

Untersuchung und Modellierung des Haltezeiteinflusses auf die zyklische Entfestigung ferritisch-martensitischer Stähle

Zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften

der Fakultät für Maschinenbau

Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Ulrich Führer

aus Köln

Tag der mündlichen Prüfung: 15. Juni 2018

Referent: Prof. Dr.-Ing. Jarir Aktaa

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Thomas Schulenberg

Kurzfassung

Zur weiteren Erhöhung des Wirkungsgrades, und damit zur Reduzierung der ausgestoßenen Schadstoffe thermischer Kraftwerke ist die Erhöhung von Dampfdruck und -temperatur notwendig. Gleichzeitig fordert der stetige Ausbau erneuerbarer Energien eine flexible Betriebsführung der konventionellen Kraftwerke. Da keine hinreichenden Speichermöglichkeiten zur Verfügung stehen müssen auftretende Schwankungen in der Verfügbarkeit der erneuerbaren Energien durch konventionelle Kraftwerke ausgeglichen werden. Dies führt neben den im stationären Betrieb auftretenden Kriechbelastungen zu überlagerten Ermüdungsbelastungen der Komponenten.

Aufgrund ihrer hohen Festigkeit bei gleichzeitig geringer thermischer Ausdehnung und guter Wärmeleitfähigkeit auch bei den geforderten Anwendungstemperaturen sind ferritisch-martensitische Stähle für den Hochtemperatureinsatz bei wechselnder Belastung gut geeignet. Der modifizierte 9Cr1Mo-Stahl P91 ist ein etablierter Werkstoff dieser Klasse. Für die zuverlässige Auslegung von Bauteilen muss jedoch die charakteristische zyklische Entfestigung dieser Werkstoffe, d.h. die kontinuierliche Abnahme der Festigkeit unter zyklischer Belastung, berücksichtigt werden. Eine Möglichkeit hierzu ist die Verwendung eines Materialmodells, das in der computergestützten Belastungsanalyse die kontinuierliche Veränderung der Materialeigenschaften und ihre Auswirkungen auf die Lebensdauer abbildet.

Die Entwicklung eines solchen Materialmodells zur Beschreibung des Verhaltens ferritisch-martensitischer Stähle unter Kriechermüdungsbelas-

tungen ist Ziel dieser Arbeit. Gekoppelte Verformungs- und Schädigungsmodelle aus der Kontinuumsmechanik haben hierzu eine gute Eignung unter Ermüdungsbelastungen gezeigt, eine zufriedenstellende Beschreibung gelang unter kombinierten Kriechermüdungsbelastungen jedoch bisher nicht. Im ersten Schritt dieser Arbeit wurden dazu Entfestigungsverhalten und Lebensdauer unter Kurzzeitermüdungsbelastungen sowie unter Kriechermüdungsbelastungen umfassend charakterisiert. Die in die Ermüdungsbelastung eingeschobenen Haltezeiten zeigten dabei nicht nur eine weitreichende Auswirkung auf das Entfestigungsverhalten, sondern ebenfalls auch auf die Bruchlastspielzahl. Insbesondere Haltezeiten unter Druck führten zu einer deutlichen Abnahme der Lebensdauer.

Auf Basis der durchgeführten Experimente wurde das bestehende Modell von Aktaa und Schmitt hinsichtlich seiner Anwendbarkeit unter Kriechermüdung evaluiert. Basierend auf dem Vergleich von Experiment und Modellantwort wurde das Modell anschließend erweitert, so dass der Einfluss der überlagerten Kriechbelastung auf die Entfestigung zufriedenstellend abgebildet wird. Anhand der experimentellen Ergebnisse wurden Parametersätze für das modifizierte Modell für P91 bei 450 °C und 550 °C bestimmt.

Das in dieser Arbeit entwickelte Verformungsmodell erlaubt die Beschreibung der zyklischen Entfestigung ferritisch-martensitischer Stäbe unter Kriechermüdungsbelastungen. Das mit dem Verformungsmodell gekoppelte Schädigungsmodell ermöglicht ferner die akkurate Beschreibung der Bruchlastspielzahlen sowohl unter Ermüdungsbelastungen, als auch unter Kriechermüdungsbelastungen. Insbesondere die deutliche Abnahme der Lebensdauer infolge von Druckhaltezeiten wird durch das entwickelte Materialmodell gut wiedergegeben.

Abstract

To raise the efficiency and thereby reduce emissions of thermal power plants, increased steam temperatures and pressures are required. At the same time, continued expansion of renewable energies demands more flexible operation of conventional power plants. As sufficient energy storage solutions are not available yet, the fluctuating availability of renewable energy sources has to be balanced by conventional power plants. This results in additional cyclic loadings of structural components superimposed to creep loadings already present in continuous operation.

Ferritic-martensitic steels are a common choice for high-temperature applications under variable loading due to their high strength, low thermal expansion and good thermal conductivity in the required temperature range. The modified 9Cr1Mo steel P91 is an established material grade in this class of steels. However, cyclic softening (i.e. the continuous reduction of material strength under cyclic loading), which is a characteristic of ferritic-martensitic steels, needs to be considered for reliable dimensioning of components. A promising approach is the use of constitutive equations which represent the evolving material characteristics in numerical, computer-assisted stress analysis.

The development of such constitutive equations to describe ferritic-martensitic steels under creep-fatigue loading is the aim of this thesis. Coupled deformation and damage models based on continuum mechanics already showed promising results under low-cycle fatigue loading. However, satisfactory application of these models for creep-fatigue loadings was not

possible until now. In the first step of this work, cyclic softening and lifetime of P91 were extensively characterized under fatigue loading as well as under creep fatigue loading. Hold times introduced to the loading path influenced not only cyclic softening, but also the number of cycles to failure. Notably, compressive hold times lead to significantly shorter lifetimes.

On the basis of conducted experiments, the model by Aktaa and Schmitt was evaluated for application under creep-fatigue loading. Based on the comparison of experimental results and model calculations, the model was subsequently extended to represent the observed influence of creep-fatigue loadings on cyclic softening. Parameter sets of the modified model were determined for P91 at 450 °C and 550 °C.

The deformation model developed in this work allows the description of cyclic softening of ferritic-martensitic steels under creep-fatigue loading. The coupled damage model further allows the accurate calculation of the number of cycles to failure under fatigue loading as well as under creep-fatigue loading. Notably, the detrimental influence of compressive hold times on lifetime of ferritic-martensitic steels is well represented.

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	iii
Abstract	v
Inhalt	ix
Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	xi
1 Einleitung	1
2 Stand der Technik	9
2.1 Historische Entwicklung und Anwendungsbereiche	11
2.2 Ferritisch-Martensitischer Stahl P91	17
2.2.1 Wärmebehandlung und Mikrostruktur	18
2.2.2 Mechanische Eigenschaften	23
2.3 Modellierung	40
2.3.1 Chaboche-Modell	42
2.3.2 Erweiterung durch Aktaa und Schmitt	45
3 Methodik	51
3.1 Grundsätzliches Vorgehen	51
3.2 Versuchsdurchführung	54
3.3 Auswertung	56
4 Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen	59

4.1	Versuche ohne Haltezeit	59
4.2	Versuche mit Haltezeit	66
4.2.1	Einfluss der Haltezeitposition	66
4.2.2	Einfluss der Haltezeitdauer	70
4.2.3	Einfluss der Gesamtdehnungsamplitude	73
4.2.4	Einfluss der Temperatur	78
4.3	Diskussion	81
4.3.1	Verformungsverhalten	81
4.3.2	Mikrostrukturelle Interpretation	85
4.3.3	Lebensdauer	91
4.4	Zusammenfassung	103
5	Modellierung	105
5.1	Modellierung mit dem Modell von Aktaa und Schmitt	106
5.2	Erweiterung des Modells	116
5.3	Bestimmung der Modellparameter	121
5.4	Ergebnisse	124
5.5	Diskussion und Zusammenfassung	133
6	Fazit und Ausblick	137
A	Mehrsichtige Formulierung des erweiterten Modells	141
B	Technische Zeichnungen	143
C	Diagramme	145
D	Tabellen	155
D.1	Bestimmung der mittleren Hystereseenergie	155
D.2	Parameter des Modells von Aktaa und Schmitt für P91	157
	Literaturverzeichnis	158

Abbildungsverzeichnis	188
Tabellenverzeichnis	189
Danksagung	191
Publikationsliste	193

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Formelzeichen

Δl	Längenänderung	m
A	Modellparameter des Schädigungsmodells	MPa s ^{1/r}
b	Länge des Burgersvektors	nm
C	Modellparameter der kinematischen Verfestigung	-
c	Modellparameter der isotropen Entfestigung	-
D	Schädigung	-
d	Durchmesser	m
E	E-Modul	MPa
F	Kraft	N
G	Schubmodul	MPa
H	Modellparameter der kinematischen Verfestigung	MPa
h	Modellparameter der isotropen Entfestigung	-
K	isotrope Ver-/Entfestigung im Modell von Chaboche	MPa
k	Boltzmann-Konstante	J/K
k	Fließgrenze im Modell von Chaboche	MPa
K, K'	Modellparameter	-
K_S	Modellparameter der isotropen Ver-/Entfestigung	MPa
k_w	Materialkonstante	-
l	Länge	m
l_0	Messlänge	m
m	Modellparameter der kinematischen Verfestigung	-
m	Zählvariable	-
m_{ψ}	Modellparameter der isotropen Entfestigung	-

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

N	Zyklenzahl	-
n	Norton-Exponent, Modellparameter, Zählvariable	-
N_f	Bruchlastspielzahl	-
p	akkumulierte inelastische Dehnung	-
Q_k	Aktivierungsenergie	J
R	Modellparameter der kin. Verfestigung	$\text{MPa}^{1-m} \text{s}^{-1}$
R	Spannungs- bzw. Dehnungsverhältnis	-
r	Modellparameter des Schädigungsmodells	-
r_ψ	Modellparameter der isotropen Entfestigung	-
R_m	Zugfestigkeit	MPa
R_{max}	maximale Rauheit	μm
$R_{p,0.2}$	Ersatzstreckgrenze	MPa
T	Temperatur	$^\circ\text{C}$
t	Zeit	h
t_R	Zeit bis zum Bruch	h
T_S	Schmelztemperatur	K
w	Gewichtungsfaktor	-
w	mittlere Zellgröße	μm
W_T	Hystereseenergie unter Zugbelastung	J/cm^3
Z	Modellparameter	$\text{MPa s}^{1/n}$
α	thermischer Ausdehnungskoeffizient	K^{-1}
χ^2	Fehlerfunktion	-
$\Delta\sigma$	Spannungsschwingbreite	MPa
$\Delta\varepsilon$	Dehnungsschwingbreite	-
$\dot{\varepsilon}_{min}$	minimale Kriechrate	s^{-1}
$\dot{\varepsilon}_{SS}$	stationäre Kriechrate	s^{-1}
κ	Modellparameter des Schädigungsmodells	-
Ω	kinematische Verfestigung	MPa
ψ	isotrope Entfestigung im Modell von Aktaa und Schmitt	-

ψ_r	Modellparameter der isotropen Entfestigung	-
ψ_S	Modellparameter der isotropen Entfestigung	-
ψ_{S_∞}	Modellparameter der isotropen Entfestigung	-
σ	Spannung	MPa
σ_t	technische Spannung	MPa
$\sigma_{max}, \sigma_{min}$	Maximal- bzw. Minimalspannung	MPa
τ	Zeit	h
ϵ	Dehnung	-
ϵ_0	Anfangsdehnung im Kriechversuch	-
ϵ_a	Dehnamplitude	-
ϵ_w	Materialkonstante	-
ϵ_{el}	elastische Dehnung	-
ϵ_{in}	inelastische Dehnung	-
$\epsilon_{min}, \epsilon_{max}$	minimale bzw. maximale Dehnung	-
ϵ_{th}	thermische Dehnung	-

Abkürzungen

HCF	High Cycle Fatigue, Langzeitermüdung
ISRM	Inelastic Strain Rate Modified
LCF	Low Cycle Fatigue, Kurzzeitermüdung

1 Einleitung

Die zuverlässige Deckung des weltweit kontinuierlich steigenden Bedarfs an elektrischer Energie erfordert die stetige Weiterentwicklung der eingesetzten Technologien. Die weitere Verbesserung des Wirkungsgrades thermischer Kraftwerke ist dabei sowohl aus ökologischen, als auch aus ökonomischen Gründen notwendig: Durch die Verringerung der eingesetzten Brennstoffe können einerseits der CO_2 -Ausstoß reduziert und begrenzt verfügbare Ressourcen geschont werden, andererseits führt ein höherer Wirkungsgrad für den Kraftwerksbetreiber zu geringeren Brennstoffkosten. Abbildung 1.1 zeigt dazu die historische Entwicklung des spezifischen CO_2 -Ausstoßes und des Wirkungsgrades der jeweils fortschrittlichsten Kraftwerke.

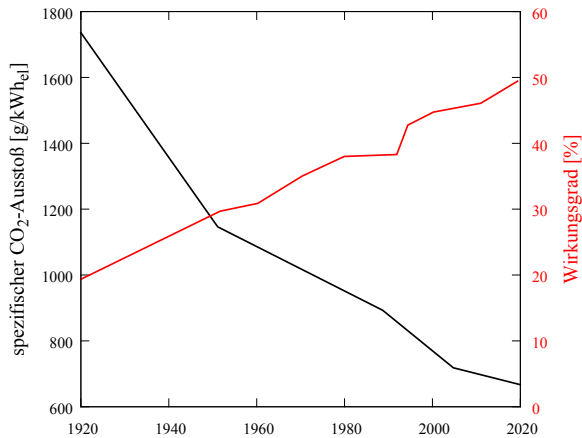


Abbildung 1.1: Historische Entwicklung des Wirkungsgrades und des CO_2 -Ausstoß von Kohlekraftwerken, nach [1]

Im Laufe von nahezu 100 Jahren Entwicklungsgeschichte konnte der Wirkungsgrad dabei von 20% auf knapp 50% gesteigert werden, was mit einer Reduzierung des CO₂-Austoßes von 1750 g/kWh_{el} auf 700 g/kWh_{el} einherging und damit für die gleiche erzeugte Menge elektrischer Energie die Einsparung von mehr als der Hälfte des Brennstoffes erlaubt.

Diese Steigerung des Wirkungsgrades beruht auf einer stetigen Erhöhung der Dampftemperatur und des Dampfdruckes, welche durch die Weiterentwicklung der verwendeten Strukturmaterialien ermöglicht wurde. Neben der Kriechfestigkeit und -duktilität bei der geplanten Einsatztemperatur ist dabei zusätzlich die Korrosionsbeständigkeit von Bedeutung. Abbildung 1.2 zeigt die historische Entwicklung der Dampfparameter sowie die erzielten Wirkungsgrade deutscher Kohlekraftwerke. Als Maß für den Wirkungsgrad wird dabei der Primärenergiebedarf zur Erzeugung einer Kilowattstunde elektrischer Energie betrachtet.

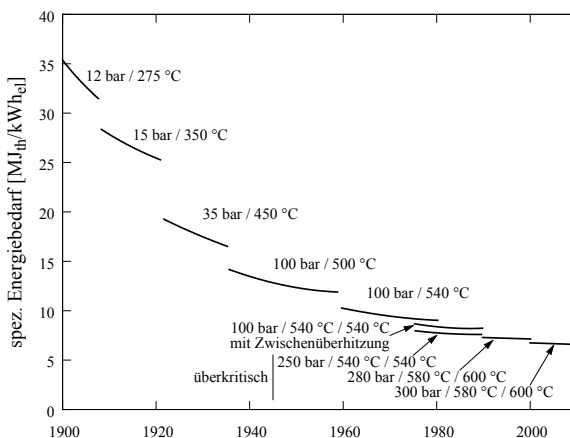


Abbildung 1.2: Historische Entwicklung des Wirkungsgrades von Kohlekraftwerken in Deutschland in Abhängigkeit der Dampfparameter, nach [2]

Ausgehend von unlegierten Stählen, die in den 1920er-Jahren Temperaturen bis 350 °C und Drücke bis 15 bar erlaubten, erfolgte schrittweise die Weiterentwicklung der eingesetzten Materialien [2, 3]. Ferritisch-martensitische Stähle, deren Mikrostruktur aufgrund der Legierungselemente und Wärmebehandlung für eine hohe Kriechfestigkeit optimiert ist, ermöglichen heute den Einsatz unter überkritischen Dampfbedingungen bei Drücken von 300 bar und Temperaturen bis 600 °C. Gleichzeitig führt der Chromgehalt von 9% bis 12% zu akzeptablen Korrosionseigenschaften unter diesen Bedingungen. Die weitere Erhöhung von Druck und Temperatur zur Verbesserung des Wirkungsgrades ist bereits heute unter Einsatz von hochwarmfesten austenitischen Stählen sowie Nickelbasislegierungen prinzipiell möglich, aufgrund der hohen Materialkosten aber oft nicht wirtschaftlich sinnvoll.

Über die gesamte Entwicklungsgeschichte hinweg folgte dabei die Materialentwicklung den zur Verfügung stehenden Methoden der Charakterisierung und der Lebensdauerabschätzung. Die Materialauswahl und Auslegung der Komponenten erfolgte lange Zeit vorrangig auf Basis der Kriechfestigkeit, da Dampfkraftwerke überwiegend im stationären Betrieb zur Grundlastdeckung eingesetzt wurden. Der kontinuierliche Ausbau erneuerbarer Energien (vgl. Abbildung 1.3) erfordert jedoch zum Ausgleich des schwankenden Angebots und der Nachfrage auf dem Energiemarkt einen zunehmend flexibleren Einsatz der konventionellen Kraftwerke. Bei einer 2016 in Deutschland installierten Gesamtleistung erneuerbarer Energien von etwa 100 GW entfallen knapp 50 GW auf Windenergie und 40 GW auf Photovoltaik; Etwa 90% der installierten Gesamtleistung unterliegen damit wetter- und tageszeitbedingten Schwankungen und stehen nicht dauerhaft zur Verfügung. Am Beispiel der Windenergie standen 2016 49543 MW installierte Gesamtleistung 77412 GWh erzeugte elektrische Energie gegenüber [4]. Dies entspricht 1562 Volllaststunden oder einem Jahresnutzungsgrad von lediglich 17.8% (Photovoltaik: 10.6%). Das Fehlen von

Speicherlösungen zum Ausgleich des schwankenden Angebots erneuerbarer Energien bedingt damit trotz der nominell ausreichenden installierten Leistung weiterhin die Notwendigkeit konventioneller Kraftwerke, die ihren Betrieb flexibel an die aktuelle Verfügbarkeit erneuerbarer Energien anpassen müssen.

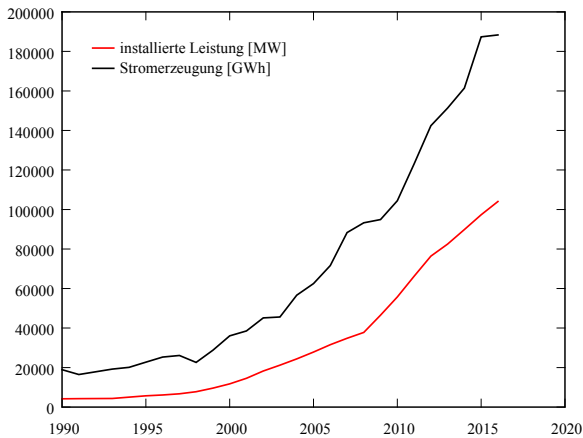


Abbildung 1.3: Entwicklung der installierten Leistung und der Stromerzeugung erneuerbarer Energien in Deutschland, Daten aus [4]

Die Zusammensetzung der erzeugten elektrischen Energie in Deutschland über eine beispielhafte Woche im September 2017 [5] zeigt die Auswirkungen der erneuerbaren Energien auf die konventionellen Kraftwerke: Die wechselnde Verfügbarkeit von Solar- und Windenergie wird vorwiegend durch Steinkohlekraftwerke ausgeglichen, die teilweise mehrmals am Tag für kurze Zeiträume an- und abgefahren werden müssen. Gleichzeitig wird auch die Leistung der Kern- und Braunkohlekraftwerke, die primär im Grundlastbetrieb eingesetzt werden, bei hoher Verfügbarkeit erneuerbarer Energien reduziert. Der Einsatz von Pumpspeicherkraftwerken ermöglicht dabei lediglich langsamere Lastwechsel konventioneller Kraftwerke, kann

die Schwankungen im Angebot erneuerbarer Energie aber nicht ausgleichen. Diese Lastwechsel führen zu zusätzlichen mechanischen und thermo-mechanischen Wechselbelastungen von Kraftwerkskomponenten, die oftmals primär auf Kriechbelastungen im stationären Betrieb ausgelegt wurden. Durch Interaktion von Ermüdungs- und Kriechschädigung kann es dabei zum vorzeitigen Ausfall der Komponenten kommen. Zum sicheren und zuverlässigen Betrieb ist deshalb sowohl ein tiefgreifendes Verständnis des Schädigungsverhaltens, als auch die zuverlässige Vorhersage der (Rest-)Lebensdauer unter den geänderten Belastungsbedingungen notwendig.

Ferritisch-martensitische Stähle bieten unter diesen Bedingungen Vorteile: Im Vergleich zu niedriger legierten Stählen erlaubt die höhere Festigkeit geringere Wandstärken, was unter Wechselbelastung zu geringeren Temperaturgradienten über den Querschnitt, und damit zu geringeren Spannungen aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnung, führt [6]. Gegenüber austenitischen Stählen mit höherer Kriechfestigkeit zeigen ferritisch-martensitische Stähle eine höhere Wärmeleitfähigkeit und eine geringere thermische Ausdehnung, was bei vergleichbaren Wandstärken ebenfalls zu geringeren Temperaturgradienten und damit thermo-mechanischen Spannungen infolge wechselnder Belastung führt [7].

Aufgrund der zur Verfügung stehenden Rechenleistung war die numerische Spannungsanalyse komplexer Bauteile mittels Finite-Elemente-Methode lange auf linear-elastische Berechnungen begrenzt. Auslegungsregelwerke erlaubten auf Basis dieser linear-elastischen Auswertung eine sichere, wenn auch oft konservative, Dimensionierung der Bauteile. Die kontinuierlich zunehmende verfügbare Rechenleistung ermöglicht heute auch die viskoplastische Simulation. Grundvoraussetzung dazu ist jedoch ein Materialmodell, das das Verformungsverhalten, welches im Allgemeinen neben der Belastungsrate auch von der vorausgehenden Belastungsgeschichte abhängt, möglichst genau abbildet. Kontinuumsmechanische Modelle, ins-

besondere das sogenannte Chaboche-Modell [8] und darauf aufbauende Erweiterungen, haben sich zu diesem Zweck bewährt [9]. Die Kopplung des Verformungsmodells an ein Schädigungsmodell ermöglicht eine exaktere Vorhersage der Lebensdauer, als dies basierend auf einer linear-elastische Analyse möglich ist. Durch die Verringerung von Unsicherheiten in der Lebensdauervorhersage können entweder höhere Belastungen und Wirkungsgrade ermöglicht oder Überdimensionierungen vermieden und Kosten gesenkt werden.

Für ferritisch-martensitische Stähle wurden mit dieser Methode gute Ergebnisse unter Ermüdungsbelastung erzielt [10, 11, 12]. Eine Anwendung der Methode auf kombinierte Kriechermüdungsbelastungen, wie sie im realen Kraftwerksbetrieb auftreten, ist jedoch bisher nicht möglich. Ursache hierfür ist primär, dass das komplexe Verformungs- und Schädigungsverhalten ferritisch-martensitischer Stähle unter Kriechermüdungsbelastung durch die verfügbaren Verformungsmodelle nur unzureichend abgebildet wird [10].

Im Labormaßstab wird das Kriechermüdungsverhalten von Werkstoffen typischerweise durch dehnungskontrollierte Ermüdungsversuche mit Haltezeiten an den Extremstellen der Gesamtdehnung abgebildet [13]. Ziel dieser Arbeit ist die kontinuummechanische Lebensdauermodellierung des ferritisch-martensitischen Stahls P91 unter diesen Bedingungen. Da zwar umfassende Untersuchungen bezüglich des Haltezeiteinflusses auf die Lebensdauer [14], aber nicht auf das Verformungsverhalten in der Literatur vorliegen, wurden zunächst umfangreiche Versuchsreihen zur Charakterisierung unter Kriechermüdungsbedingungen durchgeführt. Von Interesse ist dabei insbesondere der Einfluss der Haltezeit auf das für ferritisch-martensitische Stähle typische Entfestigungsverhalten.

Als Grundlage der Modellierung wurde das gekoppelte Verformungs- und Schädigungsmodell von Aktaa und Schmitt [10] genutzt, das wiederum auf dem Modell von Chaboche basiert. Dieses Modell wurde speziell für ferritisch-martensitische Stähle entwickelt und erlaubt eine gute Beschreibung des Verformungs- und Entfestigungsverhaltens sowie der Lebensdauer unter Kurzzeitermüdungsbelastung. Mit Hilfe der zuvor durchgeführten Experimente wurde die Eignung des Modells zur Beschreibung von Kriechermüdungsbelastungen untersucht. Ausgehend von den Ergebnissen der Experimente, ihrer mikrostrukturellen Interpretation und den Simulationsergebnissen mit dem bestehenden Modell wurde ein Materialmodell abgeleitet, das die Beschreibung des Haltezeiteinflusses auf das Verformungsverhalten und die Lebensdauer ferritisch-martensitischer Stähle unter Kriechermüdungsbelastung erlaubt.

2 Stand der Technik

Um einen ökonomischen und zuverlässigen Betrieb zu ermöglichen werden eine Vielzahl von Anforderungen an moderne Kraftwerke gestellt [2, 15]. Neben einem hohen Wirkungsgrad und einer Designlebensdauer von mindestens 200 000 Stunden gehört dazu auch eine hohe Verfügbarkeit, was lange Wartungsintervalle und kurze Revisionszeiten erfordert. Um die Stromerzeugung zu wettbewerbsfähigen Preisen zu ermöglichen spielen neben den Brennstoffkosten auch die Baukosten eine entscheidende Rolle. Dies führt dazu, dass ein geringerer Wirkungsgrad wirtschaftlich sinnvoll sein kann, wenn dadurch auf die Verwendung teurerer Strukturmaterialien verzichtet werden kann. Zusätzlich wird vermehrt die Möglichkeit zum flexiblen Betrieb unter wechselnder Belastung gefordert. Als Richtwert gilt dabei eine Zeitstandsfestigkeit von 100 000 h bei 100 MPa und der maximal auftretenden Einsatztemperatur um hinreichend dünnwandige Komponenten, die keine vorzeitigen Ausfälle aufgrund thermo-mechanischer Ermüdung zeigen, zu ermöglichen [16].

Diese Anforderungen führen im Allgemeinen zu einer konservativen Werkstoffauswahl. So beruht der in Europa erfolgreich eingesetzte Stahl X20 (X20CrMoV12-1 bzw. 12Cr1MoV) auf Entwicklungen in den 1950er-Jahren und wird seit Beginn der 1960er-Jahre im Kraftwerksbau verwendet [17]. Die im Betrieb gewonnenen Erfahrungen erlaubten eine kontinuierliche Erhöhung der Dampfparameter bis zu 250 bar und 560 °C, die 1992 erreicht wurden [16]. Dies gilt ebenso für die ferritisch-martensitischen Stähle P/T91 [18] und P92 [19], die aus Entwicklungsprogrammen der 1970er bzw. 1980/1990er-Jahre hervorgegangen sind und 1988 bzw. 2001 zum ers-

ten Mal regulär in Kraftwerken eingesetzt wurden. Eine Ursache für die langsame Entwicklung der Strukturmaterialien ist der geforderte Nachweis der Kriechfestigkeit, da in den relevanten Standards [20] für neuentwickelte Stähle zur Vorhersage aufgrund von Versuchen bei höherer Temperatur maximal eine Extrapolation auf das Dreifache der längsten gemessenen Lebensdauer erlaubt ist. Zur ersten Abschätzung der Spannung, die eine Kriechlebensdauer von 100 000 h ermöglicht, sind damit bereits Versuche mit einer Laufzeit von mindestens 3.5 Jahren notwendig. Die Risiken der Extrapolation der Kriechlebensdauer zeigt die mehrfache Korrektur der 100 000 h-Zeitstandsfestigkeit in der Entwicklung von P92 [21]: Wurde zunächst aufgrund von Kurzzeit-Kriechversuchen bei höherer Temperatur eine erwartete Zeitstandsfestigkeit bei 600 °C von 157 MPa angegeben, musste diese jeweils nach Abschluss länger laufender Versuche schrittweise bis 115 MPa gesenkt werden.

Aufgrund dieser hohen Hürden für die Qualifikation neuer Werkstoffe kommt der Optimierung der Auslegungsregeln verfügbarer Strukturwerkstoffe eine besondere Bedeutung zu. Die sowohl im Betrieb, als auch in systematischen Laborversuchen gewonnenen Erfahrungen können dabei zu einem besseren Verständnis der relevanten Versagensmechanismen führen. Darauf basierend können Auslegungsregeln entworfen werden, die speziell auf das Verhalten des Werkstoffes abgestimmt sind und damit eine bessere Ausnutzung der Werkstoffeigenschaften ermöglichen ohne die Zuverlässigkeit zu gefährden. Insbesondere können fortschrittliche Materialmodelle eine zuverlässigere Lebensdauervorhersage ermöglichen, was (unter Ausnutzung der ansonsten ungenutzten Materialreserven) die sichere Erhöhung von Betriebsdruck und -temperatur erlaubt.

Das folgende Kapitel gibt zunächst einen Überblick über die Entwicklungsgeschichte und den aktuellen Stand der Technik hochtemperaturfester Materialien für den Einsatz in konventionellen Kraftwerken. Der Schwer-

punkt liegt dabei auf ferritisch-martensitischen Stählen mit einem Chromgehalt zwischen 9% und 12%. Die Eigenschaften und der Forschungsstand des im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Stahls P91 werden darauffolgend genauer vorgestellt. Zuletzt werden Möglichkeiten und Grenzen der kontinuumsmechanischen Modellierung des Verformungs- und Schädigungsverhaltens bei Anwendungstemperaturen gezeigt.

2.1 Historische Entwicklung und Anwendungsbereiche

Die im Kraftwerk zulässigen Dampftemperaturen und -drücke konnten durch Weiterentwicklung der eingesetzten Strukturmaterialien im Laufe der Entwicklungsgeschichte kontinuierlich erhöht werden. Die Materialentwicklung erfolgte dabei eng gekoppelt mit der Weiterentwicklung der Methoden zur Charakterisierung und zur Lebensdauervorhersage. Bis in die 1920er-Jahre kamen im Kraftwerksbau vorwiegend unlegierte Stähle zum Einsatz, die Temperaturen bis 350 °C und Drücke bis 15 bar erlaubten. Da die Auslegung der Komponenten auf Basis von Hochtemperatur-Zugversuchen erfolgte, konnte der Einfluss von Legierungselementen auf das Langzeit-Kriechverhalten noch nicht erkannt werden [2]. Die aufkommende Standardisierung von Kurzzeit-Kriechversuchen [22] ermöglichte ab den beginnenden 1930er-Jahren die systematische Untersuchung des Einflusses von Legierungselementen. Typische Stähle dieser Zeit enthielten zwischen 0.1% und 0.15% Kohlenstoff, 1% bis 2.25% Chrom und 0.5% bis 1% Molybdän und erlaubten Einsatztemperaturen zwischen 450 °C und 500 °C. Im Laufe der weiteren Entwicklung wurde zur Erhöhung der Kriechfestigkeit zusätzlich Vanadium zulegiert. Aufgrund ihres geringen Preises und der guten Schweißbarkeit kommen Weiterentwicklungen dieser Stähle auch in geringer belasteten Bereichen heutiger Kraftwerke zum Einsatz.

Stähle mit einem Chromgehalt von 9% bis 12% werden seit den 1950er-Jahren eingesetzt. Der höhere Chromgehalt verbessert zum einen die Korrosionseigenschaften, was höhere Einsatztemperaturen erlaubt. Zum anderen weisen diese Stähle durch entsprechende Wärmebehandlung eine sehr fein strukturierte, ferritisch-martensitische Mikrostruktur auf, die vorteilhafte Kriech Eigenschaften ermöglicht. Die Kriechfestigkeit der ersten Generation dieser Stähle beruhte dabei auf der Mischkristallhärtung durch Molybdän sowie der Ausscheidungshärtung durch Chromkarbide vom $M_{23}C_6$ -Typ [23]. Die systematische Untersuchung in Langzeitkriechversuchen führte zur Zulegierung und Optimierung der Anteile von Vanadium, Niob und Stickstoff, die fein verteilte Ausscheidungen vom MX-Typ (vorwiegend VN und Nb(C,N)) bilden und eine signifikante Steigerung der Kriechfestigkeit ermöglichten. Im Rahmen des US-Amerikanischen *SFB*-Programms (*sodium fast breeder*, natriumgekühlter schneller Brutreaktor) wurde modifizierter 9Cr-1Mo Stahl umfassend optimiert, charakterisiert und unter der Bezeichnung P91 bzw. T91 (*P* bzw. *T* für *piping* und *tubing*, also dickwandige Rohre vorwiegend für den Dampftransport vom Kessel zur Turbine und dünnwandige Rohre für den Einbau im Dampferzeuger selbst) in Auslegungsregelwerke aufgenommen [18]. P/T91 ermöglicht bei 600 °C eine 100 000 h-Zeitstandfestigkeit von 94 MPa und wird seit seiner Einführung sowohl in neuen, als auch bei der Instandsetzung in älteren konventionellen Kraftwerken umfangreich genutzt [24]. Bei der Materialauswahl spielen dabei mittlerweile auch die geringeren Risiken aufgrund der gewonnenen Erfahrung aus 30 Jahren Einsatz, die für neuere Stähle noch nicht vorhanden ist, eine Rolle.

Aufbauend auf den mit P/T91 gewonnenen Erfahrungen wurden umfangreiche Entwicklungsprogramme zur weiteren Steigerung der Kriechfestigkeit durchgeführt. Eine Übersicht über die untersuchten Materialien und die angestrebten 100 000 h-Zeitstandfestigkeiten bei 600 °C ist in Abbildung 2.1 dargestellt. Unter den 9Cr-Stählen ist dabei vor allem P/T92 von

Bedeutung, der sich von P/T91 in erster Linie durch die Zulegierung von Wolfram bei gleichzeitig reduziertem Molybdängehalt unterscheidet. Wolfram und Molybdän steigern beide die Kriechfestigkeit durch Mischkristallhärtung, dies geschieht aber effektiver durch Wolfram [25]. Da die Festigkeit ferritisch-martensitischer Stähle auf der mittels Wärmebehandlung eingestellten Mikrostruktur beruht sind besondere Vor- und Nachwärmbehandlungen beim Schweißen notwendig. Trotzdem treten für diese Materialien Risse im Betrieb vorwiegend im Bereich der Schweißnähte auf [6]. Aus diesem Grund ist für die Zukunft die Einführung von P/T93 geplant [26], dass neben der Zulegierung von Bor, Cobalt und Neodym zur Stabilisierung der Mikrostruktur [27] und damit zur Verbesserung der Kriechfestigkeit bzw. -duktilität auch hinsichtlich der Schweißbarkeit optimiert wurde.

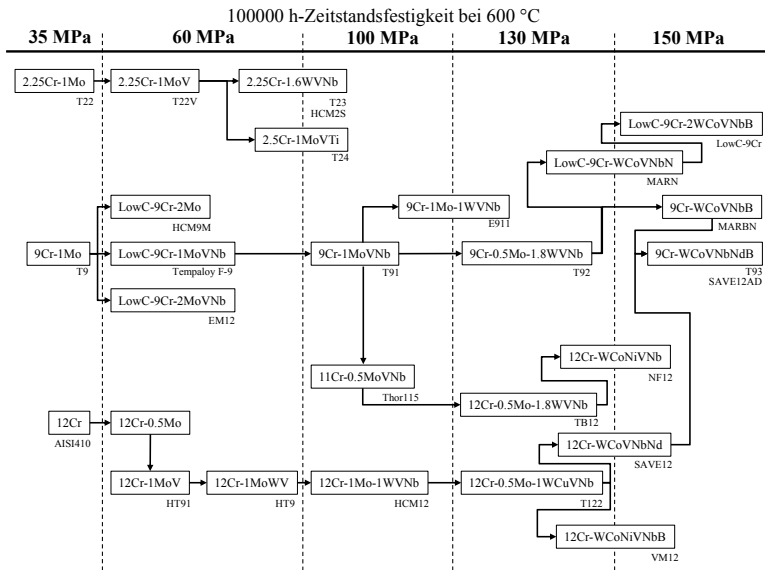


Abbildung 2.1: Entwicklungsgeschichte ferritischer und ferritisch-martensitischer Stähle, nach [25]

Der Einsatzbereich der 9Cr-Stähle ist aufgrund der Korrosionsbeständigkeit auf Temperaturen bis etwa 625 °C begrenzt [25]. Eine weitere Temperaturerhöhung bis 650 °C ist für 12Cr-Stähle möglich, hier kommt es jedoch im Vergleich zu 9Cr-Stählen neben der vermehrten Bildung von δ -Ferrit unter Langzeit-Hochtemperaturbelastung zur Bildung und Vergrößerung der Z-Phase Cr(V,Nb)N bei gleichzeitiger Auflösung der MX-Karbonitride. Hierdurch kommt es insbesondere oberhalb von 600 °C zu einem starken Abfall der Kriechfestigkeit [28], so dass die Vorteile der 12Cr-Stähle bezüglich der Korrosionsbeständigkeit bisher nicht voll ausgenutzt werden können. Dies zeigte insbesondere das Scheitern der Entwicklungsprogramme von NF12 und VM12, die ihre in Abb. 2.1 prognostizierten Zeitstandsfestigkeiten nicht erreichen konnten [29]; Trotz vielversprechender Ergebnisse im Kurzzeit-Kriechversuch ($<1\ 000$ h) liegen die Zeitstandsfestigkeiten bei der geplanten Einsatztemperatur von 650 °C oberhalb 10 000 h unter denen von P91 [16]. Aktuelle Forschungsprogramme haben deshalb die Entwicklung von 12Cr-Stählen, deren Kriechfestigkeit nicht auf MX-Karbonitriden beruht, zum Ziel [16].

Höhere Einsatztemperaturen werden durch austenitische Stähle und Nickelbasislegierungen ermöglicht. Abbildung 2.2 zeigt dazu einen Überblick über die mit aktuell verfügbaren Materialien erreichbaren 100 000 h-Zeitstandsfestigkeiten für ferritische und austenitische Stähle sowie Nickelbasislegierungen.

Austenitische Stähle wurden zunächst ab ca. 1930 als korrosionsresistente Stähle für die chemische Industrie entwickelt, die Eignung für Hochtemperaturanwendungen war ursprünglich nicht Ziel der Entwicklung [2]. Sie ermöglichen höhere Einsatztemperaturen als ferritische Stähle und sind gut schweißbar. Auf aufwendige Wärmebehandlungen vor und nach dem Schweißen, wie sie für ferritisch-martensitische Stähle kritisch und notwendig sind, kann in vielen Fällen verzichtet werden [30]. Neben den höheren

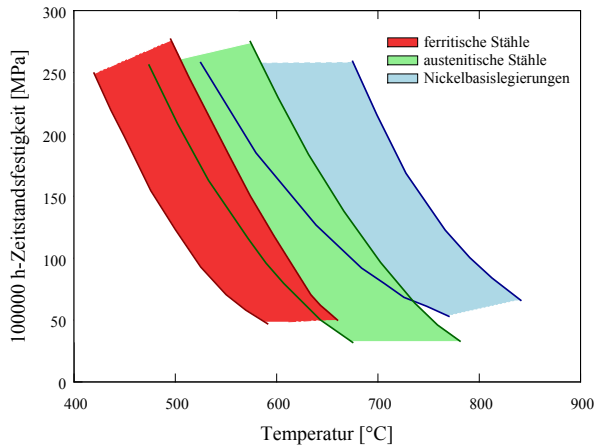


Abbildung 2.2: Einsatztemperaturen der verschiedenen Klassen von Strukturmaterialien nach der 100 000 h-Zeitstandfestigkeit, nach [30]

Kosten aufgrund des hohen Nickelgehalts liegt der Hauptnachteil austenitischer Stähle in der geringen Wärmeleitfähigkeit bei gleichzeitig hohem thermischen Ausdehnungskoeffizient [7]. In dickwandigen Bauteilen treten bei wechselnden Betriebstemperaturen Temperaturgradienten entlang des Querschnitts auf. Diese führen zu thermisch induzierten Spannungen und damit zu einer der Kriechbelastung überlagerten Ermüdungsbelastung. Aus diesem Grund ist der Einsatz austenitischer Stähle vielfach auf dünnwandige Bauteile in hochbelasteten Bereichen, beispielsweise im Überhitzer, beschränkt. Eine wesentliche Motivation für die Weiterentwicklung ferritisch-martensitischer Stähle ist die Kostenreduzierung durch den Ersatz austenitischer Stähle in diesen Bereichen.

Für Einsatztemperaturen über 700 °C ist die Verwendung von Nickelbasislegierungen notwendig. So wurde beispielsweise die Legierung 617 (NiCr23Co12Mo) im Rahmen des deutschen Hochtemperaturreaktorprogramms in den 1980er-Jahren umfassend charakterisiert [31]. Zufrieden-

stellenden Kriech-, Ermüdungs- und thermomechanischen Eigenschaften sowie einer guten Schweißbarkeit steht vor allem der sehr hohe Preis aufgrund des Cobaltanteils von 12% und des Nickelanteils von über 50% gegenüber. Erste Erfahrungen aus dem Praxiseinsatz bis zu etwa 10 000 h Einsatzdauer in Versuchsbauteilen im Grosskraftwerk Mannheim [32] zeigten die grundsätzliche Eignung auch im Lastfolgebetrieb mit häufigen Lastwechseln, weitere Versuchseinsätze des Materials sind geplant. Der höhere Wirkungsgrad bei Dampftemperaturen über 700 °C ermöglicht zwar die Einsparung von Brennstoff, die Wirtschaftlichkeit der signifikant höheren Anfangsinvestition für Nickelbasislegierungen hängt aber von der weiteren Entwicklung der Brennstoffpreise ab.

Zusammenfassend beruht die Verbreitung der 9Cr-Stähle in Hochtemperaturanwendungen aus einem zufriedenstellenden Kompromiss zwischen Festigkeit und thermomechanischen Ermüdungseigenschaften, und damit dem erreichbaren Wirkungsgrad der Kraftwerke, sowie einer akzeptablen Schweißbarkeit auf der einen Seite und (vergleichsweise) geringen Materialkosten und umfassender Einsatzerfahrung auf der anderen Seite. Ziel der weiteren Entwicklung ist deshalb die Erweiterung des Einsatzbereiches ferritisch-martensitischer Stähle hin zu höheren Dampfdrücken und -temperaturen, die derzeit nur unter Verwendung austenitischer Stähle oder Nickelbasislegierungen möglich sind. Dies kann unter anderem durch eine verbesserte Lebensdauervorhersage der hochbelasteten Komponenten erfolgen, wozu im Rahmen dieser Arbeit ein gekoppeltes Verformungs- und Schädigungsmodell für die Beschreibung des Materialverhaltens ferritisch-martensitischer Stähle unter kombinierter Kriech-Ermüdungs-Belastung, wie sie im flexiblen Betrieb heutiger Kraftwerke auftreten, entwickelt wurde.

2.2 Ferritisch-Martensitischer Stahl P91

Die guten Kriecheigenschaften der 9Cr-Stähle und damit ihre Eignung für Hochtemperaturanwendungen beruhen auf ihrer ferritisch-martensitischen Mikrostruktur, die auch bei hohen Temperaturen eine Vielzahl verschiedener Verfestigungsmechanismen ausnutzt [33]. Die charakteristische Mikrostruktur dieser Stähle ist jedoch nicht stabil und vergrößert unter Kriechbelastungen [34, 35]. Dieser Effekt wird durch Ermüdungsbelastungen zusätzlich verstärkt [36] und führt zur sog. *zyklischen Entfestigung*, d.h. mit fortschreitender Belastung nimmt die Festigkeit des Materials kontinuierlich ab ohne einen stabilisierten Zustand zu erreichen [10]. Das Zusammenspiel zwischen Mikrostruktur, mechanischen Eigenschaften und der Langzeitstabilität unter Kriech- und Ermüdungsbelastung soll im folgenden Abschnitt am Beispiel des in dieser Arbeit verwendeten Stahls P91 vorgestellt werden.

Tabelle 2.1: Nominelle chemische Zusammensetzung verschiedener 9-12Cr-Stähle, nach [16] und [37]

	C	Cr	Mo	Mn	Si	W	Ni	V	Nb	N	sonst.
P9	0.11	9	1	0.5	0.5						
P91	0.1	9	1	0.45	0.3		<0.2	0.2	0.08	0.05	
P92	0.1	9	0.45	0.45	0.3	1.75	<0.4	0.2	0.06	0.05	0.003 B
X20	0.2	12	1	0.5	0.3		0.5	0.3			
P122	0.1	12	0.45	0.45	0.3	2	<0.5	0.25	0.07	0.07	0.003 B
EUROFER	0.11	9		0.4		1.1		0.2		0.03	0.08 Ta

Eine Übersicht über die Zusammensetzung verschiedener ferritisch-martensitischer Stähle ist in Tabelle 2.1 gegeben. Im Vergleich zu P9 unterscheidet sich P91 in erster Linie durch die Zulegierung von Vanadium, Niob und Stickstoff. Diese Elemente bilden fein verteilte Karbonitride vom MX-Typ, die nach dem Prinzip der Ausscheidungshärtung die Festigkeit erhöhen [33]. Im daraus entwickelte Stahl P92 wurde ein Teil des Molybdäns durch Wolfram ersetzt, dass die Festigkeit über die Mischkristallhärtung effektiver

steigert [35]. X20 und P122 entsprechen grundsätzlich in ihrer Legierungszusammensetzung P91 bzw. P92, jedoch mit einem höheren Chromgehalt. EUROFER wurde basierend auf den kommerziell erfolgreichen 9Cr-Stählen als niedrigaktivierbare Alternative für zukünftige Fusionskraftwerke entwickelt [38]. Da hierbei Legierungselemente und Verunreinigungen mit langlebigen Zerfallsprodukten vermieden werden müssen, sind eine Vielzahl von gebräuchlichen Elementen im ppm-Bereich limitiert [37]. Insbesondere wurde Molybdän zur Mischkristallhärtung durch Wolfram ersetzt und kein Niob verwendet. Im Austausch wurde Tantal zugelegt, das ebenfalls Nitride bildet [39, 40].

2.2.1 Wärmebehandlung und Mikrostruktur

Für die Hochtemperatureigenschaften der 9Cr-Stähle ist die Ausbildung der ferritisch-martensitischen Mikrostruktur mittels Wärmebehandlung unabdingbare Voraussetzung, da eine fehlerhaft durchgeführte Wärmebehandlung zu signifikant schlechteren Materialeigenschaften führt [6, 41]. Die Wärmebehandlung besteht typischerweise aus Normalglühen, Abkühlung an Luft und anschließendem Anlassen bzw. Tempern [42]. Beim Normalglühen wird das Material zunächst oberhalb der Temperatur A_{C3} austenitisiert, bei der anschließenden Abkühlung an Luft kommt es für 9Cr-Stähle zur vollständigen martensitischen Umwandlung. Im normalgeglühten Zustand zeigt das Material deshalb eine sehr hohe Festigkeit bei gleichzeitig sehr geringer Duktilität. Zur Erhöhung der Zähigkeit und der Duktilität wird das Material deshalb im zweiten Schritt angelassen. Dabei kommt es neben der Verringerung der Versetzungsdichte zu Ausscheidung und Wachstum von gleichmäßig verteilten MX-Karbonitriden und $M_{23}C_6$ -Karbiden entlang der vorherigen austenitischen Korngrenzen [43, 44]. Ein typischer Temperaturverlauf der Wärmebehandlung ist in Abbildung 2.3 gezeigt.

