MA/ODS Ferritic Alloy. In: *High Temperature Alloys: Processing for Properties* (2003)
- [40] HOELZER, D.T. ; BENTLEY, J. ; MILLER, M.K. ; SOKOLOV, M.K. ; BYUN, T.S. ; LI, M.: Development of high-strength ODS steels for nuclear energy applications. In: *ODS 2010 materials workshop qualcomm conference center Jacobs Hall University of California, San Diego*, 2010, S. 17–18
- [41] UKAI, S. ; FUJIWARA, M.: Perspective of ODS alloys application in nuclear environments. In: *J. Nucl. Mater.* 307–311, Part 1 (2002), Nr. 0, 749–757. [http://ox.doi.org/10.1016/S0022-3115\(02\)01043-7](http://ox.doi.org/10.1016/S0022-3115(02)01043-7). – ISSN 0022–3115
- [42] KASADA, R. ; TODA, N. ; YUTANI, K. ; CHO, H.S. ; KISHIMOTO, H. ; KIMURA, A.: Pre- and post-deformation microstructures of oxide dispersion strengthened ferritic steels. In: *J. Nucl. Mater.* 367–370, Part A (2007), 222–228. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.03.141>. – ISSN 0022–3115
- [43] YAMASHITA, S. ; AKASAKA, N. ; OHNUKI, S.: Nano-oxide particle stability of 9–12Cr grain morphology modified ODS steels under neutron irradiation. In: *J. Nucl. Mater.* 329–333, Part A (2004), Nr. 0,

- 377–381. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.041>. – ISSN 0022–3115
- [44] KLIMIANKOU, M. ; LINDAU, R. ; MÖSLANG, A.: TEM characterization of structure and composition of nanosized ODS particles in reduced activation ferritic–martensitic steels. In: *J. Nucl. Mater.* 329–333, Part A (2004), Nr. 0, 347–351. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.083>. – ISSN 0022–3115
- [45] SCHNEIBEL, J.H. ; LIU, C.T. ; MILLER, M.K. ; MILLS, M.J. ; SAROSI, P. ; HEILMAIER, M. ; STURM, D.: Ultrafine-grained nanocluster-strengthened alloys with unusually high creep strength. In: *Scr. Mater.* 61 (2009), Nr. 8, 793–796. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.06.034>. – ISSN 1359–6462
- [46] MILLER, M.K. ; RUSSELL, K.F. ; HOELZER, D.T.: Characterization of precipitates in MA/ODS ferritic alloys. In: *J. Nucl. Mater.* 351 (2006), Nr. 1–3, 261–268. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2006.02.004>. – ISSN 0022–3115
- [47] SCHNEIBEL, J.H. ; LIU, C.T. ; HOELZER, D.T. ; MILLS, M.J. ; SAROSI, P. ; HAYASHI, T. ; WENDT, U. ; HEYSE, H.: Development of porosity in an oxide dispersion-strengthened ferritic alloy containing nanoscale oxide particles. In: *Scr. Mater.* 57 (2007), Nr. 11, 1040–1043. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.07.029>. – ISSN 1359–6462
- [48] HAYASHI, T. ; SAROSI, P.M. ; SCHNEIBEL, J.H. ; MILLS, M.J.: Creep response and deformation processes in nanocluster-strengthened ferritic steels. In: *Acta Mater.* 56 (2008), Nr. 7, 1407–1416. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2007.11.038>. – ISSN 1359–6454
- [49] KLIMIANKOU, M. ; LINDAU, R. ; MÖSLANG, A. ; SCHRÖDER, J.: TEM study of PM 2000 steel. In: *Powder Metall.* 48 (2005),

- Nr. 3, 277–287. <http://www.redi-bw.de/db/ebSCO.php/search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=aph&AN=18407535&site=ehost-live>. – ISSN 00325899
- [50] VERHIEST, K. ; MULLENS, S. ; PAUL, J. ; GRAEVE, I. D. ; WISPELAERE, N. D. ; CLAESSENS, S. ; DEBREMAECKER, A. ; VERBEKEN, K.: Experimental study on the contact angle formation of solidified iron-chromium droplets onto yttria ceramic substrates for the yttria/ferrous alloy system with variable chromium content. In: *Ceram. Int.* 40 (2014), Nr. 1, Part B, 2187–2200. <http://ox.doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.07.137>. – ISSN 0272–8842
- [51] SHI, Z. ; HAN, F.: The microstructure and mechanical properties of micro-scale  $Y_2O_3$  strengthened 9Cr steel fabricated by vacuum casting. In: *Mater. Des. (1980-2015)* 66, Part A (2015), 304–308. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.10.075>. – ISSN 0261–3069
- [52] SURYANARAYANA, C. ; NASSER, A.-A.: Mechanically alloyed nanocomposites. In: *Prog. Mater. Sci.* 58 (2013), Nr. 4, 383–502. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2012.10.001>. – ISSN 0079–6425
- [53] SURYANARAYANA, C.: *Mechanical alloying and milling*. New York, NY : Dekker, 2004. – ISBN 0–8247–4103–X
- [54] CZYRSKA-FILEMONOWICZ, A. ; DUBIEL, B.: Mechanically alloyed, ferritic oxide dispersion strengthened alloys: structure and properties. In: *J. Mater. Process. Technol.* 64 (1997), Nr. 1–3, 53–64. [http://dx.doi.org/10.1016/S0924-0136\(96\)02553-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0924-0136(96)02553-8). – ISSN 0924–0136
- [55] HERNÁNDEZ-MAYORAL, M. ; SERRANO, M. ; ONORBE, E. ; GARCIA-JUNCEDA, A. ; HILGER, I. ; KLOEDEN, B. ; WEISSGAEERBER, T. ; ULBRICHT, A. ; BERGNER, F. ; RADIGUET, B. ; ETI-

