

Versuch 3

Mechanische Eigenschaften bei hoher Temperatur

Hochtemperatur-Fachlabor WS13/14

Betreuer: Philip Wollgramm
Raum: ICFO 04-341
Email: philip.wollgramm@rub.de
Institut für Werkstoffe
Lehrstuhl Werkstoffwissenschaft
Ruhr-Universität Bochum

1 Einleitung

Die Fortschritte in der modernen Industrie sind mit ständiger Energie- und Mobilitätsgarantie verbunden. Dabei werden immer besondere Anforderungen an die Werkstoffe für Kraftwerke als auch für Flugtriebwerke gestellt. Die Bauteile aus Hochtemperaturlegierungen, wie z.B. Leit- und Laufschaufel auf Ni-Basis in Gasturbinen, sind einem komplexen Belastungsprofil ausgesetzt, bei dem insbesondere die Kombination aus thermischen und mechanischen Beanspruchungen enormen Einfluss auf die technische Lebensdauer der einzelnen Komponenten nimmt. Abbildung 1.1 zeigt eine stationäre Gasturbine, bei der die 1. und 2. Schaufelreihe sehr hohen Belastungen ausgesetzt ist.

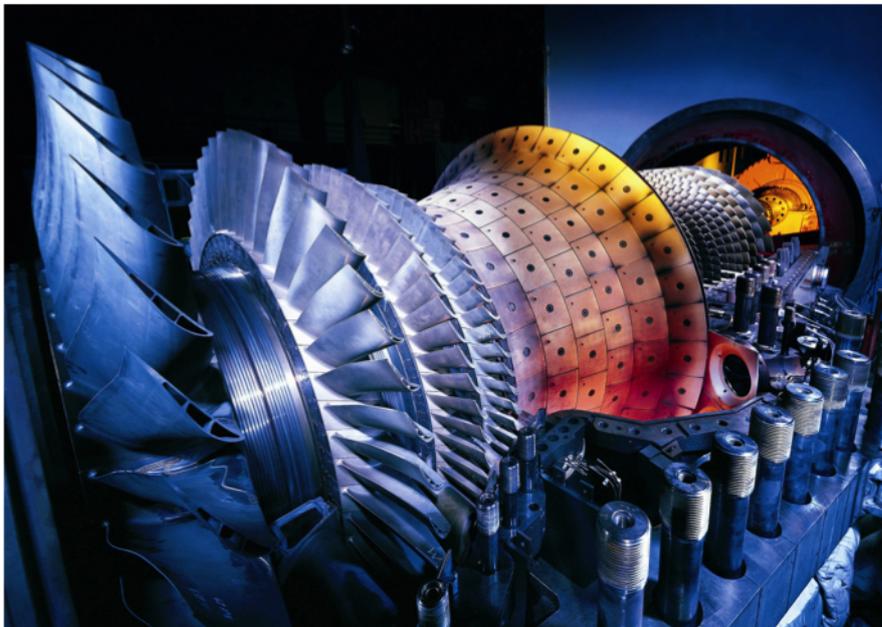


Abb. 1.1: Beispiel einer modernen, stationären Gasturbine der Firma Siemens. [1]

Im folgenden Versuch soll näher auf das mechanische Verhalten solcher Legierungen bei hoher Temperatur eingegangen und am Beispiel einkristalliner Ni-Basis Superlegierungen erläutert werden. Für die Auslegung von Hochtemperaturkomponenten stellt der Zeitstandversuch, genauer der Kriechversuch, eine der wichtigsten Prüfmethoden dar und soll hier im weiteren Verlauf thematisiert werden. Im praktischen Teil wird die Versuchsdurchführung anhand von Miniaturzugproben sowie die Auswertung eines einachsigen Versuchs unter statischer Belastung vorgestellt.