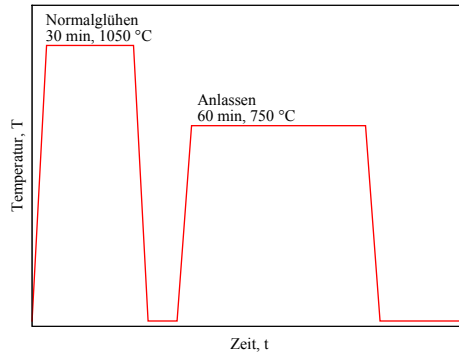


Abbildung 2.3: Typische Wärmebehandlung zur Einstellung der Mikrostruktur von P91, Daten aus [16]

Die ferritisch-martensitische Mikrostruktur von P91 im normalgeglühten und getemperten Zustand wird in [34, 40, 45, 46, 47, 48], und von ferritisch-martensitischen Stählen im Allgemeinen in [23], umfassend beschrieben und ist in Abbildung 2.4 schematisch dargestellt.

Die hierarchische Mikrostruktur zeigt dabei Strukturen verschiedener Längenskalen [49]. Die größte Struktur sind die ehemaligen Austenitkörner mit einem mittleren Durchmesser zwischen 15 und 60 μm [45]. Diese bestehen aus Paketen, die wiederum aus Blöcken (in Abb. 2.4 der Übersichtlichkeit halber nicht dargestellt) der für martensitische Stähle typischen Lattenstruktur bestehen. Obwohl die martensitische Lattenstruktur auch nach der Wärmebehandlung erkennbar ist, liegt eine ferritische Kristallstruktur vor. Die kleinsten Strukturen innerhalb der Latten sind Subkörner, deren mittlere Größe im Bereich von 250 nm [34] bis 380 nm [46] angegeben wird. Im normalgeglühten und getemperten Zustand zeigt P91 eine hohe Versetzungsdichte in der Größenordnung von 10^{14} m^{-2} . Abhängig von der verwendeten Methode wird eine Versetzungsdichte zwischen $6 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ (Röntgendiffraktion, [50]) und 1.7 bis $4.5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ (Transmissionselektro-

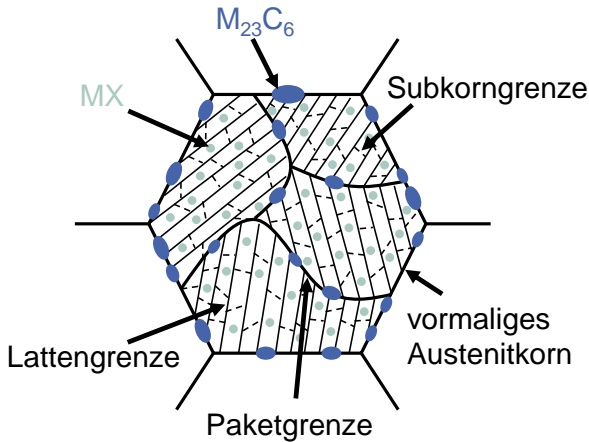


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung der Mikrostruktur von P91, basierend auf [36] und [45]

nenmikroskopie, [34, 45, 51]) angegeben. Neben der verwendeten Methode beruht der Unterschied auch auf verschiedenen Materialchargen, die in der Zusammensetzung und der Wärmebehandlung variieren.

Zusätzlich weist die Mikrostruktur Ausscheidungen auf. Dies sind zum einen Karbide vom $M_{23}C_6$ -Typ (vorwiegend Chromkarbide) mit einer Größe im Bereich der Subkörner (100 bis 300 nm, [45, 52, 53]), die an den Grenzen der ehemaligen Austenitkörner und den Paketgrenzen auftreten. Hinzu kommen zum anderen Karbonitride vom MX-Typ (mit $M=V, Nb$ und $X=C, N$) im Größenbereich um 30 nm [44, 45], die gleichmäßig verteilt innerhalb der Subkörner vorliegen.

Zum Erhalt der Festigkeit in Hochtemperaturanwendungen werden somit verschiedene Verfestigungs- bzw. Härtungsmechanismen ausgenutzt [33, 35, 54]:

- **Versetzungsverfestigung**

Die hohe Versetzungsdichte selbst führt bei Raumtemperatur zur Behinderung der Versetzungsbewegung und damit zu Verfestigung von ferritisch-martensitischen Stählen. Ohne weitere Mechanismen, die die Versetzungsstruktur stabilisieren, kommt es bei Temperaturen oberhalb 30% der Schmelztemperatur [55] jedoch zur Erholung der Mikrostruktur und damit zur Versetzungsauflösung, so dass eine hohe Versetzungsdichte allein kein wirksamer Mechanismus zur Erhöhung der Kriechfestigkeit ist [35].

- **Feinkornverfestigung**

Eine geringe Korngröße stellt ein wirksames Hindernis gegen Versetzungsbewegung dar, da Korngrenzen aufgrund der unterschiedlichen Lage der Gleitebenen in den angrenzenden Körnern von Versetzungen nur schwer überwunden werden können. Das aus den an der Korngrenze aufgestauten Versetzungen resultierende Spannungsfeld wirkt zusätzlich abstoßend auf nachfolgende Versetzungen und behindert somit deren Bewegung [56]. Im Gegensatz zu anderen Verfestigungsmechanismen erhöht die Feinkornhärtung neben der Festigkeit auch die Duktilität, da aufgrund der feineren Kornstruktur im Mittel bei gegebener Belastung eine höhere Anzahl von Körnern eine günstige Orientierung der Gleitsysteme aufweist und an der Verformung beteiligt ist.

- **Mischkristallverfestigung**

Substitutions- bzw. Interstitutionsatome mit unterschiedlichem Atomradius im Kristallgitter führen zur Verzerrung des Gitters und damit zu einem Spannungsfeld, das die Versetzungsbewegung behindert. Molybdän und Wolfram weisen einen deutlich größeren Atomradius als Eisen auf und werden beide als effektive Mischkristallhärter in sowohl ferritisch-martensitischen, als auch in austenitischen Stählen genutzt [44]; In P91 wurde auf die Zulegierung von Wolfram ver-

zichtet. Die Untersuchung von Modelllegierungen zeigt jedoch, dass zwar die Zulegierung von Molybdän und/oder Wolfram zu reinem α -Eisen die minimale Kriechrate um drei Größenordnungen reduziert. Bei gleichzeitigem Vorhandensein von MX-Karbonitriden treten aber sowohl mit, als auch ohne Mischkristallhärter sehr ähnliche, nochmals geringere minimale Kriechraten auf [57]. In Materialien wie P91, deren Festigkeit auf feinen, gleichmässig verteilten Ausscheidungen beruht, spielt die Mischkristallhärtung damit für die Kriechfestigkeit eine untergeordnete Rolle.

- **Ausscheidungsverfestigung**

Insbesondere die innerhalb der Subkörner gleichmäßig verteilten MX-Partikel tragen zur Festigkeitssteigerung bei. Zum einen stellen sie ein wirksames Hindernis für die Versetzungsbewegung dar, da sie mittels des Orowan-Mechanismus [58] überwunden, geschnitten oder, bei höheren Temperaturen, überklettert werden müssen [59]. Zum anderen stabilisieren sie die Versetzungsstruktur, so dass die Versetzungsverfestigung bei höheren Temperaturen erhalten bleibt [60]. Ähnlich wirken auch die $M_{23}C_6$ -Karbide, die aufgrund ihrer Größe und Lage an den Paket- und vormaligen Austenitkorgrenzen nicht direkt die Versetzungsbewegung behindern, sondern primär die Kornstruktur stabilisieren [61].

Die Ausscheidungsverfestigung, und damit auch das Pinning von Versetzungen und Subkorgrenzen, wird als dominierender Verfestigungsmechanismus, der die Langzeit-Kriechfestigkeit bestimmt, angesehen [16, 62]. Zusammenfassend beruht die Festigkeit von P91 und vergleichbaren Stählen auf dem Zusammenspiel zwischen einer feingliedrigen Subkornstruktur mit hoher Versetzungsdichte und feinen Ausscheidungen, die diese Struktur effektiv stabilisieren und die auch bei den geforderten Anwendungstemperaturen noch effektive Hindernisse für die Versetzungsbewegung, und damit

für plastische Verformung, darstellen.

2.2.2 Mechanische Eigenschaften

P91 zeigt bis etwa 400 °C nur eine geringe Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Temperatur. Dies entspricht dem für viele Materialien bei etwa $0.4 \cdot T_S$ (wobei T_S die absolute Schmelztemperatur bezeichnet) beobachteten Übergang zwischen Tief- und Hochtemperaturverformung [63]. Aufgrund thermisch aktivierter Prozesse wie dem Klettern bzw. Quergleiten von Versetzungen, für die eine hinreichend hohe Diffusionsgeschwindigkeit der Atome auf Leerstellen Voraussetzung ist, lässt die Hinderniswirkung der Verfestigungsmechanismen gegen die Versetzungsbewegung darüber mit steigender Temperatur nach. Dies führt zu einer sukzessiven Abnahme der Festigkeit. Grundsätzlich wirkt dabei die Ausscheidungsverfestigung am längsten und wird bei hohen Temperaturen zum dominierenden Verfestigungsmechanismus [55]. Abbildung 2.5 zeigt dazu den Verlauf der Ersatzstreckgrenze und der Zugfestigkeit von P91 in Abhängigkeit der Temperatur. Die Fehlerbalken zeigen die Variation der Ergebnisse aufgrund verschiedener Schmelzen und Produktformen (Platten- und Stabmaterial sowie Rohre). Die Minimalkurven wurden aufgrund der spezifizierten Minimalwerte bei Raumtemperatur (414 bzw. 586 MPa) berechnet [18] und sind trotz der Variationen im Material über den gesamten Temperaturbereich konservativ.

Kriechen

Kriechen bezeichnet die zeitabhängige inelastische Verformung von Werkstoffen unter konstanter Belastung. Obwohl diese grundsätzlich bei jeder Temperatur oberhalb 0 K auftritt, sind die auftretenden Verformungen erst bei Temperaturen oberhalb $0.4 \cdot T_S$ technisch relevant; Im Allgemeinen ist deshalb mit Kriechen nur die (meist langfristige) zeitabhängige Hochtem-

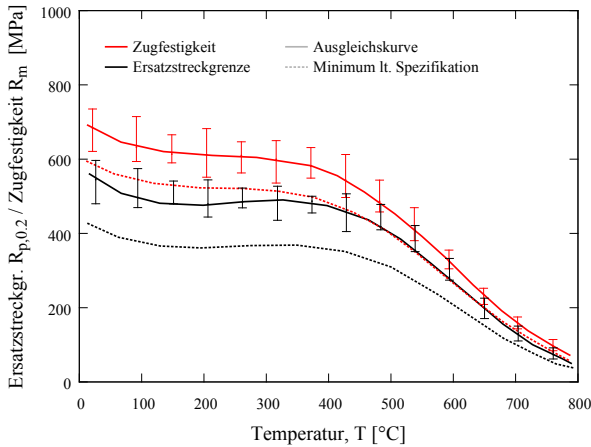


Abbildung 2.5: Temperaturabhängigkeit von Ersatzstreckgrenze und Zugfestigkeit von P91, nach [18]

peraturverformung gemeint [64]. Da es (im Gegensatz zur Streckgrenze für plastische Verformungen bei Temperaturen unterhalb $0.4 \cdot T_S$) keine Grenzspannung gibt, bei deren Unterschreitung keine Kriechverformung auftritt [2], führt die Kriechverformung im Hochtemperatureinsatz für belastete Bauteile grundsätzlich zu einer endlichen Lebensdauer [63]. Ziel einer erfolgreichen Bauteildimensionierung ist deshalb unter Kriechbedingungen nicht eine ausfallsichere Auslegung, sondern immer die Einhaltung einer maximal zulässigen Verformung innerhalb der spezifizierten Lebensdauer.

Zur Abschätzung der über die Lebensdauer auftretenden Kriechverformung ist deshalb im Kriechversuch nicht nur die Zeitstandsfestigkeit, also die Zeit bis zum Bruch bei gegebener Temperatur und Belastung, sondern auch die auftretende inelastische Verformungsrate sowie der zugrundeliegende Verformungs- und Versagensmechanismus von Interesse. Abbildung 2.6 zeigt dazu schematisch den für Stähle typischen Verlauf der Kriechverformung und der -rate über die Zeit bei konstanter Last und Temperatur. Ausgehend von der instantanen Dehnung ϵ_0 durch das Aufbringen

der Last wird typischerweise zwischen primärem, sekundärem und tertiärem Kriechen unterschieden (Abb. 2.6 oben). In der primären Kriechphase nimmt die Dehnrate mit der Zeit ab, was auf die Verfestigung des Materials aufgrund der inelastischen Verformung zurückgeführt wird [64]. Der sekundäre Bereich ist durch eine konstante Dehnrate $\dot{\epsilon}_{SS}$ (von *steady state*) geprägt. In diesem auch als stationäres Kriechen bezeichneten Zustand halten sich Verfestigungsprozesse durch die inelastische Verformung und Entfestigungsprozesse durch die mikrostrukturelle Erholung des Materials (z.B. Vergrößerung der Kornstruktur und der Ausscheidungen) im Gleichgewicht. In der tertiären Kriechphase nimmt die Kriechrate zusätzlich aufgrund der fortschreitenden Kriechschädigung (z.B. Porenbildung und -wachstum sowie die Bildung von Mikrorissen) und der Einschnürung des Materials bis zum Bruch wieder zu. Insbesondere bei Kriechversuchen unter konstanter Last (anstelle von konstanter Spannung) beruht die beobachtete Zunahme der Kriechrate auch auf der kontinuierlichen Zunahme der wahren Spannung nach Beginn der Einschnürung [65].

Im Gegensatz dazu zeigt neben einer Vielzahl von Stählen für Hochtemperaturanwendungen auch P91 keine echte stationäre Kriechphase. Zum Ende des primären Kriechens wird die minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{min}$ erreicht, die aber nicht über einen längeren Zeitraum konstant bleibt. Stattdessen geht das Materialverhalten direkt in tertiäres Kriechen mit wieder zunehmender Dehnrate über (vgl. Abb. 2.6, unten). Mikrostrukturell betrachtet entspricht dies einer sich kontinuierlich verändernden Struktur, in der es keinen längerfristig stabilen Zustand gibt [64]. Bei hinreichend geringer Spannung kann jedoch der Übergang vom primären Kriechen zum tertiären Kriechen langsam genug erfolgen, so dass scheinbar ein sekundärer Bereich auftritt. Der Eindeutigkeit halber wird deshalb im Allgemeinen der Begriff der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_{min}$ zur Charakterisierung verwendet, da er in beiden Fällen zutreffend ist.

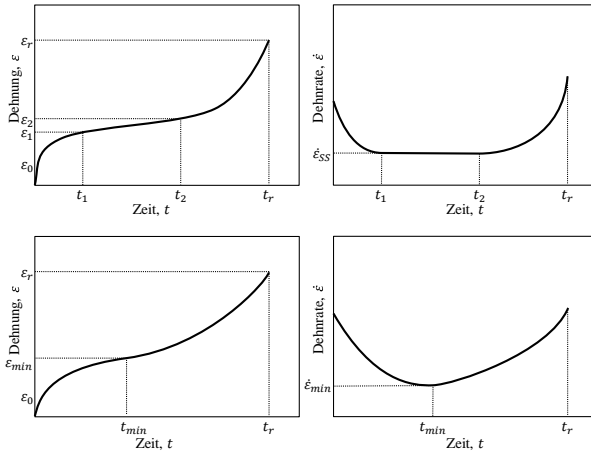


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung der Kriechverformung und -rate bei konstanter Last und Temperatur, mit (oben) und ohne (unten) ausgeprägtem sekundären Kriechen

Der Zusammenhang zwischen der minimalen Dehnrates und der anliegenden Spannung wird durch das Norton'sche Kriechgesetz [66] beschrieben:

$$\dot{\epsilon}_{min} = K \exp\left(-\frac{Q_k}{kT}\right) \sigma^n \quad (2.1)$$

Dabei bezeichnet Q_k die Aktivierungsenergie des Kriechmechanismus, k die Boltzmann-Konstante, T die Temperatur und K sowie n Materialparameter. Unter Verwendung eines temperaturabhängigen Parameters K' lässt sich das Kriechgesetz zu

$$\dot{\epsilon}_{min} = K' \sigma^n \quad (2.2)$$

verkürzen. Dieser Ansatz des exponentiellen Zusammenhangs zwischen der Dehnrates und der anliegenden Spannung wird später (vgl. Abschnitt 2.3.1) zur Modellierung der dehnratesabhängigen Verformung wieder aufgegriffen.

Für die Extrapolation von Messdaten ist jedoch zu beachten, dass sowohl die Aktivierungsenergie, als auch die Parameter vom auftretenden Kriechmechanismus abhängen. Für diffusionskontrolliertes Kriechen gilt dabei $n=1$, für Versetzungskriechen wurden für reine Metalle Werte zwischen 4 und 5, für mehrphasige Legierungen auch Werte bis $n \approx 40$ gemessen [63]. Dies ist in der Praxis insbesondere bei der Extrapolation des Kriechverhaltens zu geringen Spannungen und hohen Lebensdauern zu beachten, da hier der Übergang von Versetzungskriechen im Versuch zu Diffusionskriechen unter den zu extrapolierenden Bedingungen vorliegen kann. Die auftretenden Dehnraten liegen dann deutlich über den extrapolierten Werten [67]. Für P91 wurde dieser Übergang für 600 °C bei knapp unter 100 MPa beschrieben [68, 69], die Validität dieser Ergebnisse wird aber aufgrund unterschiedlicher Prüfverfahren (Für Versuche unterhalb 100 MPa wurden Kriechversuche nicht an Standardproben, sondern an miniaturisierten Schraubenfedern durchgeführt) und Untersuchungen an Kraftwerksbauteilen nach dem Langzeiteinsatz bei niedrigen Belastungen (130 000 h bei 600 °C und 33 MPa) angezweifelt [40].

Die Abbildungen 2.7 und 2.8 zeigen einen Vergleich zwischen den Kriech-eigenschaften von P91 und den (in der Entwicklungsgeschichte vorausgehenden) ferritisch-martensitischen Stählen P9 (9% Chromgehalt) und X20 (12% Chromgehalt), der Weiterentwicklung P92 sowie dem austenitischen Stahl 316L (X2CrNiMo17-12-2). P9 und P91 unterscheiden sich hauptsächlich durch die Zulegierung von V und Nb in P91; Die verbesserten Eigenschaften gegenüber P9 zeigen deshalb die Wirksamkeit der MX-Karbid zur Erhöhung der Kriechfestigkeit. Die Kriechfestigkeit konnte mit P92 weiter erhöht werden, so dass bei 600 °C die Werte von austenitischen Stählen erreicht werden. Oberhalb von 600 °C erlaubt 316L bei gleicher Lebensdauer jedoch höhere Spannungen, auf Basis der Extrapolation von Kriechversuchen bis 30 000 h kann der sich aktuell in Entwicklung befindliche Stahl P93 diese Lücke jedoch bis 650 °C schließen [26].

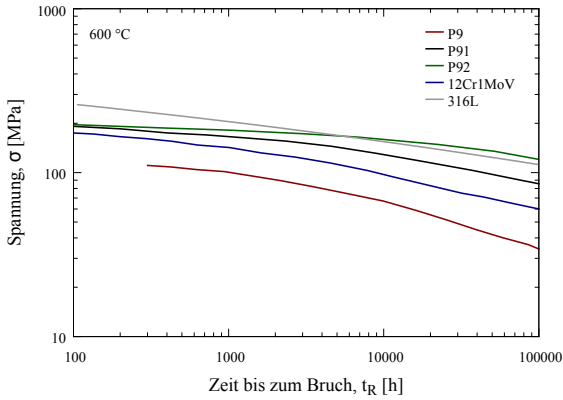


Abbildung 2.7: Vergleich der Zeitstandsfestigkeiten bei 600 °C zwischen P91 und den ferritisch-martensitischen 9Cr-Stählen P9 und P92, dem 12Cr-Stahl 12Cr1MoV (X20CrMoV12-1) und dem austenitischen Stahl 316L (X2CrNiMo17-12-2) nach Daten aus [40, 70]

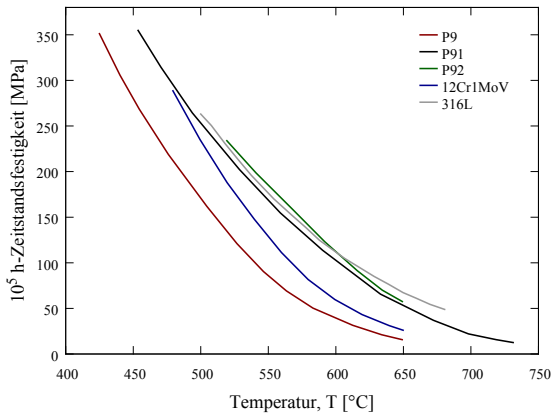


Abbildung 2.8: Vergleich der 100 000 h-Zeitstandsfestigkeiten zwischen P91 und den ferritisch-martensitischen 9Cr-Stählen P9 und P92, dem 12Cr-Stahl 12Cr1MoV (X20CrMoV12-1) und dem austenitischen Stahl 316L (X2CrNiMo17-12-2) nach Daten aus [18, 70]

Ermüdung und zyklische Entfestigung

Auch wenn das Kriechverhalten eines Materials einen wichtigen Parameter für die Eignung zum Hochtemperatureinsatz darstellt, gewinnen die Ermüdungseigenschaften für den Einsatz in Kraftwerken zunehmend an Bedeutung. Während ein Kraftwerk im Grundlastbetrieb im Idealfall nur zur Wartung abgefahren wird und ansonsten konstant bei Nennleistung arbeitet, werden im Lastfolgebetrieb regelmäßige Änderungen von Dampfdruck und -temperatur notwendig. Insbesondere für dickwandige Komponenten stellen sich dabei Temperaturgradienten über den Querschnitt ein. Da die thermische Ausdehnung behindert ist, führt dies zu zyklischen Zug-Druck-Wechselbelastungen [7] mit Dehnschwingbreiten von bis zu 0.8% bei einer Nennbetriebstemperatur von 550 °C [71]. Höhere Betriebstemperaturen können dementsprechend, bei ansonsten gleichen Bedingungen, bei Lastwechseln zu größeren Temperaturdifferenzen und -gradienten führen.

Eine allgemeine Beschreibung des Ermüdungsverhaltens metallischer Werkstoffe ist in [72] und [73] zu finden. Grundsätzlich wird zwischen Kurzzeitermüdung (*low cycle fatigue*, LCF) und Langzeitermüdung (*high cycle fatigue*, HCF) unterschieden. Während das LCF-Verhalten durch die Duktilität des Materials bestimmt und die Lebensdauer durch das Wachstum von Mikrorissen zu Makrorissen kritischer Länge dominiert wird, ist für das HCF-Verhalten die Festigkeit des Materials ausschlaggebend und die Lebensdauer wird durch die Dauer bis zur Entstehung eines Mikrorisses bestimmt. Dementsprechend kommt es im LCF-Bereich zu zyklischen inelastischen Verformungen; Der HCF-Bereich deckt dagegen überwiegend Belastungen unterhalb der Streckgrenze ab. Als Richtwerte zur Abgrenzung gelten Bruchlastspielzahlen kleiner 10 000 für den LCF-Bereich und größer als 100 000 für den HCF-Bereich, der Bereich zwischen 10 000 und 100 000 Zyklen bis zum Bruch wird als Übergangsbereich bezeichnet.

Aufgrund der bei hohen Temperaturen unter Einsatzbedingungen auftretenden inelastischen Verformungen ist hier primär das Kurzzeitermüdungsverhalten von Interesse. Zur Charakterisierung haben sich in der Praxis dehnungskontrollierte Versuche bewährt, da die Spannungs-Dehnungs-Kurve im relevanten Bereich bei hoher Temperatur für viele Materialien sehr flach verläuft und damit in spannungskontrollierten Versuchen eine geringe Regelabweichung bereits zu großen Abweichungen in der Dehnung führen würde. Kurzzeitermüdungsversuche sind zur Sicherstellung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse standardisiert [74, 75] und werden vorwiegend mit einem dreieckigen Belastungspfad und damit konstanter Dehnrate durchgeführt. Ergebnisse der LCF-Versuche sind neben der Anzahl der Zyklen bis zum Versagen (N_f) die Wechselverformungskurven, also die Spitzenspannung eines jeden Zyklus aufgetragen über die Zyklenzahl. Eine schematische Darstellung typischer Wechselverformungskurven ist im Abb. 2.9 gezeigt.

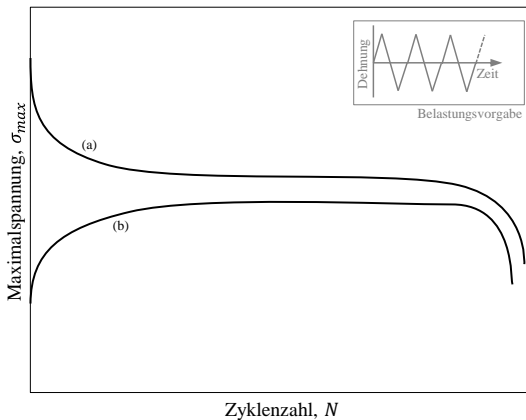


Abbildung 2.9: Schematische Darstellung der Wechselverformungskurven aus Kurzzeitermüdungsversuchen für (a) entfestigende und (b) verfestigende Materialien

Die überwiegende Mehrheit technisch relevanter Werkstoffe zeigt dabei kein zyklisch stabiles Verhalten (d.h. konstante Spitzenspannungen über die Zyklen). Abhängig vom Ausgangszustand des Materials und den Belastungsbedingungen zeigt sich zumeist entweder eine zyklische Verfestigung (zunehmende Spannungen mit fortschreitender Belastung) oder Entfestigung (abnehmende Spannung mit fortschreitender Belastung). Ähnlich dem stationären Kriechen stellt sich nach einer anfängliche Ver- bzw. Entfestigungsphase zumeist ein Sättigungszustand konstanter Spitzenspannungen ein, der ein Gleichgewicht zwischen ver- und entfestigenden Prozessen darstellt. Zum Ende der Lebensdauer kommt es dann erneut zu einem scheinbaren Abfall der Spannung, der auf dem Wachstum eines Ermüdungsrisse, und damit der Abnahme des tragenden Probenquerschnitts, beruht [74].

Das Kurzzeitermüdungsverhalten von ferritisch-martensitischen Stählen [10, 76, 77, 78] und P91 im speziellen [79, 80, 81, 82, 83, 84] wurde umfassend untersucht, eine Übersicht über veröffentlichte Studien wird in [85] gegeben. Eine detaillierte Beschreibung des LCF-Verhaltens ferritisch-martensitischer Stähle ist in [40] zu finden. Die Temperaturabhängigkeit der Lebensdauer bis in den HCF-Bereich wurde in [86] beschrieben und ist in Abbildung 2.10 dargestellt. Der Kurzzeitermüdungsbereich liegt demnach für P91 im Bereich von Gesamtdehnungsschwingbreiten oberhalb 0.5% bzw. Gesamtdehnungsamplituden größer 0.25%. Grundsätzlich ist zwar eine Temperaturabhängigkeit der Lebensdauer zu erkennen (mit höheren Bruchlastspielzahlen bei niedrigeren Temperaturen), die auftretende Streuung der Lebensdauer aufgrund unterschiedlicher Materialchargen und der Variation zwischen verschiedenen Prüfständen liegt jedoch im Temperaturbereich bis 600 °C in der selben Größenordnung wie die Temperaturabhängigkeit. Dies deckt sich mit den Ergebnissen anderer ferritisch-martensitischer Stähle [87, 88]. Dabei ist jedoch zu beachten, dass zwar bei gleicher Gesamtdehnungsamplitude unabhängig von der Temperatur ähnliche Bruchlastspielzahlen erreicht werden, bei höheren Temperaturen zeigt das

Material aber deutlich geringere Spannungen und damit eine größere inelastische Dehnschwingbreite [89].

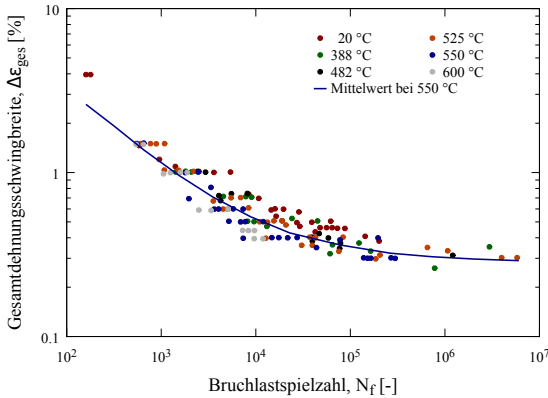


Abbildung 2.10: Bruchlastspielzahl in Abhängigkeit der Gesamtdehnungsschwingbreite für P91 im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 600 °C, nach [86]

Charakteristische Eigenschaft der ferritisch-martensitischen Stähle ist die kontinuierliche zyklische Entfestigung bis zum Bruch. Im Gegensatz zu den in Abbildung 2.9 dargestellten Verläufen kommt es dabei nach einer anfänglichen, starken Entfestigung nicht zur Sättigung, sondern zu einer über die Zyklenzahl annähernd linearen Abnahme der Festigkeit [10, 49, 79]. Diese kontinuierliche Entfestigung tritt nicht nur unter Hochtemperaturbelastung, sondern auch bei Raumtemperatur [90] und unter Vakuum [80] auf. Das resultierende Wechselverformungsverhalten ist schematisch in Abbildung 2.11 dargestellt und gliedert sich in drei Bereiche [10].

Im ersten Bereich, der für P91 etwa 30% der Lebensdauer einnimmt, kommt es zu einem starken Abfall der Festigkeit; Die Maximalspannungen nehmen (abhängig von Gesamtdehnamplitude und Temperatur) um 20 bis

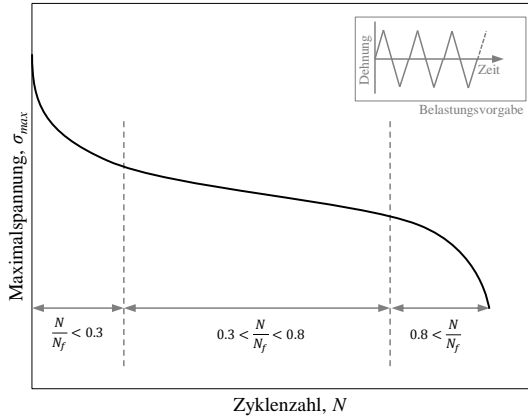


Abbildung 2.11: Schematische Darstellung der Wechselverformungskurve von P91

30 % ab [91, 92]. Niedrigaktivierbare ferritisch-martensitische Stähle, wie sie für zukünftige Fusionsreaktoren vorgesehen sind, zeigen diese starke Abnahme der Festigkeit bereits in den ersten 10% der Lebensdauer [10]. Im zweiten Bereich, der den überwiegenden Teil der Lebensdauer umfasst, kommt es dann zu einer mit der Zyklenzahl linearen Abnahme der Spannung. Sowohl die Steigung, als auch das Spannungsniveau sind dabei nicht nur von der Temperatur, sondern auch von der aufgetragenen Belastung abhängig. Der Übergang zum dritten Bereich ist, entsprechend Abb. 2.9, durch den Spannungsabfall infolge der Ausbreitung von Ermüdungsrissen hervorgerufen. Durch die kontinuierliche Entfestigung existiert kein stabilisierter Zustand, und damit auch kein repräsentativer Zyklus, wie er von vielen einfachen Modellen zur Abschätzung der Lebensdauer vorausgesetzt wird. Die Wahl des Zyklus bei halber Bruchlastspielzahl ($N_f/2$) zur Anwendung der Modelle ist im Grunde willkürlich und nicht repräsentativ für das Materialverhalten [10].

Das dreistufige, kontinuierliche Entfestigungsverhalten wurde mit der Bildung (1. Bereich) und langsamen Ausbreitung (2. Bereich) von Mikrorissen, die dann zu makroskopischen Rissen wachsen (3. Bereich), in Verbindung gebracht [91]. Dieser Ansatz scheint zur alleinigen Erklärung des zyklischen Verhaltens jedoch nicht ausreichend, da die Abnahme der Spitzenspannung um etwa 25% bei gleichbleibender Festigkeit eine Abnahme der tragenden Querschnittsfläche gleicher Größenordnung erfordern würde, was durch Mikrorisse nicht erreicht wird. Vielmehr beruht die Abnahme der Festigkeit auf einer kontinuierlichen Veränderung der Mikrostruktur. Während die Mikrostruktur bei reiner Auslagerung ohne mechanische Belastung im für LCF-Versuche typischen Zeitbereich ($<1\,000\text{ h}$) stabil ist [80, 93, 94], kommt es unter inelastischer Verformung zur Veränderung der Mikrostruktur [36, 49]. Dies betrifft sowohl Kriechbelastungen [34], als auch Ermüdungsbelastungen [52, 80, 95, 96]. Die wesentlichen Mechanismen, die zur Entfestigung des Werkstoffes führen, werden im folgenden Abschnitt kurz vorgestellt und sind schematisch in Abbildung 2.12 gezeigt.

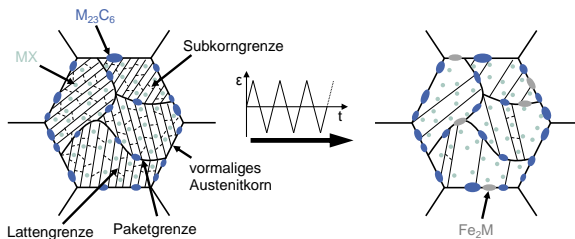


Abbildung 2.12: Schematische Darstellung der mikrostrukturellen Veränderung von P91 unter Ermüdungsbelastung, basierend auf [45] und [97]

Die markanteste Veränderung der Mikrostruktur ist die Erholung der Versetzungsstruktur [49, 94, 98]. Dies betrifft zum einen die Abnahme der Versetzungsdichte selbst. Für P91 wurde eine Abnahme der Versetzungsdichte von $1.6 \times 10^{14}\text{ m}^{-2}$ auf $6.8 \times 10^{13}\text{ m}^{-2}$ nach 1 800 Zyklen mit einer Dehn-

amplitude von $\pm 0.5\%$ bei $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ gemessen [94]; Eine deutlich stärkere Abnahme der Versetzungsdichte wurde bei $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ von $6.4 \times 10^{14}\text{ m}^{-2}$ auf $1.3 \times 10^{12}\text{ m}^{-2}$ für den niedrigaktivierbaren ferritisch-martensitischen Stahl JLF-1 beschrieben [99]. Etwa die Hälfte der Abnahme (auf $1.1 \times 10^{13}\text{ m}^{-2}$) erfolgte dabei in den ersten 10 Zyklen.

Zum anderen kommt es zur Erhöhung der martensitischen Lattenstruktur, die sich unter inelastischer Verformung zu einer näherungsweise gleichachsigen Zellstruktur entwickelt [80, 100]. Dies beruht auf der Auflösung der Kleinwinkelkorngrenzen zwischen den einzelnen Subkörnern und Latten aufgrund von Rekombinationen mit freien Versetzungen [49, 94, 101]. Für die Ermüdung bei kleinen Gesamtdehnamplituden ($\pm 0.15\%$) erfolgt diese Vergrößerung nicht homogen: Einzelne Pakete zeigen keine Subkornstruktur mehr und sind nahezu frei von Versetzungen, aber weite Bereiche der Mikrostruktur sind praktisch unverändert. Für größere Dehnamplituden dagegen ist Auflösung der Subkornstruktur deutlich ausgeprägter und homogener [94]. Die mittlere Größe der Subkörner liegt im Ausgangszustand bei etwa 350 nm , die Größe der Zellstruktur nach zyklischer Belastung bei $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $593\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($1\ 100\text{ }^{\circ}\text{F}$) liegt dagegen im Mikrometerbereich [80, 94]. Vergleichbare Werte wurden für verschiedene ferritisch-martensitische Stähle auch nach Kriechversuchen bei $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ gemessen [33]. Die Vergrößerung der Mikrostruktur geht mit einer Abnahme der Härte einher [52, 80].

Die Degradation der Subkornstruktur geht einher mit einer Vergrößerung der M_{23}C_6 -Karbide [80, 84, 97, 102]. Bei einem konstanten Volumenanteil von etwa 2% [103] kommt es dabei nach dem Prinzip der Ostwald-Reifung [104] zum Wachstum großer Karbide bei gleichzeitiger Auflösung kleinerer Karbide. Insbesondere die Auflösung der kleineren Karbide reduziert die stabilisierende Wirkung auf die Subkornstruktur. Dies begünstigt die oben beschriebene Abnahme der Versetzungsdichte und Erholung der Lattenstruktur weiter [105]. Die MX-Karbonitride sind dagegen sowohl unter

Kriechbelastung [33, 34], als auch unter zyklischer Belastung [103] in 9Cr-Stählen stabil. Wie bereits in Abschnitt 2.1 erwähnt kann es jedoch bei höherem Chromanteil unter Auflösung der MX-Karbonitride zur Bildung der Z-Phase kommen.

Zusätzlich wurde die Bildung von Laves-Phasen ($\text{Fe}_2(\text{Mo}(\text{W}))$), die im Ausgangszustand von P91 nach der Wärmebehandlung nicht vorliegen, nach Langzeitkriechversuchen bei $600\text{ }^\circ\text{C}$ [34], bei der Untersuchung von Komponenten nach dem Einsatz im Kraftwerk für 58 000 h bei $576\text{ }^\circ\text{C}$ [106] und nach der Auslagerung für 3 000 h bei $600\text{ }^\circ\text{C}$ [107] beschrieben. Die Ausscheidung der Laves-Phasen führt zu einer Reduzierung der Lebensdauer im Kurzzeitermüdungsversuch [107]. Gleichzeitig wird die Effektivität der Mischkristallverfestigung durch Molybdän (und/oder Wolfram bei entsprechenden Werkstoffen) reduziert [33]. Dies wird unter Umständen durch die zusätzliche Ausscheidungsverfestigung aufgrund der Laves-Phase kompensiert, falls diese nicht zu stark vergrößert [16]. Die Bedeutung der Laves-Phase ist jedoch für Stähle, die Wolfram enthalten, deutlich ausgeprägter [16] und spielt für P91 im in dieser Arbeit untersuchten Bereich bis $550\text{ }^\circ\text{C}$ eine untergeordnete Rolle.

Kriechermüdung

Im praktischen Einsatz treten Kriech- und Ermüdungsbelastungen nicht getrennt auf, zyklische Belastung durch die Änderung der Kraftwerksleistung zur Anpassung an den aktuellen Bedarf und stationäre Betriebsphasen, in denen Kriechprozesse dominieren, wechseln sich ab. Eine eventuelle Wechselwirkung zwischen dem Kriech- und dem Ermüdungsverhalten der Werkstoffe wird jedoch bei der getrennten Betrachtung der Belastungsarten im Laborversuch nicht berücksichtigt. Zur Untersuchung der Auswirkung von Kriechphasen auf das zyklische Verhalten in kombinierten Krie-

Chermüdungsversuchen haben sich Kurzzeitermüdungsversuche mit Haltezeit [13] bewährt. Dabei wird im dehnungskontrollierten Ermüdungsversuch zur Abbildung der Kriechphasen die Gesamtdehnung bei minimaler und bzw. oder maximaler Dehnung für eine bestimmte Dauer konstant gehalten. Zu beachten ist, dass es in der Haltezeit nicht zum Kriechen im eigentlichen Sinn (zunehmende Dehnung bei konstanter Spannung), sondern zur Relaxation des Materials (abnehmende Spannung bei konstanter Gesamtdehnung) kommt. Die Verläufe der aufgebrachten Dehnungsbelastung, die Spannungsantworten des Materials und die daraus resultierenden Spannungs-Dehnungs-Hysteresen sind schematisch in Abbildung 2.13 gezeigt. Die eingeführten Relaxationsphasen führen dabei zu einer in den Hystereseschleifen deutlich erkennbaren Zunahme der inelastischen Verformung. Die inelastische Dehnschwingbreite ist für einseitigen Haltezeiten unter Zug oder Druck (bei unterschiedlichen Mittelwerten) näherungsweise gleich groß und nimmt für kombinierte Haltezeiten unter Zug und Druck nacheinander zu.

Untersuchungen zum Haltezeiteinfluss auf die Ermüdungslebensdauer von P91 [14, 81, 108, 109, 110, 111, 112] und weiterer ferritisch-martensitischer Stähle [10, 113] zeigten dabei eine Abnahme der Bruchlastspielzahl infolge von Druckhaltezeiten, Zughaltezeiten zeigen dagegen nur einen geringen Einfluss auf die Lebensdauer. Die kürzesten Lebensdauern wurden für kombinierte Zug- und Druckhaltezeiten gemessen. Da typische Merkmale der Kriechschädigung wie die Bildung von Poren oder Mikrorissen unter Zugspannung entstehen, ist zunächst ein negativer Einfluss von Zughaltezeiten zu erwarten. Dies ist beispielsweise in austenitischen Stählen [114, 115] der Fall. Derartige Schädigungsmerkmale wurden in P91 jedoch nicht beobachtet [81, 111]. Eine Ursache hierfür ist die schnelle Spannungsrelaxation des Materials in der Haltezeit. Vielmehr wurden die verringerten Bruchlastspielzahlen durch Druckhaltezeiten mit Oxidationseinflüssen auf die Rissbildung [81, 111] und das Risswachstum [108] in der Haltezeit be-

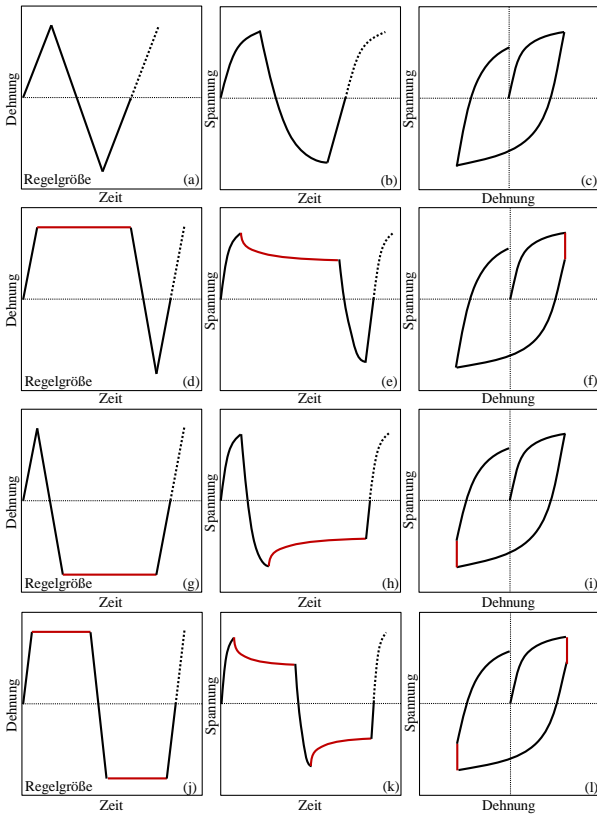


Abbildung 2.13: Schematische Darstellung der aufgebrachtten Dehnungsbelastung ((a)(d)(g)(j)), der resultierenden Spannung ((b)(e)(h)(k)) und der entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Hysteresen ((c)(f)(i)(l)) für LCF-Versuche ohne Haltezeit ((a)-(c)), mit Zughaltezeit ((d)-(f)), mit Druckhaltezeit ((g)-(i)) und mit kombinierter Haltezeit unter Zug und Druck ((j)-(l))

gründet. Demgegenüber stehen in [14] veröffentlichte Versuchsergebnisse, die einen negativen Effekt der Druckhaltezeit auch bei Versuchen im Vakuum zeigen. Weiterhin wurde für die Nickelbasislegierung René80, die eine ähnliche Empfindlichkeit für Druckhaltezeiten zeigt [116], die Ausbildung

einer Zugmittelspannung aufgrund der Druckhaltezeiten als Ursache für die geringere Lebensdauer angeführt [117]. Aufgrund der sehr guten Oxidationsbeständigkeit der Nickelbasislegierung wurde dieser Einfluss hier ausgeschlossen. Die Zugmittelspannung wird auch für P91 als mögliche Ursache angegeben [111]. Die zugrundeliegenden Ursachen für die Abnahme der Bruchlastspielzahl durch Druckhaltezeiten bei P91 sind damit nicht abschließend geklärt und werden in Abschnitt 4.3.3 weiter diskutiert.

Gleichzeitig zeigten Kriechversuche an Proben, die zuvor für einen bestimmten Anteil der Bruchlastspielzahl zyklisch belastet wurden, eine Abnahme der Kriechlebensdauer bei gleichzeitiger Zunahme der minimalen Kriechrate [118, 119]. Längere Ermüdungsbelastung, und damit fortgeschrittenere Entfestigung, führten zu geringeren Kriechlebensdauern und höheren minimalen Kriechraten. Da aus den Ermüdungsproben neue Kriechproben mit geringerem Durchmesser gefertigt wurden, liegt die Ursache hierfür nicht in der Ausbreitung von Ermüdungsrissen durch die Kriechbelastung. Vielmehr beruhen die höheren Kriechraten auf der durch die Ermüdungsbelastung hervorgerufenen Entfestigung und damit der vorausgegangenen Degradation der Mikrostruktur.

Zur Abschätzung des Kriechverhaltens bei kombinierter Kriechermüdungsbelastung bedarf es damit der Kenntnis des aktuellen Entfestigungsgrades des Werkstoffes. Die Entfestigung sowie die Erholung der Versetzungsstruktur sind unter Kriechermüdungsbelastung nochmals stärker ausgeprägt, als unter reiner Ermüdungsbelastung [94, 109]. In der Literatur liegt jedoch (insbesondere für unterschiedliche Haltezeitpositionen) keine umfassende Charakterisierung des Haltezeiteinflusses auf die zyklische Entfestigung vor. Diese ist jedoch für die Lebensdauermodellierung unter Kriechermüdungsbedingungen, die auch den negativen Einfluss von Druckhaltezeiten abbilden soll, notwendig, da die zuverlässige Modellierung der Schädigung auf einer korrekten Vorhersage der Entfestigung, und damit der

auftretenden Spannungen und inelastischen Verformungen, beruht. Als Voraussetzung für die Modellierung wurde deshalb in dieser Arbeit zunächst das Entfestigungsverhalten von P91 unter Kriechermüdungsbedingungen umfassend charakterisiert. Die Grundlagen der darauf aufbauenden Modellierung werden im folgenden Abschnitt vorgestellt.

2.3 Modellierung

Der in dieser Arbeit verwendete Ansatz zur Modellierung der Lebensdauer gliedert sich in zwei Teilbereiche: die auftretenden Spannungen und inelastischen Dehnungen werden mit einem Verformungsmodell beschrieben, das insbesondere auch das Entfestigungsverhalten des Werkstoffes abbilden muss. Die so bestimmten Spannungen und inelastischen Dehnungen dienen dann als Eingangsgrößen für ein Schädigungsmodell, das zur Bestimmung der Lebensdauer genutzt wird. Für die Modellierung des Verformungsverhaltens von P91 haben sich verschiedene Ansätze etabliert:

Empirische Modelle zur Beschreibung der Entfestigung und des Relaxationsverhaltens in der Haltezeit [120] ermöglichen eine vergleichsweise einfache Berechnung der Wechselverformungskurven und der Relaxation bei einer geringen Anzahl experimentell zu bestimmender Parameter. In der Beschreibung der Kurzzeitermüdungsversuche mit und ohne Haltezeit wurden gute Ergebnisse erzielt; Komplexe wechselnde, nicht-isotherme oder mehrachsige Belastungen übersteigen den Anwendungsbereich dieser Modelle jedoch. Mikromechanische Modelle [45, 97], die die Veränderungen der Mikrostruktur und ihre Auswirkung auf das mechanische Verhalten direkt beschreiben, zeigen auf der anderen Seite vielversprechende Ergebnisse und stellen die benötigten Stoffgesetze zur Implementierung in Finite-Elemente-Codes bereit. Für den Einsatz nachteilig ist jedoch (neben der aufwendigen Bestimmung einer großen Anzahl von Materialparametern) die enorme

Komplexität dieser Modelle.

