

## Sie haben folgenden Beitrag angefordert:

### Materials Testing

June, Band 52, Nr. 6 : S. 401-406

### Hochtemperatur-Bruchzähigkeitsmessung

*Klaus Friedrich Stärk*

(doi: 10.3139/120.110143)

## Hochtemperatur-Bruchzähigkeitsmessung

Klaus Friedrich Stärk<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Basel, Schweiz

Dr.-Ing. Klaus F. Stärk, geb. 1943, studierte Maschinenbau an der TH Darmstadt mit den Vertiefungsfächern Kunststoffkunde und -technologie. Von 1972 bis 1980 Versuchsingenieur und Wissenschaftlicher Assistent an der MPA, Universität Stuttgart. 1980 promovierte er auf dem Gebiet der Thermometrie und Schwingfestigkeit. Von 1980 bis 2008 war er zuständig für mechanische Werkstoffeigenschaften bei ALSTOM (Schweiz) AG, Materials Technology, Abt. TTTM Baden/Schweiz, Hauptgruppe Werkstoff- und Bauteilprüfung.

### Kurzfassung

Zur Abschätzung von Versagensbeanspruchungen von Komponenten mit Fehlstellen ist die Kenntnis der Bruchzähigkeit hilfreich. Die Ermittlung des Widerstandes gegen Rissausbreitung bei sehr hohen Temperaturen an metallischen Hochtemperatur-Werkstoffen wird gezeigt.

Das Bruchverhalten von metallischen Hochtemperaturlegierungen lässt sich bei hohen Temperaturen mit einer Kombination der Gleichstrompotenzialsonde und einer Probenheizung mit einem Gasbrenner ermitteln. Die sehr hohen Genauigkeitsanforderungen des Teillastungsverfahrens lassen sich umgehen. Die grobkörnigen Nickelbasislegierungen führen zu deutlich größeren Messwertstreuungen als bei feinkristallinen Stählen üblich ist. Die Rissfront beinhaltet nur wenige Körner mit unbekannter Kristallorientierung. Es empfiehlt sich, mehrere Proben bei derselben Temperatur zu prüfen, um einen Anhaltswert für die zu erwartende Streuung zu erhalten.

**Vielen Dank für Ihr Interesse an diesem Beitrag. Um Zugang zum Volltext zu bekommen, wenden Sie sich bitte an Ihre Bibliothek.**

# Hochtemperatur-Bruchzähigkeitsmessung

Klaus Friedrich Stärk,  
Basel, Schweiz

Zur Abschätzung von Versagensbeanspruchungen von Komponenten mit Fehlstellen ist die Kenntnis der Bruchzähigkeit hilfreich. Die Ermittlung des Widerstandes gegen Rissausbreitung bei sehr hohen Temperaturen an metallischen Hochtemperatur-Werkstoffen wird gezeigt.

Das Bruchverhalten von metallischen Hochtemperaturlegierungen lässt sich bei hohen Temperaturen mit einer Kombination der Gleichstrompotenzialsonde und einer Probenheizung mit einem Gasbrenner ermitteln. Die sehr hohen Genauigkeitsanforderungen des Teilentlastungsverfahrens lassen sich umgehen. Die grobkörnigen Nickelbasislegierungen führen zu deutlich größeren Messwertstreuungen als bei feinkristallinen Stählen üblich ist. Die Rissfront beinhaltet nur wenige Körner mit unbekannter Kristallorientierung. Es empfiehlt sich, mehrere Proben bei derselben Temperatur zu prüfen, um einen Anhaltswert für die zu erwartende Streuung zu erhalten.

Metallische Komponenten im Hochtemperatureinsatz  $> 600\text{ °C}$  bestehen in der Regel aus Nickel-Basiswerkstoffen mit (meist grobkörniger) polykristalliner Kornstruktur, gerichtet erstarrter oder einkristalliner Kristallstruktur. Bei Restlebensdauerberechnungen fehlerbehafteter Strukturen wird bei zyklischer Belastung die Rissausbreitungsrate  $da/dN$  als Funktion der Schwingbreite der zyklischen Spannungsintensität  $\Delta_K$  für LCF und bei HCF der Grenzwert gegen Ausbreitung von Ermüdungsrissen  $\Delta_{K_{th}}$  sowie bei statischer Belastung der Widerstand gegen stabile Rissausbreitung, die Bruchzähigkeit  $K_{Ic}$  oder  $J_{Ic}$ , benötigt.