- ENNE, A. ; SHARIQ, A. ; DEWHURST, C.D.: Microstructural and mechanical characterisation of ODS ferritic alloys produced by mechanical alloying and spark plasma sintering. In: *Mater. Sci. Technol.* 30 (2014), Nr. 13b, 1669–1675. <http://dx.doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000555>
- [56] KLUEH, R.L. ; SHINGLEDECKER, J.P. ; SWINDEMAN, R.W. ; HOELZER, D.T.: Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys. In: *J. Nucl. Mater.* 341 (2005), Nr. 2–3, 103–114. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2005.01.017>. – ISSN 0022–3115
- [57] FLEISCHER, R.L.: Substitutional solution hardening. In: *Acta Metallurgica* 11 (1963), Nr. 3, 203–209. [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(63\)90213-X](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(63)90213-X). – ISSN 0001–6160
- [58] COURTNEY, T.H.: *Mechanical behavior of materials*. 2nd ed. McGraw-Hill series in materials science and engineering, 2000
- [59] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 3. Aufl. Berlin : Springer, 2007 (Springer-Lehrbuch). – ISBN 3–540–71104–X; 978–3–540–71104–9
- [60] UKAI, S. ; OKUDA, T. ; FUJIWARA, M ; KOBAYASHI, T. ; MIZUTA, S. ; NAKASHIMA, H.: Characterization of High Temperature Creep Properties in Recrystallized 12Cr-ODS Ferritic Steel Claddings. In: *J. Nucl. Sci. Technol.* 39 (2002), Nr. 8, 872–879. <http://dx.doi.org/10.1080/18811248.2002.9715271>
- [61] KIM, I.-S. ; CHOI, B.-Y. ; KANG, C.-Y. ; OKUDA, T. ; MAZIASZ, P.J. ; MIYAHARA, K.: Effect of Ti and W on the mechanical properties and microstructure of 12Cr ferritic alloys. In: *ISIJ Int.* 43 (2003), Nr. 10, S. 1640–1646
- [62] FOXMAN, Z. ; SOBOL, O. ; PINKAS, M. ; LANDAU, A. ; HÄHNER, P. ; KRSJAK, V. ; MESHI, L.: Microstructural Evolution of Cr-Rich ODS

- Steels as a Function of Heat Treatment at 475°C. In: *Metallography, Microstructure, and Analysis* 1 (2012), 158–164. <http://dx.doi.org/10.1007/s13632-012-0028-6>. – ISSN 2192–9262
- [63] HALL, E.O.: The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. In: *Proceedings of the Physical Society. Section B* 64 (1951), Nr. 9, 747. <http://stacks.iop.org/0370-1301/64/i=9/a=303>
- [64] PETCH, N.J.: The cleavage strength of polycrystals. In: *The Journal of the Iron and Steel Institute* 173 (1953), S. 25–27
- [65] ZENER, C. ; C.S. SMITH quoted b.: In: *Tans. TMS-AIME* 15–51 (1949), 175 S.
- [66] FU, C.L. ; MAJA, K. ; PAINTER, G.S. ; CHEN, X.-Q.: Vacancy Mechanism of High Oxygen Solubility and Nucleation of Stable Oxygen-Enriched Clusters in Fe. In: *Phys. Rev. Lett.* 99 (2007), 225502. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.99.225502>
- [67] MILLER, M.K. ; HOELZER, D.T. ; KENIK, E.A. ; RUSSELL, K.F.: Stability of ferritic MA/ODS alloys at high temperatures. In: *Intermetallics* 13 (2005), Nr. 3–4, 387–392. <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2004.07.036>. – ISSN 0966–9795
- [68] MARUYAMA, K. ; SAWADA, K. ; KOIKE, J.: Strengthening Mechanisms of Creep Resistant Tempered Martensitic Steel. In: *ISIJ Int.* 41 (2001), Nr. 6, 641–653. <http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.41.641>
- [69] OROWAN, E.: *Discussion. In: Symposium on internal stresses in metals and alloys*. London: Institute of Metals, 1948
- [70] SEEGER, A.K.: On the theory of radiation damage and radiation hardening. In: *Second United Nations international conference on the*