Kontinuumsmechanische viskoplastische Modelle bieten hierzu einen guten Kompromiss zwischen Leistungsfähigkeit und Komplexität [9]. In dieser Klasse von Modellen wird Viskoplastizität in einheitlicher Weise (*unified models*) ohne Separation in zeitabhängiges Kriechen und zeitunabhängige Plastizität beschrieben. Der kontinuumsmechanische Ansatz erlaubt zusätzlich eine direkte Kopplung des Verformungsmodells an ein Schädigungsmodell und damit auch die Beschreibung des Verformungsverhaltens des geschädigten Materials. Unter den kontinuumsmechanischen Modellen wurde das Modell von Chaboche [8] vielfältig zur Beschreibung des viskoplastischen Verhaltens von Metallen genutzt. Mit zahlreichen Modifikationen wurde das zugrundeliegende Modell unter anderem erfolgreich zur Beschreibung von Nickelbasislegierungen [121], austenitischen Stählen [122] und ferritisch-martensitischen Stählen [67, 123, 124] angewendet. Durch die Erweiterung von Aktaa und Schmitt [10] wurde die Beschreibung des zyklischen Entfestigungsverhaltens ferritisch-martensitischer Stähle deutlich verbessert. Gleichzeitig wurde das Modell mit dem ISRM-Schädigungsmodell [125] gekoppelt und eine gute Beschreibung des Kurzzeitermüdungsverhaltens erzielt. Unter kombinierter Kriechermüdungsbelastung, die durch Haltezeitversuche abgebildet wurde, gelang dies jedoch nicht. Als Ursache wurde gesehen, dass der Haltezeiteinfluss auf das Entfestigungsverhalten auch aufgrund der zur Verfügung stehenden Daten nicht hinreichend genau abgebildet wurde. Das zugrundeliegende Modell von Chaboche und die Erweiterung von Aktaa und Schmitt werden im Folgenden in ihrer einachsigen Formulierung vorgestellt. Diese ist zur Beschreibung der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche ausreichend. Grundlagen der kontinuumsmechanischen Modellierung, der Abbildung von Viskoplastizität und Möglichkeiten der Verallgemeinerung auf mehrachsige Belastungen sind in [9] und [126] zu finden.

2.3.1 Chaboche-Modell

Im Rahmen der kontinuumsmechanischen Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhaltens wird die gesamte Änderung der Dehnung in einen elastischen Anteil $\dot{\epsilon}_{el}$, einen inelastischen Anteil $\dot{\epsilon}_{in}$ und einen thermischen Anteil $\dot{\epsilon}_{th}$ zerlegt:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{el} + \dot{\epsilon}_{in} + \dot{\epsilon}_{th} \quad (2.3)$$

Im Gegensatz zur klassischen, separaten Betrachtung von zeitunabhängiger plastischer Verformung und zeitabhängiger Kriechverformung werden hierbei sämtliche nichtelastischen Verformungen in einheitlicher Weise (sog. *unified models*) als inelastische Verformung betrachtet. Die thermische Dehnrate kann mithilfe des thermischen Ausdehnungskoeffizienten α , der im Allgemeinen selbst temperaturabhängig ist und als isotrop angenommen wird, aus der Rate der Temperaturänderung \dot{T} bestimmt werden:

$$\dot{\epsilon}_{th} = \alpha \dot{T} \quad (2.4)$$

Im isothermen Fall, der im Folgenden betrachtet werden soll, wird dieser Anteil der Gesamtdehnungsänderung zu 0. Die Möglichkeiten zur Verallgemeinerung des Modells auf den nicht-isothermen Fall werden beispielsweise in [9] diskutiert. Die elastische Dehnung ϵ_{el} wird als linear-elastisch angenommen und durch das Hookesche Gesetz beschrieben:

$$\epsilon_{el} = \frac{\sigma}{E} \quad (2.5)$$

Die Fließbedingung beruht im Modell von Chaboche auf dem von-Mises-Kriterium:

$$f = |\sigma - \Omega| - K - k \geq 0 \quad (2.6)$$

Dabei bezeichnet k die Fließgrenze des unbelasteten Materials und die inneren Zustandsvariablen Ω und K die kinematische Verfestigung bzw. die

isotrope Ver-/Entfestigung. Im Rahmen einer mikromechanischen Interpretation des Verformungsmodells entspricht die kinematische Verfestigung richtungsabhängigen Verfestigungsmechanismen wie dem Aufstauen von Versetzungen an Hindernissen, wogegen die isotrope Ver- bzw. Entfestigung richtungsunabhängige Mechanismen, wie zum Beispiel eine Zu- oder Abnahme der Versetzungsdichte, abbildet. Sie beschreiben die Veränderung der Mikrostruktur aufgrund inelastischer Verformung und stellen somit die Abhängigkeit des Materialverhaltens von der vorausgehenden Belastung dar. Anschaulich entsprechen k und K in diesem Modell der Größe der Fließfläche, wogegen Ω den Mittelpunkt der Fließfläche repräsentiert.

Zentraler Bestandteil des Modells ist die Fließregel zur Modellierung der inelastischen Dehnrate $\dot{\epsilon}_{in}$. Diese ist in ihrem Aufbau als Potenzfunktion mit dem Norton'schen Kriechgesetz (vgl. Gl. 2.2) vergleichbar:

$$\dot{\epsilon}_{in} = \left\langle \frac{|\sigma - \Omega| - K - k}{Z} \right\rangle^n \text{sgn}(\sigma - \Omega) \quad (2.7)$$

Die Temperaturabhängigkeit der inelastischen Verformung wird dabei über temperaturabhängige viskose Parameter Z und n berücksichtigt. Die Fließregel von Chaboche gehört zur Klasse der assoziierten Fließregeln, d.h. alle Spannungszustände mit dem selben Abstand zur Fließfläche führen zu betragsmäßig gleichen inelastischen Dehnungsänderungen. Es gilt die Normalitätsregel, da inelastische Verformung senkrecht zur Fließfläche erfolgt. Die Klammern $\langle \rangle$ bezeichnen die Macaulay-Klammern:

$$\langle x \rangle = \begin{cases} x & \text{für } x \geq 0 \\ 0 & \text{für } x < 0 \end{cases} \quad (2.8)$$

Für Spannungszustände innerhalb der Fließfläche wird die inelastische Dehnrate somit zu 0, was rein elastische Verformung entspricht. Zur Beschreibung der kinematischen Verfestigung wird der Ansatz von Armstrong und

Frederick [127] genutzt, der zusätzlich um einen statischen Erholungsterm erweitert wurde. Dieser erlaubt eine verbesserte Beschreibung von Langzeiteffekten, z.B. im Sekundärbereich des Kriechens oder unter Relaxation. Der ursprüngliche Ansatz beruht hierbei auf einem Verfestigungsterm ($i=1$), wurde jedoch später auf mehrere, sich unabhängig entwickelnde Terme ergänzt. Dies erlaubt neben einer verbesserten Beschreibung des elastisch-plastischen Übergangs die zufriedenstellende Abbildung eines größeren Gesamtdehnungsbereiches [9]. Die folgenden Evolutionsgleichungen werden zur Beschreibung der kinematischen Verfestigung genutzt:

$$\Omega = \sum_{i=1}^n \Omega_i \wedge \dot{\Omega}_i = H_i \dot{\epsilon}_{in} - C_i \Omega_i |\dot{\epsilon}_{in}| - R_i |\Omega_i|^{m_i-1} \Omega_i \quad (2.9)$$

Während durch die kinematische Verfestigung primär die Form der Hystereseschleife innerhalb eines Zyklus bestimmt wird, wird zur Beschreibung des Materialverhaltens über mehrere Zyklen hinweg die isotrope Ver- bzw. Entfestigung eingeführt:

$$\dot{K} = c(K_s - K) |\dot{\epsilon}_{in}| \quad (2.10)$$

In dieser einfachen Formulierung nähert sich K mit zunehmender inelastischer Dehnung dem Grenzwert K_s an, welcher unabhängig von der Belastung ist. Diese Formulierung ermöglicht die Beschreibung des zyklischen Verhaltens einer Vielzahl technisch relevanter Materialien, die nach einer anfänglichen Ver- bzw. Entfestigungsphase stabiles Verhalten im zyklischen Versuch zeigen. Durch entsprechende Wahl des Parameters K_s kann dabei sowohl Verfestigung ($K_s > 0$), als auch Entfestigung ($K_s < 0$) beschrieben werden. Mit diesem Ansatz wurde beispielsweise das Verhalten von austenitischen Stählen [122] und Nickelbasislegierungen [121] zufriedenstellend abgebildet.

Die Anwendung des Modells auf ferritisch-martensitische Stähle zeigt die Limitierungen dieses einfachen Ansatzes, da das kontinuierliche Entfestigungsverhalten aufgrund des asymptotischen Verlaufes der isotropen Entfestigung nach Gl. 2.10 im Modell nicht zufriedenstellend abgebildet werden kann. Eine Erweiterung [123] des Modells auf

$$\dot{K}_{FM} = c(K_s - K_{FM})|\dot{\epsilon}_{in}| - h|\dot{\epsilon}_{in}| \quad (2.11)$$

erlaubt die Beschreibung der kontinuierlichen Entfestigung durch den hinzugefügten Term ohne Grenzwert und führt zu einer zufriedenstellenden Berechnung der Spitzenspannungen im zyklischen Versuch. Die Entfestigung wird jedoch weiterhin nur als Verringerung der Streckgrenze abgebildet, der Einfluss der Entfestigung auf das viskose Materialverhalten wird dabei nicht berücksichtigt. Dies zeigt sich insbesondere im berechneten Relaxationsverhalten, da die Relaxation während der Haltezeit im ersten Zyklus unterschätzt, zur halben Lebensdauer näherungsweise beschrieben und zum Ende der Lebensdauer überschätzt wird [123]. Um diesen Einfluss der Entfestigung auf das zyklische Materialverhalten ferritisch-martensitischer Stähle, der über die Verringerung der Streckgrenze hinausgeht, abzubilden, wurde das Modell durch Aktaa und Schmitt [10] umfassend modifiziert. Gleichzeitig wurde das Modell an ein Schädigungsmodell gekoppelt, um eine Lebensdauervorhersage unter zyklischer Belastung zu ermöglichen. Das erweiterte Modell, das als Grundlage dieser Arbeit dient, soll im folgenden Absatz vorgestellt werden.

2.3.2 Erweiterung durch Aktaa und Schmitt

Zur Abbildung des komplexen Entfestigungsverhaltens und zur Berechnung der Lebensdauer ferritisch-martensitischer Stähle wurde das Materialmodell von Chaboche durch Aktaa und Schmitt umfangreich modifiziert und erweitert [10]. Die kontinuumsmechanische Modellierung von Verformung

und Schädigung erlaubt eine direkte Kopplung der beiden Modelle [128]. Zur Modellierung der Schädigung wird dabei eine vereinfachte Fassung des ISRM-Modells [125] eingesetzt. Dabei repräsentiert der Wert 0 der isotropen Schädigungsvariable D ungeschädigtes Material und der Wert 1 das Versagen des repräsentativen Volumenelementes. Die Unterschiede zum Modell von Chaboche sollen im Folgenden vorgestellt werden. Unter Berücksichtigung der Schädigung im gekoppelten Modell (nach der Hypothese der Dehnungsäquivalenz [126]) berechnet sich die elastische Dehnung ε_{el} zu

$$\varepsilon_{el} = \frac{\sigma}{E(1-D)} \quad (2.12)$$

Als Fließbedingung wird weiterhin das von Mises-Kriterium verwendet:

$$f = \left| \frac{\sigma}{\psi(1-D)} - \Omega \right| - k \geq 0 \quad (2.13)$$

Dabei bezeichnet ψ die isotrope Entfestigung, die in diesem Modell als Schädigung interpretiert und analog berücksichtigt wird. Der Wert $\psi=1$ repräsentiert dabei das unbelastete Ausgangsmaterial, Werte im Bereich $0.7 < \psi < 1$ wurden experimentell beobachtet. In der Fließregel zeigt sich die Auswirkung dieser Modifikation:

$$\dot{\varepsilon}_{in} = \left\langle \frac{|\Sigma| - k}{Z} \right\rangle^n \text{sgn}(\Sigma) \wedge \Sigma = \frac{\sigma}{\psi(1-D)} - \Omega \quad (2.14)$$

Löst man Gleichung 2.14 für $|\Sigma| > k$ nach der Spannung auf, folgt

$$\sigma = \psi(1-D)(\Omega + k + Z\dot{\varepsilon}_{in}^{\frac{1}{n}}) = (1-D)(\psi\Omega + \psi k + \psi Z\dot{\varepsilon}_{in}^{\frac{1}{n}}) \quad (2.15)$$

In dieser Formulierung wirkt sich die isotrope Entfestigung also nicht nur auf die Größe der Fließfläche (ψk), sondern auch direkt auf die kinematische Verfestigung ($\psi\Omega$) und die viskose Spannung ($\psi Z\dot{\varepsilon}_{in}^{\frac{1}{n}}$) aus. Dies erlaubt, im Gegensatz zum ursprünglichen Modell von Chaboche, die zufriedenstel-

lende Beschreibung des Verformungs- und Relaxationsverhaltens über die gesamte Lebensdauer [10]. Die kinematische Verfestigung wird unverändert durch den Ansatz von Armstrong und Frederick unter Berücksichtigung der statischen Erholung beschrieben. Zur Beschreibung der experimentellen Ergebnisse im Kurzzeitermüdungsversuch zeigte sich ein Verfestigungsterm als ausreichend:

$$\dot{\Omega} = H\dot{\varepsilon}_{in} - C\Omega|\dot{\varepsilon}_{in}| - R|\Omega|^{m-1}\Omega \quad (2.16)$$

Um sowohl die anfängliche, starke Entfestigung als auch die kontinuierliche Entfestigung bis zum Versagen abbilden zu können ist die isotrope Entfestigung ψ in zwei Teile aufgeteilt:

$$\psi = \psi_1 + \psi_2 \quad \text{mit} \quad \psi_1(t=0) = 0 \wedge \psi_2(t=0) = 1 \quad (2.17)$$

ψ_1 beschreibt dabei die kontinuierliche Entfestigung ohne Sättigung:

$$\dot{\psi}_1 = -h|\dot{\varepsilon}_{in}| \quad (2.18)$$

ψ_2 beschreibt die anfängliche nichtlineare Entfestigung und beinhaltet zum einen einen verformungsabhängigen Term, der gegen den Grenzwert ψ_S strebt. Die Abhängigkeit dieses Grenzwertes von der vorausgehenden Belastung wird zusätzlich in einem exponentiellen Zusammenhang berücksichtigt. Des Weiteren beinhaltet ψ_2 einen zeitabhängigen (statischen) Term, der Haltezeiteinflüsse auf die Entfestigung berücksichtigen soll und gegen den Grenzwert ψ_r strebt:

$$\psi_2 = c(\psi_S - \psi_2)|\dot{\varepsilon}_{in}| - r_\psi|\psi_2 - \psi_r|^{m_\psi-1}(\psi_2 - \psi_r) \quad (2.19)$$

wobei

$$\psi_S = 1 - \psi_{S,\infty} \left(1 - \exp \left(-c_s \max_{-\infty < \tau < t} |\varepsilon_{in}(\tau)| \right) \right) \quad (2.20)$$

$\psi_{S,\infty}$ stellt dabei den Grenzwert der zyklischen Entfestigung unter hinreichend großer inelastischer Verformung dar. Mithilfe dieser Evolutionsgleichungen kann das Verformungsverhalten ferritisch-martensitischer Stähle im Kurzzeitermüdungsbereich beschrieben werden. Zur Lebensdauerberechnung wird zusätzlich eine Evolutionsgleichung für die isotrope Schädigungsvariable D eingeführt:

$$\dot{D} = \left\langle \frac{\sigma}{A} \right\rangle^r |\dot{\epsilon}_{in}| (1 - D)^{-\kappa} \quad (2.21)$$

Das verwendete ISRM-Schädigungsmodell [125] behandelt die Schädigung ähnlich dem Verformungsmodell in einheitlicher Art, es wird nicht zwischen Kriech- und Ermüdungsschädigung unterschieden [129]. Im Gegensatz zu anderen, kürzlich veröffentlichten Ansätzen zur gekoppelten Schädigungsmodellierung [11, 12] benötigt dieses Modell keinen von der Belastung abhängigen und experimentell zu bestimmenden Schwellenwert, ab dem es bei weiterer Belastung zu einer Zunahme der Schädigung kommt. Im Vergleich ist damit von einer besseren Eignung des hier verwendeten Modells bei variablen Belastungen auszugehen. Sowohl unter rein elastischer Verformung, als auch unter einachsiger Druckbelastung wird keine Zunahme der Schädigung angenommen. Das gekoppelte Modell nutzt mit $E, k, Z, n, H, C, R, m, h, c, r_\psi, \psi_r, m_\psi, \psi_{S,\infty}, c_S, A, r$ und κ insgesamt 18 temperaturabhängige Modellparameter, die durch Anpassung der Modellantwort an experimentelle Ergebnisse bestimmt werden müssen. Um diesen Anpassungsprozess trotz der großen Anzahl von Parametern effizient durchzuführen werden die Parameter in Gruppen zusammengefasst, die dann schrittweise einzeln bestimmt werden. Die Einteilung der Parameter in Gruppen berücksichtigt dabei die Abhängigkeit der Parameter voneinander; Parameter, die sich so stark gegenseitig beeinflussen, dass eine getrennte Bestimmung nicht möglich ist, werden gemeinsam angepasst. In jedem Schritt werden die Parameter des vorherigen Schritts auf den zuvor bestimmten

Werten fixiert. Aktaa und Schmitt empfehlen die folgende Vorgehensweise zur Anpassung der Parameter:

- Im ersten Schritt werden die Parameter k , Z , n , H und c der Fließregel und der kinematischen Verfestigung an die Spannungs-Dehnungs-Hysteresekurve des ersten Zyklus angepasst. Allen anderen Parametern werden Werte zugewiesen, die zunächst zu keiner Änderung der jeweiligen inneren Zustandsvariablen führen (0 bzw. 1). Dabei wird angenommen, dass im ersten Zyklus noch keine nennenswerte Entfestigung oder Schädigung auftritt.
- Im zweiten Schritt werden die Parameter R und m anhand der im Kriechversuch gemessenen stationären bzw. minimalen Kriechraten bestimmt. Die Parameterbestimmung im Rahmen dieser Arbeit hat dabei gezeigt, dass hierzu auch eine Anpassung an das gemessene Relaxationsverhalten innerhalb der Haltezeit bei hinreichend langer Haltezeit möglich ist.
- Im dritten Schritt werden die Parameter h , c , $\psi_{S,\infty}$ und c_S der verformungsabhängigen Terme der isotropen Entfestigung an Entfestigungskurven (Spitzenspannung aufgetragen über die Zyklenzahl) aus LCF-Versuchen ohne Haltezeit bis zur halben Lebensdauer angepasst. Dies geschieht unter der Annahme, dass sich die Schädigung erst in der zweiten Hälfte der Lebensdauer nennenswert auf die Verformung auswirkt.
- Im vierten Schritt werden die Parameter r_ψ , ψ_r und m_ψ des statischen Terms der isotropen Entfestigung an Entfestigungskurven aus LCF-Versuchen mit Haltezeit bis zur halben Lebensdauer angepasst.
- Im letzten Schritt werden die Parameter des Schädigungsmodells A , r und κ an die Entfestigungskurven aus LCF-Versuchen mit und ohne Haltezeit bis zum Versagen angepasst.

Für die niedrigaktivierbaren ferritisch-martensitischen (RAFM) Stähle EUROFER97 und F82H mod. wurde mit diesem Modell eine gute Beschreibung des Entfestigungsverhaltens und der Lebensdauer im Kurzzeitermüdungsbereich erzielt. Trotz Berücksichtigung der statischen Terme in den Evolutionsgleichungen der kinematischen Verfestigung und der isotropen Entfestigung war eine ähnlich gute Beschreibung allerdings unter Haltezeitbelastungen nicht möglich, was insbesondere auf die Beschreibung des Verformungs- und Entfestigungsverhaltens und nicht auf das verwendete Schädigungsmodell zurückgeführt wurde.

3 Methodik

3.1 Grundsätzliches Vorgehen

Wie in den vorhergehenden Kapiteln dargestellt verschiebt sich die Belastung der Strukturmaterialien konventioneller Kraftwerke mit zunehmendem Ausbau der erneuerbaren Energien weg von der überwiegenden Kriechbelastung hin zur kombinierten Kriechermüdungsbelastung. Ferritisch-martensitische Stähle sind aufgrund ihrer thermo-mechanischen Eigenschaften für den Einsatz unter diesen Bedingungen gut geeignet; Ihre mikrostrukturelle Degradation und die daraus resultierende Abnahme der Festigkeit im Einsatz muss jedoch berücksichtigt werden. Ziel dieser Arbeit ist deshalb die Entwicklung eines Materialmodells, das die Beschreibung des Entfestigungsverhaltens und der Lebensdauer unter Kriechermüdungsbelastung ermöglicht. Das Modell soll insbesondere auch die beobachtete Abnahme der Lebensdauer infolge von Haltezeiten unter Druck abbilden.

Da die zur Modellierung benötigten Wechselverformungskurven in der Literatur nicht vorliegen, wird das Werkstoffverhalten unter Kriechermüdungsbelastung zuerst umfassend charakterisiert. Hierzu werden Kurzzeitermüdungsversuche mit Haltezeiten unter Zug und/oder Druck genutzt. Neben der Position der Haltezeit im Belastungszyklus soll der Einfluss der Haltezeitdauer sowie der Einfluss bei verschiedenen Gesamtdehnungsamplituden charakterisiert werden. Um einen Referenzwert für die verwendete Materialcharge zu erhalten werden zusätzliche LCF-Versuche ohne Haltezeit durchgeführt. Die Mehrzahl der Versuche wird bei der anwendungsnahen Temperatur von 550 °C durchgeführt, zusätzliche Versuche bei 450 °C

dienen zur vergleichenden Untersuchung des Werkstoffes bei geringerem Kriechanteil an der Belastung.

Mit dem Modell von Aktaa und Schmitt wurden bei der Beschreibung des Verformungsverhaltens und der Lebensdauer ferritisch-martensitischer Stähle im Kurzzeitermüdungsversuch in der Vergangenheit gute Ergebnisse erzielt. Das Modell dient deshalb als Grundlage dieser Arbeit. Anhand der experimentell gewonnenen Ergebnisse wird zunächst die Eignung des Modells zur Beschreibung des Verformungsverhaltens unter Kriechermüdungsbelastung geprüft. Basierend auf dem Vergleich zwischen Messdaten und Modellberechnungen sollen eventuelle Schwachstellen des Modells identifiziert und das Modell anhand der gewonnenen Erkenntnisse entsprechend modifiziert werden.

Im zweiten Schritt der Modellierung wird das modifizierte Verformungsmodell mit dem Schädigungsmodell gekoppelt. Da das Schädigungsmodell auch das berechnete Verformungsverhalten beeinflusst, ist hier eine iterative Bestimmung der jeweiligen Parameter notwendig; Etwaige Änderungen am Schädigungsmodell erfordern auch eine erneute Überprüfung des Verformungsverhaltens. Den Abschluss bildet das modifizierte und an den experimentellen Ergebnissen validierte Materialmodell, das die Beschreibung des Kriechermüdungsverhaltens ferritisch-martensitischer Stähle erlaubt, und zugehörige Parametersätze für P91 bei 450 °C und 550 °C.

Das gesamte Vorgehen ist in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt.

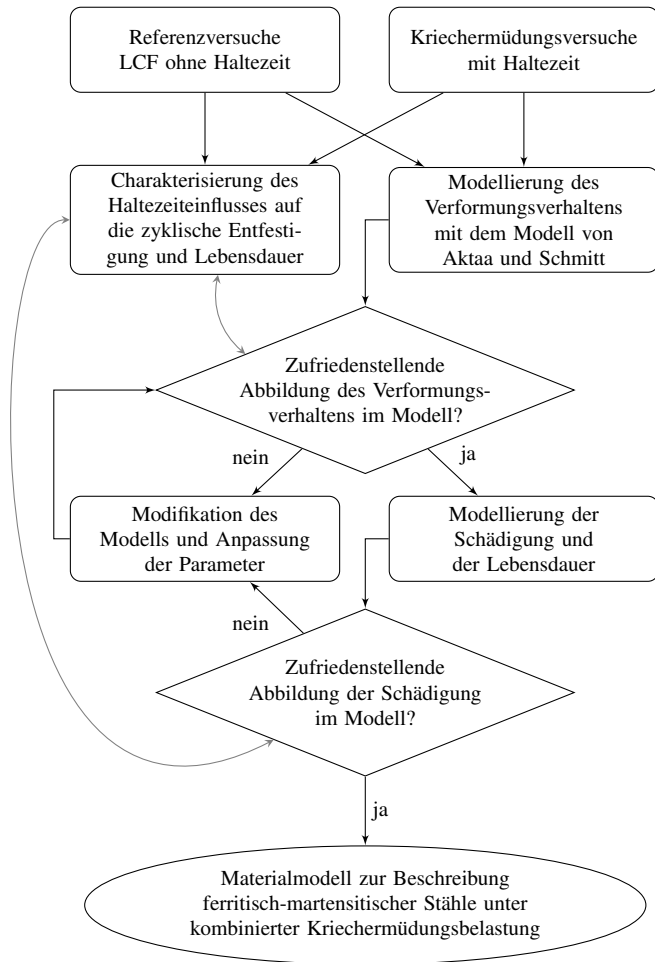


Abbildung 3.1: Vorgehensweise zur Entwicklung eines Materialmodells zur Beschreibung ferritisch-martensitischer Stähle unter Kriechermüdungsbelastung

3.2 Versuchsdurchführung

Die Versuche wurden am ferritisch-martensitischen Stahl P91 durchgeführt. Die nominelle [130] und tatsächliche [90] chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 3.1 angegeben. Die chemische Zusammensetzung erfüllt nicht nur die Anforderungen von P91, sondern auch die geringere zulässige Verunreinigung durch Aluminium in T91 (max. 0.02 Gew%) sowie die Limitierung des maximalen Kupfergehalts von 0.3 Gew.% der entsprechenden europäischen Spezifikation X10CrMoVNb9-1.

Tabelle 3.1: Nominelle und aktuelle chemische Zusammensetzung vom untersuchten Werkstoff P91 in Gew.%

	C	Cr	Mo	Mn	Si	Ni	V	Nb	N	Cu
nom.	0.1	9	1	0.45	0.3	<0.2	0.2	0.08	0.05	
akt.	0.086	8.91	0.917	0.363	0.324	0.149	0.198	0.08	0.041	0.068

	Al	P	As	W	Sn	Ti	O ₂	S	B	Zr
nom.	<0.04	<0.02						<0.01		
akt.	0.018	0.017	0.012	0.01	0.005	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001

Das Material wurde bei 1050 °C für 30 min normalisiert, anschließend bei 780 °C für 1 h getempert und stand als 30 mm-Platte zur Verfügung. Zunächst wurden zylindrische Probenrohlinge in Walzrichtung der Platte drahterodiert. Aus diesen Rohlingen wurden Proben mit einem nominellen Querschnitt von 8.8 mm im Messbereich gefertigt. Die Oberfläche im Messbereich wurde mit einer maximalen Rauheit R_{max} von 1 µm feingeschliffen. Die Ist-Maße aller Proben wurden nach der Herstellung gemessen und zur Berechnung der Spannungen und Dehnungen verwendet. Die gesamte Probengeometrie ist in Anhang B gezeigt.

Die Versuche bei 550 °C wurden auf einer servohydraulischen Universalprüfmaschine mit 160 kN Nennkapazität von SCHENCK durchgeführt, die Maschinensteuerung erfolgte über eine digitale Regeleinheit vom Typ INSTRON 8800. Zur kontinuierlichen Messwerterfassung wurde das Softwarepaket DASYLAB 9 eingesetzt. Dieses ermöglichte neben der Messwerterfassung auch eine direkte Darstellung der Hystereseschleifen und der Wechselverformungskurven sowie die Überwachung des Versuches und die Abschaltung der Anlage bei Überschreitung definierter Grenzwerte. Die Längenänderung der Probe wurde mit einem MTS-Hochtemperatur-extensometer (Messlänge: 20 mm) gemessen; Die Temperatur des eingesetzten StrahlungsOfens wurde mittels Thermoelementen vom Typ S (Pt10-Rh-Pt) geregelt. Um eine Schädigung der Probe im Messbereich durch die Schweißung des Thermoelements zu verhindern wurde dieses außerhalb des Messbereichs am Übergang zum Gewinde der Probe angebracht und eine entsprechende Temperaturkalibrierung durchgeführt. Die gemessene Schwankung der Temperatur war kleiner als ± 2 °C. Ein Vorversuch mit einer Probe, die neben dem Thermoelement zur Temperaturregelung im Messbereich mit fünf weiteren Thermoelementen bestückt war, zeigte bei der Nenntemperatur von 550 °C einen Temperaturgradienten von 5 °C entlang der Messlänge. Der Versuchsaufbau erfüllte damit die Temperaturanforderungen der ASTM-Norm E2714-13 für Kriechermüdungsversuche [13]. Vor Versuchsbeginn wurde die Temperatur bis zur Stabilisierung aller Messwerte gehalten. Die wesentlichen Elemente des Versuchsaufbaus sind in Abbildung 3.2 gezeigt.

Aufgrund der langen Laufzeit der Kriechermüdungsversuche wurde zur Durchführung der ergänzenden Versuche bei 450 °C ein zweiter, vergleichbarer Prüfstand aufgebaut. Dazu wurde ebenfalls eine servohydraulische Prüfmaschine von SCHENCK, allerdings mit einer Nennkapazität von 63 kN, genutzt. Die Messung der Längenänderung an der Probe erfolgte mit einem Hochtemperatur-Extensometer vom Typ EPSILON 3448, die Tempe-

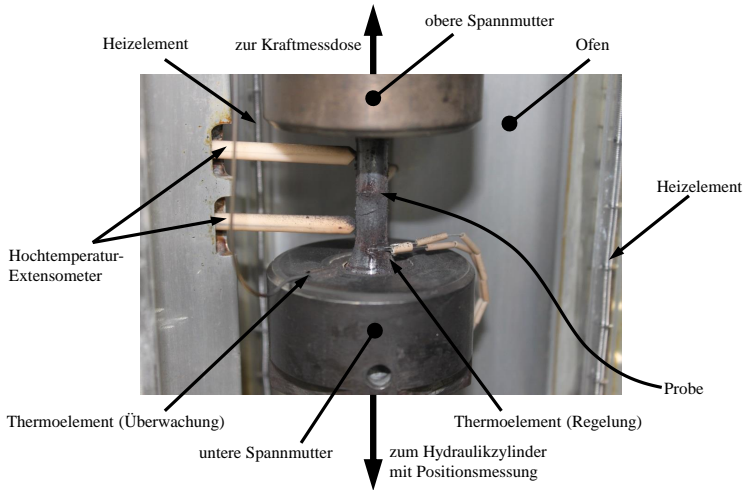


Abbildung 3.2: Einbausituation der Probe im Prüfstand für 550 °C

raturregelung des 3-Zonen-Ofens erfolgte mit Thermoelementen vom Typ K (NiCr-Ni). Entsprechende Vorversuche zur Temperaturkalibrierung und -verteilung zeigten ebenfalls die Einhaltung der in ASTM E2714-13 zulässigen Abweichungen.

Die LCF-Versuche mit und ohne Haltezeit wurden mit dreieckigem Belastungspfad ohne Mitteldehnung ($\epsilon_{min} = \epsilon_{max}$, $R = -1$) bei einer (sofern nicht anders angegeben) konstanten Dehnrates von 10^{-3} s^{-1} ($\hat{=} 0.1\% \text{ s}^{-1}$) durchgeführt.

3.3 Auswertung

Die Messdaten wurden kontinuierlich mit einem Zeitstempel versehen in eine Textdatei gespeichert. Für jeden Datenpunkt wurden neben der Kraft

F und der mit dem Extensometer gemessenen Längenänderung Δl der Probe auch die aktuelle Zyklenzahl N , die Position der Prüfmaschine und der Sollwert der Regelgröße erfasst. Bei rein zeitgetakteter Datenerfassung ist im Haltezeitversuch eine hohe Erfassungsrate zur Beschreibung der Lastwechsel (große zeitliche Änderung von Spannung und Dehnung) erwünscht, dies führt jedoch gleichzeitig in der Haltezeit (überwiegend kleine zeitliche Änderung der Messgrößen) zu unnötig großen, und damit nur aufwendig zu verarbeitenden, Datenmengen. Aus diesem Grund wurde die Datenerfassung so konzipiert, dass bei einer Veränderung der Kraft um 100 N oder der Probenlänge um 0.0025 mm, jeweils bezogen auf den vorausgehenden Messpunkt, ein Datenpunkt erfasst wird. Dies entspricht für den verwendeten Probendurchmesser von 8.8 mm einer Änderung der Spannung um 1.6 MPa, bei einer Ausgangsmesslänge von 20 mm einer Änderung der Dehnung um 0.0125 % und erlaubt eine präzise Erfassung der Versuchsergebnisse bei minimalem Datenvolumen.

Aus den Rohdaten wurden die technische Spannung σ_t und die Dehnung ε berechnet:

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

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (3.2)$$

l_0 bezeichnet die Ausgangsmesslänge zum Versuchsbeginn, also die Messlänge des (bei Raumtemperatur angebrachten) Extensometers plus die thermische Ausdehnung der Probe während des Aufheizens vor Versuchsbeginn. Da der Probenquerschnitt unter Zugbelastung aufgrund der Querkontraktion ab-, unter Druckbelastung dagegen zunimmt, führt die Verwendung der technischen Spannung zu asymmetrischen Wechselverformungskurven und Hystereseschleifen ($\sigma_{t,max} \neq \sigma_{t,min}$) mit erhöhten Druckspannungen.

Aus diesem Grund wurden die Spannungen im Rahmen dieser Arbeit unter Annahme eines konstanten Probenvolumens im Messbereich korrigiert:

$$\sigma = \sigma_t (1 + \varepsilon) \quad (3.3)$$

Durch Auftragung der Maximal- bzw. Minimalspannung eines jeden Zyklus über die Zyklenzahl können aus diesen Daten die Wechselverformungskurven erstellt werden. Neben Aussagen über das Entfestigungsverhalten ermöglichen die Kurven die Bestimmung der Lebensdauer bzw. Bruchlastspielzahl N_f . Entsprechend des Teststandards ASTM E2714 [13] für Kriechermüdungsversuche wurde als Lebensdauer die Anzahl der Zyklen bis zur Entstehung eines Ermüdungsrissses, der gegenüber einer linearen Extrapolation des zweiten Bereichs der Kurve einen Spannungsabfall um 10 % hervorruft, definiert. Das verwendete Verfahren zur Bestimmung der Lebensdauer ist schematisch in Abbildung 3.3 dargestellt.

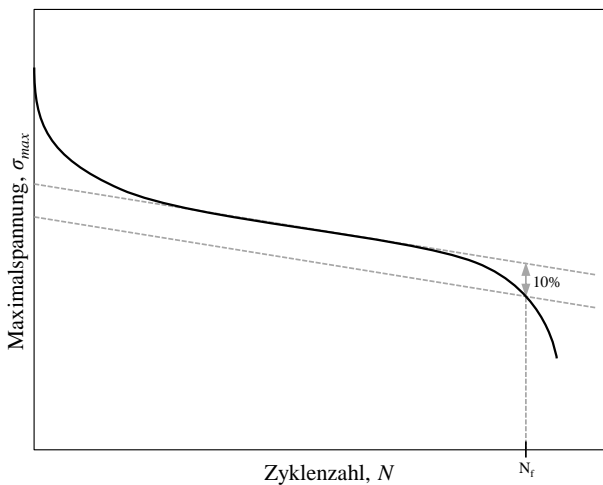


Abbildung 3.3: Vorgehen zur Bestimmung der Lebensdauer N_f für kontinuierlich entfestigende Materialien nach ASTM E2714 [13]

4 Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen

Das folgende Kapitel zeigt die Ergebnisse der Kriechermüdungsversuche, die als Basis für die Modellierung durchgeführt wurden. Da die zur Modellierung benötigten Wechselverformungskurven in der Literatur nicht vorliegen, ist primäres Ziel der Versuche die Charakterisierung des Haltezeiteinflusses auf das zyklische Entfestigungsverhalten (vgl. Abschnitt 2.2.2). Im ersten Schritt (Abschnitt 4.1) wurden dazu Kurzzeitermüdungsversuche ohne Haltezeit als Referenzversuche durchgeführt. Der Einfluss der Haltezeitposition und -dauer auf das Entfestigungsverhalten bei verschiedenen Gesamtdenamplituden und Temperaturen wird in den entsprechenden Unterkapiteln von Abschnitt 4.2 beschrieben und dann in Abschnitt 4.3 neben dem Einfluss auf die Lebensdauer weiter diskutiert. Für die Modellierung relevante Aspekte des beobachteten Verformungsverhaltens werden zuletzt in Abschnitt 4.3.2 mit Literaturquellen zur Mikrostruktur korreliert.

4.1 Versuche ohne Haltezeit

Die aus den LCF-Versuchen für P91 bei 450 °C und 550 °C gewonnenen Wechselverformungskurven sind in Abbildung 4.1 dargestellt. Das für ferritisch-martensitische Stähle typische Entfestigungsverhalten (vgl. Kapitel 2.2.2) ist bei beiden Temperaturen klar zu erkennen: Auf einen anfänglichen, starken Abfall der Maximalspannung folgt ein näherungsweise linearer Bereich der Spannungsabnahme mit der Zyklenzahl. Zum Ende der Lebensdauer fällt die Spannung aufgrund der Ausbreitung eines ma-

kroskopischen Ermüdungsrisses wieder stark ab. Bis zur Ausbreitung des Ermüdungsrisses sind die Hystereseschleifen (Abbildung 4.3) und Spitzen-
spannungen symmetrisch, d.h. $\sigma_{max} = \sigma_{min}$. Die Kurven zeigen die Maximal-
und Minimalspannung eines jeden Zyklus in Abhängigkeit der Zyklenzahl.
Sie sind zur vollständigen Beschreibung des Entfestigungsverhaltens not-
wendig, da durch die kontinuierlich bis zum Bruch abnehmende Festig-
keit kein stationärer (und damit repräsentativer) Zustand, der beispielsweise
die Beschreibung des Materialverhaltens mit einer zyklischen Spannungs-
Dehnungs-Kurve ermöglichen würde, eintritt.

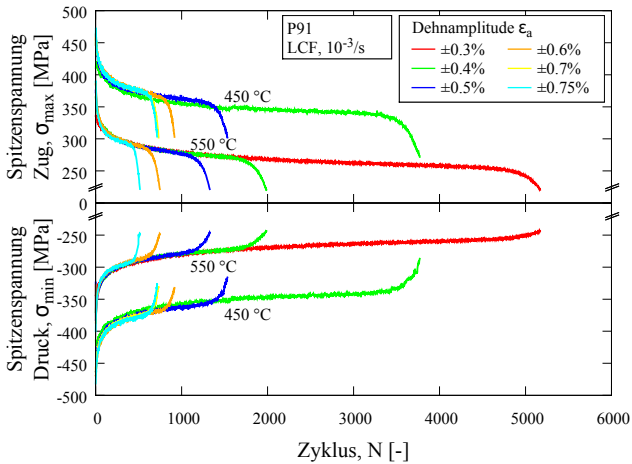


Abbildung 4.1: Wechselverformungskurven von P91 im LCF-Versuch bei 450 °C und 550 °C

Der verwendete Modellierungsansatz beschreibt die Entfestigung des Materials als Verhältnis der im belasteten Material und im Ausgangszustand auftretenden Spannung bei gleicher kinematischer Verfestigung, Fließgrenze und inelastischer Verformungsrate (vgl. Gleichung 2.15). Analog dazu kann der Entfestigungsgrad $\psi_{exp,N}$ im Zyklus N aus den experimentellen

Wechselverformungskurven als Verhältnis der Spannungsschwingbreiten bezogen auf den ersten Zyklus bestimmt werden. Für den hier auftretenden Fall symmetrischer Spitzenspannungen entspricht dieser näherungsweise dem Verhältnis der Maximalspannungen:

$$\psi_{exp,N} = \frac{\Delta\sigma_N}{\Delta\sigma_1} \approx \frac{\sigma_{max,N}}{\sigma_{max,1}} \quad (4.1)$$

Die so für die LCF-Versuche berechneten Entfestigungen sind in Abb. 4.2 gezeigt. Sowohl höhere Temperaturen, als auch Gesamtdehnamplituden führen zu einer stärker ausgeprägten Entfestigung. Die Ergebnisse decken sich mit vorherigen Ergebnissen [82, 96, 131]. Als Ursache für die zunehmende Entfestigung wurde die Aktivierung einer größeren Anzahl von Gleitsystemen, und damit eine höhere Wahrscheinlichkeit zur Paarauflösung von Versetzungen mit Kleinwinkelkorngrenzen bei größeren Dehnamplituden, angegeben [82]. Dies zeigt die Notwendigkeit der Berücksichtigung der maximal aufgebrauchten inelastischen Dehnung (vgl. Gl. 2.20) in der Modellierung der zyklischen Entfestigung.

Abbildung 4.3 zeigt die Hystereseschleifen des 1. und des 400. Zyklus bei 550 °C. Im ersten Zyklus zeigt das Material mit zunehmender Gesamtdehnung eine zunehmende Maximalspannung aufgrund der Verfestigung durch die inelastische Verformung. Nach 400 Zyklen sind die Spitzenspannungen jedoch im betrachteten Gesamtdehnungsbereich für alle Gesamtdehnamplituden näherungsweise identisch. Dies ist auch an den Wechselverformungskurven in Abb. 4.1 zu erkennen, die bei 550 °C nach 200 Zyklen bis zur Ausbreitung des Makrorisses nahezu deckungsgleich verlaufen. Wie die Hystereseschleifen nach 400 Zyklen zeigen ist dies jedoch nicht die Folge von nahezu idealer elastisch-plastischer Verformung ohne Verformungsverfestigung, sondern von unterschiedlich weit fortgeschrittener Entfestigung des Materials. So zeigen zum Beispiel sowohl der Versuch bei $\pm 0.3\%$, als auch der Versuch bei $\pm 0.75\%$ eine Spitzenspannung von etwa 300 MPa

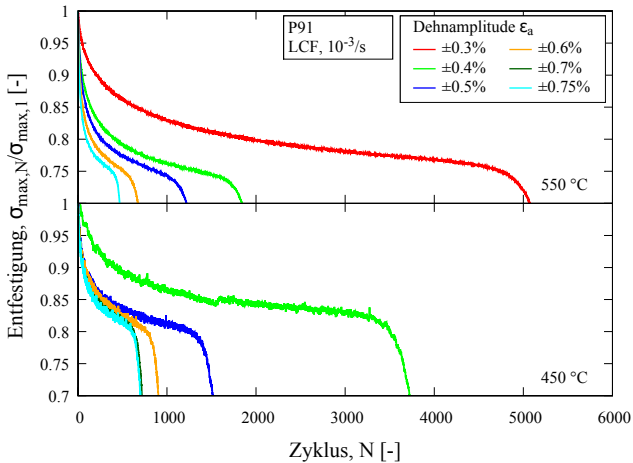


Abbildung 4.2: Normierte Wechselverformungskurven (bezogen auf die Spitzen- spannung im ersten Zyklus) von P91 im LCF-Versuch bei 450 °C und 550 °C

bei eine Fließgrenze im Bereich von 100 MPa und darauf folgender Ver- formungsverfestigung. Diese nach 400 Zyklen verbleibende Verformungs- verfestigung ist für kleine Dehnungsamplituden deutlich ausgeprägter, aber insgesamt geringer als im ersten Zyklus. Zusätzlich zeigt der Versuch bei $\pm 0.75\%$ Dehnungsamplitude bei $\pm 0.3\%$ Dehnung eine geringere Spannung als die Spitzenspannung des Versuches bei $\pm 0.3\%$ Dehnungsamplitude was ebenfalls die weiter fortgeschrittene Entfestigung zeigt. Dies belegt auch die Abhängigkeit des Verformungsverhaltens von der vorausgehenden Be- lastungsgeschichte.

Damit beruht die zyklische Entfestigung ferritisch-martensitischer Stähle nicht nur auf einer Abnahme der Fließgrenze, sondern insbesondere auch auf der deutlich weniger ausgeprägten Verformungsverfestigung im belas- teten Material. Eine detaillierte Analyse der Hystereseschleifen von P91 im

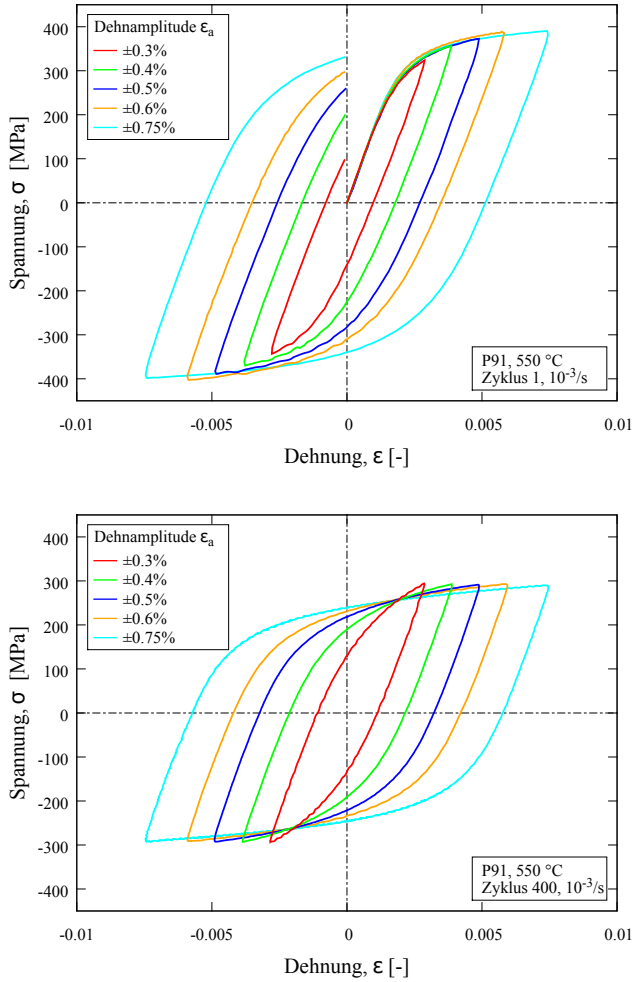


Abbildung 4.3: Vergleich der Hystereseschleifen des 1. und des 400. Zyklus von LCF-Versuchen ohne Haltezeit bei 550 °C für verschiedene Gesamtdehnungsamplituden

LCF-Versuch sowie eine Diskussion der mikrostrukturellen Hintergründe ist in [82] zu finden. Dort wurde ebenfalls die geringere Verformungsverfestigung im zyklisch belasteten Material (im Gegensatz zur Abnahme der Fließgrenze) als Hauptursache der zyklischen Entfestigung beschrieben. Dies ist insbesondere für die Modellierung des Verformungsverhaltens relevant, da das Modell von Chaboche und darauf aufbauende Ansätze (vgl. Abschnitt 2.3.1) die zyklische Entfestigung allein über die Abnahme der Fließgrenze abbilden. Die in dieser Arbeit verwendete Erweiterung von Aktaa und Schmitt berücksichtigt dagegen zusätzlich den Einfluss der Entfestigung auf die Verformungsverfestigung und die viskose Spannung und erlaubt die Beschreibung des experimentell beobachteten Materialverhaltens.

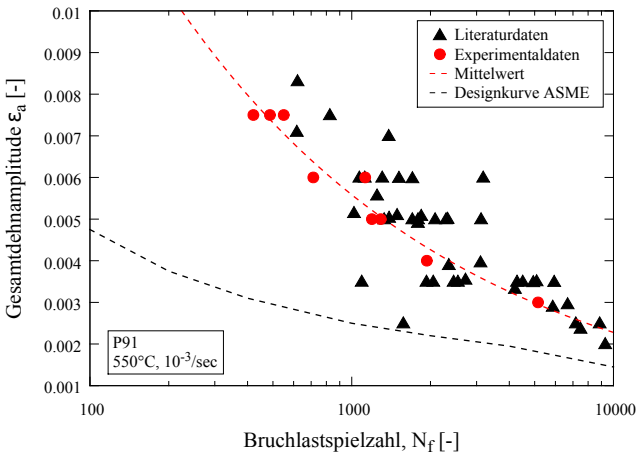


Abbildung 4.4: Vergleich der im LCF-Versuch bestimmten Bruchlastspielzahlen mit Ergebnissen aus der Literatur [14] und der ASME-Designkurve [132]

Abbildung 4.4 zeigt den Vergleich der bei 550 °C bestimmten Bruchlastspielzahlen N_f in Abhängigkeit von der Gesamtdehnamplitude mit Werten

aus der Literatur [14] bei gleicher Dehnrates. Die Werte liegen innerhalb, bei größeren Dehnamplituden jedoch am unteren Ende, der Streuung der Literaturdaten und deutlich oberhalb der als Referenz mit angegebenen Designkurve des ASME Boiler & Pressure Vessel Code [132].