Die Ermittlung dieser Werte bei hohen Einsatztemperaturen bis ca.  $1000\text{ °C}$  ist nicht einfach und erfordert eine aufwendige Mess- und Prüftechnik. In diesem Beitrag soll speziell auf die Ermittlung des Widerstandes gegen Rissausbreitung bei quasistatischer Belastung bzw. der sog. Hochtemperatur (HT)-Bruchzähigkeit an Nickel-Basislegierungen eingegangen werden. Als Beispiel werden Messungen bis  $900\text{ °C}$

an der grobkristallinen konventionell abgegossenen Nickel-Basis-Gusslegierung MarM247 gezeigt.

## Lösungsansätze

Die Messung der Bruchzähigkeit bzw. des J-Integrals an „Compact Tension“ (CT)-Proben (Bild 1) erfordert eine Prüftechnik zur genauen Messung

- der Prüftemperatur,
- der Prüfkraft,
- der Probenaufweitung sowie
- der Rissverlängerung.

Die Prüftemperatur lässt sich relativ einfach und genau mit einem in Höhe der Rissfront des Ermüdungsrisses ( $a_0/W \approx 0,5$ ) in der Probe applizierten Mantelthermoelementes NiCr-Ni (Typ K) mit einer Genauigkeit von ca.  $\pm 3\text{ K}$  bis  $400\text{ °C}$  ermitteln [4]. Für höhere Temperaturen kann die nach Norm [1] geforderte Genauigkeit von  $\pm 3\text{ K}$  nur mit kalibrierten Thermoelementen erreicht werden.

Die Prüfkraft wird außerhalb des Hochtemperaturbereiches der Probe mit einer Standard-Kraftmessdose (meist

auf der Basis einer temperaturkompensierten Vollbrückenschaltung mit Dehnungsmessstreifen (DMS)) gemessen. Die Anforderungen an die Auflösung von ca.  $\pm 1\%$  der Prüfkraft werden in der Regel immer erfüllt.

Die Probenaufweitungsmessung wird gebraucht, um zusammen mit der Kraftmessung die Flächenintegration zur Ermittlung der Formänderungsarbeit bzw. des J-Integrals vornehmen zu können. Dazu muss die Aufweitung eigentlich nicht genauer als die Kraft bestimmt werden (Auflösung ca.  $\pm 1\%$  der max. Aufweitung der Probe).

Allerdings hängt die geforderte Genauigkeit der Probenaufweitungsmessung zusätzlich wesentlich von dem gewählten Verfahren zur Ermittlung der stabilen Rissausbreitung zusammen. Gemäß ASTM E1820-05a [1] bzw. ESIS P2-92 [2] ist die Ermittlung der Rissverlängerung sowohl durch eine Steifigkeitsmessung der Probe (Teilentlastungsverfahren) als auch durch eine elektrische Widerstandsmessung (Potenzialsondenverfahren) möglich und zulässig. Andere Verfahren wie Ultra-