2 Grundlagen

Das Anwendungsgebiet von Legierung wird stark durch ihre mechanischen Eigenschaften festgelegt, die unter anderem durch Begriffe wie Festigkeit und Verformung beschrieben werden. Ab einer Temperatur von etwas $0,4 \cdot T_s$ (Schmelztemperatur in Kelvin) vollzieht sich dabei ein fließender Übergang von *zeitunabhängigen* zu *zeitabhängigen* Eigenschaften. Unterhalb dieses Übergangsbereichs ist der eingestellte Gefügestand „eingefroren“ und bleibt für technisch sehr lange Zeiten stabil. Oberhalb $0,4 \cdot T_s$ spricht man von Hochtemperatur- oder Warmverformung. Die Versetzungsstrukturen bleiben hier bei Belastung nicht eingefroren, sondern sind mobil und liefern kontinuierlich einen Beitrag zu zeitabhängigen Verformungsmechanismen. Die wesentlichen Merkmale der Verformung bei tiefen und hohen Temperaturen sind in Tabelle 2.1 gegenübergestellt.

Tab. 2.1: Vergleich der Merkmale statischer Verformung bei tiefen und bei hohen Temperaturen. [2]

Temperaturen $< 0,4 \cdot T_s$	Temperaturen $> 0,4 \cdot T_s$
Die Festigkeitswerte sind zeitunabhängig (Streckgrenze, Zugfestigkeit)	Die Festigkeitswerte sind zeitabhängig (Zeitdehngrenze, Zeitstandfestigkeit)
Stufenversetzungen können ihre Gleitebene nicht verlassen; die Versetzungsstruktur bleibt langfristig eingeschlossen	Stufenversetzungen können ihre Gleitebene durch Klettern verlassen; die Versetzungen sind nicht eingefroren, sondern ständig in Bewegung
Plastische Verformung findet nur oberhalb einer Mindestspannung (Fließgrenze) statt	Kriechverformung bei allen Spannungen möglich
Der Verformungsbetrag bei konstanter Spannung stellt sich praktisch spontan und zeitunabhängig ein	Der Verformungsbetrag stellt sich zeitabhängig ein
Plastische Verformung findet nur oberhalb einer Mindestspannung (Fließgrenze) statt	Kriechverformung bei allen Spannungen möglich
Weitere Verformung nur bei Spannungssteigerung möglich	Bei konstanter Spannung findet eine stetige Verformung statt
Die Versetzungslaufwege sind durch Korngrenzen begrenzt; dies führt auf die Hall-Petch-Beziehung (Feinkörnhärtung)	Die Versetzungslaufwege sind viel geringer als der Kornradius; die Hall-Petch-Beziehung gilt im Kriechbereich nicht; grobkörniges Gefüge ist kriechfester
Die Körner bewegen sich nicht entlang der Korngrenzen gegeneinander	Die Körner gleiten entlang der Korngrenzen aneinander ab
Verformung findet nur durch Versetzungsbewegung statt	Verformung findet durch Versetzungsbewegung und außerdem durch alleinige Diffusion statt

Die Festigkeit, der Widerstand eines Werkstoffs gegen plastisches Fließen σ_y , setzt sich vereinfacht aus verschiedenen Mechanismen zusammen. Die Grundfestigkeit eines Materials σ_0 ist meist niedrig, kann aber durch Legieren $\Delta\sigma_M$ (Mischkristallhärtung), das Einbringen von Versetzungen $\Delta\sigma_V$, durch Erhöhung der Dichte innerer Grenzflächen $\Delta\sigma_{KG}$ (Feinkornhärtung) und durch Ausscheidungsteilchen (σ_T) einer zweiten Phase erhöht werden. Insgesamt nehmen wir für die Grundfestigkeit folgende Gleichung in erster Näherung an:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \Delta\sigma_M + \Delta\sigma_V + \Delta\sigma_{KG} + \Delta\sigma_T \quad (2.1)$$

Leider sind diese Mechanismen bei hohen Temperaturen nur eingeschränkt wirksam. Erzeugte Versetzungsstrukturen erholen sich im Laufe der Zeit, wodurch die anfängliche Festigkeit allmählich verloren geht. Bei ausreichend hohen Temperaturen und Zeiten können zusätzlich Rekristallisationsvorgänge einsetzen, welche die Festigkeit weiter beeinträchtigen. Auch Korngrenzen stellen kein geeignetes Hindernis für fortschreitende Verformung dar, da Korngrenzdeformationen leicht möglich sind. Obwohl Mischkristallhärtung bis zu Schmelztemperatur wirksam ist, nimmt die Hinderniswirkung der Fremdatome und damit ihr Beitrag zur Festigkeitssteigerung mit steigender Temperatur stetig ab.