Da die Charakterisierung des Haltezeiteinflusses auf dem Vergleich der Wechselverformungskurven verschiedener Versuche beruht, ist zunächst die Wiederholbarkeit der Wechselverformungskurven von Interesse. Abbildung 4.5 zeigt dazu die Wechselverformungskurven von jeweils zwei Versuchen bei 450 °C und 550 °C bei nominell gleichen Versuchsbedingungen. Neben der zu erwartenden Streuung der Bruchlastspielzahl zeigt sich bei beiden Temperaturen eine sehr gute Übereinstimmung der Spitzenspannungen. Etwaige Unterschiede in den Wechselverformungskurven bei verschiedenen Versuchsparametern sind also zuverlässig auf die unterschiedliche Belastung, und nicht auf die fehlende Wiederholbarkeit der Versuche, zurückzuführen.

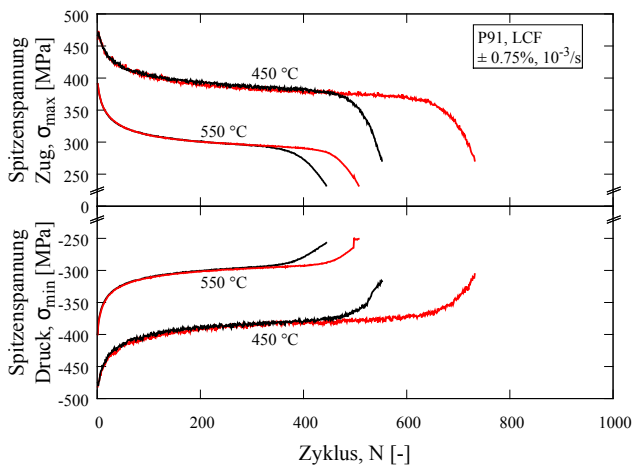


Abbildung 4.5: Abweichung der gemessenen Wechselverformungskurven bei Versuchswiederholung mit gleichen Parametern

4.2 Versuche mit Haltezeit

Zur Untersuchung des Haltezeiteinflusses auf die zyklische Entfestigung und Lebensdauer ferritisch-martensitischer Stähle wurden Kurzzeitermüdungsversuche mit Haltezeiten unter Zug, unter Druck und mit kombinierten Haltezeiten unter Zug und Druck bei 450 °C und 550 °C durchgeführt. Neben der Haltezeitposition und der Versuchstemperatur wurde die Dauer der Haltezeit (zwischen 1 min und 3 h) und die Gesamtdehnamplitude ($\pm 0.3\%$, $\pm 0.5\%$ und $\pm 0.75\%$) variiert. In den folgenden Abschnitten werden die verschiedenen Einflussfaktoren auf das Verformungsverhalten an ausgewählten Versuchsergebnissen dargestellt. Korrespondierende Ergebnisse bei weiteren, unterschiedlichen Versuchsbedingungen sind in Anhang C zu finden.

4.2.1 Einfluss der Haltezeitposition

Abbildung 4.6 zeigt ein Beispiel für den Haltezeiteinfluss auf die zyklische Entfestigung. Im Vergleich zur Wechselverformungskurve des LCF-Versuches ohne Haltezeit bei ansonsten gleichen Bedingungen zeigen die Versuche mit Haltezeit eine weitere Abnahme der Spannungsschwingbreite und damit eine ausgeprägtere Entfestigung. Infolge von einseitigen Haltezeiten (Zug *oder* Druck) tritt ein asymmetrischer Verlauf der Spitzenspannungen ein: Durch die eingefügte Zughaltezeit kommt es zu einer weiteren Abnahme der Spitzenspannung unter Zug, die Druckspitzenspannung bleibt im Vergleich mit dem Versuch ohne Haltezeit nahezu unverändert. Dementsprechend führt eine Druckhaltezeit zu einer weiteren Abnahme der Druckspitzenspannung wogegen die Spitzenspannung unter Zug vergleichbar mit derjenigen aus dem Versuch ohne Haltezeit bleibt. In der Konsequenz stellt sich durch die Zughaltezeit eine (geringe) Druckmittelspannung, und durch die Druckhaltezeit eine Zugmittelspannung ein. Bei gleicher Haltezeitdauer führen Zug- und Druckhaltezeiten zu gleichen Span-

nungsschwingbreiten, jedoch mit unterschiedlichen Mittelspannungen. Der Versuch mit einer Haltezeit unter Zug und unter Druck zeigt eine (symmetrische) Abnahme der Spitzenspannung sowohl unter Zug, als auch unter Druck und damit insgesamt eine geringere Spannungsschwingbreite und stärkere Entfestigung als die Versuche mit separater Zug- oder Druckhaltezeit. Eine mögliche Ursache hierfür ist auch die insgesamt doppelt so lange Haltezeitdauer pro Zyklus.

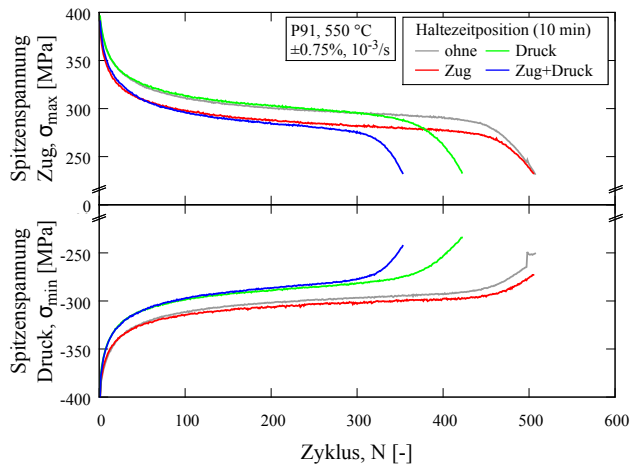


Abbildung 4.6: Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

Die längere Haltezeit pro Zyklus ist jedoch nicht die alleinige Ursache für die niedrigere Spannungsschwingbreite, und damit ausgeprägtere Entfestigung, bei kombinierter Haltezeit. Auch bei gleicher Haltezeitdauer pro Zyklus, d.h. im Vergleich zwischen Zug- oder Druckhaltezeiten von 10 min mit kombinierter Zug- und Druckhaltezeiten von jeweils 5 min zeigt der Versuch mit kombinierter Haltezeit eine geringere Spannungsschwingbreite (siehe Abb. 4.7). Vielmehr ist auch die größere inelastische Verformung

(vgl. Abb. 2.13) pro Zyklus bei kombinierter Haltezeit für die stärkere Entfestigung mitverantwortlich.

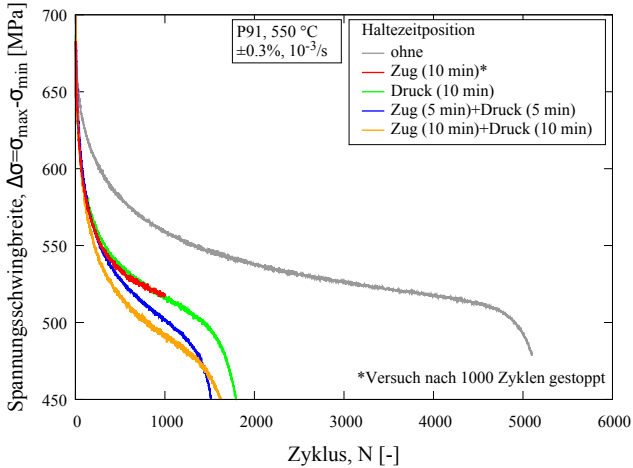


Abbildung 4.7: Auftragung der Spannungsschwingbreite über die Zyklenzahl für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeit und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ mit gleicher Haltezeitlänge (je 10 min bei kombinierter Haltezeit) und gleicher Haltezeitdauer pro Zyklus (je 5 min bei kombinierter Haltezeit)

Ein entsprechender Einfluss der Haltezeitposition wurde für alle betrachteten Versuchsparameter beobachtet (vgl. Abbildungen C.1 bis C.5 in Anhang C). An diesen Ergebnissen zeigt sich auch der unterschiedliche Einfluss der verschiedenen Haltezeitpositionen auf die Bruchlastspielzahl. Im betrachteten Bereich der Versuchsparameter zeigen Versuche mit Zughaltezeit vergleichbare Bruchlastspielzahlen zu reinen Ermüdungsversuchen; Eine auf Kriechschädigung zurückzuführende Verkürzung der Lebensdauer, wie sie für austenitische Stähle auftritt [115], ist nicht zu beobachten. Für einen Teil der Versuche wurde vielmehr eine größere Bruchlastspielzahl mit Zughaltezeit, als ohne Haltezeit, gemessen. Ein Beispiel hierfür zeigt Abbildung C.2. In Übereinstimmung mit der verfügbaren Literatur

(vgl. Abschnitt 2.2.2) zeigen dagegen Versuche mit Druckhaltezeiten insbesondere bei 550 °C eine deutliche Abnahme der Bruchlastspielzahl. Im Allgemeinen erreichten Versuche mit kombinierter Haltezeit unter Zug und unter Druck die kürzesten Bruchlastspielzahlen.

Die zyklische Entfestigung beeinflusst nicht nur die Spitzenspannungen, sondern auch das Relaxationsverhalten des Materials in der Haltezeit. Abbildung 4.8 zeigt dazu exemplarisch die Hystereseschleifen des 2. und des 200. Zyklus, Abbildung 4.9 zeigt neben der Auftragung der Spitzenspannungen über die Zyklenzahl auch die relaxierte Spannung, d.h. die Spannung am Ende der jeweiligen Haltezeit für einstündige Haltezeiten bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude. Im ersten Bereich der Entfestigung nimmt die Spannungsdifferenz zwischen Anfang und Ende der Haltezeit mit zunehmender Entfestigung ab. Im Übergang zum zweiten Bereich der Entfestigung nehmen sowohl die Spitzenspannung, als auch die relaxierte Spannung einen linearen Verlauf mit vergleichbarer Steigung über die Zyklenzahl an. In diesem Bereich bleibt der Spannungsabfall über die Haltezeit bis zur Ausbreitung des Ermüdungsrisses nahezu konstant.

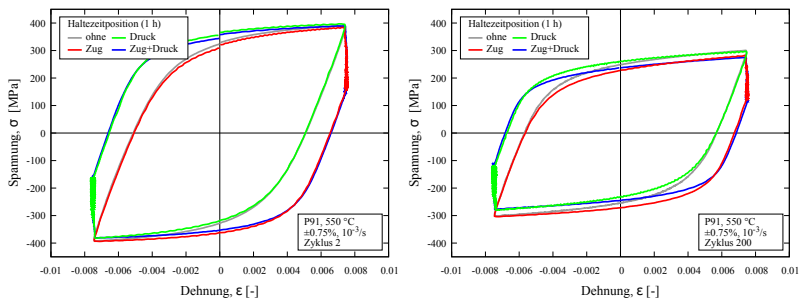


Abbildung 4.8: Vergleich der Hystereseschleifen des 2. und des 200. Zyklus von Versuchen mit 1 h Haltezeit bei 550 °C für verschiedene Haltezeitpositionen

4 Ergebnisse der experimentellen Untersuchungen

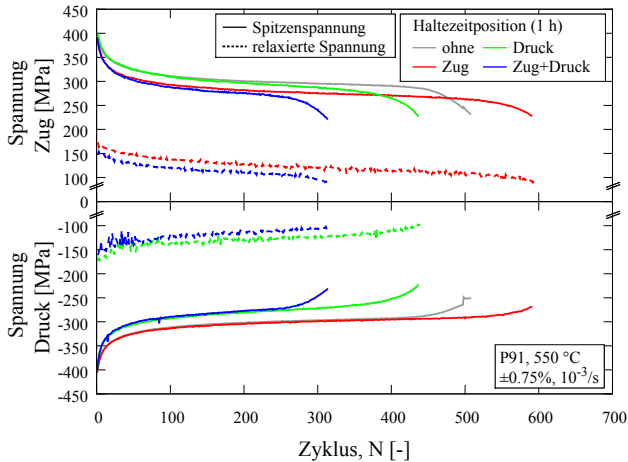


Abbildung 4.9: Auftragung der Spitzen- und relaxierten Spannung über die Zykluszahl für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 1 h Haltezeit und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

Die Spannungsdifferenz über die Haltezeit ist dabei für Haltezeiten unter Zug oder Druck gleich; P91 zeigt bei $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ unter Zug und unter Druck vergleichbares Relaxationsverhalten. Im Gegensatz dazu zeigt der Versuch mit kombinierter Haltezeit unter Zug und Druck vergleichbare Spitzenspannungen zu den Versuchen mit Haltezeit unter Zug oder Druck am jeweiligen Punkt der Haltezeit, aber niedrigere relaxierte Spannungen bei gleicher Haltezeitdauer. Das Material relaxiert damit im Vergleich stärker, was mit der oben beschriebenen stärkeren Entfestigung bei kombinierten Zug- und Druckhaltezeiten einhergeht.

4.2.2 Einfluss der Haltezeitdauer

Neben der Position der Haltezeit im Belastungszyklus hat ihre Dauer maßgeblichen Einfluss auf das Entfestigungsverhalten. Am Beispiel von Zughaltezeiten bei $\pm 0.75\%$ Dehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ ist dies in Abbildung 4.10

gezeigt. Da die Spitzenspannungen unter Druck für alle Haltezeitlängen denen des LCF-Versuchs entsprechen, sind sie hier der Übersichtlichkeit halber nicht mit dargestellt. Weitere, entsprechende Versuchsergebnisse bei 450 °C sind in Anhang C, Abbildung C.6 und C.7, Ergebnisse bei anderen Haltezeitpositionen und Gesamtdehnamplituden in Abbildung C.8 bis C.11 zu finden.

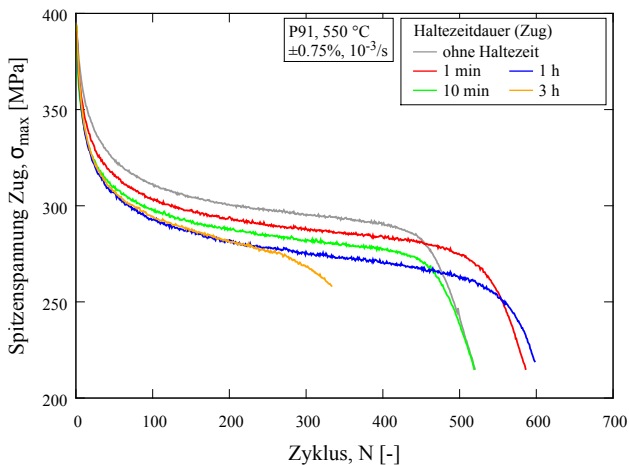


Abbildung 4.10: Auftragung der Zug-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für Zughalteeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und 550 °C

Bei gleicher Gesamtdehnung und Temperatur zeigt der Vergleich der Wechselverformungskurven für P91 mit zunehmender Haltezeitdauer eine weitere Abnahme der Spitzenspannung an der Position der Haltezeit. Für die hier gezeigten Kurven aus Versuchen mit Zughalteeiten bedeutet dies eine weitere Abnahme der Zug-Spitzenspannung σ_{max} mit zunehmender Haltezeitdauer bei gegenüber dem LCF-Versuch ohne Haltezeit gleichbleibender Druck-Spitzenspannung σ_{min} . Längere Halteeiten führen also zu

geringeren Spannungsschwingbreiten und damit zu einer stärkeren Entfestigung. Die Steigung der Kurve im linearen Bereich ist für alle Haltezeitlängen näherungsweise gleich, die Haltezeitlänge beeinflusst primär die anfängliche Entfestigung im ersten Bereich. Die zusätzliche Entfestigung erfolgt dabei nichtlinear mit der Haltezeitdauer, nach 250 Zyklen beträgt beispielsweise die Differenz der Spannungsschwingbreiten zwischen dem LCF-Versuch ohne Haltezeit und dem Versuch mit 1 min Zughaltezeit 6.3 MPa, diejenige mit dem Versuch mit 1 h Zughaltezeit 17.6 MPa. Die 60-mal längere Haltezeit führt also lediglich zu einer 2.8-fachen Differenz in den Spannungsschwingbreiten. Die weitere Verlängerung der Haltezeit von 1 h auf 3 h führt zu keiner weiteren Abnahme der Spitzenspannung, dieser Sättigungseffekt ist ebenfalls in Abbildung C.8 und C.10 zu erkennen. Aufgrund der langen Versuchsdauer (Die in Abbildung 4.10 gezeigten Ergebnisse beruhen auf etwa 1700 h Versuchsdauer, bei $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnampplitude wäre etwa die zehnfache Zyklenzahl zu erwarten) war die Bestimmung der Haltezeitdauer, ab der für längere Haltezeiten keine weitere Entfestigung mehr auftritt, nicht für alle Versuchsbedingungen möglich.

Eine mögliche Ursache für die stärkere Entfestigung bei längeren Haltezeiten ist die durch die Haltezeit hervorgerufene inelastische Verformung. Es bietet sich daher an, statt der Zyklenzahl N die akkumulierte inelastische Dehnung p zu betrachten:

$$p(N) = \sum_{i=1}^N 2(\epsilon_{in,max}(i) - \epsilon_{in,min}(i)) \quad (4.2)$$

$\epsilon_{in,max}(i)$ und $\epsilon_{in,min}(i)$ bezeichnen die maximale und minimale inelastische Dehnung in Zyklus i . Abbildung 4.11 zeigt die entsprechende Auftragung der Entfestigung (vgl. Gl. 4.1) über die akkumulierte inelastische Dehnung.

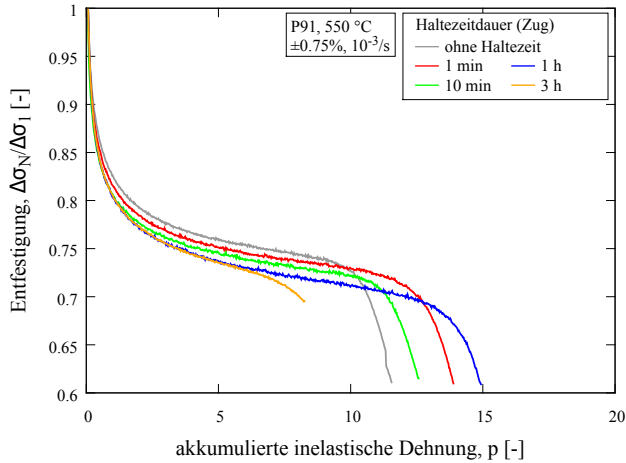


Abbildung 4.11: Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für Zughaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnampplitude und 550 °C

Auch bei Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung ist bei gleicher vorausgehender inelastischer Verformung ebenfalls eine stärkere Entfestigung mit zunehmender Haltezeitdauer zu beobachten. Insgesamt werden mit Haltezeit geringere Entfestigungswerte, und damit eine stärkere Entfestigung, als im Kurzzeitermüdungsversuch ohne Haltezeit erreicht (vgl. Abb. 4.2). Die größere inelastische Dehnung pro Zyklus aufgrund der Haltezeit ist somit bei 550 °C nicht die alleinige Ursache für die stärkere Entfestigung. Weitere, mikrostrukturelle Aspekte des Haltezeitinflusses auf die Entfestigung werden in Abschnitt 4.3.2 diskutiert.

4.2.3 Einfluss der Gesamtdehnampplitude

Abbildung 4.12 zeigt die Auswirkung einer einminütigen Zughaltezeit auf das Entfestigungsverhalten bei verschiedenen Gesamtdehnampplituden. Der Haltezeiteinfluss auf die Entfestigung ist bei kleineren Gesamtdehnamppli-

tuden deutlich ausgeprägter. Insbesondere die Reduzierung der Dehnamplitude von $\pm 0.5\%$ auf $\pm 0.3\%$ führt zu einer deutlich größeren Differenz in den Spitzenspannungskurven. Im Gegensatz zu den LCF-Versuchen ohne Haltezeit, die nach 400 Zyklen vergleichbare Spitzenspannungen für alle untersuchten Dehnamplituden zeigen (vgl. Abschnitt 4.1), wurden infolge der einminütigen Zughaltezeit für alle Dehnamplituden unterschiedliche Spitzenspannungen gemessen.

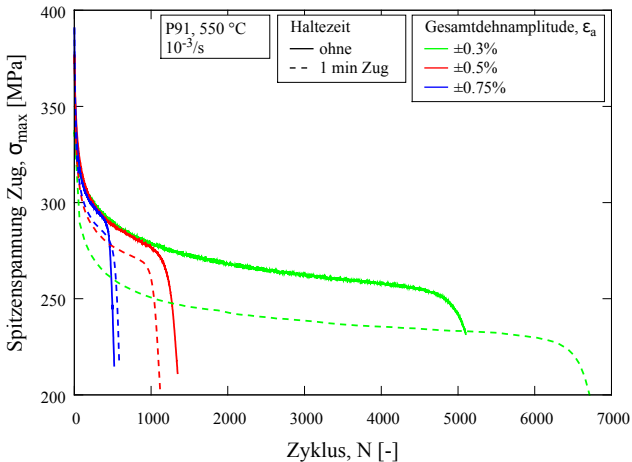


Abbildung 4.12: Auftragung der Zug-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für 1 min Zughaltezeit bei verschiedenen Gesamtdehnamplituden und 550 °C

Eine Ursache für die stärkere Auswirkung der Haltezeit bei kleineren Dehnamplituden ist die jeweilige Zunahme der inelastischen Dehnung infolge der Haltezeit. So führt die einminütige Haltezeit bei 550 °C für alle Dehnamplituden zu einer Zunahme der inelastischen Dehnschwingbreite im Bereich von 0.05%. Dies entspricht bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude lediglich einer Zunahme um 4%, bei $\pm 0.3\%$ jedoch einer Zunahme um 25% [133]. Das Verhältnis von elastischer zu inelastischer Dehnung wird

somit bei kleineren Dehnamplituden durch die Haltezeit deutlich stärker beeinflusst, als dies bei größeren Dehnamplituden der Fall ist. Die Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte Dehnung in Abbildung 4.13 zeigt jedoch, dass (entsprechend den Ergebnissen zum Einfluss der Haltezeitdauer) die zusätzliche inelastische Verformung bei 550 °C nicht allein für die stärkere zusätzliche Entfestigung bei kleinen Dehnamplituden ursächlich ist. Zusätzlich werden für kleinere Dehnamplituden deutlich höhere akkumulierte inelastische Dehnungen bis zum Bruch erreicht.

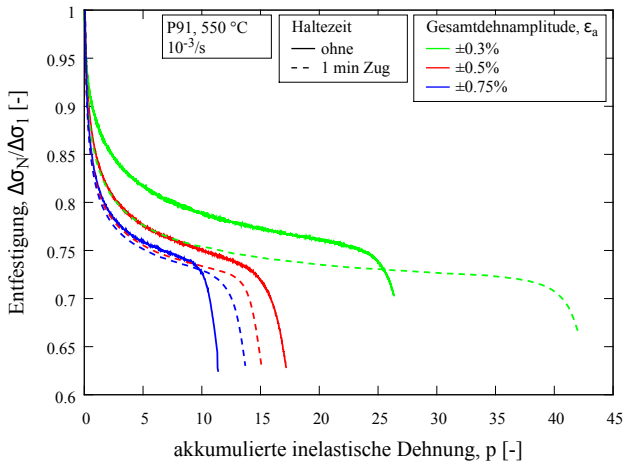


Abbildung 4.13: Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für 1 min Zughaltezeit bei verschiedenen Gesamtdehnampplituden und 550 °C

Bei Betrachtung der Entfestigung zeigt sich mit einminütigen Zughaltezeit (entsprechend den Kurzzeitermüdungsversuchen, vgl. Abb. 4.2) die stärkste Entfestigung bei $\pm 0,75\%$ Gesamtdehnampplitude, die zusätzliche Entfestigung (d.h. die Differenz der Entfestigungskurven von LCF- und Haltezeitversuch) infolge der Haltezeit ist jedoch für $\pm 0,3\%$ Dehnamplitude am größten. Interessanterweise ändert sich dies mit zunehmender Haltezeit-

dauer (siehe Abb. 4.14): Bei 10 min Haltezeitdauer fallen die Entfestigungskurven für $\pm 0.3\%$ und $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude nahezu aufeinander, bei 1 h Haltezeitdauer entfestigt das Material (bezogen auf die akkumulierte inelastische Dehnung) bei $\pm 0.3\%$ Dehnamplitude schneller und stärker, als bei $\pm 0.75\%$. Obwohl der Versuch bei $\pm 0.3\%$ Dehnamplitude nach 300 Zyklen gestoppt werden musste, ist davon auszugehen, dass bei Extrapolation der Entfestigungskurve kleinere Entfestigungswerte (und damit eine stärkere Entfestigung) erreicht würden, als für $\pm 0.75\%$ gemessen wurden. Zusammenfassend dreht sich damit der Einfluss der Gesamtdehnungsamplitude auf das Entfestigungsverhalten bei langen Haltezeiten um: Im LCF-Versuch ohne Haltezeit (vgl. Abb. C.12) erfolgt die Entfestigung mit zunehmender Dehnamplitude stärker und schneller, im Kriechermüdungsversuch mit langen Haltezeiten entfestigt das Material am stärksten und schnellsten bei der kleinsten untersuchten Gesamtdehnungsamplitude.

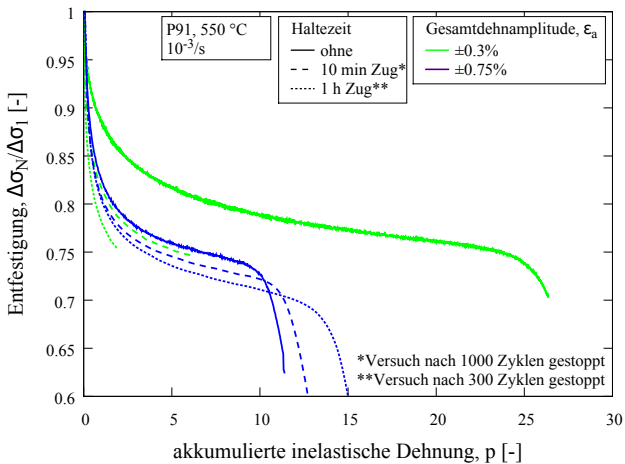


Abbildung 4.14: Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für 10 min und 1 h Zughaltezeit bei Gesamtdehnamplituden von $\pm 0.3\%$ und $\pm 0.75\%$ bei 550 °C

Der Haltezeiteinfluss ist bei geringeren Gesamtdehnamplituden nicht nur auf das Entfestigungsverhalten, sondern auch auf die Bruchlastspielzahl stärker ausgeprägt: Der schädliche Einfluss von Druckhaltezeiten auf die Lebensdauer nimmt mit abnehmender Dehnamplitude zu. Dies ist exemplarisch für Haltezeiten von 10 min Länge in Abbildung 4.15 gezeigt und in Tabelle 4.1 für Versuche bei 550 °C zusammengefasst. Die Abnahme der Lebensdauer infolge der Druckhaltezeit bei $\pm 0.75\%$ Dehnamplitude fällt in den Bereich der im LCF-Versuch beobachteten Streuung der Messwerte. Bei der geringeren Dehnamplitude von $\pm 0.3\%$ führt eine zehnmünütige Druckhaltezeit dagegen zu einer signifikanten Abnahme der Bruchlastspielzahl um zwei Drittel.

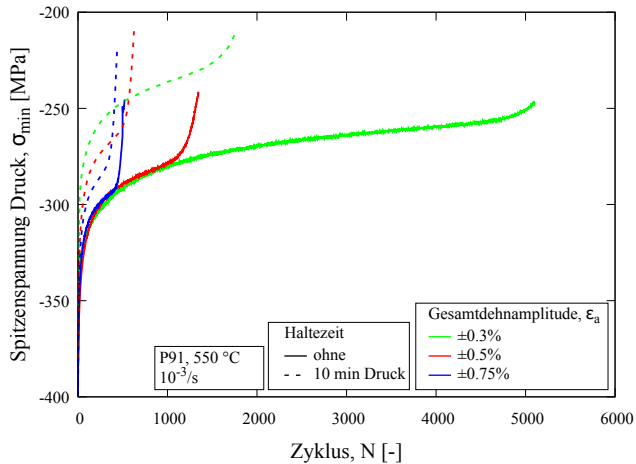


Abbildung 4.15: Auftragung der Druck-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für 10 min Druckhaltezeit bei verschiedenen Gesamtdehnamplituden und 550 °C

Tabelle 4.1: Abnahme der Bruchlastspielzahl infolge von Druckhaltezeiten bei 550 °C

ϵ_a	ohne HZ	1 min Druck	10 min Druck	1 h Druck
$\pm 0.3\%$	5151	2233 / -57%	1831 / -64%	-
$\pm 0.5\%$	1290	821 / -36%	599 / -53%	602 / -53%
$\pm 0.75\%$	488	521 / +7%	406 / -17%	426 / -13%

4.2.4 Einfluss der Temperatur

Sowohl bei 450 °C, als auch bei 550 °C führen Haltezeiten bei Betrachtung über die Zyklenzahl zu einer schnelleren Abnahme der Spitzenspannungen, und damit zu einer schnelleren Entfestigung des Materials. Der Vergleich der Diagramme C.1 bis C.11 miteinander zeigt dabei bei gleicher Gesamtdenamplitude, Haltezeitdauer und -position bei 550 °C einen stärkeren Haltezeiteinfluss auf die Entfestigung, als bei 450 °C. Bei Betrachtung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung unterscheidet sich das Materialverhalten bei 450 °C und 550°C jedoch deutlich.

Die Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung zeigte in den vorherigen Abschnitten dass der Haltezeiteinfluss bei 550 °C nicht allein auf die zusätzliche inelastische Dehnung durch die Haltezeit zurückzuführen ist. Im Gegensatz dazu fallen die Entfestigungskurven bei 450 °C mit und ohne Haltezeit, wie in Abbildung 4.16 gezeigt, aufeinander. Insbesondere existiert bei 450 °C, wie im oberen Diagramm dargestellt und im deutlichen Unterschied zum Materiaverhalten bei 550 °C, kein nicht über die zusätzliche inelastische Verformung erklärbarer schädlicher Ein-

fluss der Druckhaltezeit auf die Bruchlastspielzahl.

Zusätzlich wurde bei 450 °C und einer Dehnrate von 10^{-3} s^{-1} dynamische Reckalterung beobachtet. Dies führt zu im Vergleich zu den Versuchen bei 550 °C größeren Abweichungen der gemessenen Spitzenspannungen zwischen zwei aufeinanderfolgenden Zyklen. Das Auftreten der dynamischen Reckalterung im Bereich zwischen 350 °C und 450 °C wurde für P91 in [105] und [134] detailliert beschrieben.

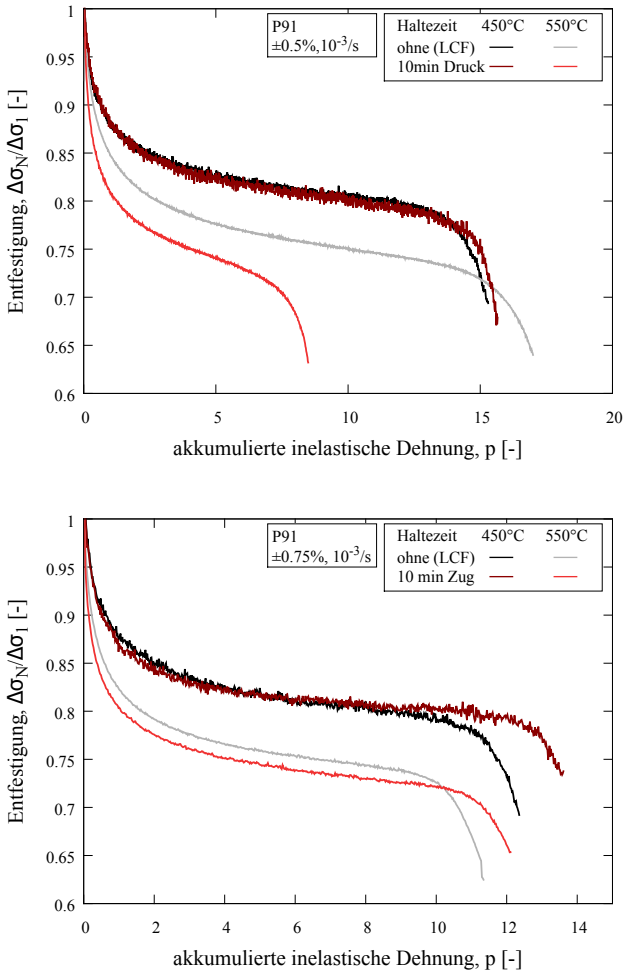


Abbildung 4.16: Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für 10 min Druckhaltezeit bei $\pm 0.5\%$ Dehnamplitude (oben) und 10 min Zughaltezeit bei $\pm 0.75\%$ Dehnamplitude (unten) bei 450 °C und 550 °C

4.3 Diskussion

4.3.1 Verformungsverhalten

Infolge der Haltezeit kommt es zu asymmetrischen Spitzenspannungen ($\sigma_{max} \neq \sigma_{min}$): Zughaltezeiten führen im Vergleich zu reinen Kurzzeitermüdungsversuchen zu einer Abnahme der Zugspannungen, Druckhaltezeiten führen zu einer Abnahme der Druckspannungen (vgl. Abschnitt 4.2.1). Das Material entfestigt unter kombinierter Kriechermüdungsbelastung stärker, als dies bei Ermüdungsbelastung der Fall ist. In den Modellierungsansätzen (vgl. Abschnitt 2.3.1) wird die Entfestigung jedoch als isotrop betrachtet, d.h. sie wirkt sich auf Zug- und Druckbelastungen gleichartig aus. Es ist daher zu klären, ob es sich bei der zusätzlichen Entfestigung durch die Haltezeit aufgrund der Asymmetrie der auftretenden Spannungen um von der Belastungsrichtung abhängige Entfestigungsprozesse [135] handelt oder ob bzw. wie das beobachtete Materialverhalten mit einem isotropen Entfestigungsmodell beschrieben werden kann.

Um diese Frage zu klären und den Einfluss der Haltezeit auf das Entfestigungsverhalten weiter zu untersuchen, wurden zusätzliche Ermüdungsversuche, denen Haltezeit nur abschnittsweise der Belastung hinzugefügt wurde, durchgeführt. Da die zusätzliche Entfestigung aufgrund der Haltezeit bei 550 °C und $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude am stärksten ausgeprägt ist, wurden die Versuche bei diesen Bedingungen durchgeführt. Aufgrund der hohen Zyklenzahl und der resultierenden Versuchsdauer wurde eine Haltezeitlänge von 1 min gewählt. Im ersten Abschnitt wurde das Material für 1000 Zyklen mit Druckhaltezeit belastet, im zweiten Abschnitt wurde der Versuch dann weitere 1000 Zyklen mit einer reinen Ermüdungsbelastung ohne Haltezeit fortgeführt. Im dritten Abschnitt folgten 1000 Zyklen mit Zughaltezeit und im vierten Abschnitt wurde erneut eine Ermüdungsbelastung ohne Haltezeit bis zum Versagen der Probe aufgebracht. Zum Vergleich

wurde der Versuch anschließend mit umgekehrter Reihenfolge der Haltezeiten (Zughaltezeit im ersten Abschnitt, Druckhaltezeit im dritten Abschnitt) wiederholt. Die Wechselverformungskurven dieser Versuche sind zusammen mit den entsprechenden Referenzkurven aus Versuchen mit gleicher Haltezeit in jedem Zyklus in Abbildung 4.17 gezeigt.

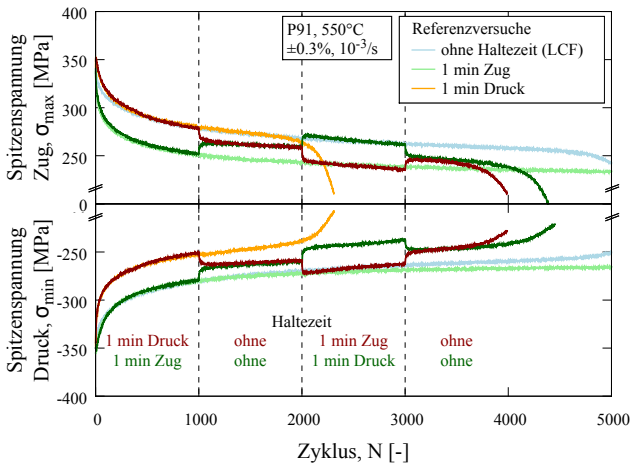


Abbildung 4.17: Wechselverformungskurven aus Versuchen mit abschnittsweise variierender Haltezeit bei 550 °C und $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude

Beide Versuche zeigen im ersten Abschnitt zu den entsprechenden Referenzversuchen identische, asymmetrische Spitzenspannungen. Dies ist zu erwarten, da die Belastung sich bis zum Ende des ersten Abschnittes nicht von den Referenzversuchen unterscheidet und zeigt die Wiederholbarkeit der Wechselverformungskurven auch bei kleineren Dehnamplituden und Haltezeiten. Im folgenden Abschnitt mit reiner Ermüdungsbelastung folgt darauf eine etwa 10 Zyklen dauernde Übergangsphase gefolgt von symmetrischen Spitzenspannungen. Beide Versuche zeigen unabhängig von

der Haltezeitposition im ersten Abschnitt gleiche Spitzenspannungen und Hystereseschleifen in diesem Bereich. Die Spitzenspannungen sind niedriger als im Referenz-Ermüdungsversuch, der von Beginn an ohne Haltezeit durchgeführt wurde; Die Spannungsschwingbreite entspricht derjenigen aus den letzten Zyklen des ersten Abschnittes mit Haltezeit. Die im zweiten Abschnitt im Vergleich zum Referenz-Ermüdungsversuch niedrigere Spannungsschwingbreite zeigt eine zusätzliche, durch die Haltezeit im ersten Abschnitt hervorgerufene Entfestigung, die auch bei Fortsetzung des Versuches ohne Haltezeit erhalten bleibt. Die symmetrischen und identischen Spitzenspannungen beider Versuche im zweiten Abschnitt zeigen, dass die Position der Haltezeit (Zug oder Druck) im ersten Abschnitt keinen Einfluss auf das Ausmaß dieser zusätzlichen Entfestigung hat. Ferner zeigen die symmetrischen Spitzenspannungen und Hystereseschleifen im zweiten Abschnitt, dass die durch die Haltezeit hervorgerufene Entfestigung keine Abhängigkeit vom Vorzeichen der Belastung aufweist und eine Beschreibung im Modell als isotrop trotz der asymmetrischen Spitzenspannungen bei Belastung mit Haltezeit gerechtfertigt ist.

Bei weiterer Belastung des Materials mit Haltezeit am (im Vergleich zum ersten Abschnitt) gegenüberliegenden Maximum des Belastungspfades im dritten Abschnitt treten erneut in beiden Versuchen entsprechende asymmetrische Spitzenspannungen auf; die Spannungsschwingbreite entspricht den letzten Zyklen des zweiten Abschnittes. Die Asymmetrie der Spitzenspannungen ist damit ein direktes Resultat der Haltezeitbelastung selbst, und nicht der durch die Haltezeit hervorgerufenen Entfestigung. Diese Auswirkung der Haltezeit wurde ebenfalls für Nickelbasislegierungen, die zyklisch stabiles Verhalten zeigen [117], und ODS-Stähle [136] beschrieben. Ursache für die Asymmetrie der auftretenden Spannungen ist die Asymmetrie der Belastung selbst; Beispielsweise erfolgt beim Lastwechsel vom Ende der Zughaltezeit zur maximalen Dehnung unter Druck eine stärkere inelastische Verformung des Materials, als dies beim Last-

wechsel von Zug nach Druck ohne Haltezeit im LCF-Versuch (bei gleichem Entfestigungszustand des Materials) der Fall wäre. Gleichzeitig erfolgt aufgrund der höheren Druckspannung ein größerer Teil des nächsten Lastwechsels als elastische Entlastung im Druckbereich, die inelastische Verformung bei der Belastungsumkehr von Druck nach Zug, und damit auch die Zug-Spitzenspannung, ist geringer als im LCF-Versuch bei gleichem Entfestigungsgrad. Dies führt insgesamt zu einer Verschiebung der Hystereseschleife in Richtung der Spannungsachse - bei Zughaltezeiten in Druckrichtung (höhere Druckspannungen und niedrigere Zugspannungen als bei reiner Ermüdungsbelastung bei gleichem Entfestigungszustand), und bei Druckhaltezeiten in Zugrichtung (höhere Zugspannungen und niedrigere Druckspannungen).

Die Beobachtung, dass Zughaltezeiten im Vergleich zum Ermüdungsversuch ohne Haltezeit nur zu einer Abnahme der Zugspannungen, und Druckhaltezeiten nur zu einer Abnahme der Druckspannungen führen, beruht also auf der Überlagerung von zwei unterschiedlichen Effekten: Zum einen führt die Haltezeit zu einer zusätzlichen Entfestigung, was sich in der weiteren Abnahme der Spannungsschwingbreite bemerkbar macht. Zum anderen führt die Haltezeit zu unterschiedlichen inelastischen Verformungen bei den Lastwechseln von Zug nach Druck und umgekehrt, was (unabhängig von der Entfestigung) zu geringeren Spitzenspannungen an der Haltezeitposition im Belastungspfad, und höheren Spitzenspannungen am der Haltezeit gegenüberliegenden Maximum des Belastungspfades, führt. Diese beiden Effekte überlagern sich für P91 bei 450 °C und 550 °C derart, dass die infolge der Haltezeit erhöhte Spitzenspannung am gegenüberliegenden Belastungsmaximum durch die zusätzliche Entfestigung auf das Niveau der Spitzenspannungen im reinen Ermüdungsversuch fällt.

Im letzten Abschnitt des Versuches wurden die Proben schließlich mit einer reinen Ermüdungsbelastung ohne Haltezeit bis zum Bruch belas-

tet. Entsprechend dem zweiten Abschnitt nehmen die Spitzenspannungen in diesem Abschnitt erneut bis zur Ausbreitung eines makroskopischen Ermüdungsrisse einen symmetrischen Verlauf an. Die Differenz der Spannungsschwingbreite zum Referenzversuch ohne Haltezeit von Beginn an ist größer, als im zweiten Abschnitt. Dies deutet erneut auf eine zusätzliche Entfestigung aufgrund der Haltezeitbelastung im dritten Abschnitt hin. Beide Versuche erreichen unabhängig von der Reihenfolge der Zug- und Druckhaltezeiten vergleichbare Bruchlastspielzahlen. Dieser Aspekt wird in Abschnitt 4.3.3 erneut aufgegriffen.

4.3.2 Mikrostrukturelle Interpretation

Die zyklische Entfestigung ferritisch-martensitischer Stähle beruht auf der Degradation der Mikrostruktur; Unter Belastung entwickelt sich die martensitische, aus den Subkörnern gebildete Lattenstruktur zu einer näherungsweise gleichachsigen Zellstruktur (vgl. Abschnitt 2.2.1). Als Hauptursache für die Abnahme der Festigkeit wird dabei die Abnahme der Versetzungsdichte und die Zunahme der mittleren Zellgröße genannt [36, 46, 97]. Die Ostwaldreifung der $M_{23}C_6$ -Karbide wirkt sich primär insofern auf die Festigkeit aus, dass ihre stabilisierende Wirkung auf die vormalige Subkornstruktur mit zunehmender Vergrößerung der Karbide abnimmt und die Zellen in Folge weiter wachsen. In Haltezeitversuchen, d.h. unter kombinierter Kriechermüdungsbelastung ist diese Degradation der Mikrostruktur in Übereinstimmung mit der stärkeren Entfestigung noch einmal ausgeprägter, dies betrifft insbesondere die mittlere Zellgröße [80, 94, 109]. Von weiterem Interesse sind jedoch die mikrostrukturellen Ursachen zweier experimentell beobachteter Effekte:

- Der für die Haltezeitdauer beobachtete Sättigungseffekt, d.h. warum kommt es ab einer bestimmten Haltezeitdauer zu keiner weiteren Zunahme der Entfestigung?

- Der stärkere Haltezeiteinfluss auf das Entfestigungsverhalten bei geringer Gesamtdehnamplitude, d.h. warum entfestigt P91 infolge langer Haltezeiten bei geringen Dehnamplituden stärker, als bei großen Gesamtdehnamplituden?

Die mikromechanische Modellierung des Materialverhaltens unter zyklischer Belastung [97] zeigte in Übereinstimmung mit Mikrostrukturuntersuchungen an Proben aus vorzeitig gestoppten Ermüdungsversuchen [98] die Korrelation zwischen der anfänglichen starken Entfestigung im ersten Bereich und der kontinuierlichen, mit der Zyklenzahl linearen Entfestigung im zweiten Bereich mit der Entwicklung der mittleren Zellgröße (vgl. Abbildung 4.18). Der Übergang von ersten zum zweiten Bereich der Entfestigung fällt mit einer deutlichen Abnahme der Wachstumsgeschwindigkeit der Zellen überein.

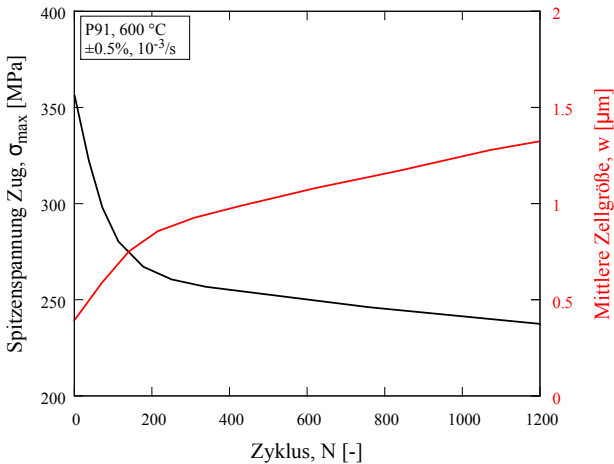


Abbildung 4.18: Zyklische Entwicklung der Spitzenspannung und der Zellgröße bei 600 °C, nach [97]

Die sich im langfristigen Gleichgewichtszustand einstellende mittlere Zellgröße w_{∞} hängt dabei von der auftretenden Spannung ab [80, 137, 138]

und ist umgekehrt proportional zur mit dem Schubmodul G normalisierten Spannung σ [101, 139, 140, 141]:

$$w_\infty = k_w b \frac{G}{\sigma} \quad (4.3)$$

b bezeichnet die Länge des Burgersvektors und k_w eine materialabhängige Proportionalitätskonstante, die für ferritisch-martensitische Stähle im unbelasteten Zustand mit 10 angegeben wird [142]. Die Rate, mit der sich die mittlere Zellgröße w an den Gleichgewichtszustand annähert, beträgt unter zyklischer Belastung [101, 143]

$$\frac{d \log w}{dp} = - \frac{\log w - \log w_\infty}{\varepsilon_w} \quad (4.4)$$

p bezeichnet die in Gl. 4.2 eingeführte akkumulierte inelastische Dehnung, ε_w ist eine Konstante, die die Wachstumsgeschwindigkeit der Zellen beschreibt und experimentell für ferritisch-martensitische Stähle mit 0.12 bestimmt wurde [142, 144]. Dementsprechend wird die Wachstumsgeschwindigkeit der Zellen durch die inelastische Dehnung kontrolliert.

Auf dieser Basis ist das zweistufige Entfestigungsverhalten ferritisch-martensitischer Stähle zu verstehen. Die mittlere Subkorngröße im unbelasteten Material liegt deutlich unterhalb der mittleren Zellgröße im Gleichgewichtszustand [143]. Unter inelastischer Verformung nähert sich die mittlere Zellgröße zunächst entsprechend Gl. 4.4 asymptotisch dem jeweiligen Gleichgewichtszustand w_∞ der aufgetragenen Belastung. Dies führt zur starken Entfestigung des Materials im ersten Bereich. Durch die inelastische Verformung kommt es jedoch zusätzlich zur Vergrößerung der $M_{23}C_6$ -Karbide nach dem Prinzip der Ostwaldreifung (vgl. Abschnitt 2.2.1), die dadurch ihre stabilisierende Wirkung auf die Versetzungsstruktur verlieren. Somit stabilisiert sich die mittlere Zellgröße w nach der initialen Vergrößerung im zweiten Bereich der Entfestigung nicht, sondern wächst kon-

tinuierlich bis zum Versagen der Probe. Dies führt dazu, dass der Proportionalitätsfaktor k_w in Gl. 4.3 nicht konstant ist, sondern mit zunehmender Vergrößerung der Karbide zunimmt.