- peaceful uses of atomic Energy* Bd. 6. Geneva, September 1958, S. 250–273
- [71] *Kapitel Strains in Crystalline Aggregate.* In: TAYLOR, G.I. ; DEHLINGER, U.: *Deformation and Flow of Solids.* Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 1956. – ISBN 978–3–642–48236–6, 3–12
- [72] KOCKS, U.F. ; ARGON, A.S. ; ASHBY, M.F.: *Thermodynamics and kinetics of slip.* Oxford [u.a.] : Pergamon Pr., 1975 (Progress in materials science ; 19). – ISBN 0–08–017964–9
- [73] ZHANG, Z. ; CHEN, D.L.: Consideration of Orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites: A model for predicting their yield strength. In: *Scr. Mater.* 54 (2006), Nr. 7, 1321–1326. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.12.017>. – ISSN 1359–6462
- [74] SCHNEIBEL, J.H. ; HEILMAIER, M. ; BLUM, W. ; HASEMANN, G. ; SHANMUGASUNDARAM, T.: Temperature dependence of the strength of fine- and ultrafine-grained materials. In: *Acta Mater.* 59 (2011), Nr. 3, 1300–1308. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2010.10.062>. – ISSN 1359–6454
- [75] ZHONG, S.Y. ; KLOSEK, V. ; CARLAN, Y. de ; MATHON, M.H.: Modeling of structural hardening in oxide dispersion-strengthened ODS ferritic alloys. In: *J. Mater. Sci.* 51 (2015), Nr. 5, 2540–2549. <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-015-9566-z>. – ISSN 1573–4803
- [76] ALINGER, M.J.: *On the formation and stability of nanometer scale precipitates in ferritic alloys during processing and high temperature service,* University of California, Santa Barbara, Diss., 2004
- [77] FROST, H.J. ; ASHBY, M.F.: *Deformation-mechanism maps.* Pergamon Press, 1982. – 166 S.

- [78] ARZT, E.: Creep of dispersion strengthened materials: a critical assessment. In: *Res. Mechanics* 31 (1991), S. 399–453
- [79] ARZT, E.: Metallische Hochleistungswerkstoffe für hohe Temperaturen: Grundlagen und Perspektiven. In: *2. Symposium Metallforschung*. Dresden : Saarländische Universitäts- und Landesbibliothek, August 1991 (1), 102–116
- [80] *Kapitel W.* Blum and B. Reppich, Creep of particle-strengthened alloys. In: EVANS, R.W.: *Creep Behavior of Crystalline Solids*. Pine-ridge Press, 1985, S. 83–136
- [81] SCHRÖDER, J.H. ; ARZT, E.: Weak beam studies of dislocation/dispersoid interaction in an ods superalloy. In: *Scripta Metallurgica* 19 (1985), Nr. 9, 1129–1134. [http://dx.doi.org/10.1016/0036-9748\(85\)90022-5](http://dx.doi.org/10.1016/0036-9748(85)90022-5). – ISSN 0036–9748
- [82] SURESH, S.: *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, 1998 <https://books.google.de/books?id=j4w6frFAiQcC>. – ISBN 9780521578479
- [83] CHRIST, H.-J.: *Wechselverformung von Metallen - Zyklisches Spannungs-Dehnungs-Verhalten und Mikrostruktur*. Bd. 9. Springer-Verlag, 1991. – XV, 403 S. <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-52345-8>
- [84] WÖHLER, A.: Bericht über versuche, welche auf der Königl. Niederschlesisch-Märkischen Eisenbah mit Apparaturen zum Messen der Biegung und Verdrehung von Eisenbahnwagen-Achsen während der Fahrt, angestellt wurden. In: *F. f. Bauwesen* (1858), S. 642–652
- [85] SCHUBERT, R.: *Verformungsverhalten und Risswachstum bei Low Cycle fatigue*, Technische Universität Braunschweig, Diss., 1989

- [86] BRIGGS, J.Z. ; PARKER, T.D.: The Super 12% Cr Steels. In: *Mater. Corros.* 17 (1966), Nr. 7, 642–642. <http://dx.doi.org/10.1002/maco.19660170738>. – ISSN 1521–4176
- [87] MASUYAMA, F: New developments in steels for power generation boilers. In: *Advanced Heat Resistant Steel for Power Generation* (1998), S. 33–48
- [88] PANAIT, C.G. ; ZIELIŃSKA-LIPIEC, A. ; KOZIEL, T. ; CZYRSKA-FILEMONOWICZ, A.I. ; GOURGUES-LORENZON, A.-F. ; BENDICK, W.: 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 100,000 h. In: *Mater. Sci. and Eng., A* 527 (2010), Nr. 16–17, 4062–4069. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.03.010>. – ISSN 0921–5093
- [89] HARRIES, D.R.: *Radiation Effects*. Bd. 3. 1987. – 101 S.
- [90] HARRIES, D.R. ; ZOLTI, E.: Structural mechanics and material aspects of the Next European Torus. In: *Nucl. Eng. Des. Fusion* 3 (1986), Nr. 4, 331–344. [http://dx.doi.org/10.1016/S0167-899X\(86\)80004-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0167-899X(86)80004-0). – ISSN 0167–899X
- [91] CHANG, H.-J. ; KAI, J.-J. ; TSAI, C.-H.: Cyclic deformation property and microstructure study of HT-9 ferritic steel at elevated temperatures. In: *J. Nucl. Mater.* 212 (1994), 574 – 578. [http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115\(94\)90125-2](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115(94)90125-2). – ISSN 0022–3115
- [92] KIM, S. ; WEERTMAN, J.R.: Investigation of microstructural changes in a ferritic steel caused by high temperature fatigue. In: *Metall. Trans. A* 19 (1988), Nr. 4, 999–1007. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02628384>. – ISSN 1543–1940
- [93] LINDAU, R. ; MÖSLANG, A.: Behavior in fatigue-relaxation of a creep resistant 12after helium implantation. In: *J. Nucl. Ma-*