Die bedeutendste Steigerung der Festigkeit lässt sich durch fein verteilte Teilchen einer zweiten Phase erreichen. Diese Teilchen stellen ein wirksames Hindernis für Versetzungsbewegungen dar. Moderne Legierung, z.B. Superlegierung auf Ni-Basis mit γ/γ' -Mikrostruktur, weisen einen Ausscheidungsvolumenanteil der γ' -Phase von über 60 % auf und finden Anwendung bis knapp unterhalb ihrer Schmelztemperatur.

Wie bereits beschrieben, befinden wir uns bei hohen Temperaturen nicht mehr im Bereich der zeitunabhängigen Verformung. Daher stellt der Zugversuch kein probates Mittel mehr dar, um die Festigkeit langfristig für bestimmte Anwendungsfälle zuverlässig zu ermitteln. Wenn wir uns die Spannungs-Dehnungskurve aus dem Zugversuch ansehen, wird deutlich, dass ohne stetige Steigerung der Spannung, keine weitere Verformung eintritt. Bei hoher Spannung und insbesondere bei hoher Temperatur macht sich jedoch der Zeiteinfluss bemerkbar, die Verformung wird zeitabhängig und wir beobachten eine Zunahme der Verformung bei konstanter Belastung, auch bekannt als Kriechen. Um das Verhalten von Werkstoffen unter hohem Temperatureinfluss zu beschreiben, wird der Zugversuch durch Standversuche ersetzt. Dabei gilt es zu unterscheiden, ob unter konstanter Last (Zeitstandversuch) oder mit zeitlich konstanter Dehnung (Entspannungs-/Relaxationsversuch) geprüft wird. Wir möchten uns im folgenden ausführlicher mit dem Zeitstandversuch (o. Kriechversuch) beschäftigen. [2, 3]

3 Kriechen

Unter Kriechen versteht man die zeitabhängige, fortschreitende plastische Verformung bei konstanter Belastung. Bei Zugbelastung führt dies zu einer stetigen Dehnung der Probe oder des Bauteils. Abbildung 3.1 zeigt die fortschreitende Längung einer Miniaturkriechprobe, wie sie üblicher Weise in unserem Versuchsaufbau Verwendung findet.