Da die inelastische Verformung im Ermüdungsversuch überwiegend bei Spannungen im Bereich der Spitzenspannung stattfindet (vgl. Abb. 4.3), kann diese für die sich einstellende mittlere Zellgröße als dominierend angenommen werden [80]. Die in der Haltezeit auftretenden Spannungen erlauben jedoch eine geringere mittlere Zellgröße im Gleichgewichtszustand als die Spitzenspannungen der zyklischen Verformung. Im langfristigen Mittel stellt sich eine mittlere Zellgröße ein, die geringer als im Ermüdungsversuch ohne Haltezeit, aber größer als die theoretische mittlere Zellgröße im Gleichgewichtszustand bei den in der Relaxationsphase vorherrschenden Spannungen ist [143]. Abbildung 4.19 zeigt den zeitlichen Verlauf der Spannung in der ersten Haltezeit bei 550 °C, $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und 3 h Zughaltezeit. Zusätzlich sind die resultierenden inelastischen Dehnraten angegeben. Diese ergeben sich direkt aus dem zeitlichen Verlauf der Spannung bei konstanter Gesamtdehnung in der Haltezeit:

$$\frac{d\sigma}{dt} = E \frac{d\varepsilon_{el}}{dt} = E \left(\frac{d\varepsilon_{ges}}{dt} - \frac{d\varepsilon_{in}}{dt} \right) = -E \frac{d\varepsilon_{in}}{dt}$$

oder

$$\dot{\varepsilon}_{in} = -\frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} \quad (4.5)$$

Anhand des Verlaufes der Relaxationskurve ist der Einfluss der Haltezeitdauer auf die Entfestigung (vgl. Abb. 4.10) ersichtlich: Die anfänglich hohe inelastische Dehnrates führt zu Beginn der Haltezeit zu einer schnellen Zunahme der mittleren Zellgröße. Mit zunehmender Haltezeitdauer nimmt die inelastische Dehnrates, und damit die Wachstumsrate der Zellen, um mehrere Größenordnungen ab. Dies ist in Übereinstimmung mit den Versuchs-

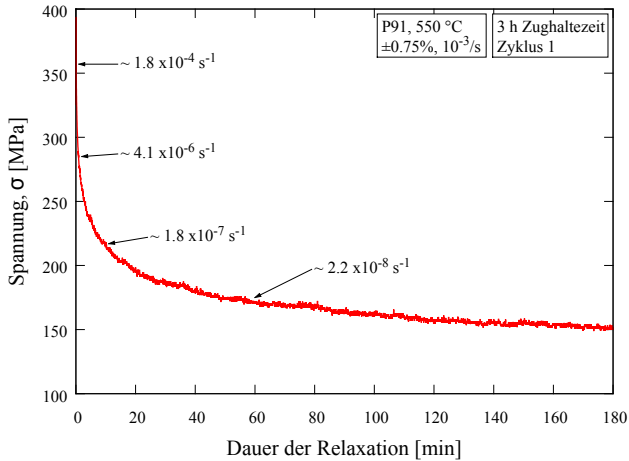


Abbildung 4.19: Darstellung der Relaxation im ersten Zyklus bei 550 °C, $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und 3 h Zughaltezeit zusammen mit den resultierenden inelastischen Dehnraten

ergebnissen, die bei Verlängerung der Haltezeitdauer eine jeweils geringere zusätzliche Entfestigung zeigten. Insbesondere ist hiermit auch die beobachtete Sättigung, also das Ausbleiben einer weiteren Zunahme der Entfestigung bei Verlängerung der Haltezeit von 1 h zu 3 h unter den in Abbildung 4.19 gezeigten Bedingungen, zu erklären: Nach einstündiger Relaxation ist die inelastische Dehnrateso weit abgefallen, dass bei weiter Verlängerung der Haltezeit auf 3 h lediglich ein weiterer Spannungsabfall im Bereich von 10 MPa bei entsprechend geringer Zunahme der inelastischen Dehnung zu beobachten ist. Oberhalb der Sättigungsdauer kommt es damit aufgrund der geringen inelastischen Dehnrates zu keiner weiteren Zunahme der mittleren Zellgröße, und damit zu keiner weiteren Zunahme der Entfestigung. Der Punkt, an dem eine weitere Verlängerung der Haltezeit keine weitere Zunahme der Entfestigung auslöst, wird damit maßgeblich durch die Ge-

schwindigkeit, mit der die Relaxationskurve abflacht, beeinflusst.

Die Kurzzeitermüdungsversuche ohne Haltezeit zeigten mit zunehmender Gesamtdenamplitude zunehmende Entfestigung, dies steht zunächst scheinbar im Widerspruch zum in Gl. 4.3 beschriebenen Zusammenhang zwischen der Belastung und der sich langfristig einstellenden mittleren Zellgröße. Entsprechend Gl. 4.3 müssten geringere Belastungen zu einer größeren mittleren Zellgröße führen, dies würde eine stärkere Entfestigung bei geringen Dehnamplituden bedeuten. Die Ursache hierfür liegt darin, dass bei geringen Dehnamplituden keine homogene Vergrößerung der Mikrostruktur stattfindet [36], vielmehr findet die Verformung lokalisiert in denjenigen Paketen statt, die die günstigste Orientierung der Gleitsysteme zur aufgebrachten Belastung zeigen. Im Unterschied dazu werden mit zunehmender Belastung zusätzliche Gleitsysteme aktiviert [82]; Die inelastische Verformung findet damit nicht mehr nur in den am günstigsten orientierten Paketen statt und es kommt insgesamt zu einer homogeneren Vergrößerung der Mikrostruktur. Die Messung der mittleren Zellgröße in Abhängigkeit von der Gesamtdenamplitude im Ermüdungsversuch ohne Haltezeit [80] zeigte für diejenigen Bereiche der Mikrostruktur, in denen Verformung bzw. Vergrößerung stattgefunden hat, in Übereinstimmung mit Gl. 4.3 eine Zunahme der mittleren Zellgröße mit abnehmender Belastung. Aufgrund der Lokalisierung der Verformung auf diejenigen Bereiche mit der günstigsten Orientierung der Gleitsysteme kommt es bei geringen Dehnamplituden jedoch in weiten Teilen der Mikrostruktur zu keiner nennenswerten inelastischen Verformung, und damit auch zu keiner Zunahme der mittleren Zellgröße. In der Folge ist die Entfestigung im Ermüdungsversuch ohne Haltezeit bei kleinen Dehnamplituden geringer, als bei großen Dehnamplituden.

Im Gegensatz dazu kommt es unter Kriechermüdungsbelastungen auch bei geringen Dehnamplituden zu einer homogenen Vergrößerung der Mi-

Mikrostruktur [36], die inelastische Verformung findet nicht mehr lokalisiert in einzelnen Bereichen statt. Dies erklärt den stärkeren Einfluss der Haltezeit auf die Entfestigung bei geringen Dehnamplituden: Bei großen Dehnamplituden vergrößert die Mikrostruktur sowohl unter Ermüdungsbelastung, als auch unter Kriechermüdungsbelastung gleichmäßig, die zusätzliche Entfestigung aufgrund der Haltezeit beruht auf der größeren mittleren Subkorngröße infolge der Belastung mit Haltezeit. Bei geringen Dehnamplituden dagegen beruht die zusätzliche Entfestigung infolge der Haltezeit nicht nur auf der größeren mittleren Subkorngröße, sondern auch darauf, dass im Unterschied zur reinen Ermüdungsbelastung nicht nur einzelne Bereiche der Mikrostruktur vergrößern, sondern dies infolge der Haltezeit homogen geschieht. Da entsprechend dem durch Gl. 4.3 beschriebenen Zusammenhang zwischen Spannung und sich langfristig einstellender mittlerer Zellgröße bei geringeren Belastungen eine größere mittlere Zellgröße zu erwarten ist, ist damit auch die Beobachtung der insgesamt stärksten Entfestigung bei geringen Dehnamplituden und langen Haltezeiten zu verstehen.

4.3.3 Lebensdauer

Wie bereits in Abschnitt 2.2.2 erwähnt, ist die Ursache der Abnahme der Bruchlastspielzahl infolge von Druckhaltezeiten bei 550 °C in der Literatur nicht endgültig geklärt. Die aus der Druckhaltezeit resultierende Zug-Mittelspannung wurde für P91 [111] und die Nickelbasislegierung René80 [117], die eine ähnliche Sensitivität für Druckhaltezeiten zeigt, als Ursache für die Abnahme der Lebensdauer vorgeschlagen. Für P91 ist sie jedoch aus den folgenden Gründen nicht als Ursache zu sehen:

- Die maximale gemessene Zugmittelspannung ist mit 22 MPa bei $\pm 0.3\%$ Dehnamplitude und 10 min Druckhaltezeit verhältnismäßig klein. Dieser Versuch zeigte eine um 64% geringere Bruchlastspielzahl als der LCF-Versuch bei gleicher Dehnamplitude. Im Gegensatz

dazu wurde eine Mittelspannung von über 120 MPa in [117] beschrieben.

- Die kürzesten Lebensdauern treten für kombinierte Haltezeiten unter Zug und Druck auf. Bei dieser Belastung bildet sich jedoch keine Mittelspannung aus.
- Zusätzliche Versuche wurden mit Sägezahn-Dreiecksdehnungsprofil, d.h. unterschiedlichen Dehnraten bei Belastung von Zug nach Druck und umgekehrt, bei $\pm 0.5\%$ Dehnamplitude und $550\text{ }^\circ\text{C}$ durchgeführt. Dazu wurden Dehnraten von 10^{-3} s^{-1} (*schnell*) und 10^{-4} s^{-1} (*langsam*) verwendet. Die Ergebnisse sind zusammen mit einem weiteren Referenzversuch bei konstanter Dehnrade von 10^{-4} s^{-1} in Abbildung 4.20 dargestellt.

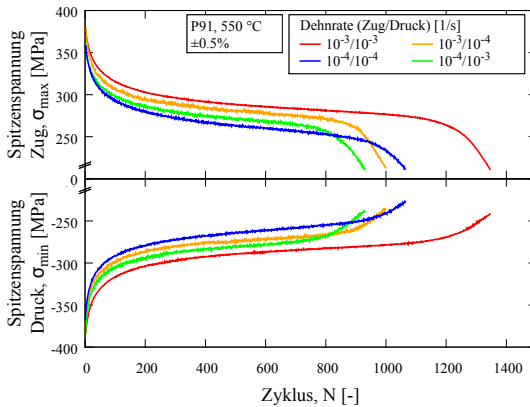


Abbildung 4.20: Wechselverformungskurven aus Versuchen mit Sägezahn-Dehnungsprofil bei $550\text{ }^\circ\text{C}$ und $\pm 0.5\%$ Gesamtdehnamplitude

Beide Versuche mit Sägezahn-Dehnungsprofil zeigen eine betragsmäßig gleiche, aber dem Vorzeichen nach umgekehrte Mittelspannung. Die *schnelle* Dehnrade führt dabei zu höheren Spitzenspannungen als die *langsame* Dehnrade. Die sich einstellenden Mittelspan-

nungen liegen betragsmäßig in der selben Größenordnung wie die im Haltezeitversuch beobachteten Mittelspannungen. Beide Versuche zeigen jedoch unabhängig von der Mittelspannung eine nahezu gleiche Bruchlastspielzahl, die derjenigen des Versuches mit konstanter Dehnrate von 10^{-4} s^{-1} entspricht und die geringer als diejenige im Versuch mit konstanter Dehnrate von 10^{-3} s^{-1} ist.

Des Weiteren wurde der Einfluss der Oxidation als Ursache für die Abnahme der Bruchlastspielzahl infolge von Druckhaltezeiten vorgeschlagen [80, 108, 111]. Der Oxidationseinfluss auf die Bruchlastspielzahl im Kurzzeitermüdungsversuch ohne Haltezeit wurde beispielsweise in [80] untersucht, abhängig von der Dehnschwingbreite wurden bei $593 \text{ }^\circ\text{C}$ ($1100 \text{ }^\circ\text{F}$) und gleicher Gesamtdehnung drei- bis zehnmal höhere Bruchlastspielzahlen unter Vakuum (10^{-3} Pa) als an Luft erreicht. Ein Einfluss der Oxidation auf die Bruchlastspielzahl ist also zweifelsohne vorhanden, inwieweit dieser Oxidationseinfluss jedoch auch Ursache für den in Abschnitt 4.2 beschriebenen schädlichen Einfluss der Druckhaltezeit auf die Lebensdauer bei $550 \text{ }^\circ\text{C}$ ist, ist Gegenstand der Diskussion.

Wie bereits in Abschnitt 2.2.2 erwähnt, zeigen einerseits einige vergleichende Untersuchungen des Haltezeiteinflusses auf die Lebensdauer an Luft und unter Vakuum [80, 111, 145] nahezu identische Lebensdauern für Zug- und Druckhaltezeiten unter Vakuum. Auf der anderen Seite zeigen weitere Ergebnisse von Haltezeitversuchen unter Vakuum in [14] einen mit den Ergebnissen dieser Arbeit vergleichbaren Einfluss der Haltezeit auf die Lebensdauer.

Die in [80] veröffentlichten Ergebnisse sind jedoch aus zwei Gründen zu hinterfragen:

- Die gezeigten Wechselverformungskurven bei $593 \text{ }^\circ\text{C}$ ($1100 \text{ }^\circ\text{F}$) zeigen maximale Spitzenspannungen von 500 MPa bei einer Gesamt-

dehnamplitude von $\pm 1.4\%$ und von über 450 MPa bei $\pm 0.7\%$; Bei dieser Dehnamplitude wurden auch die Versuche mit Haltezeit durchgeführt. Die mittlere Zugfestigkeit von P91 beträgt bei dieser Temperatur jedoch im Mittel 325 MPa (vgl. Abb. 2.5), die Untersuchung der Zugfestigkeit mehrerer Materialchargen in verschiedenen Halbzeugen (Platte, Strangprofil und Rohr) zeigte einen Maximalwert von 350 MPa [18]. Die angegebenen Spitzenspannungen liegen damit etwa 150 MPa über der Zugfestigkeit bei der angegebenen Temperatur.

- Die dehnungskontrollierten Versuche wurden an taillierten Proben mit diametraler Dehnungsmessung durchgeführt. Der den Versuchen zugrundeliegende und für die Umrechnung von diametraler zur axialer Dehnung genutzte ASTM-Standard E606 [74] rät in der aktuellen Fassung jedoch explizit von der Verwendung dieser Methode bei zyklisch entfestigenden Materialien ab, da die für die Umrechnung getroffenen Annahmen in diesem Fall u.U. nicht zutreffen. Dies führt bei konstanter diametraler Gesamtdehnamplitude zu einer zunehmenden Abweichung der axialen Gesamtdehnamplitude mit steigender Zyklenzahl.

Eine Erklärung für die gemessenen Spannungen deutlich oberhalb der Zugfestigkeit bei 593 °C wäre eine starke Abweichung der Temperatur zwischen dem Messbereich der Probe und dem außerhalb des Messbereiches angebrachten Thermoelement. Tatsächlich entsprechen die angegebenen Wechselverformungskurven tendenziell dem in dieser Arbeit bei 450 °C beobachteten Materialverhalten. Eine wahre Proben temperatur deutlich unterhalb der Nenntemperatur würde auch den in [80] beschriebenen geringen Einfluss der Haltezeit auf die Bruchlastspielzahl unter Vakuum erklären, da in dieser Arbeit an Luft ebenfalls bei Auftragung über die akkumulierte inelastische Dehnung bei 450 °C kein negativer Einfluss der Druckhaltezeit auf die Lebensdauer festgestellt wurde.

Fournier et al. [111, 145] beschreiben abhängig von der Belastung zwei unterschiedliche Mechanismen der Rissentstehung. Zum einen führt die Ausbildung von Intrusionen und Extrusionen infolge der wiederholten inelastischen Verformung schließlich zur Rissentstehung (Mechanismus 1). Zum anderen führt das spröde Verhalten der Oxidschicht bei hinreichend großen Verformungen zu Rissen in dieser, die sich dann in die Probe fortsetzen (Mechanismus 2). Der erste Mechanismus führt dabei zunächst zu einer längeren Rissentstehungs- und anschließend zu einer Rissausbreitungsphase und tritt primär bei geringen Gesamtdehnungsamplituden auf. Der zweite Mechanismus führt bereits in den ersten Belastungszyklen zur Rissentstehung so dass die Lebensdauer durch die Rissausbreitungsphase dominiert wird. Dieser Mechanismus tritt bei größeren Dehnamplituden und in der Mehrzahl der Versuche mit Haltezeit auf und führt zu deutlich kürzeren Lebensdauern.

Diese unterschiedlichen Mechanismen führen auch zu einer unterschiedlichen Morphologie der Oxidschichten: Im ersten Fall bildet sich eine gleichmäßige Oxidschicht von 2-3 μm Dicke aus, die zwischen dem Probenmaterial und einer äußeren Magnetitschicht (Fe_3O_4) eine innere, chromhaltige Schicht ($(\text{Fe,Cr})_3\text{O}_4$) aufweist. Im zweiten Mechanismus dagegen bildet sich durch die wiederholte Beschädigung und Ablösung eine deutlich dickere ($>10 \mu\text{m}$), mehrschichtige Oxidschicht mit einer Vielzahl von chromhaltigen und -armen Lagen.

Die Ursache für die geringeren Bruchlastspielzahlen infolge von Druckhaltezeiten wird nun in den auftretenden Belastungen in der Oxidschicht gesehen: Bildet sich die Oxidschicht überwiegend in der Zughaltezeit, ist sie bei der maximalen Dehnung des Versuches näherungsweise spannungsfrei und wird im gesamten Lastwechsel auf Druck belastet. Dementsprechend wird eine Oxidschicht, die sich in der Druckhaltezeit ausbildet, überwiegend auf Zug belastet; Der Bruch der Oxidschicht ist damit in Versuchen mit

Druckhaltezeiten wahrscheinlicher als in Versuchen mit Zughaltezeiten. Fournier et al. schlussfolgern, dass damit der Übergang vom ersten Rissentstehungsmechanismus zum zweiten Mechanismus, der zu kürzeren Lebensdauern führt, durch Druckhaltezeiten bei niedrigeren Dehnamplituden und Haltezeitdauern eintritt, als dies für Zughaltezeiten oder Ermüdungsversuche ohne Haltezeit der Fall ist. Dies resultiert in kürzeren Lebensdauern durch Druckhaltezeiten bei gleicher Gesamtdehnamplitude.

Zur Untersuchung des Oxidationsverhaltens wurden Schlifffelder der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben im Rasterelektronenmikroskop mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) untersucht. Alle untersuchten Proben wiesen unabhängig von der Haltezeitposition oder -dauer die von Fournier et al. im ersten Mechanismus beschriebene Struktur der Oxidschicht (bestehend aus einer inneren, chromhaltigen Lage und einer äußeren Magnetitlage) auf. Abbildung 4.21 zeigt hierfür Beispiele auf der Probenoberfläche und innerhalb eines Ermüdungsrisses. Die Dicke der Oxidschicht beträgt für alle untersuchten Proben 3-5 μm , in einzelnen Bereichen bis zu 10 μm . Ferner wurden, in Übereinstimmung mit der Literatur [111, 81], keine auf Kriechschädigung zurückzuführenden Poren festgestellt.

Im Gegensatz dazu zeigen alle Proben unabhängig von der Gesamtdehnamplitude und bei Belastung mit und ohne Haltezeit die für Mechanismus 2 beschriebene Form des kritischen Risses, der zum Versagen der Probe führte, mit geraden, senkrecht zur Probenoberfläche wachsenden und weit geöffneten Rissen. Insbesondere bei großen Gesamtdehnamplituden zeigte sich eine Vielzahl von Sekundärrissen. Diese umfassen sowohl feine, verästelte Risse, die Mechanismus 1 zuzuordnen sind, als auch stumpfe, geradlinige und oxidgefüllte Risse, die Mechanismus 2 zuzuordnen sind (vgl. Abbildung 4.22). Beide Rissformen traten teilweise an der selben Probe auf. Eine klare Zuordnung der einzelnen Versuche, ob Mechanismus 1 oder 2 zur

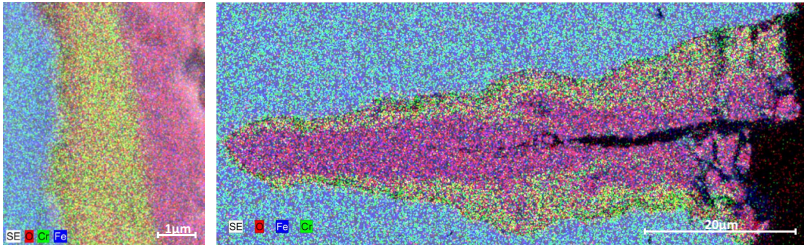


Abbildung 4.21: Bildung von zweilagigen Oxidschichten bei 550 °C. Links: Auf der Probenoberfläche bei $\pm 0.3\%$ Dehnamplitude und 1 min Zughaltezeit, rechts: innerhalb eines Risses bei $\pm 0.75\%$ Dehnamplitude und 3 h Zughaltezeit
rot: Sauerstoff, blau: Eisen, grün: Chrom

Bildung des Ermüdungsrisses führte, ist damit nicht möglich. Insbesondere eine vom Verhalten im LCF-Versuch abweichende Morphologie der Risse und der Oxidschichten infolge von Haltezeiten, wie sie durch Fournier et al. beschrieben wurde, konnte in dieser Arbeit nicht beobachtet werden.

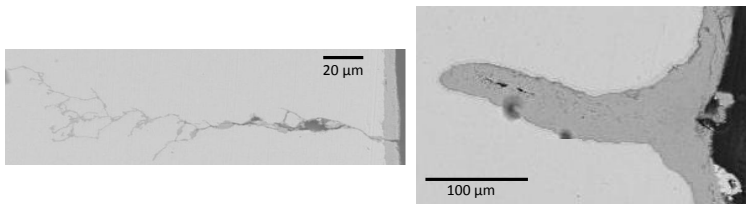


Abbildung 4.22: Verschiedene Formen von Sekundärrissen

Ein Grund hierfür liegt in der betrachteten Gesamtdehnamplitude: Die LCF-Versuche von Fournier et al. wurden bei Gesamtdehnamplituden im Bereich von $\pm 0.2\%$ bis $\pm 0.5\%$ durchgeführt, insbesondere die die Dehnamplituden von $\pm 0.2\%$ und $\pm 0.3\%$ führten zu Bruchlastspielzahlen im Übergangsbereich zwischen Kurz- und Langzeitermüdung bis 100 000 Zyklen. Bei diesen Dehnamplituden wurde die größte Abhängigkeit der Bruch-

lastspielzahl von der Haltezeit bzw. eingefügten Kriechphasen konstanter Spannung beschrieben. Im LCF-Bereich wird die Lebensdauer durch die Zyklenzahl, die ein mikroskopischer Riss zum Wachstum auf kritische Länge benötigt, dominiert. Im Übergangsbereich und Langzeitermüdungsbereich dagegen wird die Lebensdauer durch die Zyklenzahl bis zur Bildung eines Mikrorisses sowie die anschließende Zyklenzahl, die der Mikroriss zum Wachstum bis zur kritischen Länge benötigt, bestimmt (vgl. Abschnitt 2.2.2). Eine ausgeprägte Abhängigkeit der Rissentstehung von der Belastung in den Arbeiten von Fournier et al. steht damit nicht im Widerspruch zu den Ergebnissen dieser Arbeit, da hier alle Versuche im Kurzzeitermüdungsbereich durchgeführt wurden. Es ist deshalb davon auszugehen, dass hier unabhängig von der Dehnamplitude und Haltezeit eine Mikrorissbildung bereits früh im Versuch erfolgt.

Zur Überprüfung dieser These wurden Ermüdungsversuche ohne Haltezeit bei $\pm 0.5\%$ Dehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ nach 100, 200 und 500 Zyklen gestoppt und im Rasterelektronenmikroskop auf Risse untersucht. Dies entspricht grob 7.5%, 15% und 40% der Bruchlastspielzahl. Ausschnitte der Probenoberfläche sind in Abbildung 4.23 gezeigt.

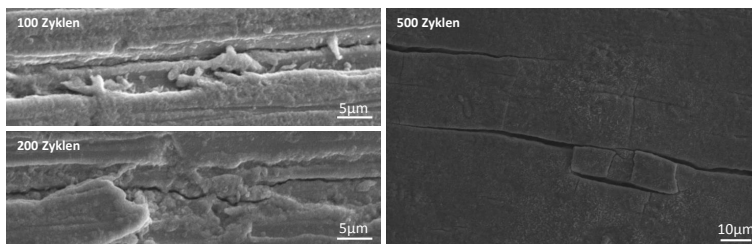


Abbildung 4.23: Rissbildung in der Probenoberfläche nach 100, 200 und 500 Zyklen bei $\pm 0.5\%$ Dehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

Bereits nach 100 Zyklen zeigt die Probenoberfläche eine Vielzahl von Mikrorissen, deren Größe und Dichte mit steigender Zyklenzahl weiter zunimmt. Nach 500 Zyklen konnte das Zusammenwachsen mehrerer Mikrorisse beobachtet werden. Die Mikrorisse sind nicht gleichmäßig über die Probe verteilt, einige Bereiche zeigen eine hohe Rissdichte, andere Bereiche sind dagegen frei von sichtbaren Mikrorissen. Die Annahme, dass es im betrachteten Dehnamplitudenbereich bereits sehr früh im Versuch zur Bildung von Mikrorissen kommt, und die Lebensdauer durch das Wachstum eines Mikrorisses zur kritischen Länge dominiert wird, ist damit gerechtfertigt.

Ferner zeigten die Versuche mit abschnittsweise wechselnder Haltezeitposition (vgl. Abb. 4.17) keine Abhängigkeit der Bruchlastspielzahl von der Reihenfolge der Zug- und Druckhaltezeiten. Würden Druckhaltezeiten im LCF-Bereich jedoch zu einer signifikant früheren Bildung eines Mikrorisses führen, und würde dies die Ursache für die kürzere Lebensdauer sein, müsste der Versuch mit Druckhaltezeit zu Beginn eine kürzere Lebensdauer zeigen. Ein einfaches Modell zur Abschätzung der Lebensdauer unter wechselnder Belastung ist die Palmgren-Miner-Regel [146]:

$$\sum_i \frac{N_i}{N_{f,i}} = 1 \quad (4.6)$$

N_i bezeichnet dabei die Anzahl der Zyklen, die unter einer Belastung i durchgeführt wurden, und $N_{f,i}$ die Bruchlastspielzahl, die unter dieser Belastung bei kontinuierlicher Belastung bis zum Bruch erreicht wird. Damit wird in diesem Modell eine lineare Schädigungsakkumulation angenommen. Die jeweils für beide Versuche berechneten Teilschädigungen sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst.

Tabelle 4.2: Berechnung der Teilschädigungen der Versuche aus Abb. 4.17 nach der Palmgren-Miner-Regel. Der Index ZD bezeichnet den Versuch mit Zughaltezeit im ersten Abschnitt und Druckhaltezeit im dritten Abschnitt, der Index DZ den Versuch mit Druckhaltezeit im ersten Abschnitt und Zughaltezeit im dritten Abschnitt.

Haltezeit	$N_{f,i}$	$N_{ZD,i}$	$\frac{N_{ZD,i}}{N_{f,i}}$	$N_{DZ,i}$	$\frac{N_{DZ,i}}{N_{f,i}}$
ohne	5151	1982	0.385	2333	0.453
1 min Zug	6689	1000	0.149	1000	0.149
1 min Druck	2233	1000	0.448	1000	0.448
Σ_i			0.982		1.050

Die Summe der Teilschädigungen beträgt für beide Versuche nahezu 1, unter den Bedingungen der Versuche ist also von einer linearen Schädigungsakkumulation im Bezug auf die Reihenfolge der Haltezeiten auszugehen. Damit ist im LCF-Bereich eine frühere Mikrorissbildung infolge von Druckhaltezeiten, die von Fournier et al. als Ursache für die niedrigeren Bruchlastspielzahlen im Übergangsbereich zur Langzeitermüdung angegeben wird, auszuschließen.

Aufgrund der beobachteten Mikrorissbildung in einem frühen Stadium des Versuches ist die erreichte Bruchlastspielzahl prinzipiell eine Frage der Rissausbreitung. Die Wachstumsgeschwindigkeit des Mikrorisses hin zu einem versagensauslösenden Makroriss ist neben der aufgetragenen inelastischen Verformung auch von den auftretenden Zugspannungen abhängig. Die Lebensdauer von P91 bei 550 °C wird im Kurzzeitermüdungsversuch zwar zufriedenstellend durch das Modell von Coffin und Manson (Korrelation von Lebensdauer und inelastischer Dehnamplitude) [147] beschrie-

ben; Die Ergebnisse der Kriechermüdungsversuche weichen jedoch von der Modellvorhersage ab [133]. Ursache hierfür ist, dass das Modell von Coffin und Manson implizit einen direkten Zusammenhang zwischen Spannung und inelastischer Dehnung voraussetzt, wie er beispielsweise durch die Ramberg-Osgood-Gleichung [148] für einachsige Belastungen beschrieben wird. Dieser im LCF-Versuch durch die gewählten Parameter beschriebene Zusammenhang gilt jedoch unter Haltezeitbelastung nicht mehr. Anstelle der Betrachtung der inelastischen Dehnung wurde in [117] eine gute Korrelation der Hysteresesenergie (d.h. der Fläche unter der Hystereseschleife, diese entspricht der in die Probe eingebrachten Verformungsenergie) unter Zugbelastung W_T mit der Lebensdauer für verschiedene Materialklassen (ferritische und austenitische Stähle sowie Nickelbasislegierungen) im Haltezeitversuch sowohl für Zug-, als auch für Druckhaltezeiten gezeigt. Neure Untersuchungen [149] zeigten, dass diese Methode für P91 zu einer genaueren Beschreibung der Lebensdauer unter Kriechermüdungsbelastungen führt als die in Auslegungsregelwerken [132, 150] angewendete separate Berechnung von Kriech- und Ermüdungsschädigung mit anschließender Beurteilung anhand eines Interaktionsdiagramms. Die Hysteresesenergie berücksichtigt neben der inelastischen Verformung die auftretenden Spannungen direkt.

Durch Berücksichtigung der auftretenden Spannungen neben der inelastischen Dehnung ist auch der in dieser Arbeit beobachtete schädliche Einfluss der Druckhaltezeit auf die Bruchlastspielzahl zumindest qualitativ zu erklären: Im Vergleich zum LCF-Versuch ohne Haltezeit führt eine Zughaltezeit zu zusätzlicher Entfestigung mit niedrigeren Zugspannungen, aber einer erhöhten inelastischen Dehnschwingbreite. Der positive Effekt der niedrigeren Spannungen auf die Lebensdauer wird dabei überwiegend durch die höhere inelastische Verformung ausgeglichen; insgesamt ist der Einfluss von Zughaltezeiten auf die Lebensdauer damit gering. Druckhaltezeiten dagegen führen zwar ebenfalls zu einer zusätzlichen Entfestigung,

die auftretenden Spitzenspannungen unter Zug entsprechen aber denen im Ermüdungsversuch. Im Gegensatz zu Zughaltezeiten wird die zusätzliche inelastische Verformung daher nicht durch niedrigere Zugspannungen ausgeglichen, die Lebensdauer nimmt damit ab. Kombinierte Haltezeiten unter Zug und Druck führen zwar zu einer Abnahme der Zugspannungen im Vergleich zum LCF-Versuch, die Zunahme der inelastischen Dehnung ist aber in etwa doppelt so groß wie bei einseitigen Haltezeiten. Die zusätzliche inelastische Dehnung überwiegt hier über die reduzierten Zugspannungen, so dass es ebenfalls zu einer Abnahme der Lebensdauer kommt. Dies ist schematisch zusammen mit der jeweiligen Hysteresesenergie unter Zug in Abbildung 4.24 dargestellt.

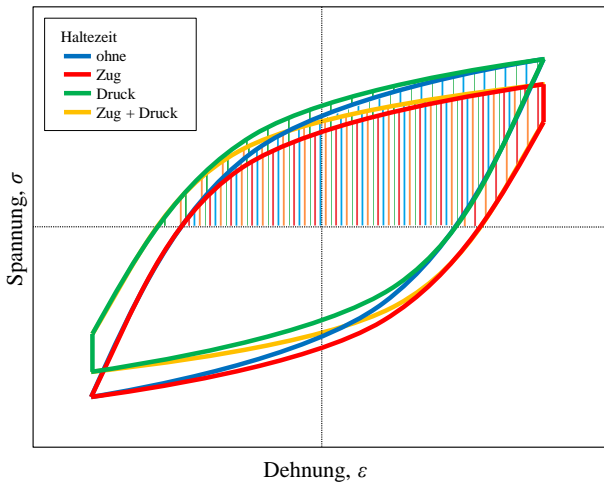


Abbildung 4.24: Schematische Darstellung des Einflusses der Haltezeit auf das Verformungsverhalten und die Hysteresesenergie unter Zug

Die Auswertung der Versuche (siehe Tabelle D.1) zeigte, dass dabei für die jeweiligen mittleren Hysteresesenergien im LCF-Versuch $W_{T,LCF}$, im

Versuch mit Zughaltezeit $W_{T,Z}$, mit Druckhaltezeit $W_{T,D}$ und mit kombinierter Haltezeit $W_{T,ZD}$ bei gleicher Haltezeitdauer

$$W_{T,LCF} \approx W_{T,Z} < W_{T,D} < W_{T,ZD}$$

gilt. Dies entspricht dem für die jeweilige Haltezeitposition beschriebenen Einfluss auf die Bruchlastspielzahl.

4.4 Zusammenfassung

Die umfassenden experimentellen Untersuchungen zeigten für P91 bei anwendungsnahen Temperaturen die Abhängigkeit des Verformungsverhaltens und der Lebensdauer von Haltezeiten im Belastungspfad. Diese Abhängigkeit ist bei 550 °C stärker ausgeprägt als bei 450 °C. Durch die Haltezeit kommt es zu einer zusätzlichen Entfestigung des Materials. Die Entfestigung nimmt bis zur Sättigung bei einer temperatur- und dehnampplitudenabhängigen Haltezeitdauer mit zunehmender Länge der Haltezeit zu. Zusätzlich führen einseitige Haltezeiten unter Zug oder unter Druck zu asymmetrischen Spitzenspannungen trotz (betragsmäßig) gleicher Maximalgesamtdehnungen unter Zug und unter Druck. Diese Asymmetrie der Spitzenspannungen ist durch die infolge der Haltezeit unterschiedlich großen inelastischen Verformungen von der maximalen Zug-Gesamtdehnung zur maximalen Druck-Gesamtdehnung und umgekehrt zu erklären.

Im Ermüdungsversuch ohne Haltezeit nimmt die Entfestigung mit zunehmender Dehnampplitude zu. Die zusätzliche Entfestigung infolge von Haltezeiten ist jedoch bei kleinen Gesamtdehnampplituden am ausgeprägtesten, so dass insgesamt die stärkste Entfestigung bei der kleinsten betrachteten Gesamtdehnampplitude unter Haltezeitbelastung gemessen wurde. Diese Beobachtung konnte (neben dem zuvor genannten Sättigungseffekt für lange

Haltezeiten) mikrostrukturell durch die jeweiligen Auswirkungen der Haltezeit und der zyklischen Verformung auf die mittlere Zellgröße erklärt werden.

Insbesondere bei 550 °C zeigen Versuche mit Druckhaltezeiten eine starke Abnahme der Bruchlastspielzahl im Vergleich zu LCF-Versuchen bei gleicher Gesamtdehnamplitude. Dies wurde in der Literatur auf eine frühere Mikrorissentstehung infolge des Bruchs der spröden Oxidschicht, die sich in der Druckhaltezeit bildet und im folgenden primär auf Zug belastet wird, zurückgeführt. Die Untersuchung von Proben aus vorzeitig gestoppten Ermüdungsversuchen ohne Haltezeit zeigte jedoch auch hier bereits die Bildung von Mikrorissen in den ersten 10% der Lebensdauer; Im betrachteten Gesamtdehnungsbereich ist deshalb unabhängig von der Haltezeit von der Mikrorissbildung in einem sehr frühen Stadium des Versuches auszugehen. Die Bruchlastspielzahl wird daher durch die Dauer des Risswachstums hin zur kritischen Länge bestimmt. Für die unterschiedlichen Bruchlastspielzahlen ist vielmehr der Einfluss der Haltezeit auf das Risswachstum, und nicht auf die Rissbildung, verantwortlich.

Die Analyse der Hystereseschleifen zeigte, dass infolge von Druckhaltezeiten eine höhere Verformungsenergie pro Zyklus in die Probe eingebracht wird, als dies für Ermüdungsversuche ohne Haltezeit oder mit Zughaltezeit der Fall ist. Dies erklärt das Wachstum der Mikrorisse bis auf kritische Länge innerhalb einer geringeren Zyklenzahl. Der Haltezeiteinfluss auf die Lebensdauer konnte damit auf die auftretenden Zugspannungen und inelastischen Dehnungen zurückgeführt werden. Insbesondere im Hinblick auf die Modellierung ist von Bedeutung, dass die Beschreibung des Haltezeiteinflusses auf die Bruchlastspielzahl allein durch die auftretende Verformung ohne expliziter Berücksichtigung von Oxidationseffekten möglich ist.

5 Modellierung

Ziel dieser Arbeit ist die Modellierung des Verformungs- und Schädigungsverhaltens ferritisch-martensitischer Stähle unter kombinierter Kriechermüdnungsbelastung. Die experimentelle Untersuchung zeigte die folgenden Einflüsse der Belastung auf das Entfestigungsverhalten und die Lebensdauer, die im Modell abgebildet werden sollen:

- Haltezeiten konstanter Gesamtdehnung im Belastungspfad führen im Vergleich zu reinen Ermüdungsversuchen zu einer stärkeren Entfestigung. Das Ausmaß dieser zusätzlichen Entfestigung ist neben der Dauer der Haltezeit und der Temperatur auch von der Gesamtdehnung abhängig.
- Abhängig von der Position der Haltezeit im Belastungszyklus stellt sich eine Asymmetrie der Spitzenspannungen ein. Unabhängig davon kann die zusätzliche Entfestigung infolge der Haltezeit jedoch als isotrop angenommen werden.
- Während Zughaltezeiten einen geringen Einfluss auf die Bruchlastspielzahl zeigen, führen Druckhaltezeiten zu einer deutlichen Abnahme der Lebensdauer. Im Allgemeinen wurden die geringsten Bruchlastspielzahlen in Versuchen mit kombinierter Haltezeit unter Zug und unter Druck gemessen.

Mit dem Modell von Aktaa und Schmitt [10] wurden für die Modellierung der Verformung und der Schädigung ferritisch-martensitischer Stähle unter zyklischer Belastung gute Ergebnisse erzielt. Aus diesem Grund wurde das Modell als Grundlage für die Beschreibung des Kriechermüdungsverhaltens

ausgewählt. Um die notwendigen Modifikationen identifizieren zu können wird dabei im ersten Schritt das bestehende Modell auf Kriechermüdungsbelastungen angewendet. Im zweiten Schritt wird das Modell dann entsprechend erweitert, um das oben beschriebene Materialverhalten abbilden zu können.

5.1 Modellierung mit dem Modell von Aktaa und Schmitt

Zur Evaluierung des Modells von Aktaa und Schmitt [10] wurde aus den zuvor gewonnenen experimentellen Daten entsprechend der durch Aktaa und Schmitt vorgeschlagenen Strategie (vgl. Abschnitt 2.3.2) ein Parametersatz für das Verformungsmodell bei 550 °C gewonnen. Die Modellierung der Schädigung wurde in diesem ersten Schritt nicht berücksichtigt, da die Ursache für die nicht zufriedenstellende Lebensdauerberechnung unter Haltezeitbelastungen im Verformungs-, und nicht im Schädigungsmodell vermutet wurde. Die so für 550 °C bestimmten Parameter sind in Tabelle D.2 in Anhang D zusammengefasst.

Abbildung 5.1 zeigt den Vergleich der Hystereseschleifen im ersten Zyklus von Simulationsergebnissen mit Versuchsdaten für LCF-Versuche ohne Haltezeit. Gezeigt wird hier der Stand der Parameterbestimmung nach dem zweiten Schritt (vgl. Abschnitt 2.3.2): Die Modellparameter für die Fließregel und die kinematische Verfestigung sind an die Versuchsergebnisse angepasst, für die Parameter der isotropen Entfestigung werden jedoch noch vernachlässigbare Werte verwendet. Das Modell erlaubt eine zufriedenstellende Beschreibung für den gesamten betrachteten Dehnungsbereich.

Im dritten Schritt wurden dann die Parameter der isotropen Entfestigung an die Versuchsergebnisse angepasst. Die damit berechneten Entfestigungskurven werden in Abbildung 5.2 mit dem experimentell beobachteten Materialverhalten verglichen. Da (im Gegensatz zu Versuchen mit Haltezeit)

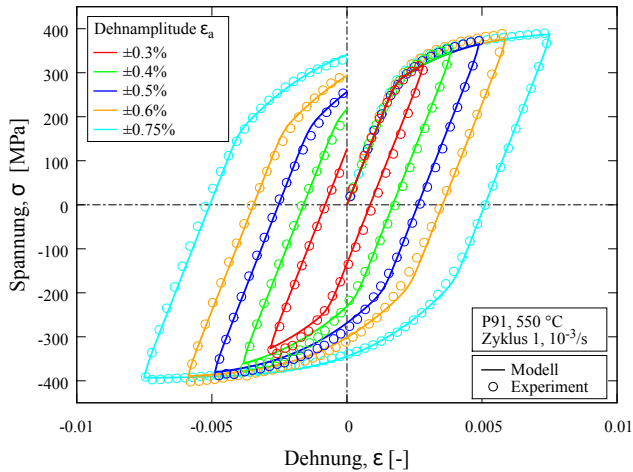


Abbildung 5.1: Vergleich zwischen Experiment und Simulation von Hystereseschleifen des ersten Zyklus von LCF-Versuchen ohne Haltezeit bei 550 °C für verschiedene Gesamtdehnungsamplituden

sowohl im Versuch, als auch in der Simulation symmetrische Spitzenspannungen auftreten sind hier der Übersichtlichkeit halber nur die Zugspitzenspannungen gezeigt.

Im gesamten Dehnungsbereich wird die anfangs starke Entfestigung, die daran anschließende kontinuierliche Entfestigung sowie der Übergang zwischen beiden Phasen mit den gewählten Modellparametern zufriedenstellend abgebildet. Das Modell erlaubt somit eine gute Beschreibung des Verformungsverhaltens von P91 im Kurzzeitermüdungsbereich.

Zur Untersuchung des Modells unter kombinierter Kriechermüdungsbelastung wurden bei 550 °C und $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude durchgeführte Haltezeitversuche mit dem Modell nachgebildet. Auch unter Belastungen mit Haltezeit werden die Hystereseschleifen des ersten Zyklus

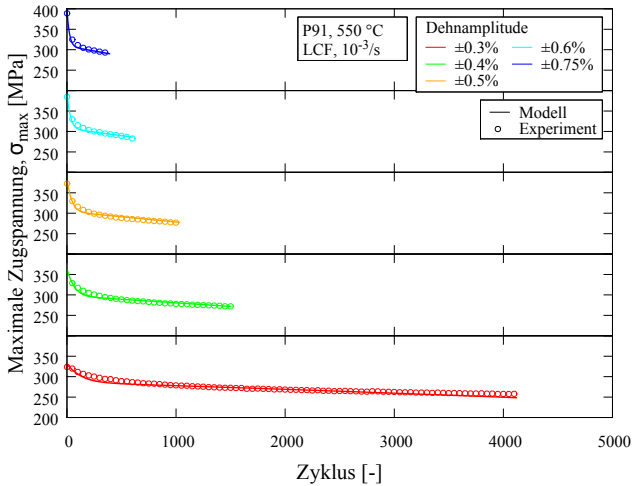


Abbildung 5.2: Vergleich zwischen Experiment und Simulation des Entfestigungsverhaltens im LCF-Versuch ohne Haltezeit bis $0.8 N_f$ bei 550 °C für verschiedene Gesamtdehnungsamplituden

durch das Modell gut repräsentiert (siehe Abbildung 5.3). Sowohl für unterschiedlich lange Haltezeiten, als auch für unterschiedliche Haltezeitpositionen wird der experimentell beobachtete Spannungsabfall in der Haltezeit, und somit das Relaxationsverhalten, in guter Übereinstimmung beschrieben. Entsprechend den berechneten Hystereseschleifen der LCF-Versuche (Abb. 5.1) wurde hierbei ebenfalls die isotrope Entfestigung im Modell noch nicht berücksichtigt.

Bezüglich des Entfestigungsverhaltens zeigen sich allerdings signifikante Abweichungen zwischen Messergebnissen und Modellantwort. In Abbildung 5.4 sind dazu Simulationsergebnisse bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude ohne Haltezeit, mit 10 min Haltezeit unter Zug und mit 10 min Haltezeit unter Druck zusammen mit den entsprechenden Versuchsergebnissen dargestellt. Im Versuch zeigten sich aufgrund der Haltezeit asymme-

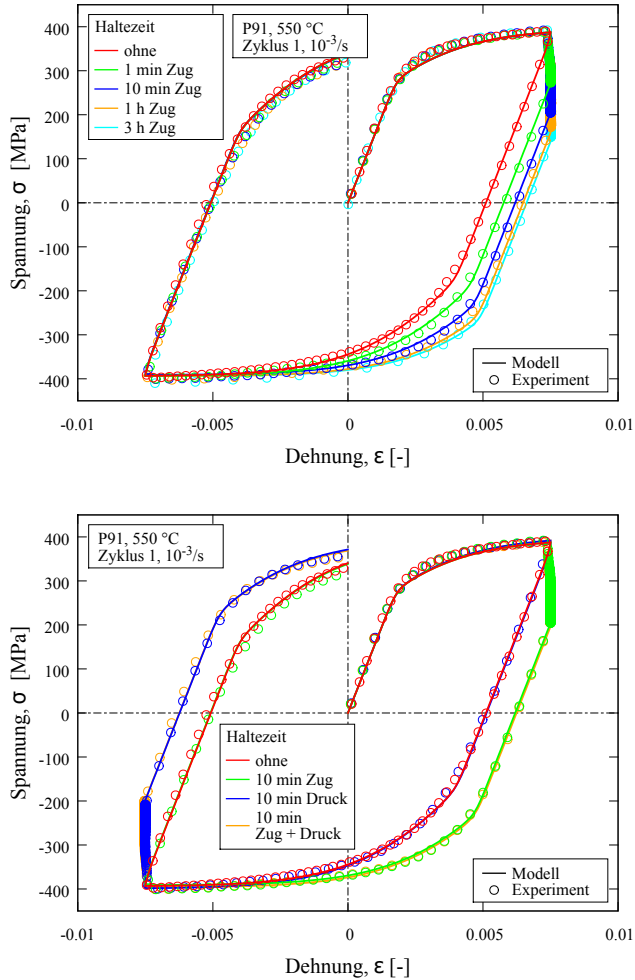


Abbildung 5.3: Vergleich zwischen Experiment und Simulation von Hystereseschleifen des ersten Zyklus von LCF-Versuchen mit Zughaltezeit unterschiedlicher Dauer (oben) und mit unterschiedlichen Haltezeitpositionen (unten) bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

trische Spitzenspannungen (vgl. Abschnitt 4.2): Im Vergleich zur rein zyklischen Belastung ohne Haltezeit bewirkt die Einführung einer Zughaltezeit eine zusätzliche Reduzierung der Zugspitzenspannungen, die Druckspitzenspannungen bleiben vergleichbar zu denen der Versuche ohne Haltezeit. Umgekehrt zeigen Versuche mit Druckhaltezeit im Vergleich zum rein zyklischen Versuch reduzierte Druckspitzenspannungen, die Zugspitzenspannungen entsprechen denen der Versuchen ohne Haltezeit. Im Modell führt eine Belastung mit Haltezeit jedoch ebenfalls zu symmetrischen Spitzenspannungen. Am Beispiel der Zughaltezeit zeigt sich, dass zwar die Spitzenspannung unter Zug gegenüber dem entsprechenden Ermüdungsversuch bei gleicher Gesamtdehnungsamplitude im Modell um den experimentell gemessenen Betrag reduziert ist, diese Reduzierung der Spitzenspannung wird im Modell allerdings auch für die Druckspitzenspannung berechnet. Dies gilt entsprechend für eine Belastung mit Druckhaltezeit, wodurch insbesondere für Zug- und Druckhaltezeiten gleicher Länge identische, symmetrische Spitzenspannungsverläufe durch das Modell berechnet werden. Da somit der Einfluss der Haltezeitposition auf die auftretenden Spannungen im Modell nicht korrekt abgebildet wird, ist auch die Abbildung des Lebensdauereinflusses der Haltezeitposition mit dem Modell nicht möglich.