- ter. 191 (1992), 915–918. [http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115\(92\)90606-L](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115(92)90606-L). – ISSN 0022–3115
- [94] FÜHRER, U.: *Wechselverformungskurven von P91 bei 500 °C*. 2016. – pers. Mitteilung
- [95] MARMY, P. ; YUZHEN, Ruan ; VICTORIA, M.: The tensile and fatigue properties of Type 1.4914 ferritic steel for fusion reactor applications. In: *J. Nucl. Mater.* 179 (1991), 697–701. [http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115\(91\)90184-9](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115(91)90184-9). – ISSN 0022–3115
- [96] JONES, W.B.: Production, Fabrication, Properties and Application for Ferritic Steels for High Temperature Applications. In: KHARE, A.K. (Hrsg.): *Ferritic Steels for High-temperature Applications*. Metals Park, OH, 1983
- [97] STUBBINS, J.F. ; KSCHINKA, B.A. ; MARRIOTT, D.L.: Considerations for design with cyclic softening materials in fusion reactor applications. In: *J. Nucl. Mater.* 141 (1986), 55–60. [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115\(86\)80010-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115(86)80010-1). – ISSN 0022–3115
- [98] FÜHRER, U. ; AKTAA, J.: Creep-fatigue interaction and cyclic softening of ferritic-martensitic steels. In: *Baltica X - Life Management and Maintenance for Power Plants*. Helsinki-Stockholm, June 2016
- [99] BANHARDT, V. ; NADER, M. ; ARZT, E.: High-temperature low-cycle fatigue of an iron-base oxide-dispersion strengthened alloy: Grain structure effects and lifetime correlations. In: *Metall. Mater. Trans. A* 26 (1995), Nr. 5, 1067–1077. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02670602>. – ISSN 1543–1940
- [100] LINDAU, R. ; MÖSLANG, A. ; SCHIRRA, M. ; SCHLOSSMACHER, P. ; KLIMENKOV, M.: Mechanical and microstructural properties of a HIPped RAFM ODS-steel. In: *J. Nucl. Mater.* 307–311, Part 1 (2002), Nr. 0, 769–772. [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115\(02\)01045-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115(02)01045-0). – ISSN 0022–3115

- [101] BRUCHHAUSEN, M. ; TURBA, K. ; HAAN, F. de ; HÄHNER, P. ; AUSTIN, T. ; CARLAN, Y. de: Characterization of a 14Cr ODS steel by means of small punch and uniaxial testing with regard to creep and fatigue at elevated temperatures. In: *J. Nucl. Mater.* 444 (2014), Nr. 1–3, 283–291. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.09.059>. – ISSN 0022–3115
- [102] HE, P. ; KLIMENKOV, M. ; MÖSLANGLANG, A. ; LINDAU, R. ; SEIFERT, H.J.: Correlation of microstructure and low cycle fatigue properties for 13.5Cr1.1W0.3Ti ODS steel. In: *J. Nucl. Mater.* 455 (2014), Nr. 1–3, 167–173. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.05.024>. – ISSN 0022–3115
- [103] CHAUHAN, A. ; LITVINOV, D. ; AKTAA, J.: Deformation and damage mechanisms of a bimodal 12Cr-ODS steel under high-temperature cyclic loading. In: *Int. J. Fatigue* 93 (2016), 1–17. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.08.003>
- [104] DOWLING, N.: *ASTM Standard STP28635S: Geometry Effects and the J-Integral Approach to Elastic-Plastic Fatigue Crack Growth*. <http://dx.doi.org/10.1520/STP28635S>. Version: Jan 1976
- [105] STRASSBERGER, L. ; CHAUHAN, A. ; GRÄNING, T. ; CZINK, S. ; AKTAA, J.: High-temperature low-cycle fatigue behavior of novel austenitic ODS steels. In: *Int. J. Fatigue* 93, Part 1 (2016), 194–200. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.08.018>. – ISSN 0142–1123
- [106] LEMAITRE, J. ; CHABOCHE, J.-L.: *Mechanics of solid materials*. Repr. Cambridge [u.a.] : Cambridge Univ. Press, 1998. – ISBN 0–521–32853–5; 0–521–47758–1
- [107] HALES, V. ; HOLDSWORTH, S.R. ; O’DONNELL, M.P. ; PERRIN, I.J. ; SKELTON, R.P.: A Code of Practice for the determination of cyclic stress-strain data. In: *Mater. High Temp.* 19 (2002), Nr. 4, S. 165–185