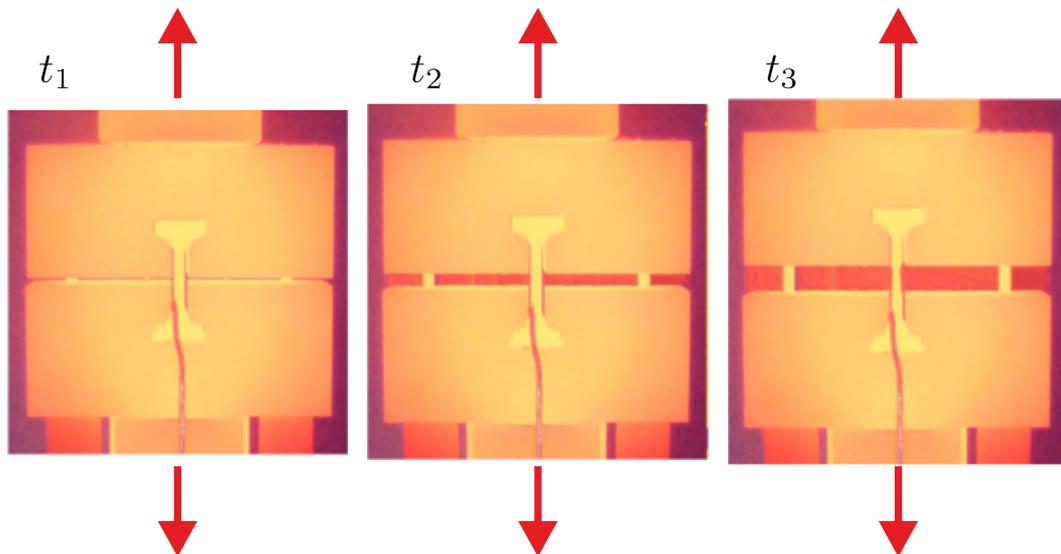


Abb. 3.1: Veranschaulichung der fortschreitenden Dehnung einer Miniaturkriechprobe unter konstanter Last und Temperatur. Zeiten $t_1 < t_2 < t_3$.

Unter Kriechbedingungen gilt nicht mehr, dass eine Komponente hält, solange die Belastung geringer als die Fließspannung ist. Die Einflussgrößen für den Kriechversuch setzen sich zusammen aus Spannung, Temperatur und dem eingestellten Werkstoffzustand. Das Ergebnis des Versuchs wird in Form der sogenannten Kriechkurven dargestellt, bei denen die erreichte Dehnung über der Zeit aufgetragen wird. Dabei spielt nicht nur die reine Lebensdauer eine Rolle, sondern auch die Zeit bis zum Erreichen einer bestimmten Dehnung. Daher hat sich in der Werkstoffwissenschaft zusätzlich die Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung etabliert. Beide Auftragungsarten sind in Abbildung 3.2 a) und b) gezeigt.

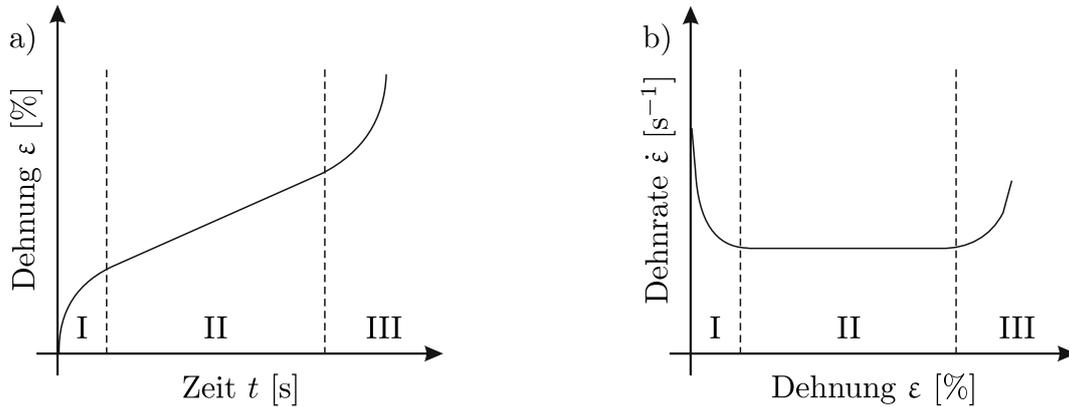


Abb. 3.2: Idealisierte Kriechkurven in der Darstellung a) Dehnung über Zeit und b) logarithmierte Dehnrate über Dehnung.

Die Darstellung der Auftragung Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ über Dehnung ϵ verdeutlicht, dass sich während des Kriechvorgangs verschiedene mikrostrukturelle Prozesse abspielen, da sich sonst bei konstanter Spannung σ die Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ nicht ändern würde. Die Verläufe beider idealisierter Kurven lassen sich deutlich in drei Bereiche unterteilen:

I Primäres Kriechen

Im ersten Bereich der Kurve nimmt die Kriechgeschwindigkeit ab. Ursache sind Verfestigungen durch eine Zunahme der Versetzungsdichte.

II Sekundäres Kriechen

In der idealisierten Darstellung kennzeichnet der sekundäre Bereich einen stationären Zustand. Die Kriechrate ist minimal und bleibt konstant, da ein dynamisches Gleichgewicht zwischen Verfestigung und Erholung vorliegt.