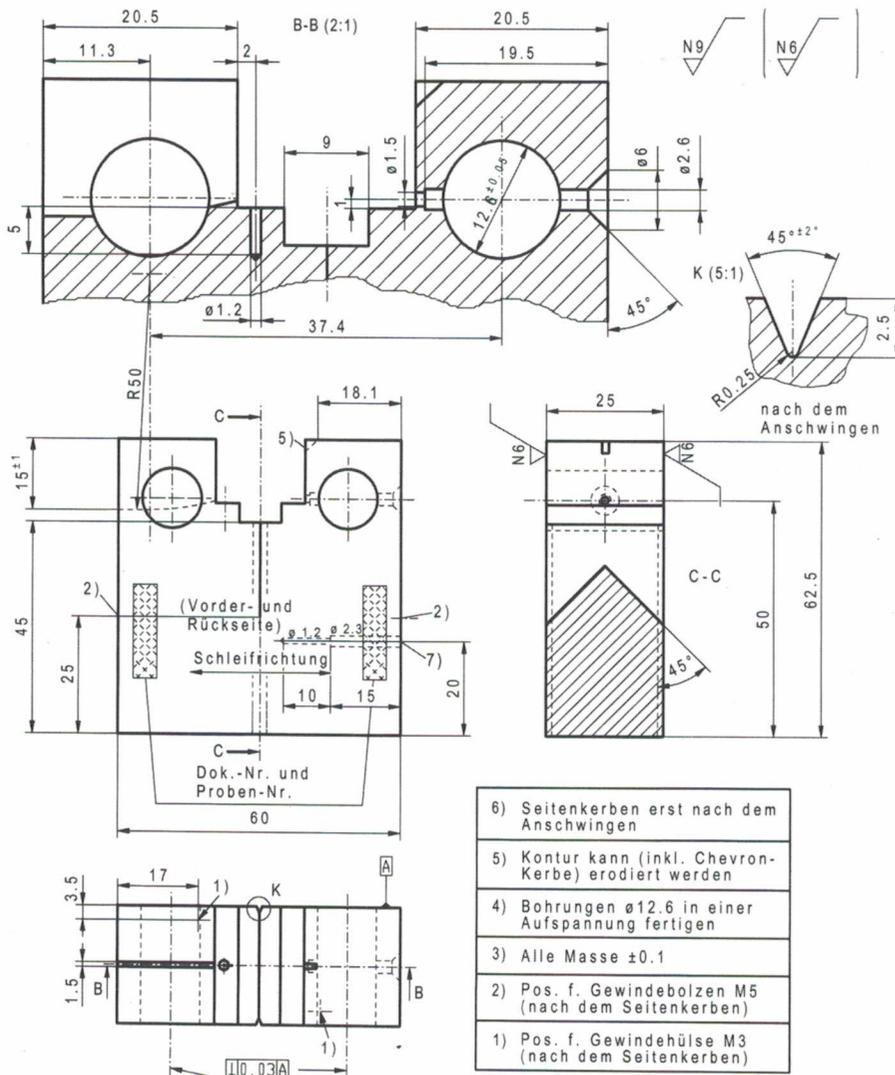


Bild 1. 1''-CT-Probe für Hochtemperatur-Bruchzähigkeitsmessung

Figure 1. 1''-CT-specimen for high temperature fracture toughness measurement

schallmessungen, Schallemission oder optische Verfahren haben sich nicht bewährt.

Das Teilentlastungsverfahren erfordert eine außerordentlich hohe Genauigkeit, um Rissverlängerungen mit einer erforderlichen Auflösung von ca.  $\pm 0,01$  mm ermitteln zu können. Insbesondere bei hohen Prüftemperaturen mit zeitabhängigen Kriech- und Relaxationsvorgängen ergeben sich zusätzliche Schwierigkeiten beim Teilentlastungsverfahren mit zahlreichen Teilentlastungen und Haltezeiten. Die Messung in der Lastlinie muss zusätzlich möglichst hysteresefrei sein, um die Steifigkeiten bei kleinen Be- und Entlastungen mit hoher Genauigkeit errechnen zu können. Grobkörnige Werkstoffe als auch Einkristallegierungen erzeugen

häufig sehr unregelmäßige Rissfronten und sehr unebene Rissflächen (sowohl beim Erzeugen des Ermüdungsanrisses als auch beim stabilen Rissfortschritt). Die hohe Temperatur der Probe macht zusätzliche Massnahmen notwendig wie wassergekühlte Wegaufnehmer auf DMS-Basis oder kapazitive Systeme sowie durch Drahterodieren erzeugte integrierte Messschneiden in der Lastlinie und entsprechende Kalibrierungen bei Prüftemperatur. Eine zusätzliche Erschwernis der hochgenauen Steifigkeitsmessung entsteht bei grobkörnigen Ni-Basislegierungen durch die sehr unebene Bruchflächentopografie sowie die Oxidbeläge auf den Rissflächen und die dadurch entstehenden Reib- und Abstützungseffekte im Bereich der vorderen Risszone.