- 
- [108] CHABOCHE, J.L.: Time-independent constitutive theories for cyclic plasticity. In: *Int. J. Plast.* 2 (1986), Nr. 2, 149–188. [http://dx.doi.org/10.1016/0749-6419\(86\)90010-0](http://dx.doi.org/10.1016/0749-6419(86)90010-0). – ISSN 0749–6419
- [109] PRAGER, W.: The theory of plasticity: a survey of recent achievements. In: *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* 169 (1955), Nr. 1, S. 41–57
- [110] MROZ, Z.: On the description of anisotropic workhardening. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 15 (1967), Nr. 3, 163–175. [http://dx.doi.org/10.1016/0022-5096\(67\)90030-0](http://dx.doi.org/10.1016/0022-5096(67)90030-0). – ISSN 0022–5096
- [111] ARMSTRONG, P.J. ; FREDERICK, C.O.: A mathematical representation of the multiaxial Bauschinger effect. In: *C.E.G.B., Report RD/B/N* 731 (1966)
- [112] Y.F.DAFALIAS ; POPOV, E.P.: Plastic internal variables formalism of cyclic plasticity. In: *Journal of applied mechanics* 43 (1976), Nr. 4, S. 645–651
- [113] OHNO, N. ; WANG, J.-D.: Kinematic hardening rules with critical state of dynamic recovery, part I: formulation and basic features for ratchetting behavior. In: *Int. J. Plast.* 9 (1993), Nr. 3, 375–390. [http://dx.doi.org/10.1016/0749-6419\(93\)90042-0](http://dx.doi.org/10.1016/0749-6419(93)90042-0). – ISSN 0749–6419
- [114] OHNO, N. ; WANG, J.-D.: Kinematic hardening rules with critical state of dynamic recovery, part II: Application to experiments of ratchetting behavior. In: *Int. J. Plast.* 9 (1993), Nr. 3, 391–403. [http://dx.doi.org/10.1016/0749-6419\(93\)90043-P](http://dx.doi.org/10.1016/0749-6419(93)90043-P). – ISSN 0749–6419
- [115] ABAQUS: Version 6.6, ABAQUS UK Ltd, Birchwood, Warrington, UK.

- [116] FOURNIER, B. ; SAUZAY, M. ; PINEAU, A.: Micromechanical model of the high temperature cyclic behavior of 9–12%Cr martensitic steels. In: *Int. J. Plast.* 27 (2011), Nr. 11, 1803–1816. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2011.05.007>. – ISSN 0749–6419
- [117] *Kapitel* Modelization of the strain memory effect on the cyclic hardening of 316 stainless steel. In: CHABOCHE, J.L. ; VAN, K. D. ; CORDIER, G.: *Structural mechanics in reactor technology. Transactions.* Bd. L. North-Holland Publishing Co., 1979, S. 316
- [118] CHABOCHE, J.L. ; ROUSSELIER, G.: On the Plastic and Viscoplastic Constitutive Equations - Part I and II. In: *Journal of Pressure Vessel Technology* 105 (1983), S. 153 –158, 159 –164
- [119] MALININ, N.N. ; KHADJINSKY, G.M.: Theory of creep with anisotropic hardening. In: *Int. J. Mech. Sci.* 14 (1972), S. 235—246
- [120] BASUKI, W.W.: *Optimierung der Diffusionsschweißparameter von Hastelloy C-22 zur Herstellung von Mikrowärmetauschern*, Forschungszentrum Karlsruhe in der Helmholtz-Gemeinschaft, Diss., 2008
- [121] *ASTM Standard E2714-13: Standard Test Method for Creep-Fatigue Testing.* West Conshohocken, PA,
- [122] *ThyssenKrupp Materials International: Alloy steel tubes for high-temperature service: Material data sheet P91/T91.* [http://www.s-k-h.com/media/de/Service/Werkstoffblätter\\_englisch/Kesselrohre\\_ASTM/P91\\_T91\\_engl.pdf](http://www.s-k-h.com/media/de/Service/Werkstoffblätter_englisch/Kesselrohre_ASTM/P91_T91_engl.pdf).  
Version: Zugriffsdatum: am 18.2.2016
- [123] HEINZEL, A. ; WEISENBURGER, A. ; LINDAU, R. ; MUELLER, G.: Production and Characterization of a 9CrMoVNb ODS steel / KIT. 2012. – Forschungsbericht