III Tertiäres Kriechen

Schädigungsmechanismen wie Kriechporenbildung oder Teilchenvergrößerung führen im tertiären Bereich des Kriechens zu einem deutlichen Anstieg der Kriechrate. Technisch ist dieser Bereich kaum nutzbar.

In der Praxis wird dem sekundären Kriechbereich die größte Bedeutung zugesprochen, welcher in technisch relevanten Bereichen stark von Spannung σ und Temperatur T abhängt. Hier verbringt das Bauteil in der Regel den größten Teil seiner Lebensdauer. Die Norton-Gleichung gibt die Abhängigkeit der sekundären Kriechrate $\dot{\epsilon}$ von Spannung und Temperatur an.

$$\dot{\epsilon}_s = C \cdot \sigma^n \cdot e^{-\frac{Q_{\text{eff}}}{RT}} \quad (3.1)$$

Der Norton-Exponent (auch Spannungsexponent) ist eine gefügeabhängige Konstante, Q_{eff} die scheinbare Aktivierungsenergie des Kriechens und R die allgemeine Gaskonstante. Wie die starken Abhängigkeiten der Kriechrate bestimmt werden, ist in Abbildung 3.3 schematisch beschrieben.

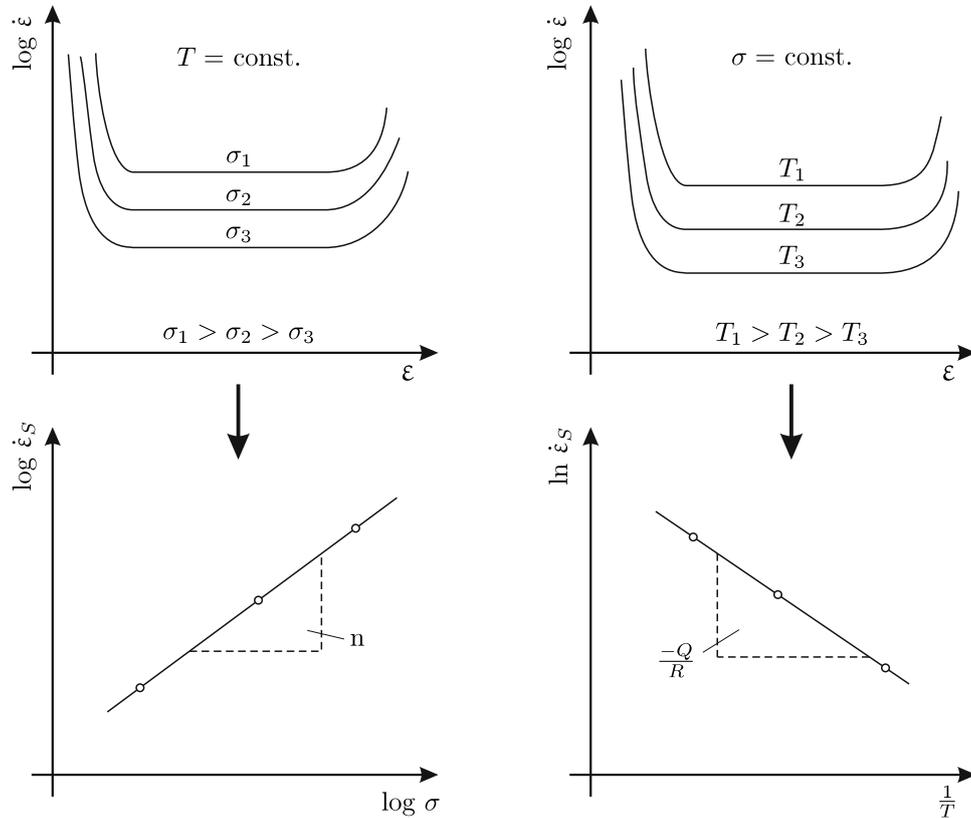


Abb. 3.3: Schematische Darstellung zur experimentellen Bestimmung der Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der minimalen Kriechrate. [3]