Wird das Potenzialsondenverfahren zur Rissverlängerungsmessung eingesetzt, reduziert sich die erforderliche Genauigkeit für die Aufweitungsmessung drastisch, da sie nur noch zur Erstellung des Kraft-Weg-Diagramms benötigt wird. Die Belastung ist einseitig Zug und der Messablauf ist wesentlich schneller mit entsprechend reduzierten Kriech- und Relaxationseinflüssen. Der Aufwand für die elektrische Potentialmessung ist nicht unbeträchtlich, da zur genauen Risslängenermittlung eine PC-Messtechnik für sehr kleine Potentiale bzw. Widerstände und Kalibrierungen erforderlich ist.

Es ist die Wahl zwischen einer Wechselstrom- bzw. einer Gleichstrommessung zu treffen. In der Regel braucht es einen Spezialverstärker für Spannungen im Mikrovoltbereich und eine präzise rechnergesteuerte Stromquelle. Der Messtechnik an Ni-Basislegierungen kommt entgegen, dass der elektrische Widerstand gegenüber Stählen deutlich höher ist und mit steigender Temperatur stark zunimmt und dass der elektrische Temperaturkoeffizient wesentlich niedriger ist als bei Stählen und Leichtmetallen und mit steigender Temperatur auf Werte fast gegen Null abfällt.

### Probenheizung

Zur Heizung von CT-Bruchmechanikproben bis 1000 °C bieten sich an:

- Widerstandsofen,
- Strahlungssofen,
- Induktionsheizung,
- Gasheizung.

Bei Temperaturen bis 600 °C (für Stähle) wird überwiegend der Widerstandsofen benutzt, der eine gute Temperaturstabilität und Regelung aufweist und mit wassergekühlten Aufnehmern die direkte Aufweitungsmessung in der Lastlinie ermöglicht. Der Strahlungssofen benötigt eine hohe Energiedichte und Leistungsversorgung, um die kleinen CT-Proben effektiv heizen zu können.

Die Induktionsheizung mit einer Spule um die Probe ist sehr elegant und schnell, lässt die Probenoberseite für Aufweitungsmessungen frei und führt zu einer geringen Temperatur der ungeheizten Einspanngabeln. Der Nachteil der Induktionsfelder liegt in der Beeinträchtigung der elektrischen Messtechnik für genaue Aufweitungsbzw. Potenzialsondenmessungen. Eine Unterbre-