- [124] STRASSBERGER, L. ; LITVINOV, D. ; AKTAA, J.: High temperature tensile properties of oxide dispersion strengthened T91 and their correlation with microstructural evolution. In: *Mater. Sci. Technol.* 30(13b) (2014), S. 1691–1696
- [125] ENNIS, P.J.: Ferritic and martensitic steels for power plants. In: SHIRZADI, A. (Hrsg.) ; JACKSON, S. (Hrsg.): *Structural alloys for power plants, Operational Challenges and High-temperature Materials*, Elsevier Ltd., 2014 (Woodhead Publishing Series in Energy 45), S. 188–220
- [126] ABE, F. ; TANEIKE, M. ; SAWADA, K.: Alloy design of creep resistant 9Cr steel using a dispersion of nano-sized carbonitrides. In: *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 84 (2007), Nr. 1–2, 3–12. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijpvp.2006.09.003>. – ISSN 0308–0161
- [127] ALINGER, M.J. ; ODETTE, G.R. ; HOELZER, D.T.: On the role of alloy composition and processing parameters in nanocluster formation and dispersion strengthening in nanostructured ferritic alloys. In: *Acta Mater.* 57 (2009), Nr. 2, 392–406. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2008.09.025>. – ISSN 1359–6454
- [128] HIRATA, A. ; FUJITA, T. ; WEN, Y.R. ; SCHNEIBEL, J.H. ; LIU, C.T. ; CHEN, M.W.: Atomic structure of nanoclusters in oxide-dispersion-strengthened steels. In: *Nat. Mater.* 10 (2012), Nr. 12, 922–926. <http://dx.doi.org/10.1038/nmat3150>. – ISSN 1476–1122
- [129] WU, Y. ; HANEY, E.M. ; CUNNINGHAM, N.J. ; ODETTE, G.R.: Transmission electron microscopy characterization of the nanostructures in nanostructured ferritic alloy M A957. In: *Acta Mater.* 60 (2012), Nr. 8, 3456–3468. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2012.03.012>. – ISSN 1359–6454

- [130] SCHAFFER, G.B. ; LORETTO, M.H. ; SMALLMAN, R.E. ; BROOKS, J.W.: The stability of the oxide dispersion in INCONEL alloy MA6000. In: *Acta Metall.* 37 (1989), Nr. 9, 2551–2558. [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(89\)90053-9](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(89)90053-9). – ISSN 0001-6160
- [131] ZHONG, S.Y. ; RIBIS, J. ; KLOSEK, V. ; CARLAN, Y. de ; LOCHET, N. ; JI, V. ; MATHON, M.H.: Study of the thermal stability of nanoparticle distributions in an oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic alloys. In: *J. Nucl. Mater.* 428 (2012), Nr. 1–3, 154–159. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2011.12.028>. – ISSN 0022-3115
- [132] KLIMENKOV, M. ; LINDAU, R. ; MÖSLANG, A.: New insights into the structure of ODS particles in the ODS-Eurofer alloy. In: *J. Nucl. Mater.* 386–388 (2009), Nr. 0, 553–556. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.12.174>. – ISSN 0022-3115
- [133] EGGELER, G. ; RAMTEKE, A. ; COLEMAN, M. ; CHEW, B. ; PETER, G. ; BURBLIES, A. ; HALD, J. ; RANTALA, J. ; DEWITTE, M. ; MOHRMANN, R.: Analysis of creep in a welded 'P91' pressure vessel. In: *Int. J. Pres. Ves. & Piping* 60 (1994), S. 237–257
- [134] HALD, J.: Microstructure and long-term creep properties of 9–12% Cr steels. In: *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 85 (2008), Nr. 1–2, 30–37. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijpvp.2007.06.010>. – ISSN 0308-0161
- [135] DESCHAMPS, A. ; BRECHET, Y.: Influence of predeformation and ageing of an Al-Zn-Mg alloy - II. Modeling of precipitation kinetics and yield stress. In: *Acta Mater.* 47 (1998), Nr. 1, 293–305. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00296-1](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00296-1). – ISSN 1359-6454

- [136] IRVINE, J. ; BAKER, T.N.: The influence of rolling variables on the strengthening mechanisms operating in niobium steels. In: *Mater. Sci. and Eng.* 64 (1984), Nr. 1, 123–134. [http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416\(84\)90079-X](http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416(84)90079-X). – ISSN 0025–5416
- [137] MAROPOULOS, S. ; PAUL, J.D.H. ; RIDLEY, N.: Microstructure-property relationships in tempered low alloy Cr–Mo–3.5Ni–V steel. In: *Mater. Sci. Technol.* 9 (1993), Nr. 11, S. 1014–1020
- [138] LI, Q.: Modeling the microstructure-mechanical property relationship for a 12Cr-2W-V-Mo-Ni power plant steel. In: *Mater. Sci. and Eng., A* 361 (2003), Nr. 1–2, 385–391. [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00565-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00565-3). – ISSN 0921–5093
- [139] KIM, J.H. ; BYUN, T.S. ; HOELZER, D.T. ; KIM, S.-W. ; LEE, B.H.: Temperature dependence of strengthening mechanisms in the nanostructured ferritic alloy 14YWT: Part I-II Mechanical and microstructural observations. In: *Mater. Sci. and Eng., A* 559 (2013), 101–110. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.042>. – ISSN 0921–5093
- [140] ABE, F. ; HORIUCHI, T. ; SAWADA, K.: High-Temperature Annealing for Maximization of Dissolved Boron in Creep-Resistant Martensitic 9Cr Steel. In: *Mater. Sci. Forum* 426–432 (2003), S. 1393–1398
- [141] HORIUCHI, T. ; IGARASHI, M. ; ABE, F.: Improved utilization of added B in 9Cr heat-resistant steels containing W. In: *ISIJ Int.* 42 (2002), 67–71. <http://www.refdoc.fr/Detailnotice?idarticle=9829382>. – ISSN 0915–1559
- [142] NARDONE, V.C. ; TIEN, J.K.: Pinning of dislocations on the departure side of strengthening dispersoids. In: *Scr. Mater.* 17 (1983), Nr. 4, 467–470. [http://dx.doi.org/10.1016/0036-9748\(83\)90333-2](http://dx.doi.org/10.1016/0036-9748(83)90333-2). – ISSN 0036–9748