In realen Versuchen weichen die aufgezeichneten Kriechkurven von den idealisierten ab, da besonders bei Nickelbasis-Superlegierungen im Hochtemperaturbereich weitere Veränderungen der Mikrostruktur stattfinden. Die Steigung ist nicht konstant, sondern verzeichnet einen leichten Anstieg, der auf Vergrößerung der Phasen zurückzuführen ist. Solche Vergrößerungen, auch als Rafting bekannt, führen zu einer Änderung der Versetzungswege und haben damit Einfluss auf den Verlauf der Kriechkurve. [3]

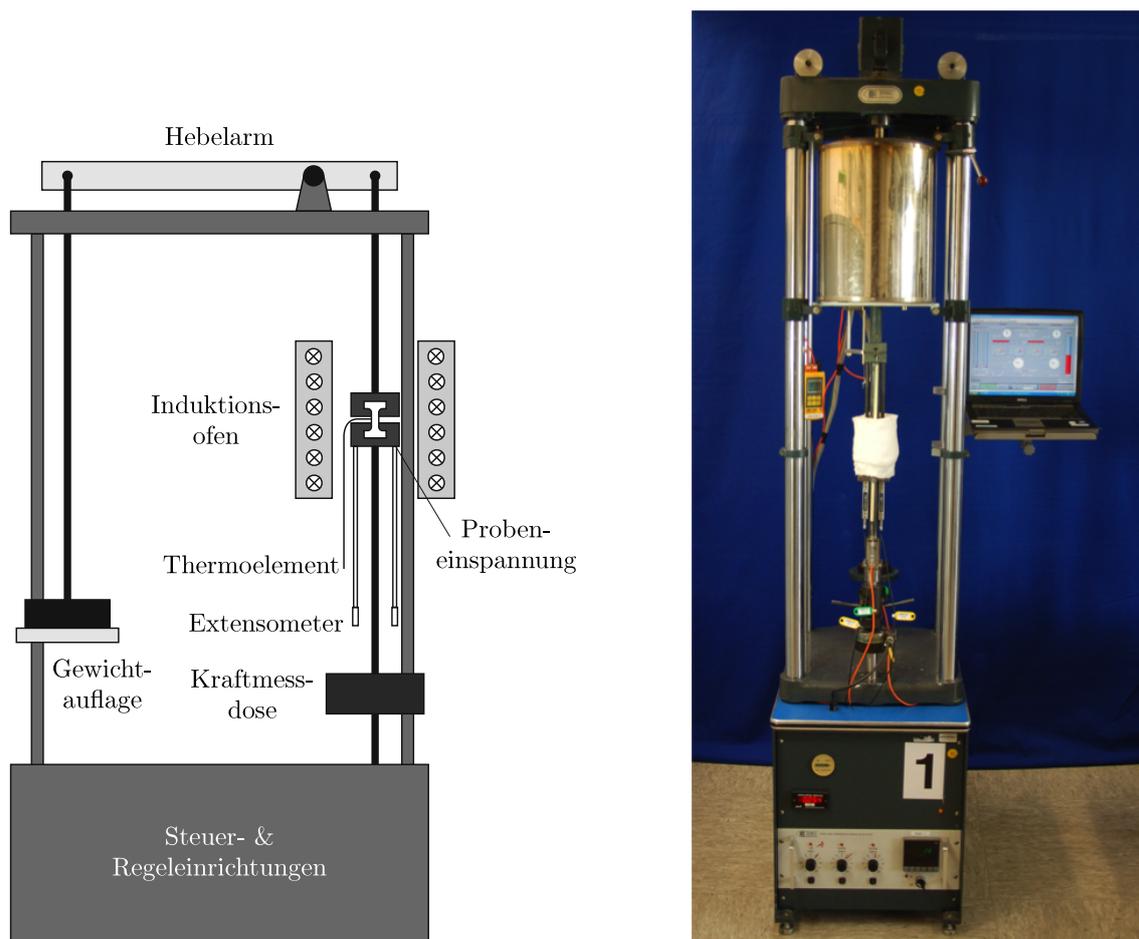


Abb. 4.2: Prinzipielle Beschreibung des Versuchsaufbaus, sowie ein Bild eines realen Prüfstands.