Eine weitere Diskrepanz zwischen Modell und Experiment ergibt sich für die Hystereseschleifen des ersten Zyklus bei Berücksichtigung der isotropen Entfestigung. In der vorgeschlagenen Strategie zur Parameterbestimmung wird die isotrope Entfestigung im ersten Zyklus als vernachlässigbar betrachtet und die Hystereseschleife primär durch die kinematische Verfestigung beschrieben. Erst in darauffolgenden Schritten werden die Entfestigungsparameter dann anhand der zyklischen Entwicklung der Spitzenspannung bestimmt. Abbildung 5.5 zeigt die berechneten Hystereseschleifen für Versuche bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude und unterschiedlich lange Zughaltezeiten unter Berücksichtigung der ermittelten Entfestigungsparameter. Im Vergleich zu Abbildung 5.4 zeigt sich für Haltezeiten von

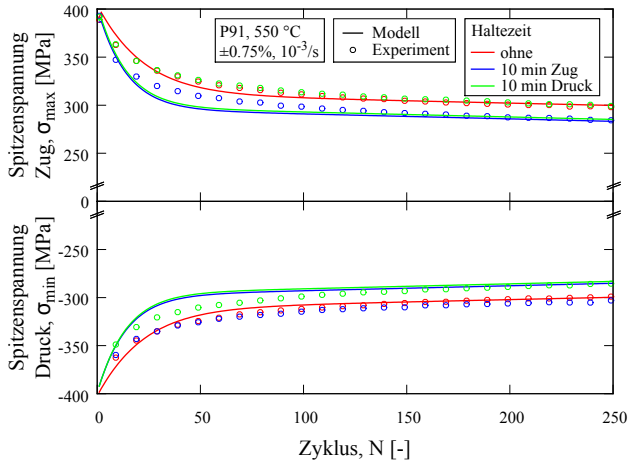


Abbildung 5.4: Vergleich zwischen Experiment und Simulation des Entfestigungsverhaltens in LCF-Versuchen mit Haltezeit bis $N_f/2$ bei 550 °C für $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude

einer Stunde und länger ein deutlicher Unterschied in der auf die Haltezeit folgenden Druckbelastung. Für Haltezeiten unter 10 Minuten stimmen die berechneten Kurven auch bei Berücksichtigung der Entfestigung überein. Die zur Beschreibung der geringeren Spitzenspannungen in Versuchen mit Haltezeit notwendigen Werte der Parameter des statischen Terms der Entfestigung (r_ψ , ψ_r und m) führen somit bei hinreichend langen Haltezeiten bereits am Ende der ersten Haltezeit zu Werten von ψ , die die Form der Hystereseschleife im ersten Zyklus signifikant beeinflussen. Damit ist die Entfestigung des Materials im ersten Zyklus für lange Haltezeiten nicht vernachlässigbar.

Eine Ursache für die nicht zufriedenstellende Beschreibung des Verformungsverhaltens unter kombinierter Kriechermüdungsbelastung ist somit die Strategie zur Parameterbestimmung. Die Annahme, dass die Wechsel-

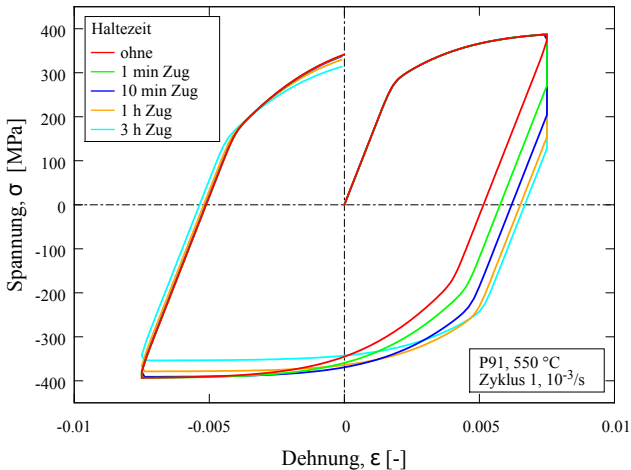


Abbildung 5.5: Simulation des 1. Zyklus mit Haltezeiten verschiedener Länge unter Berücksichtigung der isotropen Entfestigung bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude und 550 °C

wirkung bestimmter Parameter des Modells zueinander klein genug ist, um sie unabhängig voneinander bestimmen zu können, ist nur für rein zyklische Versuche zutreffend. Mit zunehmender Haltezeitdauer wirkt sich jedoch die Entfestigung stark genug aus, dass auch der auf die erste Haltezeit folgende Lastwechsel bereits durch die vorausgehende Entfestigung beeinflusst wird. Eine Bestimmung der Parameter des kinematischen Verfestigungsterms an der Hystereseschleife des ersten Zyklus ohne Berücksichtigung der isotropen Entfestigungsterms ist damit nicht mehr möglich.

Dies gilt ebenso für die Asymmetrie der Spitzenspannungen unter Haltezeitbelastung. Auch mit Haltezeit sind die Spitzenspannungen im ersten Zyklus noch nahezu symmetrisch. Die Asymmetrie entwickelt sich erst über mehrere Zyklen hinweg. Durch die schrittweise Anpassung der Parameter wird allerdings am ersten Zyklus ein Parametersatz für die kinematische Verfestigung bestimmt, der auch unter Haltezeitbelastung zu symmetrischen

Spitzenstress führt. Da die isotrope Entfestigung sich gleichermaßen auf Zug- und Druckbelastungen auswirkt, werden dann auch mit fortschreitender Entfestigung weiterhin symmetrische Spitzenstress vorhergesagt. Demgegenüber zeigten Versuche mit wechselnder Belastung (siehe Abschnitt 4.3.1), dass sich die resultierenden Spitzenstress unter Haltezeitbelastung im Vergleich zur rein zyklischen Belastung aus einer Reduzierung der Spannungsschwingbreite und einer Verschiebung aufgrund des asymmetrischen Belastungspfades zusammensetzen. Aus Sicht der Modellierung ist dies im ersten Zyklus durch einen Parametersatz für die kinematische Verfestigung zu beschreiben, der am Beispiel der Zughaltezeit unter Druck eine erhöhte Spitzenstress vorhersagt. Dies wird von der isotropen Entfestigung derart überlagert, dass die aufgrund der Haltezeit zusätzlich auftretende Entfestigung dann wieder zu symmetrischen Spitzenstress im ersten Zyklus führt. Die so für die kinematische Verfestigung gewonnenen Parameter erlauben dann in den nachfolgenden Zyklen die Beschreibung der Asymmetrie der Spitzenstress, wie sie unter Haltezeitbelastungen gemessen wurden.

Des Weiteren zeigten sich in der Arbeit mit dem Modell Schwierigkeiten mit der Art der Berücksichtigung der verformungs- und der zeitabhängigen Entfestigung in der Evolutionsgleichung von ψ_2 (Gl. 2.19). Das Material entfestigt unter Haltezeitbelastung stärker als im rein zyklischen Versuch. Um dies abzubilden ist im Modell für den zeitabhängigen Term ein kleinerer Grenzwert (ψ_r) als für den verformungsabhängigen Term (mit dem Grenzwert ψ_S , der von der vorausgehenden inelastischen Verformung abhängt) notwendig. Zum einen wird dadurch, dass $\psi_r < \psi_S$ unabhängig von der vorausgehenden Verformungsgeschichte gilt, die eingeführte Abhängigkeit des Grenzwertes ψ_S von der maximalen vorausgehenden inelastischen Dehnung unter Haltezeitbelastung unwirksam. Zum anderen nähert ψ_2 sich auch ohne inelastische Verformung dem Grenzwert des zeitabhängigen Terms ψ_r an. Dies führt zu einer Überschätzung der Entfestigung unter Kriechbelastung

oder bei Auslagerung des Materials bei hoher Temperatur, aber ohne mechanische Belastung. Unter diesen Bedingungen wird vom Modell die volle, im Haltezeitversuch gemessene Entfestigung vorhergesagt. Dagegen zeigten experimentelle Untersuchungen unter diesen Bedingungen [34] deutlich geringere mikrostrukturelle Degradation, und damit Entfestigung, als unter zyklischer Belastung.

Dabei nähert sich ψ_2 in der Haltezeit ψ_r von oben und nimmt Werte, die kleiner als ψ_S sind, an. Im folgenden Lastwechsel strebt ψ_2 dann wieder von unten gegen ψ_S . Da beide Grenzwerte hier gegeneinander arbeiten führt dies in der numerischen Optimierung der Parameter dazu, dass der Grenzwert ψ_r kontinuierlich reduziert wird. Gleichzeitig wird der Wert des Parameters c (der die Entfestigungsrate unter zyklischer Belastung kontrolliert) immer weiter erhöht um (im Durchschnitt) die unter rein zyklischer Belastung und unter Haltezeitbelastung notwendigen Entfestigungswerte zu erhalten. Der verformungsabhängige Entfestigungsterm wirkt sich in dieser Situation durch $\psi_S > \psi_2 > \psi_r$ somit als Verfestigungsterm aus und wirkt der Überschätzung der zusätzlichen Entfestigung durch die Haltezeit entgegen. Die so gewonnen Parameter erlauben zwar grundsätzlich die Beschreibung des experimentell beobachteten Entfestigungsverhaltens, führen aber wie beschrieben zu unphysikalischem Verhalten des Modells und verstärken die Überschätzung der Entfestigung unter Belastungen mit geringer inelastischer Verformungsrate. Zusätzlich zeigten mit Haltezeit begonnene Versuche, die nach einer bestimmten Zyklenzahl ohne Haltezeit fortgesetzt wurden (Siehe Abschnitt 4.3.1), dass die zusätzliche, durch die Haltezeit verursachte Entfestigung auch während der darauffolgenden reinzyklischen Belastung vorhanden ist. Demgegenüber sagt das Modell nach der Änderung des Belastungspfades wieder das Entfestigungsniveau unter rein-zyklischer Belastung, und damit ein Rückgang der Entfestigung, voraus.

Für den Grenzwert ψ_5 des verformungsabhängigen Terms in der Evolutionsgleichung von ψ_2 wird im Modell eine Abhängigkeit von der maximalen inelastischen Dehnschwingbreite berücksichtigt. Die maximale inelastische Dehnschwingbreite wird dabei durch den (absoluten) Maximalwert der inelastischen Dehnung beschrieben (Gl. 2.20). Für rein zyklische Belastungen gilt diese Beschreibung: Aufgrund der Symmetrie der Hystereseschleifen entspricht die inelastische Dehnschwingbreite dem doppelten des Maximalwertes. Für eine gegebene Gesamtdehnungsamplitude und Haltezeitdauer zeigten Versuche mit Haltezeit entweder unter Zug oder unter Druck aber dieselbe absolute maximale inelastische Dehnung wie der entsprechende Versuch mit kombinierter Haltezeit unter Zug und Druck; Die inelastische Dehnschwingbreite ist dagegen im Versuch mit kombinierter Haltezeit höher (siehe Abb. 5.3). Die zusätzliche Entfestigung unter kombinierter Haltezeit im Vergleich zum Versuch mit Haltezeit unter entweder Zug oder Druck kann nicht allein durch die zusätzliche Haltezeit pro Zyklus zufriedenstellend beschrieben werden. So führte zum Beispiel eine Minute Haltezeit bei maximaler und minimaler Gesamtdehnung für eine Gesamtdehnungsamplitude von $\pm 0.75\%$ bei $550\text{ }^\circ\text{C}$ zu einer geringeren Spannungsschwingbreite, und damit zu stärkerer Entfestigung, als entsprechende Versuche mit 10 Minuten Haltezeit bei entweder maximaler oder minimaler Gesamtdehnung. Zur korrekten Beschreibung des Entfestigungsverhaltens muss hier ebenfalls die größere inelastische Dehnungsschwingbreite unter kombinierter Haltezeit im Modell berücksichtigt werden.

Basierend auf diesen Erfahrungen wurde das Modell weiter modifiziert. Diese Erweiterung des Modells soll in den folgenden Abschnitten vorgestellt werden.

5.2 Erweiterung des Modells

Um die experimentell beobachteten Effekte abbilden zu können wurde das Modell von Aktaa und Schmitt [10] auf den zuvor beschriebenen Erfahrungen beruhend modifiziert. Im folgenden Abschnitt soll die isotherme, einachsige Formulierung des modifizierten Modells vorgestellt werden. Eine Möglichkeit zur mehrachsigen Verallgemeinerung des Modells findet sich in Anhang A.

Die einheitliche Beschreibung der inelastischen Verformung, die Kopplung an das Schädigungsmodell und die Fließregel werden unverändert übernommen (vgl. Gleichungen 2.3, 2.12 und 2.14):

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{el} + \dot{\epsilon}_{in} \quad (5.1)$$

$$\epsilon_{el} = \frac{\sigma}{E(1-D)} \quad (5.2)$$

$$\dot{\epsilon}_{in} = \left\langle \frac{|\Sigma| - k}{Z} \right\rangle^n \operatorname{sgn}(\Sigma) \wedge \Sigma = \frac{\sigma}{\psi(1-D)} - \Omega \quad (5.3)$$

Zur Modellierung der kinematischen Verfestigung zeigte sich zunächst, dass ein Verfestigungsterm zur zufriedenstellenden Beschreibung der Spannungs-Dehnungs-Hysteresen ausreichend ist (vgl. Abbildungen 5.1 und 5.3). Bei Berücksichtigung der asymmetrischen Spitzenspannungen in Versuchen mit Haltezeiten zeigte sich jedoch, dass dies nur in Falle näherungsweise symmetrischer Hystereseschleifen möglich ist; Eine zufriedenstellende Beschreibung der sich ausbildenden Asymmetrie der Spitzenspannungen gelang mit einem einzelnen Verfestigungsterm nicht. Aus diesem Grund wurde dem Modell ein zweiter Verfestigungsterm hinzugefügt:

$$\dot{\Omega}_1 = H_1 \dot{\epsilon}_{in} - C \Omega_1 |\dot{\epsilon}_{in}| - R_1 |\Omega_1|^{m_1-1} \Omega_1 \quad (5.4)$$

$$\dot{\Omega}_2 = H_2 \dot{\epsilon}_{in} - R_2 |\Omega_2|^{m_2-1} \Omega_2 \quad (5.5)$$

wobei

$$\Omega = \Omega_1 + \Omega_2 \quad (5.6)$$

Basierend auf der Empfehlung von Chaboche [9] wurden dabei gute Ergebnisse mit einem zusätzlichen Term, der zwar statische Erholung, aber keine dynamische Erholung erlaubt, erzielt. Dadurch verhält sich der zusätzliche Verfestigungsterm bei entsprechender Wahl der Parameter unter rein zyklischer Belastung näherungsweise linear, unter Haltezeitbelastung hingegen nichtlinear und erlaubt die Beschreibung der sich nur unter Belastungen mit Haltezeit ausbildenden Asymmetrie. Wichtigste Änderung in der Beschreibung der isotropen Entfestigung ist die Trennung der verformungs- und zeitabhängigen Terme aus Gleichung 2.19 in separate Evolutionsgleichungen:

$$\dot{\psi}_1 = -h_1 |\dot{\epsilon}_{in}| \quad (5.7)$$

$$\dot{\psi}_2 = c(\psi_S - \psi_2) |\dot{\epsilon}_{in}| \quad (5.8)$$

$$\dot{\psi}_3 = -r_\psi |\psi_2 - \psi_r|^{m_\psi - 1} (\psi_2 - \psi_r) + h_3 |\dot{\epsilon}_{in}| \quad (5.9)$$

wobei

$$\psi = \psi_1 + \psi_2 + \psi_3 \quad (5.10)$$

mit den Anfangsbedingungen

$$\psi_1(t=0) = 0, \psi_2(t=0) = 1 \text{ und } \psi_3(t=0) = 0 \quad (5.11)$$

Zur Bestimmung des Grenzwertes ψ_S wird dabei nun die maximale inelastische Dehnschwingbreite direkt berücksichtigt:

$$\psi_S = 1 - \psi_{S,\infty} (1 - \exp(-c_S \Delta \epsilon_{in})) \quad (5.12)$$

mit

$$\Delta \epsilon_{in} = \max_{-\infty < \tau < t} \epsilon_{in}(\tau) - \min_{-\infty < \tau < t} \epsilon_{in}(\tau) \quad (5.13)$$

Die Bedeutung des zu ψ_3 hinzugefügten Terms $h_3 |\dot{\epsilon}_{in}|$ wird dabei an Abbildung 5.6 ersichtlich. Diese zeigt die Abhängigkeit der Entfestigung ψ von der inelastischen Dehnschwingbreite für Versuche ohne Haltezeit sowie mit Haltezeit von einer Minute unter Zug bzw. unter Druck. Die Entfestigung wurde jeweils anhand der Experimentaldaten näherungsweise als Verhältnis der Spannungsschwingbreiten im Referenzzyklus und im ersten Zyklus bestimmt. Als Referenzzyklus wurde der Zyklus am Übergang vom ersten zum zweiten Bereich der Entfestigung definiert. Dieser wurde für jede Dehnamplitude unabhängig von der Haltezeit bei $0.25N_f$ des jeweiligen LCF-Versuches gewählt. Für Versuche ohne Haltezeit wird diese Abhängigkeit, dargestellt durch die grüne Kurve, durch Gleichung 5.12 beschrieben. Wie in der Abbildung beispielhaft und in Abschnitt 4.2 gezeigt, werden bei gleicher Haltezeitdauer für Zug- und Druckhaltezeiten gleiche Entfestigungswerte erreicht. Diese können durch die rote Kurve beschrieben werden, wobei angenommen wird, dass für sehr kleine inelastische Verformungen auch mit Haltezeit (Auslagerung) nahezu keine Entfestigung auftritt. Diese Kurve zeigt ein Minimum für inelastische Dehnschwingbreiten um 0.4%, für größere inelastische Dehnschwingbreiten nimmt die mit Haltezeit beobachtete Entfestigung wieder ab (vgl. Abschnitt 4.3.2). Der statische Entfestigungsterm in ψ_3 allein würde jedoch, wie durch die blaue Kurve dargestellt, bei hinreichend langer Haltezeit unabhängig von der inelastischen Dehnschwingbreite eine zusätzliche Entfestigung um ψ_r vorherzusagen. Der hinzugefügte Term $h_3 |\dot{\epsilon}_{in}|$ dagegen erlaubt die Beschreibung geringerer zusätzlicher Entfestigung durch Haltezeit für größere inelastische Dehnschwingbreiten, indem unter diesen Bedingungen ein Gleichgewicht der beiden Terme bei $|\psi_3| < \psi_r$ erreicht wird. Demgegenüber nimmt $|\psi_3|$ so bei geringer inelastischer Verformung pro Zyklus Werte an, die nahe an ψ_r liegen, da der Einfluss von $h_3 |\dot{\epsilon}_{in}|$ hier gering ist.

Darüber hinaus bietet die Trennung der Terme gegenüber der ursprünglichen Formulierung (Gl. 2.19) eine Reihe von Vorteilen:

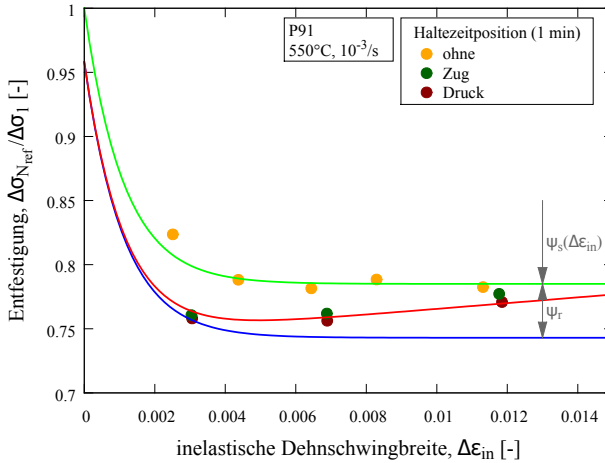


Abbildung 5.6: Abhängigkeit der Entfestigung von der inelastischen Dehnschwingbreite mit und ohne Haltezeit sowie schematische Verläufe der Modellparameter $\psi_S(\Delta\varepsilon_{in})$ und ψ_r

- Die Grenzwerte ψ_S des verformungsabhängigen Entfestigungsterms und ψ_r des zeitabhängigen Entfestigungsterms können unabhängig voneinander erreicht werden. Die wechselweise Annäherung an beide Grenzwerte in der Haltezeit und während der Lastwechsel wird dadurch vermieden. Die unter Haltezeitbelastung entstandene zusätzliche Entfestigung bleibt dadurch auch im Modell unter folgender rein zyklischer Belastung erhalten. Des Weiteren führt dies bei der numerischen Parameterbestimmung nicht mehr zum gegenseitigen Aufschaukeln der entsprechenden Parameter und vereinfacht somit auch die Parameterbestimmung.
- Im ursprünglichen Modell entspricht ψ_S der Entfestigung, die unter rein zyklischer Belastung erreicht wird und ψ_r der Entfestigung, die unter zyklischer Belastung mit Haltezeit erreicht wird. Da das Material unter Haltezeitbelastung stärker entfestigt, als unter rein zyklischer Belastung, gilt $\psi_r < \psi_S < 1$. Dies führt zur Überschätzung der Entfestigung unter Belastungen mit geringer inelastischer Verfor-

mungsrates (vgl. Abschnitt 5.1). Durch die Trennung der Terme im hier vorgestellten Ansatz in separate Evolutionsgleichungen, die additiv zueinander wirken, beschreibt ψ_S im Unterschied dazu zwar weiterhin die Entfestigung unter rein zyklischer Belastung, ψ_r jedoch die *zusätzliche* Entfestigung durch die Haltezeit. ψ_r entspricht damit im modifizierten Modell der Differenz der Grenzwerte im Modell von Aktaa und Schmitt. Dadurch wird durch das Modell für Belastungen mit geringer inelastischer Verformungsrate nicht die volle Entfestigung aus zyklischen Versuchen mit Haltezeit vorhergesagt, sondern lediglich eine deutlich geringere Entfestigung. Dies entspricht experimentellen Untersuchungen unter diesen Bedingungen [34].

- Auch unter Haltezeitbelastung wird die Abhängigkeit der Entfestigung von der vorausgehenden inelastischen Verformung im modifizierten Modell abgebildet. Im Modell von Aktaa und Schmitt dagegen wird zwar die Abhängigkeit des Grenzwertes ψ_S von der vorausgehenden inelastischen Verformung berücksichtigt, unter Haltezeitbelastung nähert sich die Entfestigungsvariable ψ_2 aber an den von der vorausgehenden Verformung unabhängigen Parameter $\psi_r < \psi_S$ an.

Durch die im Vergleich zu Gl. 2.20 geänderte Bestimmung der vorausgehenden inelastischen Dehnung in Gl. 5.12 wird die höhere inelastische Dehnschwingbreite bei Belastung mit kombinierter Haltezeit unter Zug und Druck im Vergleich zur Belastung mit Haltezeit an einer der Gesamtdehnungsmaxima im Modell berücksichtigt. Unter rein zyklischer Belastung wirkt sich diese Änderung nicht aus, da in diesem Fall

$$\max_{-\infty < \tau < t} \varepsilon_{in}(\tau) - \min_{-\infty < \tau < t} \varepsilon_{in}(\tau) \approx 2 * \max_{-\infty < \tau < t} |\varepsilon_{in}(\tau)|$$

gilt.

Zur Modellierung der Schädigung wird weiterhin das ISRM-Modell verwendet:

$$\dot{D} = \left\langle \frac{\sigma}{A} \right\rangle^r |\dot{\epsilon}_{in}| (1 - D)^{-\kappa} \quad (5.14)$$

Das modifizierte Modell besitzt damit mit $E, k, Z, n, H_1, C, R_1, m_1, H_2, R_2, m_2, h_1, c, r_\psi, \psi_r, m_\psi, h_3, \psi_{S,\infty}, c_S, A, r$ und κ insgesamt 22 temperaturabhängige Parameter, die anhand der vorliegenden Versuchsergebnisse zu bestimmen sind. Die optimierte Prozedur der Parameterbestimmung soll im folgenden Abschnitt vorgestellt werden.

5.3 Bestimmung der Modellparameter

Die hohe Anzahl von Modellparametern viskoplastischer Stoffgesetze erfordert aufgrund der Abhängigkeit der Parameter untereinander eine numerische Optimierung. Diese ist für jede betrachtete Temperatur gesondert durchzuführen. Zur dabei notwendigen numerischen Integration der Evolutionsgleichungen wurde das Runge-Kutta-Verfahren vierter Ordnung mit automatischer Schrittweitenkorrektur [151] angewendet. Im Rahmen dieser Arbeit wurde zur Optimierung der Parameter der Programmcode Minuit [152] verwendet. Ausgehend von einem Satz Startparameter wird dabei ein benutzerdefinierter Fehler, der die Abweichung zwischen Simulation mit dem jeweiligen Parametersatz und Experiment beschreibt, durch Variation der Modellparameter minimiert. Zur effizienten Optimierung des Parametersatzes ist dabei die Wahl geeigneter Startparameter von Bedeutung. Unter der Annahme einer Reihe von Vereinfachungen ist eine erste Abschätzung der Parameter direkt an den Versuchsergebnissen möglich [92]. Da hier jedoch geeignete Parametersätze für den niedrigaktivierbaren ferritisch-martensitischen Stahl EUROFER97, der ähnliches mechanisches Verhalten zeigt, vorliegen [10], wurden diese als Ausgangspunkt der Optimierung genutzt. Zur Quantifizierung der Abweichung zwischen Simulation

und Experiment wird weiterhin eine Fehlerfunktion vom χ^2 -Typ verwendet. Zur Optimierung des Parametersatzes für das Verformungsmodell wurde die folgende Fehlerfunktion genutzt:

$$\chi^2 = \sum_{m=1}^{n_{exp}} \sum_{n=1}^{n_{dat,m}} \left(\frac{w (\sigma_{mn}^{sim} - \sigma_{mn}^{exp})^2}{n_{dat,m}} \right) \quad (5.15)$$

n_{exp} bezeichnet die Anzahl der für die Parameteroptimierung berücksichtigten Experimente, $n_{dat,m}$ die Anzahl der Datenpunkte im jeweiligen Experiment. σ_{mn}^{sim} und σ_{mn}^{exp} bezeichnen die berechnete und gemessene Spannung am jeweiligen Datenpunkt. Anhand der Hystereseschleifen des ersten Zyklus und der Spitzenspannungen unter Zug und unter Druck bis zum Ende des zweiten Bereiches der Entfestigung wurde jeweils ein Einzelfehler bestimmt, der Gesamtfehler eines Parametersatzes ist dann die Summe der beiden Einzelfehler. w stellt einen Gewichtungsfaktor dar, wie er in [124] und [92] vorgeschlagen wird. Dieser Gewichtungsfaktor wurde eingeführt, da in dieser Arbeit das Hauptaugenmerk auf der Modellierung des Verhaltens im linearen Bereich der Entfestigung (zwischen 20% und 80% der Lebensdauer) liegt. Als Kompromiss zwischen dem Langzeitverhalten und der näherungsweise Berechnung der Entfestigungsrate in der ersten Phase wurde die folgende einfache Gewichtungsfunktion verwendet:

$$w = \begin{cases} 1 & \text{für } N < N_{linear} \\ 2 & \text{für } N \geq N_{linear} \end{cases} \quad (5.16)$$

N_{linear} ist dabei die Zyklenzahl am Übergang von der ersten in die zweite Phase, also am Beginn des linearen Bereiches der Entfestigung. Zur Vereinfachung wurde hier N_{linear} unabhängig von der Position und Dauer der Haltezeit als 20% der Lebensdauer des rein zyklischen Versuches bei entsprechender Temperatur und Gesamtdehnungsamplitude angenommen.

Zur Bestimmung der Parameter des gekoppelten Schädigungsmodells wurde der Fehler aufgrund der berechneten ($N_{f,m}^{sim}$) und der gemessenen Lebensdauer ($N_{f,m}^{exp}$) der jeweiligen Versuche bestimmt:

$$\chi^2 = \sum_{m=1}^{n_{exp}} \left| N_{f,m}^{sim} - N_{f,m}^{exp} \right|^2 \quad (5.17)$$

Diese Definition des Fehlers führt gegenüber einer logarithmischen Definition bei prozentual gleicher Abweichung der Bruchlastspielzahl zwischen Versuch und Modell zu einem größeren Fehler bei höheren Bruchlastspielzahlen, und damit bei kleineren Gesamdehnungsamplituden. Implizit führt dies zu einer stärkeren Gewichtung der Versuche bei kleinen Gesamdehnungsamplituden in der Parameterbestimmung des Schädigungsmodells. Diese Definition wurde zum einen aus praktischen Gründen gewählt, da hierdurch die größere Anzahl, und damit ebenfalls implizit stärkere Gewichtung der in der Parameterbestimmung genutzten Versuche bei größeren Dehnamplituden zumindest teilweise ausgeglichen werden konnte. Zum anderen erscheint die stärkere Gewichtung der Versuche bei kleinen Dehnamplituden sinnvoll, da diese Belastungen näher an den im Einsatz auftretenden Belastungen liegen und damit eine größere Abweichung in der Lebensdauer unter Laborbedingungen zugunsten einer genaueren Beschreibung unter Einsatzbedingungen akzeptiert wird.

Entsprechend des Lebensdauerkriteriums der Experimente (10% Lastabfall durch Ausbreitung eines Ermüdungsrisses, vgl. Abschnitt 3.3), wurde ein Schädigungswert von $D=0.1$ als Versagenskriterium der Simulation betrachtet. Da die Vernachlässigung der isotropen Entfestigung für lange Haltezeiten im ersten Zyklus nicht möglich ist (vgl. Abschnitt 5.1) wurde die Paramteroptimierung in zwei Schritten durchgeführt. Im ersten Schritt wurden sämtliche Parameter des Verformungsmodells anhand von Versuchsdaten bis zum Beginn des makroskopischen Risswachstums optimiert.

Für die Parameter des Schädigungsmodells wurden dabei zunächst vernachlässigbare Werte angenommen. Im zweiten Schritt wurden die Parameter des Verformungsmodells auf die optimierten Werte fixiert und die Parameter des Schädigungsmodells anhand der Bruchlastspielzahl bestimmt. Da die Parameter des Schädigungsmodells ebenfalls das Verformungsverhalten beeinflussen (und umgekehrt) wurden diese beiden Schritte anschließend iterativ wiederholt bis keine weitere Verbesserung der berechneten Fehler erzielt werden konnte. Das gesamte Vorgehen ist in Abbildung C.13 dargestellt.

5.4 Ergebnisse

Entsprechend der beschriebenen Vorgehensweise wurden für das modifizierte Materialmodell Parametersätze für P91 bei 450 °C und 550 °C bestimmt. Die Parametersätze sind in den Tabellen 5.1 bis 5.4 zusammengefasst. Da die Entfestigungskurven bei Auftragung über die akkumulierte inelastische Dehnung bei 450 °C für Versuche mit und ohne Haltezeit aufeinander fallen (vgl. Abschnitt 4.2.4) wurden hier für die Parameter der Evolutionsgleichung von ψ_3 vernachlässigbare Werte angenommen. Aus diesem Grund werden im folgenden Abschnitt bezüglich des Haltezeiteinflusses vorwiegend Ergebnisse bei 550 °C dargestellt.

Die experimentell ermittelten und die berechneten Hystereseschleifen des ersten Zyklus sind für LCF-Versuche und Versuche mit Zughaltezeit bei 550 °C in Abbildung 5.7 gegenübergestellt. Die Hystereseschleifen im ersten Zyklus werden durch das Modell mit dem gewählten Parametersatz sowohl unter reiner Ermüdungsbelastung, als auch im Versuch mit Haltezeit gut abgebildet. Für lange Haltezeiten wird die Relaxation, d.h. der Spannungsabfall in der Haltezeit, im ersten Zyklus leicht unterschätzt. Die Beschreibung der Hystereseschleifen gelingt dabei unabhängig von der Po-

Tabelle 5.1: E-Modul und angepasste Parameter der Fließregel des erweiterten Modells

Parameter	450 °C	550 °C
E [MPa]	168000	156250
k [MPa]	247.3	162.8
Z [MPa s ^{1/n}]	77.1	220.6
n [-]	12	9

Tabelle 5.2: Angepasste Parameter der kinematischen Verfestigung des erweiterten Modells

Parameter	450 °C	550 °C
H_1 [MPa]	105990	74696
C [MPa]	648.3	563.3
R_1 [MPa ^{1-m} s ⁻¹]	1 x10 ⁻⁷	2.5571 x10 ⁻⁴
m_1 [-]	3.5	2.03
H_2 [MPa]	4790.3	2013.2
R_2 [MPa ^{1-m} s ⁻¹]	2.3879 x10 ⁻⁹	2.7699 x10 ⁻⁴
m_2 [-]	3.17	0.10485

sition der Haltezeit im Belastungspfad (Abb. 5.8).

Eine gute Übereinstimmung von Experiment und Modell wird nicht nur für den ersten Zyklus, sondern auch für das entfestigte Material erzielt. Abbildung 5.9 zeigt dazu die gemessenen und berechneten Hystereseschleifen bei halber Bruchlastspielzahl. Im Vergleich zum ersten Zyklus fällt die Unterschätzung der Relaxation in der Haltezeit mit fortschreitender Entfestigung des Materials deutlich geringer aus.

Tabelle 5.3: Angepasste Parameter der isotropen Entfestigung des erweiterten Modells

Parameter	450 °C	550 °C
h_1 [-]	3.4452×10^{-3}	2.6061×10^{-3}
c [MPa]	2.2244	2.2734
r_ψ [s^{-1}]	0	2.6126×10^{-3}
ψ_r [-]	0	4.1365×10^{-2}
m_ψ [-]	1	2.85
h_3 [-]	0	4.2602×10^{-3}
$\psi_{S,\infty}$ [-]	0.138	0.2237
c_S [-]	1674	2289

Tabelle 5.4: Angepasste Parameter des Schädigungsmodells

Parameter	450 °C	550 °C
A [MPa $s^{1/r}$]	989.1	737.99
r [-]	4.984	4.992
κ [-]	26.8	25

Gute Ergebnisse wurden mit dem modifizierten Modell ebenfalls in der Beschreibung des Haltezeiteinflusses auf die Wechselverformungskurven erzielt. Abbildung 5.10 zeigt die berechneten Wechselverformungskurven in Abhängigkeit von der Haltezeitposition exemplarisch bei 550 °C und $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude. Das modifizierte Modell bildet die Abnahme der Zug-Spitzenspannungen infolge von Zughaltezeiten und die Abnahme der Druck-Spitzenspannungen infolge von Druckhaltezeiten in Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen ab. Dies betrifft sowohl die Abnahme der Spannungsschwingbreite selbst, als auch die Geschwindigkeit, mit der diese Abnahme geschieht. Insbesondere zeigt die

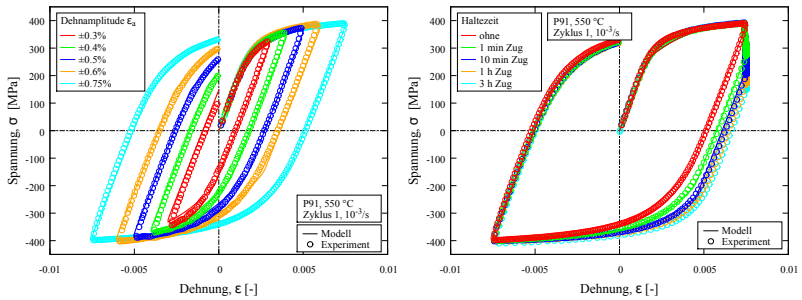


Abbildung 5.7: Vergleich der experimentell bestimmten und der berechneten Hystereseschleifen des ersten Zyklus im Ermüdungsversuch ohne (links) und mit (rechts) Haltezeit bei 550 °C

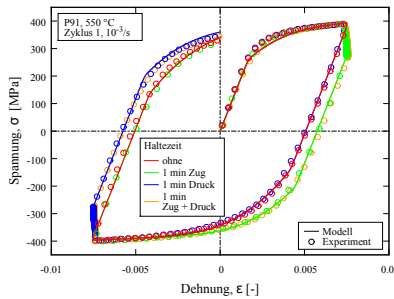


Abbildung 5.8: Vergleich der experimentell bestimmten und der berechneten Hystereseschleifen des ersten Zyklus für unterschiedliche Haltezeitpositionen bei 550 °C und $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude

Einführung des Gewichtungsfaktors zur Vereinfachung des Parameterfittings (vgl. Abschnitt 5.3), der den zweiten Bereich der Entfestigung stärker gewichtet, keinen negativen Einfluss auf die Beschreibung der anfänglichen Entfestigung im ersten Bereich. Dies ist eine deutliche Verbesserung der Beschreibung des Materialverhaltens im Vergleich zur Modellantwort des zugrundeliegenden Modells von Aktaa und Schmitt (vgl. Abb. 5.2).

Zur Charakterisierung des Haltezeiteinflusses auf die Entfestigung wurden Versuche mit einer Haltezeitdauer von 1 min bis 3 h durchgeführt. Bis

5 Modellierung

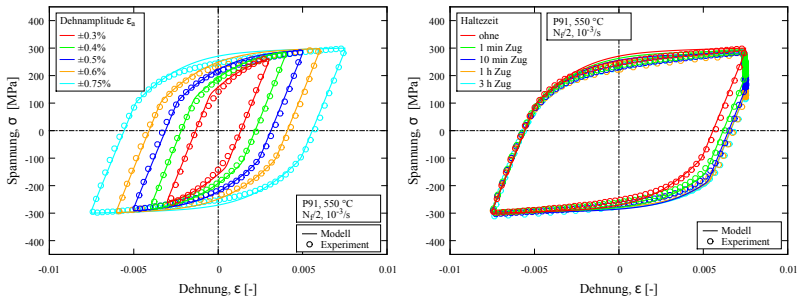


Abbildung 5.9: Vergleich der experimentell bestimmten und der berechneten Hystereseschleifen bei halber Bruchlastspielzahl im Ermüdungsversuch ohne (links) und mit (rechts) Haltezeit bei 550 °C

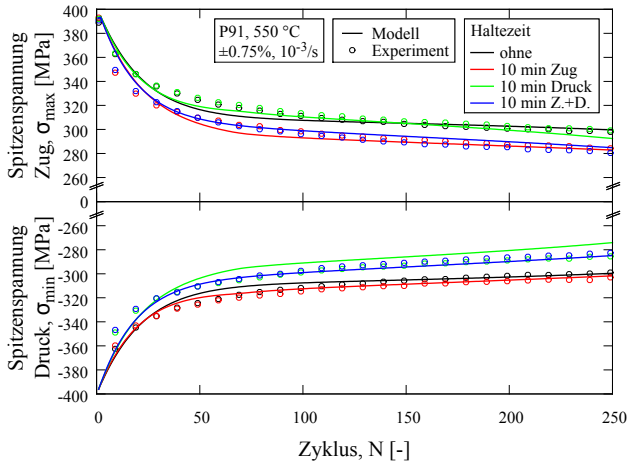


Abbildung 5.10: Vergleich von berechneten und experimentell bestimmten Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und 550 °C

zu einem Punkt der Sättigung, der bei 550 °C und $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude zwischen 1 h und 3 h liegt, führt eine längere Haltezeit zu stärkerer Entfestigung. Entsprechend der experimentellen Ergebnisse in Abbildung 4.10 zeigt Abbildung 5.11 die mit dem modifizierten Modell berechne-

te zyklische Entwicklung der Zug-Spitzenspannung in Abhängigkeit von der Dauer der Zughaltezeit. Der Einfluss der Haltezeitdauer auf das Entfestungsverhalten wird dabei zufriedenstellend abgebildet. Insbesondere zeigt die Modellantwort in Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen nur eine minimale weitere Abnahme der Spannungen für eine Verlängerung der Haltezeitdauer über 1 h hinaus.

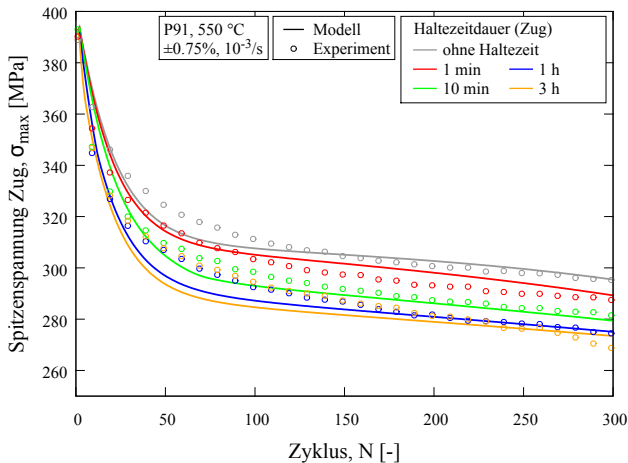


Abbildung 5.11: Vergleich der berechneten und experimentell bestimmten zyklischen Entwicklung der Zug-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für Zughaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

Zur zuverlässigen Bestimmung der Bruchlastspielzahl mit dem gekoppelten Schädigungsmodell ist die präzise Beschreibung des Verformungsverhaltens notwendig. Da das modifizierte Verformungsmodell mit dem gewählten Parametersatz eine zufriedenstellende Beschreibung des Verformungsverhaltens sowohl unter reiner Ermüdungsbelastung, als auch unter kombinierter Kriechermüdungsbelastung ermöglicht sollte damit auch die gewünschte Berechnung der Lebensdauer unter Kriechermüdungsbelastung möglich sein. Abbildung 5.12 zeigt dazu zunächst die berechneten Wechselverformungskurven unter Ermüdungsbelastung bei $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis zum Ver-

sagen. Entsprechende Ergebnisse bei 450 °C sind in Abbildung C.14 dargestellt. Nicht nur das Entfestigungsverhalten, sondern auch die erreichte Bruchlastspielzahl wird im gesamten LCF-Bereich mit dem gewählten Parametersatz gut beschrieben.

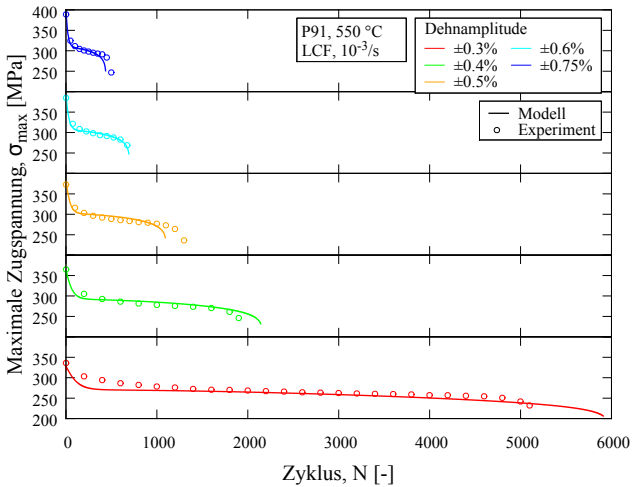


Abbildung 5.12: Vergleich zwischen Experiment und Modellbeschreibung des Entfestigungsverhaltens und der Bruchlastspielzahl dehnungskontrollierter LCF-Versuche bei 550 °C für ±0.3% bis ±0.75% Gesamtdehnungsamplitude

Ein Ziel der Modellierung ist die Abbildung des schädlichen Einflusses von Druckhaltezeiten im modifizierten Modell. Abbildung 5.13 vergleicht dazu die berechneten und die experimentell bestimmten Wechselverformungskurven infolge von zyklischer Belastung mit 1 h Haltezeit unter Zug (links) sowie unter Druck (rechts) bei ansonsten gleichen Bedingungen (550 °C, ±0.75% Gesamtdehnungsamplitude). Die Abnahme der Spannungsschwingbreite infolge der zyklischen Entfestigung, die asymmetrischen Spitzenspannungen infolge der Haltezeit und die geringere Lebensdauer infolge der Druckhaltezeit werden durch das modifizierte Modell wiedergegeben. Dies zeigt, dass eine Beschreibung des Haltezeiteinflusses auf die

Bruchlastspielzahl auf Basis der auftretenden Spannungen und inelastischen Verformungen ohne die explizite Berücksichtigung von Oxidationseffekten (wie in Abschnitt 4.3.3 beschrieben) möglich ist.

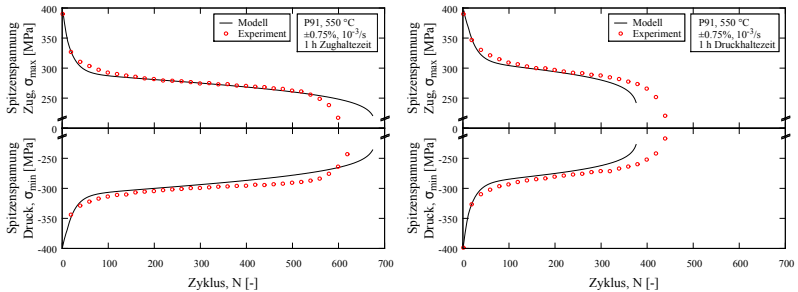


Abbildung 5.13: Abbildung des Einflusses der Haltezeitposition auf die Wechselverformungskurve und die Bruchlastspielzahl im Modell, links: 1 h Zughaltezeit, rechts: 1 h Druckhaltezeit, jeweils bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

Die berechneten und gemessenen Bruchlastspielzahlen aller durchgeführten Versuche mit und ohne Haltezeit werden in Abbildung 5.14 verglichen. Die gestrichelten Linien markieren den Bereich der Abweichung zwischen Experiment und Simulation um den Faktor 2, alle Datenpunkte fallen innerhalb dieser Grenzen. Die Abnahme der Bruchlastspielzahl infolge von Druckhaltezeiten wird im gesamten Bereich gut abgebildet. Insbesondere tritt die größte Abweichung zwischen berechneter und gemessener Bruchlastspielzahl bei $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ für einen Ermüdungsversuch ohne Haltezeit bei $\pm 0.6\%$ Gesamtdehnungsamplitude auf. Die gemessene Bruchlastspielzahl bei Wiederholung des Versuches liegt jedoch nahe an der berechneten Bruchlastspielzahl. Vor allem unter Berücksichtigung der Streuung der Bruchlastspielzahlen im Versuch zeigt das modifizierte Modell mit den gewählten Parametern damit im gesamten untersuchten Bereich eine gute Abbildung der Lebensdauer von P91 unter Ermüdungs- und Kriechermüdungsbelastungen.

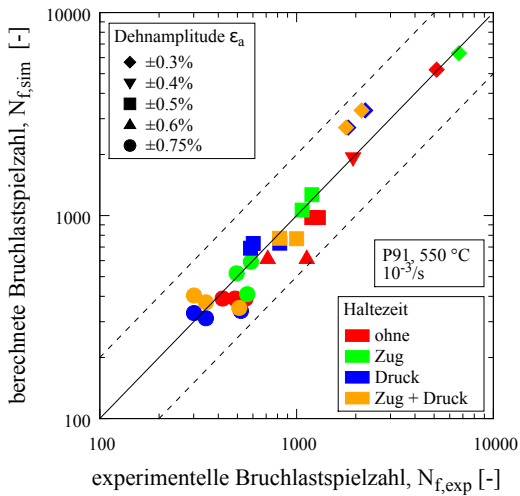
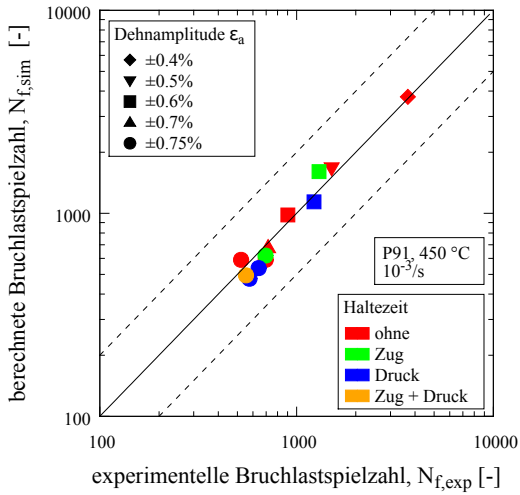


Abbildung 5.14: Vergleich der experimentell bestimmten und der berechneten Bruchlastspielzahlen von P91 im Ermüdungsversuch mit und ohne Haltezeit bei bei 450 °C (oben) und 550 °C (unten)

5.5 Diskussion und Zusammenfassung

Das viskoplastische Verformungs- und Schädigungsverhalten des ferritisch-martensitischen Stahls P91 wurde kontinuumsmechanisch mithilfe eines gekoppelten Materialgesetzes modelliert. Das entwickelte Modell erlaubt die Beschreibung der zyklischen Entfestigung und der Lebensdauer unter zyklischer Belastung im Kurzzeitermüdungsbereich sowohl für reine Ermüdungsbelastungen, als auch für (im Kraftwerksbetrieb vermehrt auftretende) kombinierte Kriech- und Ermüdungsbelastungen.