- [143] ARZT, E. ; RÖSLER, J.: The kinetics of dislocation climb over hard particles-II. Effects of an attractive particle-dislocation interaction. In: *Acta Metall.* 36 (1988), Nr. 4, 1053–1060. [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90159-9](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(88)90159-9). – ISSN 0001–6160
- [144] NAGESHA, A. ; VALSAN, M. ; KANNAN, R. ; RAO, K. Bhanu S. ; MANNAN, S.L.: Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr–1Mo ferritic steel. In: *Int. J. Fatigue* 24 (2002), Nr. 12, 1285–1293. [http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123\(02\)00035-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123(02)00035-X). – ISSN 0142–1123
- [145] MARMY, P. ; KRUML, T.: Low cycle fatigue of Eurofer 97. In: *J. Nucl. Mater.* 377 (2008), Nr. 1, 52–58. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.02.054>. – ISSN 0022–3115
- [146] GOLANSKI, G. ; MROZINSKI, S.: Low cycle fatigue and cyclic softening behaviour of martensitic cast steel. In: *Engineering Failure Analysis* 35 (2013), 692–702. <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.06.019>. – ISSN 1350–6307
- [147] ARMAS, A.F. ; PETERSEN, C. ; SCHMITT, R. ; AVALOS, M. ; ALVAREZ-ARMAS, I.: Mechanical and microstructural behaviour of isothermally and thermally fatigued ferritic/martensitic steels. In: *J. Nucl. Mater.* 307–311, Part 1 (2002), 509–513. [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115\(02\)01086-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115(02)01086-3). – ISSN 0022–3115
- [148] MORROW, J.: Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals. In: *Internal friction, damping and cyclic plasticity*. Philadelphia, Pennsylvania : American Society of Testing and Materials, 1964 (ASTM STP 378), S. 45–87
- [149] RAMBERG, W. ; OSGOOD, W.R.: Description of stress-strain curves by three parameters / National Advisory Committee For Aeronautics. 1943. – Technical Note No. 902

- [150] COFFIN, L.F. J.: A Study of the Effects of Cyclic Thermal Stresses on a Ductile Metal. In: *Transactions of the ASME* 76 (1954), S. 931–950
- [151] MANSON, S.S.: Behavior of Materials Under Conditions of Thermal Stress / National Advisory Committee for Aeronautics. Lewis Flight Propulsion Lab.; Cleveland, OH, United States. 1954. – Forschungsbericht
- [152] BASQUIN, O.H.: The Exponential Law of Endurance Tests American Society for Testing and Materials, 1910, S. 625–630
- [153] WILLIAMS, D.B. ; CARTER, C.B.: *Transmission electron microscopy : a textbook for materials science*. 2. ed. New York : Springer, 2009 <http://swbplus.bsz-bw.de/bsz31104106xcov.htm>. – ISBN 978-0-387-76500-6. – Hardbackausgabe erscheint in einem Band.
- [154] FULTZ, B. ; HOWE, J.M.: *Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials*. Third Edition. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2008 (SpringerLink : Bücher). <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-73886-2>. – ISBN 978-3-540-73886-2
- [155] SMITH, R.W. ; HIRSCHBERG, M.H. ; MANSON, S.S.: Fatigue behavior of materials under strain cycling in low and intermediate life range / National Aeronautics and Space Administration. 1963 (NASA TN D-1574). – Forschungsbericht
- [156] GUGULOTH, K. ; SIVAPRASAD, S. ; CHAKRABARTI, D. ; TARAFDER, S.: Low-cyclic fatigue behavior of modified 9Cr-1Mo steel at elevated temperature. In: *Mater. Sci. Eng., A* 604 (2014), 196–206. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.02.076>. – ISSN 0921-5093
- [157] LANDGRAF, R.W.: The resistance of metals to cyclic deformation. In: *Achievement of high fatigue resistance in metals and alloys* Ame-

- rican Society for Testing and Materials, 1970 (ASTM STP 467), S. 3–36
- [158] HUBER, N. ; TSAKMAKIS, Ch.: A neural network tool for identifying the material parameters of a finite deformation viscoplasticity model with static recovery. In: *Comput. Methods in Appl. Mech. and Eng.* 191 (2001), Nr. 3–5, 353 – 384. [http://dx.doi.org/10.1016/S0045-7825\(01\)00278-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0045-7825(01)00278-X). – ISSN 0045–7825
- [159] AKTAA, J.: *Simplified Incremental Test*. 2012. – pers. Mitteilung
- [160] JAMES, F. ; ROOS, M.: Minuit: A System for Function Minimization and Analysis of the Parameter Errors and Correlations. In: *Comput. Phys. Commun.* 10 (1975), 343–367. [http://dx.doi.org/10.1016/0010-4655\(75\)90039-9](http://dx.doi.org/10.1016/0010-4655(75)90039-9)

## Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde während meiner Tätigkeit am Institut für Angewandte Materialien des Karlsruher Instituts für Technologie angefertigt. Ich möchte mich bei allen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

An erster Stelle danke ich meinem Doktorvater Prof. Dr.-Ing. Jarir Aktaa für die Vergabe und Betreuung dieser spannenden und aktuellen Arbeit sowie für die Übernahme des Hauptreferats. Besonders möchte ich mich für die hilfreichen Gespräche und die wertvolle Unterstützung bedanken. Für die Übernahme des Korreferats danke ich Prof. Dr. Anton Möslang.