Für eine normgerechte Versuchsdurchführung ist die DIN EN ISO 204:2009-10 [4] heranzuziehen. Einige wichtige Punkte der Norm sollen im Folgenden kurz aufgegriffen werden. Üblicherweise werden zylindrische Proben für die Prüfung verwendet, jedoch können in Spezialfällen auch andere Querschnitte (z.B. quadratisch oder rechteckig) gewählt werden. Die Probe wird im heißen Bereich des Ofens platziert und während des Versuchs bei konstanter Temperatur gehalten. Die gewählte Last liegt in der Regel unterhalb der Warmstreckgrenze und sollte stoßfrei und so schnell wie möglich aufgebracht werden. Sie muss längs der Probenachse aufgebracht werden, sodass Biegung und Torsion der Probe auf ein Minimum reduziert werden. Die Auflage erfolgt meistens über einen Hebelarm, damit auch große Lasten realisiert werden können. Die Verlängerung der Probe wird kontinuierlich über Extensometer bis zum Erreichen einer vorgegebenen Dehnung oder bis zum Bruch aufgezeichnet.

5 Versuchsdurchführung

Zunächst soll der Aufbau einer Kriechmaschine ausführlich vorgestellt und besprochen werden. Hier soll insbesondere der Messtechnik Beachtung geschenkt werden, da diese den wichtigsten Teil im Prüfungsablauf einnimmt. Die richtige Platzierung der Thermoelemente zur Messung der Proben temperatur, aber auch zur Überwachung der Ofentemperatur, spielen dabei eine tragende Rolle. Neben der Temperatur wird auch auf die Dehnungsmessung über die Extensometer besprochen. Der Versuch wird sich auf die in Bochum verwendete Miniaturkriechprobe konzentrieren. Dabei handelt es sich um eine spezielle Form von Flachzugproben, die insbesondere bei der Untersuchung von Superlegierungen Vorteile bietet. Die verwendeten Proben wurden, wie bereits im vorherigen Fachlaborversuch vorgestellt, mit dem Laue-Verfahren in eine bestimmte kristallographische Richtung orientiert. Nachdem die Proben in die Maschine einspannt wurden, soll der Versuchsbeginn exemplarisch gezeigt werden. Zum Abschluss des praktischen Teils werden verschiedene Abbruchkriterien diskutiert und die Auswertung der ermittelten Versuchsergebnisse besprochen. Die mikrostrukturellen Änderungen der Superlegierungen werden in den kommenden Versuchen ausführlich behandelt.

Nach dem Versuch erfolgt der schriftliche Test im Besprechungsraum ICFO 04-349.

Pflichtliteratur

- [1] Bürgel, Ralf: Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik. Vieweg Verlag, 2006. (Kapitel 3.1-3.3)
- [2] Eggeler, Gunther: Skriptum: Werkstoffe der Energietechnik - Hochtemperaturwerkstoffe. Ruhr-Universität Bochum, 2009. (Kapitel 4)
- [3] Goldschmidt, D.: Einkristalline Gasturbinenschaufeln aus NickelbasisLegierung, Teil 2: Wärmebehandlung und Eigenschaften. Mat.-wiss. und Werkstofftech., 25:373–382, 1994. (Abschnitt 2: Mechanisches Verhalten)
- [4] Maelzer, G., Hayes, R.W., Mack, T. and Eggeler, G.: Miniature Specimen Assessment of Creep of the Single Crystal Superalloy LEK 94 in the 1000 °C Temperature Range. Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 38A, 2007.

Literatur

- [1] SIEMENS AG: *www.siemens.com/press/de/pressebilder*. Gasturbine SGT5-8000H, 2006.
- [2] BÜRCEL, RALF: *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*. Vieweg Verlag, 2006.
- [3] EGGELER, GUNTHER: *Skriptum: Werkstoffe der Energietechnik - Hochtemperaturwerkstoffe*. Ruhr-Universität Bochum, 2009.
- [4] DIN EN ISO 204: *Metallische Werkstoffe - Einachsiger Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung*. DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 2009-10.