Das zugrundeliegende Modell von Aktaa und Schmitt wurde anhand der zuvor durchgeführten zyklischen Versuche mit Haltezeit auf seine Anwendbarkeit unter Kriechermüdungsbelastungen evaluiert. Während auch für P91 ein einzelner kinematischer Verfestigungsterm zur Beschreibung der Hystereseschleifen unter Ermüdungsbelastung ausreicht, kann die aus der Haltezeit resultierende Asymmetrie der Hystereseschleifen so nicht mehr zufriedenstellend abgebildet werden. Ebenso erlaubt die im Modell gewählte Formulierung der isotropen Entfestigung eine gute Beschreibung des Entfestigungsverhaltens von P91 im LCF-Versuch, stößt aber bei der Anwendung auf Ermüdungsversuche mit Haltezeit an Grenzen. Insbesondere die sich infolge der Haltezeit einstellende Asymmetrie der zyklischen Spitzenspannungen kann nicht abgebildet werden. Damit ist auch eine Abbildung der charakteristischen Abnahme der Bruchlastspielzahl infolge von Druckhaltezeiten nicht möglich. Ferner ist die empfohlene Strategie zur numerischen Optimierung der Modellparameter für Belastungen mit langen Haltezeiten nicht anwendbar, da vorausgesetzte Unabhängigkeiten einzelner Gruppen von Parametern voneinander nur unter reiner Ermüdungsbelastung ohne Haltezeit gelten.

Grundsätzlich kann eine verbesserte Beschreibung des Materialverhaltens immer durch die Erhöhung der Anzahl der Modellparameter, und damit der

Freiheitsgrade des Modells, erreicht werden. Für eine sinnvolle Erweiterung des Modells ist deshalb ein tiefgreifendes Verständnis des Haltezeiteinflusses auf das Werkstoffverhalten notwendig. Zu diesem Zweck wurden die in Abschnitt 4.3.1 vorgestellten Versuche mit abschnittsweise wechselnder Haltezeitbelastung durchgeführt. Anhand dieser Versuche konnte gezeigt werden, dass sich der Haltezeiteinfluss auf das Verformungs- und Entfestigungsverhalten aus einer zusätzlichen (isotropen) Entfestigung und einer Verschiebung der Hystereseschleifen in Spannungsrichtung aufgrund der unterschiedlichen inelastischen Verformungen in den Lastwechseln infolge der Haltezeit zusammensetzt. Eine sinnvolle Erweiterung des Modells muss dies berücksichtigen und auch abbilden können.

Aufgrund der Ergebnisse dieser Versuche und den Erfahrungen aus der Anpassung der LCF-Versuche mit und ohne Haltezeit wurde das Modell von Aktaa und Schmitt umfangreich modifiziert. Zum einen wurde ein weiterer kinematischer Verfestigungsterm eingeführt. Dieser ermöglicht eine verbesserte Beschreibung der Hysteresen [9] und erlaubt damit die Abbildung der Asymmetrie bzw. Verschiebung infolge von Haltezeiten. Weitere, zusätzliche Verfestigungsterme würden zwar die Abbildung der Hystereseschleifen weiter verbessern können, zur Berücksichtigung der sich infolge der Haltezeit einstellenden Asymmetrie haben sich jedoch zwei Verfestigungsterme als ausreichend erwiesen. Dies stellt damit einen guten Kompromiss aus Genauigkeit und Rechenaufwand bzw. Aufwand zur Parameterbestimmung dar. Zum anderen erlaubt die durchgeführte Trennung von verformungs- und zeitabhängigen Einflüssen auf die isotrope Entfestigung in separate Evolutionsgleichungen eine verbesserte Beschreibung der zusätzlichen Entfestigung infolge der Haltezeit. Zusammen mit einer optimierten Vorgehensweise zur Parameterbestimmung gibt das weiterentwickelte Modell die Ergebnisse der Kurzzeitermüdungsversuche mit und ohne Haltezeit sehr gut wieder.

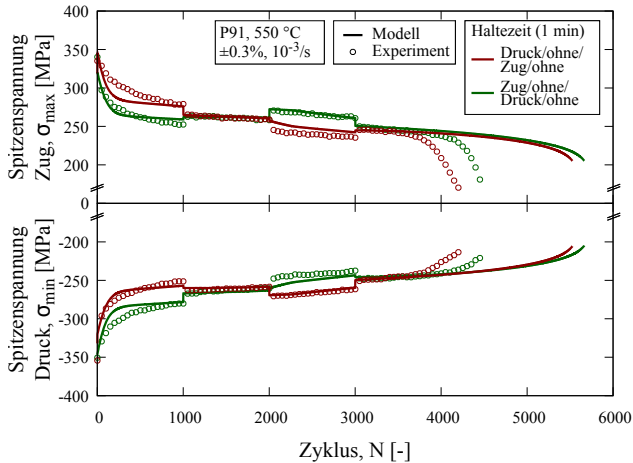


Abbildung 5.15: Vergleich der berechneten und experimentell bestimmten Spitzenspannungen der in Abschnitt 4.3.1 vorgestellten Versuche mit abschnittsweiser Haltezeit

Abbildung 5.15 zeigt den Vergleich zwischen den experimentell bestimmten Spitzenspannungskurven (vgl. Abb. 4.17) der Versuche mit abschnittsweise wechselnder Haltezeit und den entsprechenden mit dem modifizierten Modell berechneten Kurven. Diese Versuche wurden nicht zur Anpassung der Modellparameter verwendet. Sowohl die Asymmetrie der Spitzenspannungen in Phasen mit Haltezeit, als auch die symmetrischen Spitzenspannungen in Phasen ohne Haltezeit werden sehr gut abgebildet. Einzig die anfängliche Entfestigung im ersten Bereich wird durch das Modell innerhalb einer zu geringen Zyklenzahl vorhergesagt. Dies ist in Übereinstimmung mit den LCF-Versuchen ohne Haltezeit (vgl. Abb. 5.12) und liegt nicht in der gewählten Beschreibung des Haltezeiteinflusses auf die Entfestigung, sondern in der Evolutionsgleichung für ψ_2 , die die starke Entfestigung im ersten Bereich beschreibt, begründet: Im LCF-Versuch ohne Haltezeit erfolgt der Übergang vom ersten in den zweiten Bereich der

Entfestigung mit zunehmender Gesamtdehnamplitude bei geringeren akkumulierten inelastischen Dehnungen. Die Geschwindigkeit dieses Übergangs wird im Modell durch den Parameter c beschrieben. Da dieser Parameter in der gewählten Formulierung jedoch für alle Gesamtdehnamplituden konstant ist, wird für kleine Gesamtdehnamplituden eine zu schnelle Abnahme der Spitzenspannungen im ersten Bereich der Entfestigung berechnet. Damit einhergehend wird auch die Bruchlastspielzahl beider Versuche um etwa 25% überschätzt, in Übereinstimmung mit dem Experiment werden jedoch unabhängig von der Reihenfolge der Haltezeiten nahezu gleiche Lebensdauern berechnet. Die insgesamt gute Übereinstimmung zwischen Experiment und Modell ohne explizite Berücksichtigung dieser Versuche in der Bestimmung der Modellparameter zeigt somit die Eignung der für die Beschreibung des Haltezeiteinfluss gewählten Modifikationen des Modells.

Die angepassten Parametersätze geben sowohl die experimentell bestimmten Hystereseschleifen bei 450 °C und 550 °C, als auch die Wechselverformungskurven mit und ohne Haltezeit wieder. Die Berücksichtigung des Haltezeiteinflusses auf das Verformungsverhalten erlaubt die akkurate Berechnung der Bruchlastspielzahl durch das gekoppelte Schädigungsmodell auch unter Kriechermüdungsbelastung. Insbesondere die für ferritisch-martensitische Stähle charakteristische, deutliche Abnahme der Bruchlastspielzahl infolge von Druckhaltezeiten wird durch das erweiterte Modell gut abgebildet. Die Abweichung der berechneten und experimentell ermittelten Bruchlastspielzahlen voneinander liegt im Bereich der Streuung der Lebensdauer bei Wiederholung von Versuchen mit identischen Parametern. Zusammenfassend wurde damit das Ziel der Modellierung, auch unter Haltezeitbelastungen eine zufriedenstellende Beschreibung der Lebensdauer zu ermöglichen, erreicht.

6 Fazit und Ausblick

Die vielfältigen und sich ändernden Anforderungen an moderne Kraftwerke erfordern einen flexiblen Betrieb bei hohen Belastungen. Die verwendeten Komponenten und Werkstoffe werden dadurch kombinierten Kriech- und Ermüdungsbelastungen ausgesetzt obwohl die ursprüngliche Auslegung der Komponenten vielfach im Hinblick auf einen stationären Betrieb zur Grundlastdeckung, d.h. vorwiegend im Hinblick auf die Kriechfestigkeit, erfolgte. Zum zuverlässigen und ökonomischen Betrieb müssen die Schädigungs- und Versagensformen unter den geänderten Betriebsbedingungen verstanden werden.

Aufgrund ihrer thermomechanischen Eigenschaften sind ferritisch-martensitische Stähle prinzipiell für den Hochtemperatureinsatz unter zyklischer Belastung gut geeignet. In der Auslegung der Bauteile muss jedoch die für diese Werkstoffklasse charakteristische zyklische Entfestigung ohne Sättigung, d.h. die kontinuierliche Abnahme der Festigkeit unter zyklischer Belastung, berücksichtigt werden. Hierzu ist die genaue Kenntnis des Entfestigungsverhaltens unter den gegebenen Belastungsbedingungen notwendig. Insbesondere besteht eine starke Wechselwirkung zwischen auftretenden Kriechbelastungen beim Betrieb unter konstanter Last und Ermüdungsbelastungen infolge von Lastwechseln: Zum einen nehmen die auftretenden Kriechraten mit zunehmender Entfestigung ebenfalls deutlich zu, zum anderen führen kombinierte Kriechermüdungsbelastungen im Vergleich zu reinen Ermüdungsbelastungen zu einer stärkeren Entfestigung des Materials.

Im ersten Teil der Arbeit wurde daher das Entfestigungsverhalten des ferritisch-amrtensitischen Stahls P91 unter Kriechermüdungsbelastung umfassend bei 450 °C und 550 °C charakterisiert. Hierzu wurden dehnungskontrollierte Ermüdungsversuche mit Haltezeiten eingesetzt. Insbesondere bei 550 °C zeigte sich eine starke Abhängigkeit des Wechselverformungsverhaltens und der Entfestigung von eingefügten Haltezeiten:

- Die Position der Haltezeit im Belastungszyklus beeinflusst nicht nur das Verformungsverhalten, sondern auch die Lebensdauer. Zughaltezeiten führen (im Vergleich zu Ermüdungsbelastungen ohne Haltezeit bei gleicher Gesamtdehnamplitude) zu einer Abnahme der Spitzenspannungen unter Zug, die Druck-Spitzenspannungen bleiben durch die Zughaltezeit weitestgehend unbeeinflusst. Entsprechend führen Druckhaltezeiten zu einer Abnahme der Druckspannungen bei gleichbleibenden Spitzenspannungen unter Zug. Während Zughaltezeiten nur einen geringen Einfluss auf die Bruchlastspielzahl zeigen führen Druckhaltezeiten zu einer deutlichen Abnahme.
- Längere Haltezeiten führen zu einer stärkeren Entfestigung. Insbesondere kurze Haltezeiten zeigen jedoch den deutlichsten Einfluss, mit zunehmender Haltezeitdauer nimmt die weitere Zunahme der Entfestigung ab. Eine Sättigung dieses Effektes wurde (abhängig von der Gesamtdehnamplitude) im Bereich von 1 h Haltezeitdauer beobachtet. Dies geht mit einem deutlichen Abflachen der Relaxationskurve nach 1 h einher.
- Der Einfluss der Haltezeit auf die Entfestigung nimmt mit abnehmender Gesamtdehnamplitude zu. Dies ist insbesondere zu berücksichtigen, da Laborversuche zur Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens aufgrund der Versuchsdauer vorwiegend bei höheren Belastungen als im späteren Einsatz durchgeführt werden.

Auslegungsregeln müssen einen sicheren Betrieb gewährleisten, d.h. unter allen auftretenden Belastungen hinreichend große Reservefaktoren sicherstellen, und gleichzeitig ein möglichst kostengünstiges Design ermöglichen. Dies erfordert die Berücksichtigung aller charakteristischen Eigenschaften eines Werkstoffes zur zuverlässigen Lebensdauervorhersage unter den auftretenden Belastungen. Gekoppelte Verformungs- und Schädigungsmodelle aus der Kontinuumsmechanik haben hierzu eine gute Eignung unter Ermüdungsbelastungen gezeigt. Unter Kriechermüdungsbelastungen gelang eine zufriedenstellende Berechnung insbesondere der Lebensdauer jedoch bisher nicht.

Basierend auf den experimentellen Untersuchungen im ersten Teil dieser Arbeit wurde daher das Modell von Aktaa und Schmitt im zweiten Teil für den Einsatz unter Kriechermüdungsbelastungen weiterentwickelt. Durch entsprechende Modifikationen konnten sowohl das Verformungsverhalten, als auch das Schädigungsverhalten von P91 unter Kriechermüdungsbelastung im Modell abgebildet werden. Insbesondere der genannte Haltezeiteinfluss auf die Lebensdauer wird dabei durch das Modell wiedergegeben. Die Abweichung der berechneten und experimentell bestimmten Bruchlastspielzahlen liegt dabei für alle betrachteten Bedingungen in der Größenordnung der experimentellen Streuung bei Wiederholung des Versuches. Das entwickelte Materialmodell erlaubt damit eine akkurate Beschreibung von Verformungsverhalten und Lebensdauer unter Kriechermüdungsbelastung.

Die experimentelle Charakterisierung des Werkstoffverhaltens sowie die darauffolgende Modellierung erfolgte im Rahmen dieser Arbeit für einachsige Belastungen. Auf Basis der einachsigen Formulierung des Modells wurde eine mehrachsige Verallgemeinerung vorgeschlagen. Für diese Verallgemeinerung des Modells ist jedoch eine Validierung anhand von Versuchen unter mehrachsiger Belastung notwendig. Dies könnte beispielsweise durch kombinierte zyklische Zug-, Druck- und Torsionsbelastung von Rohr-

proben geschehen. Die Implementierung des validierten Materialmodells in seiner mehrachsigen Formulierung in Finite-Elemente-Codes würde dann eine direkte Lebensdauerabschätzung im Designprozess erlauben. Durch die Bestimmung entsprechender Parametersätze wäre das Modell für weitere ferritisch-martensitische Stähle ebenfalls anwendbar.

Ferner beruht die mikrostrukturelle Interpretation des beobachteten Materialverhaltens in dieser Arbeit ausschließlich auf der zur Verfügung stehenden Literatur, eigene Mikrostrukturuntersuchungen wurden nicht durchgeführt. Die aus dieser Arbeit zur Verfügung stehenden Proben decken ein breites Spektrum an unterschiedlichen Kriechermüdungsbelastungen ab und würden eine detaillierte und systematische Untersuchung der Einflussfaktoren auf die mikrostrukturellen Hintergründe der zyklischen Entfestigung im Rahmen zukünftiger Forschungsprojekte ermöglichen.

Zusammenfassend konnte in dieser Arbeit erfolgreich ein Materialmodell entwickelt werden, das die Beschreibung des Verformungsverhaltens und der Lebensdauer ferritisch-martensitischer Stähle unter Kriechermüdungsbelastungen erlaubt. Der Einsatz des Materialmodells zur Auslegungszwecken ermöglicht zukünftig die akkurate Lebensdauerabschätzung von hochbelasteten Bauteilen, und damit eine sichere Auslegung auch ohne kostspielige Überdimensionierung aufgrund unbekanntem Materialverhaltens, auch im geforderten, flexiblen Betrieb von Kraftwerken.

A Mehrachsige Formulierung des erweiterten Modells

Das in Kapitel 5 für einachsige Belastungen vorgestellte gekoppelte Verformungs- und Schädigungsmodell kann für mehrachsige Belastungen im isothermen Fall folgendermaßen verallgemeinert werden:

$$\begin{aligned}\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} &= \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{el} + \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{in} \\ \boldsymbol{\varepsilon}_{el} &= ((1-D))\mathbf{E}^{-1} : \boldsymbol{\sigma} \\ \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{in} &= \left\langle \frac{|\boldsymbol{\Sigma}| - k}{Z} \right\rangle^n \frac{\boldsymbol{\Sigma}}{\bar{\Sigma}_{eq}} \\ \text{mit } \boldsymbol{\Sigma} &= \frac{\boldsymbol{s}}{\psi(1-D)} - \boldsymbol{\Omega} \text{ und } \Sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}\boldsymbol{\Sigma} : \boldsymbol{\Sigma}}\end{aligned}$$

Für die kinematische Verfestigung gilt:

$$\begin{aligned}\boldsymbol{\Omega} &= \boldsymbol{\Omega}_1 + \boldsymbol{\Omega}_2 \\ \dot{\boldsymbol{\Omega}}_1 &= \frac{2}{3}H_1\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{in} - C_1\boldsymbol{\Omega}_1\dot{p} - R_1\boldsymbol{\Omega}_{1,eq}^{m_1-1}\boldsymbol{\Omega}_1 \\ \dot{\boldsymbol{\Omega}}_2 &= \frac{2}{3}H_2\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{in} - R_2\boldsymbol{\Omega}_{2,eq}^{m_2-1}\boldsymbol{\Omega}_2 \\ \text{mit } \dot{p} &= \sqrt{\frac{2}{3}\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{in} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}_{in}} \text{ und } \Omega_{i,eq} = \sqrt{\frac{3}{2}\boldsymbol{\Omega}_i : \boldsymbol{\Omega}_i}\end{aligned}$$

Die Gleichungen der isotropen Entfestigung lassen sich folgendermaßen verallgemeinern:

$$\boldsymbol{\psi} = \boldsymbol{\psi}_1 + \boldsymbol{\psi}_2 + \boldsymbol{\psi}_3$$

mit den Randbedingungen

$$\boldsymbol{\psi}_1(t=0) = 0, \boldsymbol{\psi}_2(t=0) = 1 \text{ und } \boldsymbol{\psi}_3(t=0) = 0$$

$$\dot{\boldsymbol{\psi}}_1 = -h_1 \dot{p}$$

$$\dot{\boldsymbol{\psi}}_2 = c(\boldsymbol{\psi}_S - \boldsymbol{\psi}_2) \dot{p}$$

$$\dot{\boldsymbol{\psi}}_3 = -r_\psi |\boldsymbol{\psi}_3 - \boldsymbol{\psi}_r|^{m_\psi - 1} (\boldsymbol{\psi}_3 - \boldsymbol{\psi}_r) + h_3 \dot{p}$$

$$\text{mit } \boldsymbol{\psi}_S = 1 - \boldsymbol{\psi}_{S,\infty} (1 - \exp(-c_S \Delta \boldsymbol{\varepsilon}_{in,eq}))$$

$$\text{und } \Delta \boldsymbol{\varepsilon}_{in,eq} = \max_{-\infty < \tau < t} \max_{-\infty < \tau_0 < t} \sqrt{\frac{2}{3}} (\boldsymbol{\varepsilon}_{in}(\tau) - \boldsymbol{\varepsilon}_{in}(\tau_0)) : (\boldsymbol{\varepsilon}_{in}(\tau) - \boldsymbol{\varepsilon}_{in}(\tau_0))$$

Zur Modellierung der Schädigung wird die äquivalente einachsige Spannung $\chi(\boldsymbol{\sigma})$ entsprechend der mehrachsigen Erweiterung des Schädigungsmodells von Rabotnov durch Hayhurst [153] bestimmt:

$$\chi(\boldsymbol{\sigma}) = \alpha_1 \sigma_I + \alpha_2 \text{Spur}(\boldsymbol{\sigma}) + (1 - \alpha_1 - \alpha_2) \sigma_{eq}$$

$$\dot{D} = \left\langle \frac{\chi(\boldsymbol{\sigma})}{A} \right\rangle^r \dot{p} (1 - D)^{-\kappa}$$

$$\text{mit } \sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}} \boldsymbol{s} : \boldsymbol{s}$$

\boldsymbol{s} bezeichnet dabei den deviatorischen Anteil des Spannungstensors, $\boldsymbol{s} = \boldsymbol{\sigma} - \frac{1}{3} \text{Spur}(\boldsymbol{\sigma}) \mathbf{1}$, und σ_I die maximale Hauptspannung. Die zusätzlichen Parameter α_1 und α_2 sind ebenfalls temperaturabhängig und sind anhand von Lebensdauerdaten aus mehrachsigen Kriechversuchen zu bestimmen.

B Technische Zeichnungen

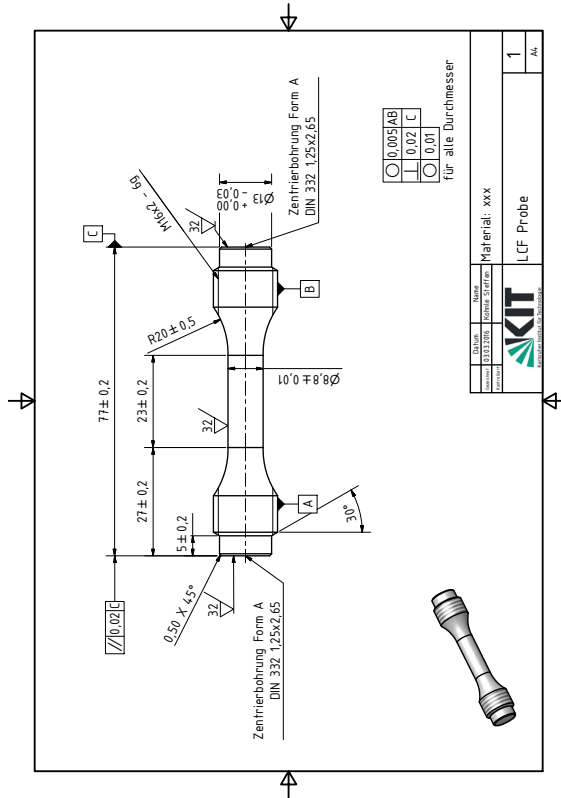


Abbildung B.1: Technische Zeichnung der verwendeten LCF-Probe

C Diagramme

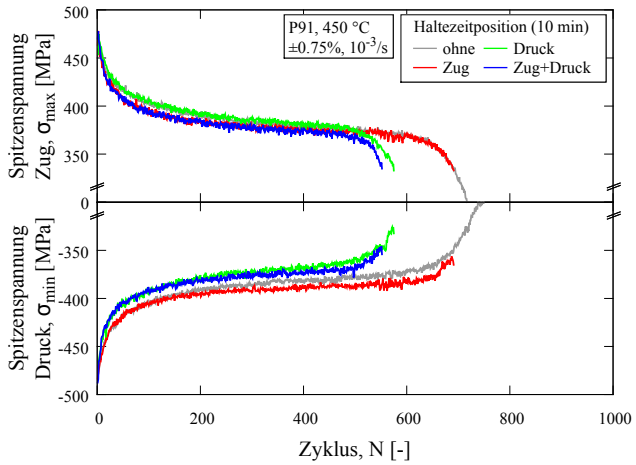


Abbildung C.1: Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und $450\text{ }^{\circ}\text{C}$

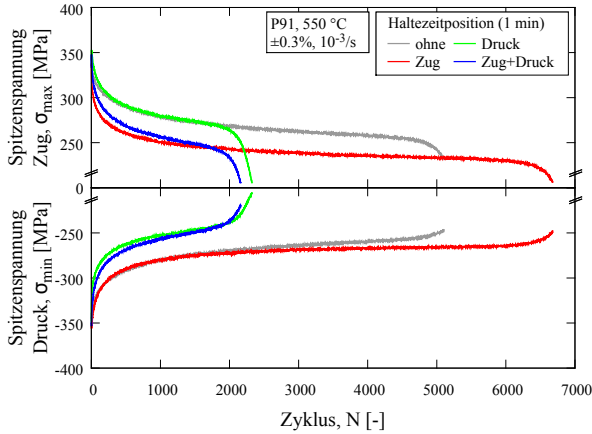


Abbildung C.2: Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude, 1 min Haltezeitdauer und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

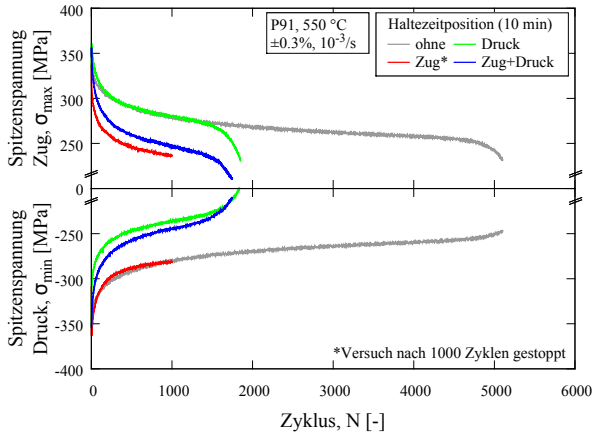


Abbildung C.3: Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

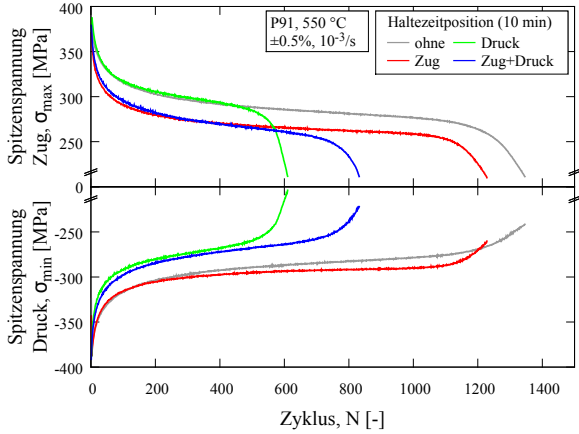


Abbildung C.4: Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.5\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

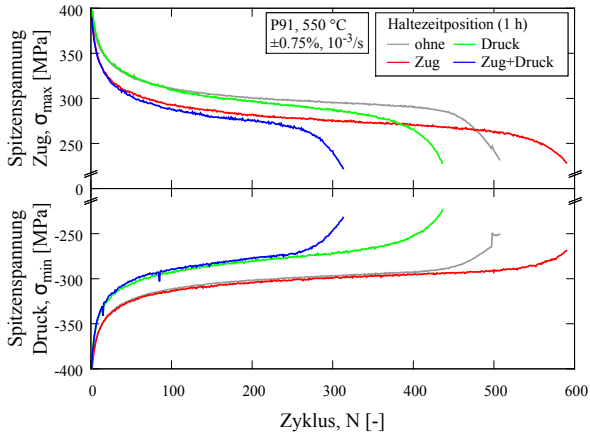


Abbildung C.5: Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 1 h Haltezeitdauer und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

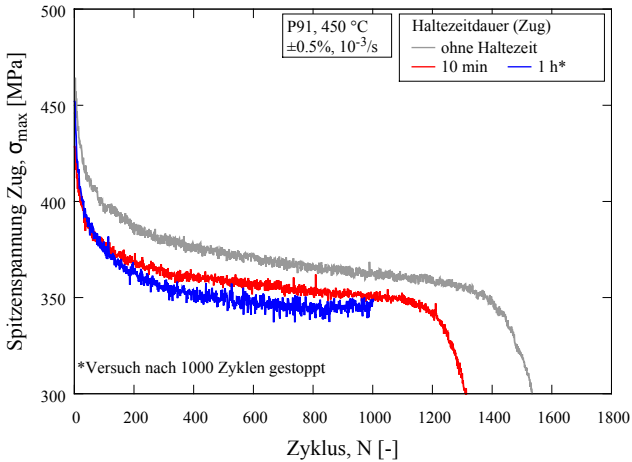


Abbildung C.6: Auftragung der Zug-Spitzenstressung über die Zykluszahl für Zughaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.5\%$ Gesamtdehnamplitude und 450 °C

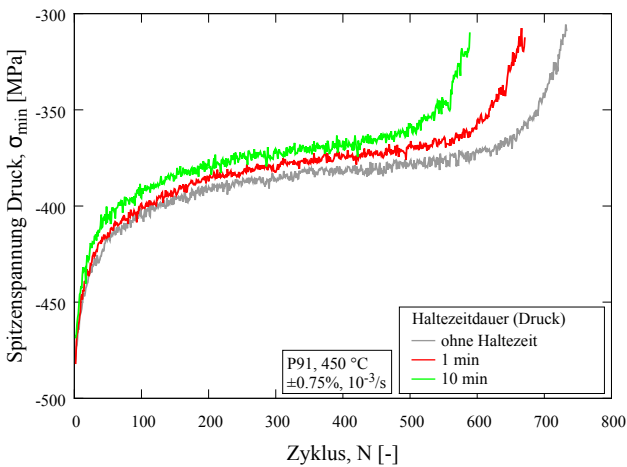


Abbildung C.7: Auftragung der Druck-Spitzenstressung über die Zykluszahl für Druckhaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und 450 °C

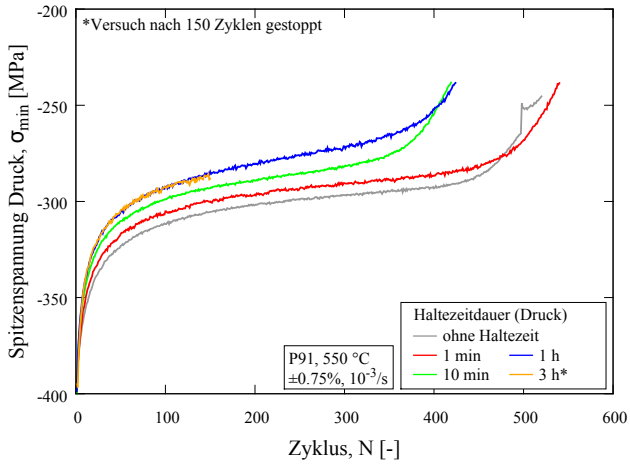


Abbildung C.8: Auftragung der Druck-Spitzenstress über die Zyklenzahl für Druckhaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

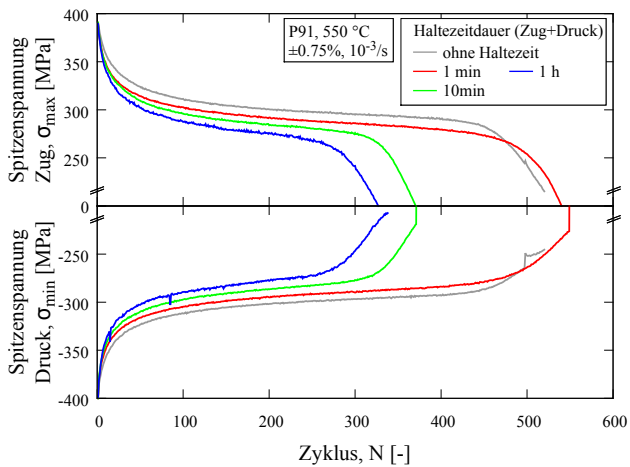


Abbildung C.9: Wechselverformungskurven für kombinierte Zug- und Druckhaltezeiten unterschiedlicher Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

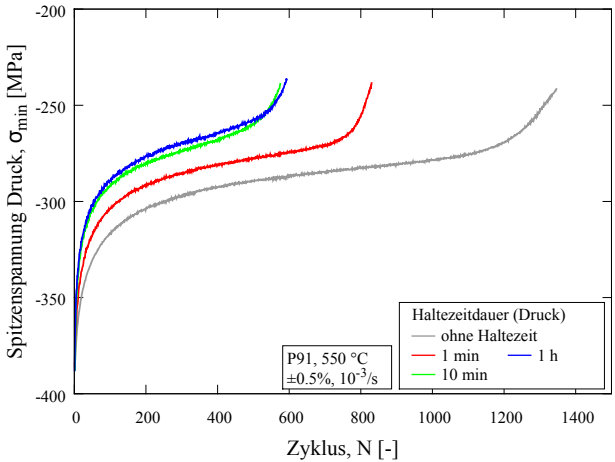


Abbildung C.10: Auftragung der Druck-Spitzenstress über die Zyklenzahl für Druckhaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.5\%$ Gesamtdehnamplitude und 550 °C

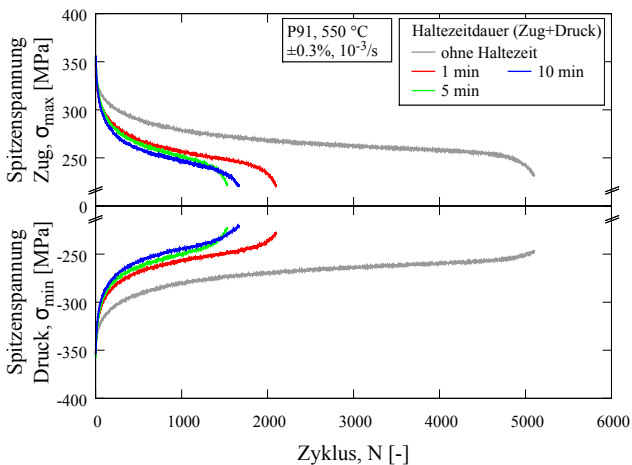


Abbildung C.11: Wechselverformungskurven für kombinierte Zug- und Druckhaltezeiten unterschiedlicher Dauer bei $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude und 550 °C

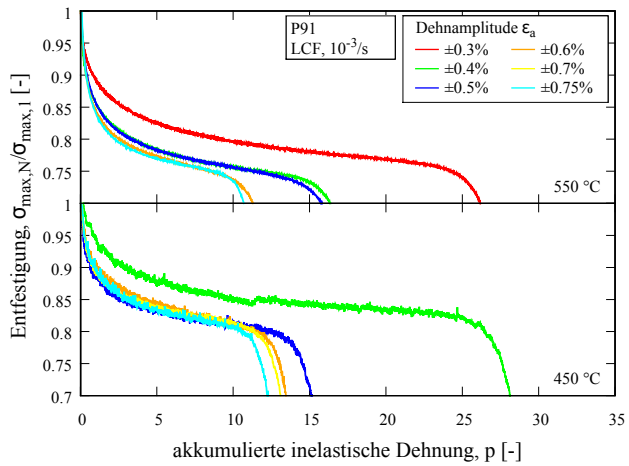


Abbildung C.12: Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für P91 im LCF-Versuch bei 450 °C und 550 °C

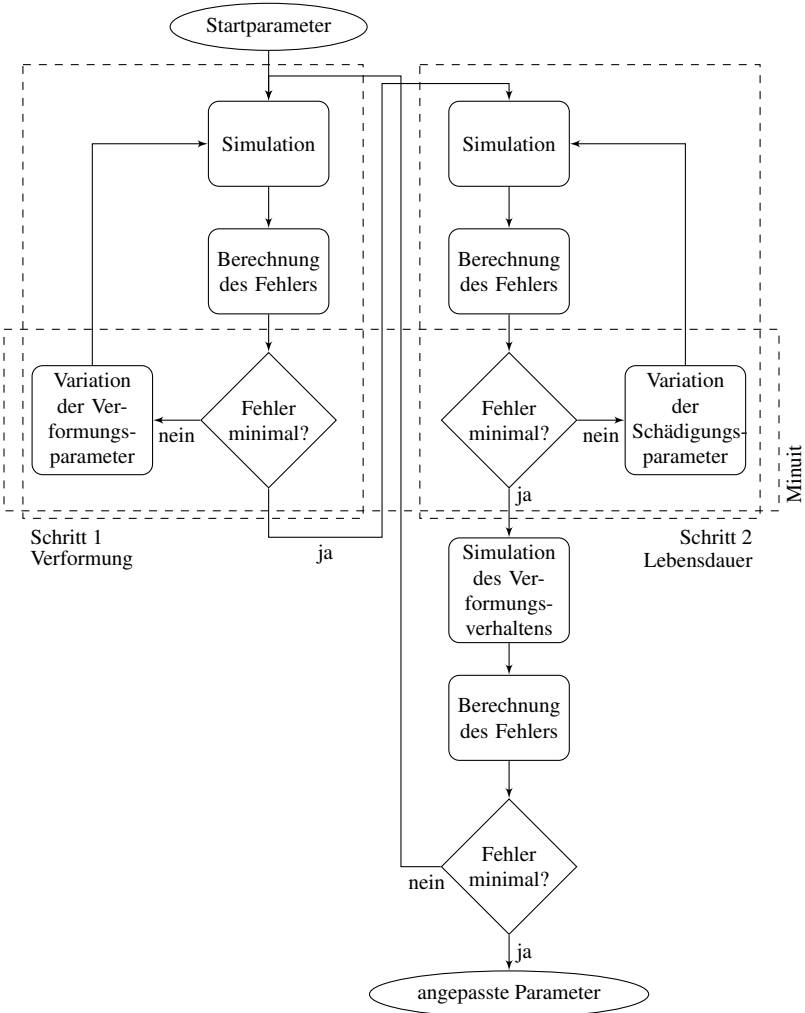


Abbildung C.13: Vorgehensweise der Parameterbestimmung für das modifizierte Materialmodell

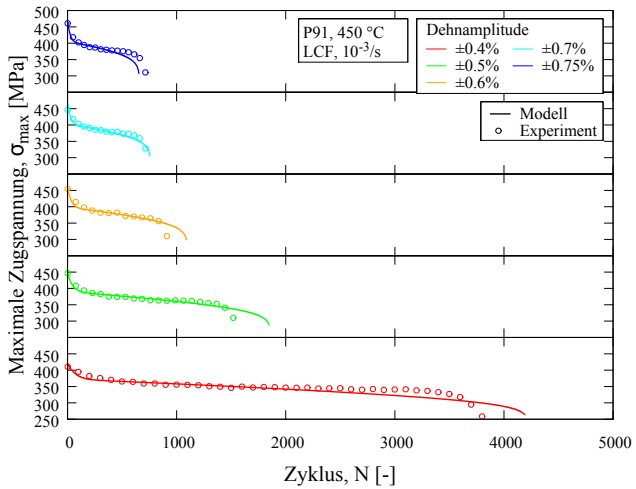


Abbildung C.14: Vergleich zwischen Experiment und Modellbeschreibung des Entfestigungsverhaltens und der Bruchlastspielzahl dehnungskontrollierter LCF-Versuche bei 450 °C für $\pm 0.4\%$ bis $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude

D Tabellen

D.1 Bestimmung der mittleren Hystereseenergie

Da P91 aufgrund der kontinuierlich bis zum Bruch erfolgenden zyklischen Entfestigung im Ermüdungsversuch kein stabilisiertes Verhalten zeigt ist die Bestimmung eines repräsentativen Zyklus nicht möglich. Anstelle der Hystereseenergie in einem bestimmten Zyklus wird deshalb die mittlere Hystereseenergie $W_{T,avg}$ betrachtet. Dazu wird zunächst die gesamte Hystereseenergie bis zum Bruch $W_{T,ges}$ berechnet:

$$W_{T,ges} = \sum_{i=1}^{N_f} \Delta W_T(i) \text{ mit } \Delta W_T(i) = \int_{\sigma>0} \sigma d\varepsilon$$

$\Delta W_T(i)$ bezeichnet dabei die Hystereseenergie unter Zug eines jeden Zyklus i . Die mittlere Hystereseenergie $W_{T,avg}$ ergibt sich dann aus

$$W_{T,avg} = \frac{W_{T,ges}}{N_f}$$

Die Bruchlastspielzahl, die gesamte und die mittlere Hystereseenergie der bei 550 °C durchgeführten Versuche sind in Tabelle D.1 zusammengefasst.

Tabelle D.1: Bruchlastspielzahl, gesamte und mittlere Hystereseenergie der bei 550 °C bis zum Versagen durchgeführten Versuche

Dehnamplitude	Position	Dauer [sec]	N_f [-]	$W_{T,ges}$ [J/cm ³]	$W_{T,avg}$ [J/cm ³]
±0.3%	ohne	-	5151	2633	0.51114
	Zug	60	6689	3784	0.56570
		600	2233	1469	0.65799
	Druck	600	1831	1315	0.71846
		60	2139	1521	0.71127
	Zug+Druck	300	1567	1266	0.80817
		600	1784	1472	0.82522
±0.5%	ohne	-	1290	1917	1.48589
	Zug	60	1067	1630	1.52764
		600	1196	1829	1.52960
	Druck	60	821	1380	1.68124
		600	583	1084	1.85901
	Zug+Druck	3600	602	1136	1.88638
		60	1001	1714	1.71199
	Zug+Druck	600	819	1483	1.81087
		±0.75%	ohne	-	488
Zug	60		561	1593	2.83993
	600		496	1403	2.82863
	3600		586	1628	2.77816
	10800		360	953	2.64722
Druck	60		521	1580	3.03248
	600		406	1120	3.23728
	3600		426	1360	3.19343
Zug+Druck	60		511	1548	3.02896
	600		346	1120	3.23728
	3600		301	981	3.25914

D.2 Parameter des Modells von Aktaa und Schmitt für P91

Entsprechend der vorgeschlagenenen Strategie in [10] wurde der folgende Parametersatz für das Modell von Aktaa und Schmitt für P91 bei 550 °C bestimmt:

Tabelle D.2: Parametersatz des Modells von Aktaa und Schmitt für P91 bei 550 °C

Parameter	Wert	Parameter	Wert	Parameter	Wert
E [MPa]	156250	H [MPa]	56271	h	$5.293 \cdot 10^{-3}$
k [MPa]	37.4	C	503.1	c	2.108
Z [MPa s $^{\frac{1}{n}}$]	456.3	R [MPa $^{1-m}$ s $^{-1}$]	$1.38 \cdot 10^{-6}$	r_{ψ} [s $^{-1}$]	$3.683 \cdot 10^{-5}$
n	11.4	m	2.706	ψ_r	0.682
				m_{ψ}	1
				$\psi_{S,\infty}$	0.2227
				c_s	1134.4

Literaturverzeichnis

- [1] DIGIANFRANCESCO, A.: The fossil fuel power plants technology. In: DIGIANFRANCESCO, A. (Hrsg.): *Materials for Ultra-Supercritical and Advanced Ultra-Supercritical Power Plants*, Woodhead Publishing, Amsterdam, Heidelberg, 2017
- [2] MAYER, K.-H.; MASUYAMA, F.: The development of creep-resistant steels. In: ABE, F.; KERN, T.-U.; VISWANATHAN, R. (Hrsg.): *Creep-resistant steels*, Woodhead Publishing, Cambridge, 2008
- [3] MASUYAMA, F.: History of Power Plants and Progress in Heat Resistant Steels. In: *ISIJ International* 41 (2001), S. 612–625
- [4] BUNDESAMT FÜR WIRTSCHAFT UND ENERGIE: *Zeitreihen zur Entwicklung der erneuerbaren Energien in Deutschland*. <http://www.erneuerbare-energien.de/EE/Redaktion/DE/Downloads/zeitreihen-zur-entwicklung-der-erneuerbaren-energien-in-deutschland-1990-2016.pdf>. Version: 20. Sept. 2017
- [5] FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR SOLARE ENERGIESYSTEME (ISE): *Stromproduktion in Deutschland in Woche 37 2017*. https://www.energy-charts.de/power_de.htm?source=all-sources&week=37&year=2017. Version: 20. Sept. 2017
- [6] HENRY, J.F.: Growing experience with P91/T91 forcing essential code changes. In: *Combined Cycle Journal* (2005), S. 8–17

- [7] NILSSON, K.-F.; DOLCI, F.; SELDIS, T.; RIPPLINGER, S.; GRAH, A. ; SIMONOVSKI, I.: Assessment of thermal fatigue life for 316L and P91 pipe components at elevated temperatures. In: *Engineering Fracture Mechanics* 168A (2016), S. 73–91
- [8] CHABOCHE, J. L.: Viscoplastic Constitutive Equations for the Description of Cyclic and Anisotropic Behaviour of Metals. In: *Bulletin de l'academie polonaise des sciences* 25 (1977), S. 33–42
- [9] CHABOCHE, J. L.: A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories. In: *International Journal of Plasticity* 24 (2008), S. 1642–1693
- [10] AKTAA, J.; SCHMITT, R.: High temperature deformation and damage behavior of RAFM steels under low cycle fatigue loading: Experiments and modeling. In: *Fusion Engineering and Design* 81 (2006), S. 2221–2231
- [11] LU, J.; SUN, W.; BECKER, A. ; SAAD, A.A.: Simulation of the fatigue behaviour of a power plant steel with a damage variable. In: *International Journal of Mechanical Sciences* 100 (2015), S. 146–157
- [12] THU KYAW, S.; ROUSE, J.P.; LU, J. ; SUN, W.: Determination of material parameters for a unified viscoplasticity-damage model for a P91 power plant steel. In: *International Journal of Mechanical Sciences* 115-116 (2016), S. 168–179
- [13] ASTM STANDART E2714-13: *Standart Test Method for Creep-Fatigue Testing*. ASTM International, 2013
- [14] ASAYAMA, T.; TACHIBANA, Y.: *Collect Available Creep-Fatigue Data and Study Existing Creep-Fatigue Evaluation Procedures for Grade 91 and Hastelloy XR*. JAEA Report on Task 5 of DOE/ASME Generation IV Materials Project, 2007

- [15] MEETHAM, G.W.; VAN DE VOORDE, M.H.: *Materials for High Temperature Engineering Applications*. Springer, Berlin, Heidelberg, 2000
- [16] HALD, J.: High-alloyed martensitic steel grades for boilers in ultra-supercritical power plants. In: DIGIANFRANCESCO, A. (Hrsg.): *Materials for Ultra-Supercritical and Advanced Ultra-Supercritical Power Plants*, Woodhead Publishing, Amsterdam, Heidelberg, 2017
- [17] JESPER, H.; KAUTZ, H.R.: Eigenschaften, Verarbeitung und Bewährung des Stahls X20CrMo(W)V 12 1 im Kraftwerk. In: SPÄHN, H. (Hrsg.): *Werkstoffe und Schweißtechnik im Kraftwerk: VGB-Werkstofftagung 1985*, 1985, S. 274–316
- [18] DiSTEFANO, J.R.; SIKKA, V.K.; BLASS, J.J.; BRINKMAN, C.R.; CORUM, J.M.; HORAK, J.A.; HUDDLESTON, R.L.; KING, J.F.; MCCLUNG, R.W. ; SARTORY, W.K.: *Summary of Modified 9Cr-1Mo Steel Development Program: 1975-1985*. Oak Ridge National Laboratory, ORNL-6303, 1986
- [19] NAOI, H.: NF616 Pipe Production and Properties and Welding Development in New Steels for Advanced Plant up to 620 °C. In: METCALFE, E. (Hrsg.): *Proceedings of EPRI National Power Conference*, 1995, S. 8–30
- [20] ISO 6303:1981: *Pressure vessel steels not included in ISO 2604, Parts 1 to 6 – Derivation of long-time stress rupture properties*. International Organization for Standardization, 1981
- [21] CERJAK, H.; HOFER, P.; SCHAFFERNAK, B.; SPIRADEK, K. ; ZEILNER, G.: The Main Parameters Influencing the Creep Resistance of Advanced 9-12%Cr-Steels for Power Plant Applications. In: LECOMTE-BECKERS, J. (Hrsg.): *Materials for Advanced Power En-*

- gineering. Proceedings of the 6th Liège Conference*, Schriften des Forschungszentrums Jülich, 1998, S. 287–296
- [22] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS: *A.S.T.M. Tentative Standards*. 1934
- [23] KLUEH, R.L.; HARRIES, D.R.: *High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear applications*. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, 2001
- [24] THORNTON, D. V.; MAYER, K. H.: New materials for advanced steam turbines. In: *Proceedings of the Fourth International Charles Parsons Conference on Advances in Turbine Materials, Design and Manufacturing*, London Institute of Materials, 1997
- [25] MASUYAMA, F.: Low-alloyed steel grades for boilers in ultra-supercritical power plants. In: DIGIANFRANCESCO, A. (Hrsg.): *Materials for Ultra-Supercritical and Advanced Ultra-Supercritical Power Plants*, Woodhead Publishing, Amsterdam, Heidelberg, 2017
- [26] HAMAGUCHI, T.; OKADA, H.; SEMBA, H.; HIRATA, H.; ISEDA, A. ; YOSHIZAWA, M.: Development of High Strength 9Cr-3W-3Co-Nd-B Heat Resistant Steel Tube and Pipe. In: *Proceedings of the 41st MPA Seminar*, MPA Stuttgart, 2015
- [27] ABE, F.; HORIUCHI, T.; TANEIKE, M. ; SAWADA, K.: Stabilization of martensitic microstructure in advanced 9Cr steel during creep at high temperature. In: *Materials Science & Engineering A* 378 (2004), S. 299–303
- [28] DANIELSEN, H. K.; HALD, J.: Behaviour of Z-phase in 9-12%Cr steels. In: *Energy Materials* 1 (2006), S. 49–57