Diese Doktorarbeit wurde im Rahmen des Portfolio Topics „Materialforschung für die zukünftige Energieversorgung“ der Helmholtz-Gemeinschaft, Deutschland durchgeführt. Ein besonderer Dank geht an die Koordinatorin des Projekts, Dr. Regina Krüssmann, für die gute Organisation. Ebenfalls möchte ich mich bei Tim Gäning und seinem Team am IAM-WPT für die Entwicklung und Herstellung des austenitischen ODS Probenmaterials bedanken. Allen anderen Kollegen des Helmholtz-Portfolios danke ich für die gute Zusammenarbeit und die bereichernden Projekttreffen an den verschiedenen Instituten des KITs.

Ich danke Dr. Annette Heinzl für die Bereitstellung des ODS T91 Probenmaterials, das im Rahmen des GETMAT Projekts entwickelt und hergestellt wurde.

Ich bedanke mich bei Dr.-Ing. Wiebke Sittel, Dr.-Ing. Christian Dethloff und Dr. rer. nat. Dimitri Litvinov für die Einweisungen an den Transmissionselektronenmikroskop und für ihre Unterstützung bei der Auswertung. Bedanken möchte ich mich bei Dr.-Ing. Mario Walter für die Bereitstellung der Versuchsprüfstände.

Ein besonderer Dank gilt auch meinen Kollegen am Institut. Danken möchte ich meiner chinesischen Zimmerkollegin Dandan Qu für die netten Gespräche und die Einblicke in ihre Kultur. Ich danke Ulrich Führer für seinen fachlichen Rat und die hilfreichen Diskussionen sowie für die freundschaftlichen Gespräche. Gleiches gilt auch für Michael Mahler, Kuo Zhang, Ankur Chauhan und Marko Conte.

Ein Dankeschön gilt auch meiner Familie für ihre Unterstützung und ihr Verständnis während meiner Zeit als Doktorand.

Karlsruhe, im Dezember 2016

*Luis Straßberger*

## Publikationsliste

- **L. Straßberger, A. Chauhan, Steffen Czink, J. Aktaa**  
*High-temperature low-cycle fatigue behavior and microstructural evolution of an ODS steel based on conventional T91*  
International Journal of Fatigue (2017) 50-57
- **L. Straßberger, A. Chauhan, T. Gräning, Steffen Czink, J. Aktaa**  
*High-temperature low-cycle fatigue behavior of novel austenitic ODS steels*  
International Journal of Fatigue (2016) 194-200
- **L. Straßberger, D. Litvinov, J. Aktaa**  
*High temperature tensile properties of oxide dispersion strengthened T91 and their correlation with microstructural evolution*  
Materials Science and Technology (2014) 1691-1696
- **C. Greiner, Z. Liu, L. Straßberger, P. Gumbsch**  
*Sequence of Stages in the Microstructure Evolution in Copper under Mild Reciprocating Tribological Loading*  
ACS applied materials & interfaces (2016) 15809-19
- **B. Schwarz, P.J. Rossi, L. Straßberger, F. Jörg, S.R. Meka, E. Bischoff, R.E. Schacherl, and E.J. Mittemeijer**  
*Coherency Strain and Precipitation Kinetics: Crystalline and Amorphous Nitride Formation in Ternary Fe–Ti/Cr/V–Si Alloys*  
Philos. Mag. (2014) 3098–3119
- **L. Straßberger, D. Litvinov, J. Aktaa**  
*High temperature deformation behavior and microstructural evolution of ODS ferritic steel*  
Vortrag 10. September 2013, Euromat 2013, Sevilla, Spanien

- **L. Straßberger, J. Aktaa**  
*Elasto-viscoplastic deformation behaviour of ODS T91*  
Vortrag 31. März 2015, 2. ODISSEUS Workshop 2015, Oxford, England
- **L. Straßberger, J. Aktaa**  
*Elasto-viscoplastic deformation behavior of oxide dispersion strengthened steels*  
Vortrag 16. Dezember 2015, AMPT 2015, Madrid, Spanien
- **L. Straßberger, A. Chauhan, J. Aktaa**  
*LCF behavior of F/M and austenitic ODS steels at elevated temperatures*  
Vortrag 19. April 2016, ODISSEUS Workshop 2016, Dresden, Deutschland
- **L. Straßberger, J. Aktaa**  
*Viscoplastic deformation behaviour of ODS T91*  
Poster 20. Mai 2015, EST 2015, Karlsruhe, Deutschland
- **R. Krüßmann, T. Gräning, D. Janda, S. Ruck, D. Schneider, L. Straßberger**  
*Materials research for energy supply at Karlsruhe Institute of Technology*  
Poster 20.-22. Mai 2015 EST 2015, Karlsruhe, Deutschland