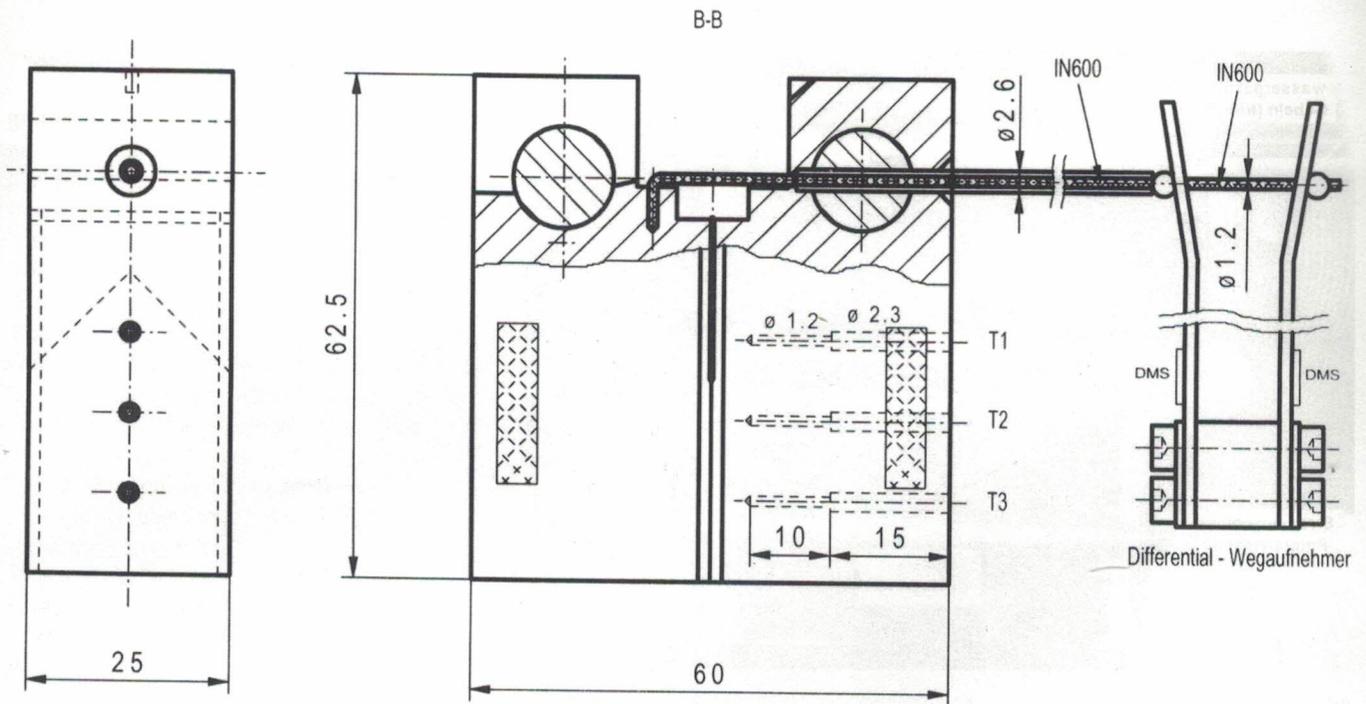


Bild 2. Messung der Rissaufweitung in der Lastlinie

Figure 2. Measurement of load line displacement

chung der Induktionsheizung während der eigentlichen Bruchzähigkeitsmessung ist ohne starke und schnelle Temperaturänderung der Probe nicht möglich. Die eigentliche Prüfdauer unter Last sollte kurz gehalten werden, um Kriech-, Relaxations- und Oxidationseffekte zu minimieren. Eine Gasheizung erfordert einen Spezialbrenner mit Temperaturregelung und gut gekühlte Einspannteile.

Die Entscheidungsmatrix zur Mess- und Prüftechnik für Bruchzähigkeitsmessungen bei hohen Temperaturen > 600 °C stellt sich etwa so dar:

Rissverlängerung/Heizung	Widerstand	Strahlung	Induktion	Gas
Teilentlastungsverfahren	☺☺	☹	☹	☺☹
Potenzialsondenverfahren	☺	☺☹	☺☺	☺

## Lösung

Unter Einbezug aller Vor- und Nachteile sowie vorhandenen Fähigkeiten und Erfahrungen [5-7] wurde die Prüftechnik mit dem Gleichstrom-Potenzialsondenverfahren und einer speziellen

Gasheizung als am aussichtsreichsten ausgewählt.

## Versuchsaufbau

Die Probe entspricht der 1"-„Compact Tension“ (CT)-Probe gem. ASTM E1820 mit 2 × 10 % Seitenkerben (Bild 1).

Die wassergekühlten Einspanngabeln wurden aus Nimonic105 gefertigt. Für die Rissverlängerungsmessung mit der Gleichstrompotenzialsonde müssen die Einspannteile elektrisch isoliert ausgeführt werden. Die Einspannbolzen wurden aus einer Einkristall-Legierung (ähnlich CMSX-4) gefertigt. Probe und Gabeln werden mit einem dünnen Keramikfasergewebe seitlich thermisch getrennt. Der speziell Allgas-Flächenbrenner arbeitet mit Ferngas und Pressluft und heizt die Seitenflächen der CT-Probe. Die Prüftemperatur wird durch konstante Gasmenge und Luftdosierung mit einem Temperaturregler, einem Proportionalventil einfach und genau eingestellt. Mit zwei weiteren Thermoelementen wird die Temperaturverteilung in der Probe kontrolliert. Der horizontale Aufbau der servohydraulischen Prüfmaschine (liegende MTS250kN) erleichtert die Positionierung des Gasbrenners.