- [29] CIPOLLA, L.: *Conversion of MX Nitrides to Modified Z-phase in 9-12%Cr Ferritic Steels*. Dissertation, Danmarks Tekniske Universitet, 2010
- [30] BARNARD, P.: Austenitic steel grades for boilers in ultra-supercritical power plants. In: DIGIANFRANCESCO, A. (Hrsg.): *Materials for Ultra-Supercritical and Advanced Ultra-Supercritical Power Plants*, Woodhead Publishing, Amsterdam, Heidelberg, 2017
- [31] BREITLING, H.; DIETZ, W. ; PENKALLA, H. J.: Evaluation of Mechanical Properties of the Alloy NiCr22Co12Mo (Alloy 617) for Heat Exchanging Components of HTGRs. In: *Proceedings of the IAEA Conference on High Temperature Metallic Materials for Gas-Cooled Reactors*, International Atomic Energy Agency, 1988, S. 96–104
- [32] METZGER, K.; CZYCHON, K. H.; MAILE, K.; KLENK, A.; HELMRICH, A. ; CHEN, Q.: GKM test rig: Investigation on the long term operation behavior of tubes and forgings made of nickel-base alloys for future high-efficient power plants. In: *Proceedings of the 6th international EPRI Conference on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants*, 2007
- [33] MARUYAMA, K.; SAWADA, K. ; KOIKE, J.: Strengthening Mechanisms of Creep Resistant Tempered Martensitic Steel. In: *ISIJ International* 41 (2001), S. 641–653
- [34] PANAIT, C.G.; ZIELINSKA-LIEPIEC, A.; KOZIEL, T.; CZYRSKA-FILEMONOWICZ, A.; GOURGUES-LORENZON, A.-F. ; BENDICK, W.: Evolution of dislocation density, size of subgrains and MX-type precipitates in a P91 steel during creep and thermal aging at 600°C for more than 100,000h. In: *Materials Science and Engineering A* 527 (2010), S. 4062–4069

- [35] ABE, F.: Strengthening mechanisms in steel for creep and creep rupture. In: ABE, F.; KERN, T.-U.; VISWANATHAN, R. (Hrsg.): *Creep-resistant steels*, Woodhead Publishing, Cambridge, 2008, S. 279–304
- [36] FOURNIER, B.; SAUZAY, M.; RENAULT, A.; BARCELO, F.; PINEAU, A.: Microstructural evolutions and cyclic softening of 9%Cr martensitic steels. In: *Journal of Nuclear Materials* 386-388 (2009), S. 71–74
- [37] TAVASSOLI, A.-A.F.; ALAMO, A.; BEDEL, L.; FOREST, L.; GENTZBITTEL, J.-M.; RENSMAN, J.-W.; DIEGELE, E.; LINDAU, R.; SCHIRRA, M.; SCHMITT, R.; SCHNEIDER, H.-C.; PETERSEN, C.; LANCHI, A.-M.; FERNANDEZ, P.; FILACCHIONI, G.; MADAY, M.F.; MERGIA, K.; BOUKOS, N.; BALUC; SPÄTIG, P.; ALVES, E.; LUCON, E.: Materials design data for reduced activation martensitic steel type EUROFER. In: *Journal of Nuclear Materials* 329A (2004), S. 257–262
- [38] VAN DER SCHAAF, B.; TAVASSOLI, F.; FAZIO, C.; RIGAL, E.; DIEGELE, E.; LINDAU, R.; LEMAROIS, G.: The development of EUROFER reduced activation steel. In: *Fusion Engineering and Design* 69 (2003), S. 197–203
- [39] KNEŽEVIĆ, V.; BALUN, J.; SAUTHOFF, G.; INDEN, G.; SCHNEIDER, A.: Design of martensitic/ferritic heat-resistant steels for application at 650 °C with supporting thermodynamic modelling. In: *Materials Science and Engineering A* 477 (2008), S. 334–343
- [40] KLUEH, R.L.: *Elevated-temperature ferritic and martensitic steels and their application to future nuclear reactors*. Oak Ridge National Laboratory, ORNL/TM-2004/176, 2004
- [41] PANDEY, C.; GIRI, A.; MAHAPATRA, M.M.: Evolution of phases in P91 steel in various heat treatment conditions and their effect on

- microstructure stability and mechanical properties. In: *Materials Science & Engineering A* 664 (2016), S. 58–74
- [42] KLUEH, R. L.; NELSON, A. T.: Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors. In: *Journal of Nuclear Materials* 371 (2007), S. 37–52
- [43] KLUEH, R.L.: Ferritic/martensitic steels for advanced nuclear reactors. In: *Transactions of The Indian Institute of Metals* 62 (2009), S. 81–87
- [44] 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), S. 3–12
- [45] FOURNIER, B.; SAUZAY, M. ; PINEAU, A.: Micromechanical model of the high temperature cyclic behavior of 9-12%Cr martensitic steels. In: *International Journal of Plasticity* 27 (2011), S. 1803–1816
- [46] 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: *Metallurgical and Materials Transactions A* 40A (2009), S. 330–341
- [47] KANEKO, K.; MATSUMURA, S.; SADAKATA, A.; FUJITA, K.; MOON, W.-J.; OZAKI, S.; NISHIMURA, N. ; TOMOKIYO, Y.: Characterization of carbides at different boundaries of 9Cr-steel. In: *Materials Science and Engineering A* 374 (2004), S. 82–89
- [48] THOMAS PAUL, V.; SAROJA, S. ; VIJAYALAKSHMI, M.: Microstructural stability of modified 9Cr-1Mo steel during long term exposures at elevated temperatures. In: *Journal of Nuclear Materials* 378 (2008), S. 273–281

- [49] SAUZAY, M.; BRILLET, H.; MONNET, I.; MOTTOT, M.; BARCELO, F.; FOURNIER, B. ; PINEAU, A.: Cyclically induced softening due to low-angle boundary annihilation in a martensitic steel. In: *Materials Science and Engineering A* 400-401 (2005), S. 241–244
- [50] PEŠIČKA, J.; KUŽEL, R.; DRONHOFER, A. ; EGGELER, G.: The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensitic ferritic steels. In: *Acta Materialia* 51 (2003), S. 4847–4862
- [51] SAWADA, K.; TAKEDA, M.; MARUYAMA, K.; ISHII, R.; YAMADA, M.; NEGAE, Y. ; KOMINE, R.: Effect of W on recovery of lath structure during creep of high chromium martensitic steels. In: *Materials Science and Engineering A* 267 (1999), S. 19–25
- [52] CERJAK, H.; FOLDYNA, V.; HOFER, P. ; SCHAFFERNAK, B.: Microstructure of Advanced High Chromium Power Plant Steels. In: STRANG, A. (Hrsg.); GOOCH, D.J. (Hrsg.): *Microstructural Development and Stability in High Chromium Ferritic Power Plant Steels*, Institute of Metals, London, 1997, S. 145–158
- [53] SULAIMAN, S.; LI, H.; DREW, M. ; DUNNE, D.: Simulation of HAZ Microstructures in P91 Steel using Dilatometric and Gleeble Techniques. In: SHIBLI, I.A. (Hrsg.); HOLDSWORTH, S.R. (Hrsg.): *Creep & Fracture in High Temperature Components: Design & Life Assessments*, DEStech Publications, Lancaster, 2009, S. 1046–1057
- [54] ORR, J.; WOOLLARD, L.: The Development of 9% CrMo steels from Steel 91 to E911. In: STRANG, A. (Hrsg.); GOOCH, D.J. (Hrsg.): *Microstructural Development and Stability in High Chromium Ferritic Power Plant Steels*, Institute of Metals, London, 1997, S. 53–72

- [55] ALINGER, M.J.: *On the formation and stability of nanometer scale precipitates in ferritic alloys during processing and high temperature service*. Dissertation, University of California, Santa Barbara, 2004
- [56] HALL, E.O.: The Deformation and Ageing of Mild Steel: III. Discussion and Results. In: *Proceedings of the Physical Society B* 64 (1951), S. 747–753
- [57] KADOYA, Y.; SHIMIZU, E.: Effect of Solute Mo, W and Dispersoid Carbonitride on High Temperature Creep of Ferritic Steels. In: *Tetsu-to-Hagane* 85 (1999), S. 827–834
- [58] OROWAN, E.: Discussion. In: *Symposium on internal Stresses in Metals and Alloys*, Institute of Metals, London, 1948, S. 451–453
- [59] CERJAK, H.; HOFER, P. ; SCHAFFERNAK, B.: Microstructural Aspects on the Creep Behaviour of Advanced Power Plant Steels. In: *Key Engineering Materials* 171-174 (2000), S. 453–460
- [60] HALD, J.; STRAUB, S. ; FOLDYNA, V.: Microstructural Stability of 9-12%CrMo(W)VNbN- Steels. In: LECOMTE-BECKERS, J. (Hrsg.): *Materials for Advanced Power Engineering. Proceedings of the 6th Liège Conference*, Schriften des Forschungszentrums Jülich, 1998, S. 155–170
- [61] IWANAGA, K.; TSUCHIYAMA, T. ; TAKAKI, S.: Strengthening Mechanisms in Heat-Resistant Martensitic 9Cr Steels. In: *Key Engineering Materials* 171-174 (1999), S. 477–482
- [62] KLUEH, R.L.; HASHIMOTO, N. ; MAZISASZ, P.J.: New nano-particle-strengthened ferritic/martensitic steels by conventional thermo-mechanical treatment. In: *Journal of Nuclear Materials* 367 (2007), S. 48–53

- [63] BÜRCEL, R.; MAIER, H.J. ; NIENDORF, T.: *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*. Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2011
- [64] ABE, F.: Introduction. In: ABE, F. (Hrsg.); KERN, T.-U. (Hrsg.) ; VISWANATHAN, R. (Hrsg.): *Creep-resistant steels*, Woodhead Publishing, Cambridge, 2008, S. 1–14
- [65] AKTAA, J.; SCHINCKE, B.: Creep Lifetime Under Constant Load and Constant Stress: Theory and Experiment. In: *Journal of Testing and Evaluation* 24 (1996), S. 212–222
- [66] NORTON, F.H.: *The Creep of Steels at High Temperatures*. McGraw-Hill, New York, 1929
- [67] BARRETT, R. A.; O'DONOGHUE, P. E. ; LEEN, S. B.: An improved unified viscoplastic constitutive model for strain-rate sensitivity in high temperature fatigue. In: *International Journal of Fatigue* 48 (2013), S. 192–204
- [68] KLOC, L.; SKLENIČKA, V.: Transition from power-law to viscous creep behaviour of P-91 type heat-resistant steel. In: *Materials Science and Engineering A* 234-236 (1997), S. 962–965
- [69] SKLENIČKA, V.; KUCHAROVÁ, K.; SVOBODA, M.; KLOC, L.; BURŠÍK, J. ; KROUPA, A.: Long-term creep behavior of 9-12%Cr power plant steels. In: *Materials Characterization* 51 (2003), S. 35–48
- [70] EUROPEAN CREEP COLLABORATIVE COMMITTEE (ECCC): *ECCC Data Sheets Issue 2, Revision 001*. 2014
- [71] HOLMSTRÖM, S.; POHJA, R. ; PAYTEN, W.: Creep-Fatigue Interaction Models for Grade 91 Steel. In: *Materials Performance and Characterization* 3 (2014)

- [72] SURESH, S.: *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, 1998
- [73] CHRIST, H.-J.: *Wechselverformungsverhalten von Metallen*. Springer, Berlin, Heidelberg u.a., 1991
- [74] ASTM E606/E606M-12: *Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing*. ASTM International, 2012
- [75] ISO 12106-2003: *Metallic materials - Fatigue testing - Axial strain-controlled method*. International Organization for Standardization, 2003
- [76] FOURNIER, B.; DALLE, F.; SAUZAY, M.; LONGOUR, J.; SALVI, M.; CAËS, C.; TOURNIÉ, I.; GIROUX, P.-F. ; KIM, S.-H.: Comparison of various 9-12%Cr steels under fatigue and creep-fatigue loadings at high temperature. In: *Materials Science and Engineering A 528* (2011), S. 6934–6945
- [77] MARMY, P.; KRUML, T.: Low cycle fatigue of Eurofer 97. In: *Journal of Nuclear Materials 377* (2008), S. 52–58
- [78] GIROUX, P.F.; DALLE, F.; SAUZAY, M.; CAËS, C.; FOURNIER, B.; MORGENEYER, T. ; GOURGUES-LORENZON, A.F.: Influence of strain rate on P92 microstructural stability during fatigue tests at high temperature. In: *Procedia Engineering 2* (2010), S. 2141–2150
- [79] SWINDEMAN, R.W.: Cyclic Stress-Strain-Time Response of a 9Cr-1Mo-V-Nb Pressure Vessel Steel at High Temperature. In: SOLOMON, H.D. (Hrsg.); HALFORD, G.R. (Hrsg.); KAISAND, L.R. (Hrsg.) ; LEIS, B.N. (Hrsg.): *Low Cycle Fatigue, ASTM STP 942*, American Society for Testing and Materials, 1988, S. 107–122
- [80] KIM, S.; WEERTMAN, J.R.: Investigation of Microstructural Changes in a Ferritic Steel Caused by High Temperature Fatigue. In: *Metallurgical Transactions A 19A* (1988), S. 999–1007

- [81] SHANKAR, V.; VALSAN, M.; BHANU SANKARA RAO, K.; KANNAN, R.; MANNAN, S. L. ; PATHAK, S. D.: Low cycle fatigue behavior and microstructural evolution of modified 9Cr-1Mo ferritic steel. In: *Material Science and Engineering A 437* (2006), S. 413–422
- [82] FOURNIER, B.; SAUZAY, M.; CAËS, C.; NOBLECOURT, M. ; MOTTOT, M.: Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel Part I: Study of the influence of strain amplitude and temperature under pure fatigue loadings using an enhanced stress partitioning method. In: *Materials Science and Engineering A 437* (2006), S. 183–196
- [83] GUGULOTH, K.; SIVAPRASAD, S.; CHAKRABARTI, D. ; TARAFDER, S.: Low-cycle fatigue behavior of modified 9Cr-1Mo steel at elevated temperature. In: *Materials Science and Engineering A 604* (2014), S. 196–206
- [84] VERMA, P.; BASU, J.; SANTHI SRINIVAS, N.C. ; SINGH, V.: Deformation behavior of modified 9Cr-1Mo steel under low cycle fatigue at 600 °C. In: *Materials Characterization 131* (2017), S. 244–252
- [85] FOURNIER, B.; SALVI, M.; DALLE, F.; DE CARLAN, Y.; CAËS, C.; SAUZAY, M. ; PINEAU, A.: Life prediction of 9-12%Cr martensitic steels subjected to creep-fatigue at high temperature. In: *International Journal of Fatigue 32* (2010), S. 971–978
- [86] WAREING, J.; TAVASSOLI, A.-A.: Assessment of martensitic steels for advanced fusion reactors. In: *Transactions of the 13th International conference on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT13)*, 1995, S. 563–574
- [87] WOOD, D.S.; BALDWIN, A. B.; GROUNDS, F. W. ; WYNN, J.: Mechanical properties data on 9% Cr Steel. In: PUGH, S. F. (Hrsg.): *Ferritic steels for fast reactor steam generators*, 1978, S. 189–192

- [88] CHANG, H.J.; KAI, J.J.: Effects of temperature on the low-cycle fatigue and microstructures of HT-9 ferritic steel. In: *Journal of Nuclear Materials* 191-194 (1992), S. 836–840
- [89] NAGESHA, A.; VALSAN, M.; KANNAN, R.; BHANU SANKARA RAO, K. ; MANNAN, S.L.: Influence of temperature on the low cycle fatigue behaviour of a modified 9Cr-1Mo ferritic steel. In: *International Journal of Fatigue* 24 (2002), S. 1285–1293
- [90] ZHANG, K.; AKTAA, J.: Characterization and modeling of the ratcheting behavior of the ferritic-martensitic steel P91. In: *Journal of Nuclear Materials* 472 (2016), S. 227–239
- [91] WU, D.; ZHAO, P.; WANG, Q.-Q. ; XUAN, F.-Z.: Cyclic behavior of 9-12% Cr steel under different control modes in low cycle regime: A comparative study. In: *International Journal of Fatigue* 70 (2015), S. 114–122
- [92] STRASSBERGER, L.: *Untersuchung und Modellierung des viskoplastischen Verformungsverhaltens oxidpartikelverstärkter Stähle*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2017
- [93] THOMAS PAUL, V.; SAROJA, S. ; VIJAYAKAJSHMI, M.: Microstructural stability of modified 9Cr-1Mo steel during long term exposure at elevated temperatures. In: *Journal of Nuclear Materials* 378 (2008), S. 273–281
- [94] SAUZAY, M.; FOURNIER, B.; MOTTOT, M.; PINEAU, A. ; MONNET, I.: Cyclic softening of martensitic steels at high temperature - Experiments and physically based modelling. In: *Materials Science and Engineering A* 483-484 (2008), S. 410–414
- [95] GOLAŃSKI, G.; MROZIŃSKI, S.: Low cycle fatigue and cyclic softening behaviour of martensitic cast steel. In: *Engineering Failure Analysis* 35 (2013), S. 692–702

- [96] KIM, D.W.; RYU, W.-S.: Evaluation of Factors Affecting Cyclic Softening Behaviors of Mod. 9Cr-1Mo Steel. In: *Procedia Engineering* 10 (2011), S. 376–382
- [97] BARRETT, R.A.; O'DONOGHUE, P.E. ; LEEN, S.B.: A physically-based constitutive model for high temperature microstructural degradation under cyclic deformation. In: *International Journal of Fatigue* 100 (2017), S. 388–406
- [98] GIORDANA, M.F.; ALVAREZ-ARMAS, I. ; ARMAS, A.: Microstructural characterization of EUROFER97 during low-cycle fatigue. In: *Journal of Nuclear Materials* 424 (2012), S. 247–251
- [99] HUAILIN, L.; NISHIMURA, A.; YANG, W. ; YANG, Q.: Low activation ferritic/martensitic steel - Potential core structure material of supercritical water cooled reactor. In: *Proceedings of the 3rd International Symposium on SCWR-Design and Technology, Shanghai, 2007*
- [100] GIORDANA, M.F.; ALVAREZ-ARMAS, I. ; ARMAS, A.: On the Cyclic Softening Mechanisms on Reduced Activity Ferritic/Martensitic Steels. In: *steel research international* 83 (2012), S. 594–598
- [101] DUBEY, J.S.; CHILUKURU, H.; CHAKRAVARTY, J.K.; SCHWIENHEER, M.; SCHOLZ, A. ; BLUM, W.: Effects of cyclic deformation on subgrain evolution and creep in 9-12%Cr-steels. In: *Materials Science and Engineering A* 406 (2005), S. 152–159
- [102] JONES, W.B.: The effects of mechanical cycling on the substructure of modified 9Cr-1Mo ferritic steel. In: KHARE, A.K. (Hrsg.): *Ferritic steels for high-temperature applications: Proceedings of an ASM International Conference on Production, Fabrication, Properties and Application of Ferritic Steels for High Temperature Applications*, American Society for Metals, Metals Park, 1983, S. 221–235

- [103] ABE, F.: Precipitate design for creep strengthening of 9% Cr tempered martensitic steel for ultra-supercritical power plants. In: *Science and Technology of Advanced Materials* 9 (2013), S. 1–15
- [104] WAGNER, C.: Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen (Ostwald-Reifung). In: *Zeitschrift für Elektrochemie* 65 (1961), S. 581–591
- [105] ZHOU, H.W.; HE, Y.Z.; ZHANG, H. ; CEN, Y.W.: Influence of dynamic strain aging pre-treatment on the low-cycle fatigue behavior of modified 9Cr-1Mo steel. In: *International Journal of Fatigue* 47 (2013), S. 83–89
- [106] XIA, Z.-X.; WANG, C.-Y.; ZHAO, Y.-F.; ZHANG, G.-D.; ZHANG, L. ; MENG, X.-M.: Laves Phase Formation and Its Effect on Mechanical Properties in P91 Steel. In: *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)* 28 (2015), S. 1238–1246
- [107] OKAMURA, H.; OHTANI, R.; SAITO, K.; KIMURA, K.; ISHII, R.; FUJIYAMA, K.; HONGO, S.; ISEKI, T. ; UCHIDA, H.: Basic investigation for life assessment technology of modified 9Cr-1Mo steel. In: *Nuclear Engineering and Design* 193 (1999), S. 243–254
- [108] AOTO, K.; KOMINE, R.; UENO, F.; KAWASAKI, H. ; WADA, Y.: Creep-fatigue evaluation of normalized and tempered modified 9Cr-1Mo. In: *Nuclear Engineering and Design* 153 (1994), S. 97–110
- [109] FOURNIER, B.; SAUZAY, M.; CAËS, C.; NOBLECOURT, M.; MOTTOT, M. ; PINEAU, A.: Analysis of the hysteresis loops of a martensitic steel: Part II: Study of the influence of creep and stress relaxation holding times on cyclic behaviour. In: *Materials Science and Engineering A* 437 (2006), S. 197–211
- [110] FOURNIER, B.; SAUZAY, M.; CAËS, C.; NOBLECOURT, M.; MOTTOT, M.; BOUGAUKT, A.; RABEAU, V. ; PINEAU, A.:

- Creep–fatigue–oxidation interactions in a 9Cr–1Mo martensitic steel. Part I: Effect of tensile holding period on fatigue lifetime. In: *International Journal of Fatigue* 30 (2008), S. 649–662
- [111] FOURNIER, B.; SAUZAY, M.; CAËS, C.; NOBLECOURT, M.; MOTTOT, M.; BOUGAULT, A.; RABEAU, V. ; PINEAU, A.: Creep–fatigue–oxidation interactions in a 9Cr–1Mo martensitic steel. Part II: Effect of compressive holding period on fatigue lifetime. In: *International Journal of Fatigue* 30 (2008), S. 663–676
- [112] SHANKAR, V.; VALSAN, M.; BHANU SANKARA RAO, K. ; PATHAK, S.D.: Low cycle fatigue and creep-fatigue interaction behavior of modified 9Cr–1Mo ferritic steel and its weld joints. In: *Transactions of the Indian Institute of Metals* 63 (2010), S. 622–628
- [113] PETERSEN, C.; PFEIFENROTH, M.; RODRIAN, D.; SCHEIBE, W.; SCHMITT, R.; SCHNEIDER, H. ; SCHWEIGER, W.: *Pre- and Post-Irradiation Fatigue Properties of MANET Steel*. Forschungszentrum Karlsruhe, FZKA 5515, 1995
- [114] YAMAGUCHI, K.; KANAZAWA, K.: Effect of strain wave shape on high temperature fatigue life of a type 316 steel and application of the strain range partitioning method. In: *Metallurgical Transactions A* 11 (1980), S. 2019–2027
- [115] SAUZAY, M.; MOTTOT, M.; ALLAIS, L.; NOBLECOURT, M.; MONNET, I. ; PÉRINET, J.: Creep-fatigue behaviour of an AISI stainless steel at 550 °C. In: *Nuclear Engineering and Design* 232 (2004), S. 219–236
- [116] LORD, D.C.; COFFIN, L.F.: Low Cycle Fatigue Hold Time Behavior of Cast René 80. In: *Metallurgical Transactions* 4 (1973), S. 1647–1657

- [117] OSTERGREN, W.J.: A Damage Function and Associated Failure Equations for Predicting Hold Time and Frequency Effects in Elevated Temperature, Low Cycle Fatigue. In: *Journal of Testing and Evaluation* 4 (1976), S. 327–339
- [118] POHJA, R.; HOLMSTRÖM, S. ; LEE, H.-Y.: *Recommendation for Creep and Creep-fatigue assessment for P91 Components*. Materials Testing and Rules (MATTER), Deliverable 4.6, 2016
- [119] POHJA, R.; HOLMSTRÖM, S.; AUERKARI, P. ; NURMELA, A.: Predicted life of P91 steel for cyclic high temperature service. In: *Materials at High Temperatures* 34 (2017), S. 301–310
- [120] HOLMSTRÖM, S.; DE HAAN, F.; FÜHRER, U.; POHJA, R. ; JANOUŠEK, J.: Engineering models for softening and relaxation of Gr.91 steel in creep-fatigue conditions. In: *International Journal of Structural Integrity* 8 (2017), S. 670–682
- [121] TONG, J.; ZHAN, Z. L. ; VERMEULEN, B.: Modelling of cyclic plasticity and viscoplasticity of a nickel-based alloy using Chaboche constitutive equations. In: *International Journal of Fatigue* 26 (2004), S. 829–837
- [122] NOUAILHAS, D.: Unified modelling of cyclic viscoplasticity: Application to austenitic steels. In: *International Journal of Plasticity* 5 (1989), S. 501–520
- [123] 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)
- [124] ROUSE, J. P.; HYDE, C. J.; SUN, W. ; HYDE, T. H.: Pragmatic optimisation methods for determining material constants of viscoplasticity

- model from isothermal experimental data. In: *Materials Science and Technology* 30 (2014), S. 54–62
- [125] AKTAA, J.; SCHINKE, B.: The influence of the hardening state on time dependent damage and its consideration in a unified damage model. In: *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* 19 (1996), S. 1143–1151
- [126] LEMAITRE, J.; CHABOCHE, J.-L.: *Mechanics of solid materials*. Cambridge University Press, Cambridge, 1990
- [127] ARMSTRONG, P.J.; FREDERICK, C.O.: *A mathematical representation of the multiaxial Bauschinger effect*. CEGB Report RD/B/N731, 1966
- [128] LEMAITRE, J.; DESMORAT, R.: *Engineering Damage Mechanics*. Springer, Berlin, Heidelberg, 2005
- [129] AKTAA, J.; SCHINKE, B.: Unified modeling of time dependent damage taking into account an explicit dependency on backstress. In: *International Journal of Fatigue* 19 (1997), S. 195–200
- [130] THYSSENKRUPP MATERIALS INTERNATIONAL: *Alloy steel tubes for high-temperature service*. http://www.s-k-h.com/media/de/Service/Werkstoffblaetter_englisch/Kesselrohre_ASTM/P91_T91_engl.pdf. Version: 14. Nov. 2017
- [131] ZHANG, K.: *Characterization and Modeling of the Ratcheting Behavior of the Ferritic-Martensitic Steel P91*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, 2015
- [132] *ASME Boiler & Pressure Vessel Code, Section III, Division 1 - Subsection NH*. ASME International, 2004

- [133] FÜHRER, U.; AKTAA, J.: Creep-fatigue interaction and cyclic softening of ferritic-martensitic steels. In: AUERKARI, P. (Hrsg.): *Proceedings of Baltica X -International Conference on Life Management and Maintenance for Power Plants.*, VTT Technology 261, 2016
- [134] LEE, H.-Y.; LIM, D.-W. ; JEONG, J.-Y.: Effects of long-time service and high temperature on the material strength and J-R curve of Grade 91 steel. In: *Engineering Fracture Mechanics* 178 (2017), S. 445–456
- [135] LOWE, T.C.; MILLER, A.K.: The Nature of Directional Strain Softening. In: *Scripta Metallurgica* 17 (1983), S. 1177–1182
- [136] CHAUHAN, A.; STRASSBERGER, L.; FÜHRER, U.; LITVINOV, D. ; AKTAA, J.: Creep-fatigue interaction in a bimodal 12Cr-ODS steel. In: *International Journal of Fatigue* 102 (2017), S. 92–111
- [137] HAUSSELT, J.H.; NIX, W.D.: Dislocation structure of Ni-20Cr-2ThO₂ after high temperature deformation. In: *Acta Metallurgica* 25 (1977), S. 595–607
- [138] CHALLENGER, K.D.; MOTEFF, J.: Correlation of Substructure with the Elevated Temperature Low-cycle Fatigue of AISI 304 and 316 Stainless Steel. In: CARDEN, A.E. (Hrsg.); MCEVILY, A.J. (Hrsg.) ; WELLS, C.H. (Hrsg.): *Fatigue at Elevated Temperatures*, ASTM STP 520, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1973
- [139] BLUM, W.: Creep of crystalline materials: experimental basis, mechanisms and models. In: *Materials Science and Engineering A* 319-321 (2001), S. 8–15
- [140] SAWADA, K.; TAKEDA, M.; MARUYAMA, K.; ISHII, R. ; YAMADA, M.: Dislocation Substructure Degradation during Creep of Martensitic Heat-resisting Steels with and without W. In: LECOMTE-BECKERS, J. (Hrsg.); SCHUBERT, F. (Hrsg.) ; ENNIS, P.J. (Hrsg.):

- Materials for Advanced Power Engineering 1998*, Forschungszentrum Jülich, 1998
- [141] TAKEUCHI, S.; ARGON, A.S.: Steady-state creep of single-phase crystalline matter at high temperature. In: *Journal of Materials Science* 11 (1976), S. 1542–1566
- [142] STRAUB, S.: *Verformungsverhalten und Mikrostruktur warmfester martensitischer 12%-Chromstähle*. Fortschrittsberichte VDI, Reihe 5 Nr. 405. VDI-Verlag, Düsseldorf, 1995
- [143] CHILUKURU, H.: *On the microstructural basis of creep strength and creep-fatigue interaction in 9-12% Cr steels for application in power plants*. Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 2007
- [144] POLCIK, P.: *Modellierung des Verformungsverhaltens der warmfesten 9-12% Chromstähle im Temperaturbereich von 550-650 °C*. Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 1999
- [145] FOURNIER, B.; SAUZAY, M.; CAËS, C.; NOBLECOURT, M.; RABEAU, V.; BOUGAULT, A. ; PINEAU, A.: High temperature creep-fatigue-oxidation interactions in 9-12%Cr martensitic steels. In: *Journal of Nuclear Materials* 386-388 (2009), S. 418–421
- [146] MINER, M.A.: Cumulative damage in fatigue. In: *Journal of Applied Mechanics* 12 (1942), S. A159–A164
- [147] COFFIN, L.F.: A Study of Effects of Cyclic Thermal Stresses on a Ductile Material. In: *Transactions of the ASME* 76 (1954), S. 931–950
- [148] RAMBERG, W.; OSGOOD, W.R.: *Description of stress-strain curves by three parameters*. Technical Note No. 902, National Advisory Committee For Aeronautics, 1943

- [149] OLDHAM, J.; ABOU-HANNA, J.: A numerical investigation of creep-fatigue life prediction utilizing hysteresis energy as a damage parameter. In: *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 88 (2011), S. 149–157
- [150] *RRC-MR. Design and construction rules for mechanical components of FBR nuclear islands and high temperature applications.* AFCEN, 2002
- [151] MUNZ, C.-D.; WESTERMANN, T.: *Numerische Behandlung gewöhnlicher und partieller Differenzialgleichungen.* Springer, Berlin, Heidelberg u.a., 2005
- [152] JAMES, F.: MINUIT-Function Minimization and Error Analysis, Reference Manual. In: *CERN Program Library D506* (1998)
- [153] HAYHURST, D. R.: Creep rupture under multiaxial state of stress. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 20(6) (1972), S. 381–390

Abbildungsverzeichnis

1.1	Historische Entwicklung des Wirkungsgrades und des CO ₂ -Ausstoßes von Kohlekraftwerken	1
1.2	Historische Entwicklung des Wirkungsgrades von Kohlekraftwerken in Deutschland in Abhängigkeit der Dampfparameter	2
1.3	Entwicklung der installierten Leistung und der Stromerzeugung erneuerbarer Energien in Deutschland	4
2.1	Entwicklungsgeschichte ferritischer und ferritisch-martensitischer Stähle	13
2.2	Einsatztemperaturen der verschiedenen Klassen von Strukturmaterialien nach der 100 000 h-Zeitstandfestigkeit	15
2.3	Typische Wärmebehandlung zur Einstellung der Mikrostruktur von P91	19
2.4	Schematische Darstellung der Mikrostruktur von P91	20
2.5	Temperaturabhängigkeit von Ersatzstreckgrenze und Zugfestigkeit von P91, nach [18]	24
2.6	Schematische Darstellung der Kriechverformung und -rate bei konstanter Last und Temperatur, mit (oben) und ohne (unten) ausgeprägtem sekundären Kriechen	26
2.7	Vergleich der Zeitstandfestigkeiten bei 600 °C zwischen P91 und den ferritisch-martensitischen 9Cr-Stählen P9 und P92, dem 12Cr-Stahl 12Cr1MoV (X20CrMoV12-1) und dem austenitischen Stahl 316L (X2CrNiMo17-12-2)	28

2.8	Vergleich der 100 000 h-Zeitstandsfestigkeiten zwischen P91 und den ferritisch-martensitischen 9Cr-Stählen P9 und P92, dem 12Cr-Stahl 12Cr1MoV (X20CrMoV12-1) und dem austenitischen Stahl 316L (X2CrNiMo17-12-2)	28
2.9	Schematische Darstellung der Wechselverformungskurven aus Kurzzeitermüdungsversuchen für (a) entfestigende und (b) verfestigende Materialien	30
2.10	Bruchlastspielzahl in Abhängigkeit der Gesamtdehnungsbreite für P91 im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 600 °C	32
2.11	Schematische Darstellung der Wechselverformungskurve von P91	33
2.12	Schematische Darstellung der mikrostrukturellen Veränderung von P91 unter Ermüdungsbelastung	34
2.13	Schematische Darstellung der aufgebrachten Dehnungsbelastung, der resultierenden Spannung und der entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Hysteresen für LCF-Versuche ohne Haltezeit, mit Zughaltezeit und/oder mit Druckhaltezeit	38
3.1	Vorgehensweise zur Entwicklung eines Materialmodells zur Beschreibung ferritisch-martensitischer Stähle unter Kriechermüdungsbelastung	53
3.2	Einbausituation der Probe im Prüfstand für 550 °C	56
3.3	Vorgehen zur Bestimmung der Lebensdauer N_f für kontinuierlich entfestigende Materialien nach ASTM E2714 [13]	58
4.1	Wechselverformungskurven von P91 im LCF-Versuch bei 450 °C und 550 °C	60
4.2	Normierte Wechselverformungskurven (bezogen auf die Spitzenspannung im ersten Zyklus) von P91 im LCF-Versuch bei 450 °C und 550 °C	62

4.3	Vergleich der Hystereseschleifen des 1. und des 400. Zyklus von LCF-Versuchen ohne Haltezeit bei 550 °C für verschiedene Gesamtdehnungsamplituden	63
4.4	Vergleich der im LCF-Versuch bestimmten Bruchlastspielzahlen mit Ergebnissen aus der Literatur [14] und der ASME-Designkurve [132]	64
4.5	Abweichung der gemessenen Wechselverformungskurven bei Versuchswiederholung mit gleichen Parametern	65
4.6	Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und 550 °C	67
4.7	Auftragung der Spannungsschwingbreite über die Zyklenzahl für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeit und 550 °C mit gleicher Haltezeitlänge (je 10 min bei kombinierter Haltezeit) und gleicher Haltezeitdauer pro Zyklus (je 5 min bei kombinierter Haltezeit) .	68
4.8	Vergleich der Hystereseschleifen des 2. und des 200. Zyklus von Versuchen mit 1 h Haltezeit bei 550 °C für verschiedene Haltezeitpositionen	69
4.9	Auftragung der Spitzen- und relaxierten Spannung über die Zyklenzahl für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 1 h Haltezeit und 550 °C	70
4.10	Auftragung der Zug-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für Zughaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und 550 °C	71
4.11	Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für Zughaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und 550 °C	73

4.12	Auftragung der Zug-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für 1 min Zughaltezeit bei verschiedenen Gesamtdehnamplituden und 550 °C	74
4.13	Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für 1 min Zughaltezeit bei verschiedenen Gesamtdehnamplituden und 550 °C	75
4.14	Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für 10 min und 1 h Zughaltezeit bei Gesamtdehnamplituden von $\pm 0.3\%$ und $\pm 0.75\%$ bei 550 °C	76
4.15	Auftragung der Druck-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für 10 min Druckhaltezeit bei verschiedenen Gesamtdehnamplituden und 550 °C	77
4.16	Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für 10 min Druckhaltezeit bei $\pm 0.5\%$ Dehnamplitude (oben) und 10 min Zughaltezeit bei $\pm 0.75\%$ Dehnamplitude (unten) bei 450 °C und 550 °C	80
4.17	Wechselverformungskurven aus Versuchen mit abschnittsweise variierender Haltezeit bei 550 °C und $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude	82
4.18	Zyklische Entwicklung der Spitzenspannung und der Zellgröße bei 600 °C, nach [97]	86
4.19	Darstellung der Relaxation im ersten Zyklus bei 550 °C, $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und 3 h Zughaltezeit zusammen mit den resultierenden inelastischen Dehnraten	89
4.20	Wechselverformungskurven aus Versuchen mit Sägezahn-Dehnungsprofil bei 550 °C und $\pm 0.5\%$ Gesamtdehnamplitude	92
4.21	Bildung von zweilagigen Oxidschichten bei 550 °C	97
4.22	Verschiedene Formen von Sekundärrissen	97
4.23	Rissbildung in der Probenoberfläche nach 100, 200 und 500 Zyklen bei $\pm 0.5\%$ Dehnamplitude und 550 °C	98

4.24	Schematische Darstellung des Einflusses der Haltezeit auf das Verformungsverhalten und die Hystereseenergie unter Zug . . .	102
5.1	Vergleich zwischen Experiment und Simulation von Hystereseschleifen des ersten Zyklus von LCF-Versuchen ohne Haltezeit bei 550 °C für verschiedene Gesamtdehnungsamplituden	107
5.2	Vergleich zwischen Experiment und Simulation des Entfestigungsverhaltens im LCF-Versuch ohne Haltezeit bis $0.8 N_f$ bei 550 °C für verschiedene Gesamtdehnungsamplituden	108
5.3	Vergleich zwischen Experiment und Simulation von Hystereseschleifen des ersten Zyklus von LCF-Versuchen mit Zughaltezeit unterschiedlicher Dauer (oben) und mit unterschiedlichen Haltezeitpositionen (unten) bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude und 550 °C	109
5.4	Vergleich zwischen Experiment und Simulation des Entfestigungsverhaltens in LCF-Versuchen mit Haltezeit bis $N_f/2$ bei 550 °C für $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude	111
5.5	Simulation des 1. Zyklus mit Haltezeiten verschiedener Länge unter Berücksichtigung der isotropen Entfestigung bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude und 550 °C	112
5.6	Abhängigkeit der Entfestigung von der inelastischen Dehnungsschwingbreite mit und ohne Haltezeit sowie schematische Verläufe der Modellparameter $\psi_S(\Delta\varepsilon_{in})$ und ψ_r	119
5.7	Vergleich der experimentell bestimmten und der berechneten Hystereseschleifen des ersten Zyklus im Ermüdungsversuch mit und ohne Haltezeit bei 550 °C	127
5.8	Vergleich der experimentell bestimmten und der berechneten Hystereseschleifen des ersten Zyklus für unterschiedliche Haltezeitpositionen bei 550 °C und $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude	127

5.9	Vergleich der experimentell bestimmten und der berechneten Hystereseschleifen bei halber Bruchlastspielzahl im Ermüdungsversuch mit und ohne Haltezeit bei 550 °C	128
5.10	Vergleich von berechneten und experimentell bestimmten Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und 550 °C	128
5.11	Vergleich der berechneten und experimentell bestimmten zyklischen Entwicklung der Zug-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für Zughalzeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und 550 °C	129
5.12	Vergleich zwischen Experiment und Modellbeschreibung des Entfestigungsverhaltens und der Bruchlastspielzahl dehnungskontrollierter LCF-Versuche bei 550 °C für $\pm 0.3\%$ bis $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude	130
5.13	Abbildung des Einflusses der Haltezeitposition auf die Wechselverformungskurve und die Bruchlastspielzahl im Modell . . .	131
5.14	Vergleich der experimentell bestimmten und der berechneten Bruchlastspielzahlen von P91 im Ermüdungsversuch mit und ohne Haltezeit bei bei 450 °C und 550 °C	132
5.15	Vergleich der berechneten und experimentell bestimmten Spitzenspannungen der in Abschnitt 4.3.1 vorgestellten Versuche mit abschnittsweiser Haltezeit	135
B.1	Technische Zeichnung der verwendeten LCF-Probe	143
C.1	Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und 450 °C	145

C.2	Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$	146
C.3	Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$	146
C.4	Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.5\%$ Gesamtdehnamplitude, 10 min Haltezeitdauer und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$	147
C.5	Wechselverformungskurven von P91 für verschiedene Haltezeitpositionen bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude, 1 h Haltezeitdauer und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$	147
C.6	Auftragung der Zug-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für Zughaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.5\%$ Gesamtdehnamplitude und $450\text{ }^{\circ}\text{C}$	148
C.7	Auftragung der Druck-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für Druckhaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und $450\text{ }^{\circ}\text{C}$	148
C.8	Auftragung der Druck-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für Druckhaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$	149
C.9	Wechselverformungskurven für kombinierte Zug- und Druckhaltezeiten unterschiedlicher Dauer bei $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$	149
C.10	Auftragung der Druck-Spitzenspannung über die Zyklenzahl für Druckhaltezeiten verschiedener Dauer bei $\pm 0.5\%$ Gesamtdehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$	150
C.11	Wechselverformungskurven für kombinierte Zug- und Druckhaltezeiten unterschiedlicher Dauer bei $\pm 0.3\%$ Gesamtdehnamplitude und $550\text{ }^{\circ}\text{C}$	150

C.12 Auftragung der Entfestigung über die akkumulierte inelastische Dehnung für P91 im LCF-Versuch bei 450 °C und 550 °C . . . 151

C.13 Vorgehensweise der Parameterbestimmung für das modifizierte Materialmodell 152

C.14 Vergleich zwischen Experiment und Modellbeschreibung des Entfestigungsverhaltens und der Bruchlastspielzahl dehnungskontrollierter LCF-Versuche bei 450 °C für $\pm 0.4\%$ bis $\pm 0.75\%$ Gesamtdehnungsamplitude 153

Tabellenverzeichnis

2.1	Nominelle chemische Zusammensetzung verschiedener 9-12Cr-Stähle	17
3.1	Nominelle und aktuelle chemische Zusammensetzung vom untersuchten Werkstoff P91 in Gew.%	54
4.1	Abnahme der Bruchlastspielzahl infolge von Druckhaltezeiten bei 550 °C	78
4.2	Berechnung der Teilschädigungen der Versuche aus Abb. 4.17 nach der Palmgren-Miner-Regel	100
5.1	E-Modul und angepasste Parameter der Fließregel des erweiterten Modells	125
5.2	Angepasste Parameter der kinematischen Verfestigung des erweiterten Modells	125
5.3	Angepasste Parameter der isotropen Entfestigung des erweiterten Modells	126
5.4	Angepasste Parameter des Schädigungsmodells	126
D.1	Bruchlastspielzahl, gesamte und mittlere Hystereseenergie der bei 550 °C bis zum Versagen durchgeführten Versuche	156
D.2	Parametersatz des Modells von Aktaa und Schmitt für P91 bei 550 °C	157

Danksagung

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit am Institut für Angewandte Materialien - Werkstoff- und Biomechanik am Karlsruher Institut für Technologie. Mein Dank gilt allen, die mich in dieser Zeit unterstützt haben und ohne deren Hilfe diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Insbesondere möchte ich mich bei Prof. Jarir Aktaa bedanken, dessen Betreuung diese Arbeit erst ermöglicht hat. Vor allem in schwierigen Phasen gab er mir immer den Anstoß in eine Richtung, die schließlich zur Lösung des Problems führte. Außerdem danke ich ihm für die Übernahme des Hauptreferats. Für sein Interesse an meiner Arbeit und die Übernahme des Korreferats möchte ich mich ebenfalls bei Prof. Thomas Schulenberg bedanken.

Diese Arbeit entstand im Rahmen des europäischen Projekts MatISSE. Hier möchte ich mich zuerst bei Kalle Nilsson für die Koordination und Organisation des Arbeitspaketes 5.1 bedanken. Bei Stefan Holmström bedanke ich mich für sein Interesse an der Diskussion und Interpretation meiner Versuchsergebnisse und bei allen Kollegen für die Erfahrungen und Erlebnisse, die ich auf zahlreichen Projekttreffen in den unterschiedlichsten Ländern sammeln konnte.

Ebenfalls bedanken möchte ich mich auch bei der gesamten Abteilung *Werkstoffmechanik 2*. Ganz besonders Luis Straßberger hat mir nicht nur

am Anfang sehr geholfen, mich in der Abteilung einzuleben, sondern hat mich auch jederzeit mit vielfältigen Diskussionen, Ideen und Hilfestellungen zur Modellierung und allen weiteren Fragen des Lebens zur Seite gestanden. Zusammen mit Dimitri Litvinov hat er mich zusätzlich bei der Rasterelektronenmikroskopie unterstützt. Stefan Knaak danke ich für seine vielfältige Hilfe beim Betrieb, und noch viel mehr bei der Reparatur der von mir genutzten Prüfstände und Kuo Zhang dafür, mir zu Beginn mit den Grundlagen der Versuchsdurchführung geholfen zu haben. Michael Mahler hat mir zuletzt entscheidend dabei geholfen, die Parameterbestimmung zu parallelisieren und so endlich in akzeptabler Zeit Parametersätze für das Modell zu bestimmen.

Ganz besonders bedanken möchte ich mich schließlich bei Ankur Chauhan und Marco Conte, mit denen ich die letzten dreieinhalb Jahre das Büro geteilt habe. Sie haben mir nicht nur oft genug durch eine andere Sichtweise geholfen, fachliche Probleme zu lösen, sondern haben mit ihrer Freundschaft auch dafür gesorgt, dass ich auch in schwierigen Zeiten noch gerne am nächsten Tag wieder zur Arbeit gekommen bin.

Zuletzt bleibt mir nur, mich bei meiner gesamten Familie für ihre Unterstützung und auch ihr Verständnis während meiner Doktorandenzeit bedanken.

Karlsruhe, im Herbst 2017

Ulrich Führer

Publikationsliste

- **U. Führer und J. Aktaa**
Creep-fatigue interaction and cyclic softening of ferritic-martensitic steels
Proceedings of Baltica X. International Conference on Life Management and Maintenance for Power Plants. Helsinki-Stockholm-Helsinki. VTT Technology 261, 2016
- **U. Führer und J. Aktaa**
Modeling the cyclic softening and lifetime of ferritic-martensitic steel under creep-fatigue loading
International Journal of Mechanical Sciences, 136:460-474, 2018
- **S. Holmström, F. de Haan, U. Führer, R. Pohja und J. Janoušek**
Engineering models for softening and relaxation of Gr.91 steel in creep-fatigue conditions
International Journal of Structural Integrity, 8:670-682, 2017
- **A. Chauhan, L. Straßberger, U. Führer, D. Litvinov und J. Aktaa**
Creep-Fatigue interaction in a bimodal 12Cr-ODS steel
International Journal of Fatigue, 102:92-111, 2017
- **U. Führer und J. Aktaa**
Cyclic softening of ferritic-martensitic steels under creep-fatigue loading
Vortrag 16. Dezember 2015, Konferenz AMPT 2015, Madrid, Spanien
- **U. Führer und J. Aktaa**
Creep-fatigue interaction and cyclic softening of ferritic-martensitic steels
Vortrag 9. Juni 2016, Konferenz Baltica X, Helsinki, Finnland

- **U. Führer und J. Aktaa**
WP5.1: Cyclic softening of ferritic-martensitic steels with hold time – experimental work
Vortrag 4. Oktober 2016, MatISSE 3rd Plenary Meeting, Bologna, Italien
- **U. Führer und J. Aktaa**
Creep-Fatigue Behavior of P91 Ferritic-Martensitic Steel
Poster 20. Mai 2015, Konferenz EST 2015, Karlsruhe, Deutschland
- **U. Führer und J. Aktaa**
Characterization and modeling of hold time influences on cyclic softening of ferritic-martensitic steel
Poster 12. Juni 2017, Workshop "Materials resistant to extreme conditions for future energy systems", Kiew, Ukraine