Durch die Anwendung der Potenzialsonde kann der Versuch im Vergleich zum Teilentlastungsverfahren deutlich schneller und mit stetig zunehmender Aufweitung ohne Hysterese Probleme durchgeführt werden. Die niedrigere Anforderung an die Auflösung der Aufweitungsmessung ermöglicht die Messung der Aufweitung in der Lastlinie durch die Bolzenachse mit dem Wegaufnehmer außerhalb des heißen Bereiches der Einspannung (Bild 2).

Das Risswachstum wird mit einer hochauflösenden PC-gesteuerten DUPLEX-Potenzialsonde (Gleichstrom mit Stromrichtungsumschaltung [5-7]) gemessen.

## Versuchsdurchführung

Die Prüfung wird in Wegregelung mit einer Kolbengeschwindigkeit von 0,6 mm/min durchgeführt. Nach einer Rissverlängerung von > 2,5 mm wird der Versuch gestoppt und die Probe entlastet. Bild 3 zeigt den Versuchsaufbau während einer Prüfung bei 900 °C. Es hat sich bewährt, die Probe noch ca. 30 min auf Temperatur zu lassen, um ein „heat tinting“ der Bruchfläche zu erzeugen, was die optische Nachausmessung der Rissfront erleichtert. Nach dem Versuch wird die Probe bei RT in einem Hochfrequenzpulser aufgeschwungen.

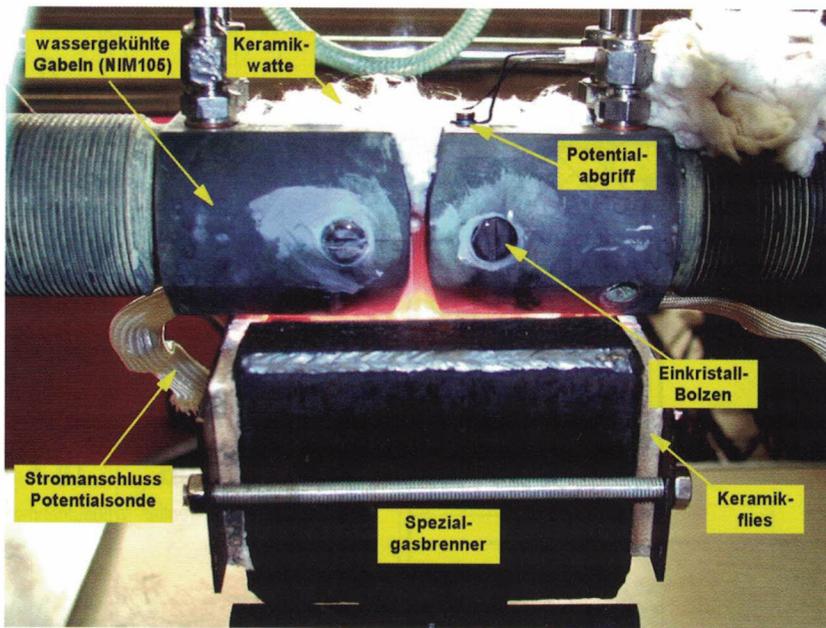


Bild 3. Versuchsaufbau (900 °C) in liegender Prüfmaschine MTS250kN  
 Figure 3. Test set up (900 °C) in horizontal test machine MTS250kN



Bild 4. MarM247-Gefüge bei großen Querschnitten  
 Figure 4. MarM247cc structure in thick parts

### Auswertung und Ergebnisse

Die Messungen der Kraft, Aufweitung und Rissverlängerung werden in einem ASCII-File gespeichert und zusammen mit den optischen Ausmessungen der Ermüdungsriss- und der Zähbruchfront in einem PC-Programm zur Nachauswertung des Versuchs verwendet. Je nach Duktilität und Einschränkungen durch die Gültigkeitskriterien werden  $J_{IC}$  (und daraus umgerechnete sog.  $K_{IJ}$ -Werte) sowie  $K_Q$ - und ggf.  $K_{IC}$ -Werte ermittelt. Die meist große Korngröße der Ni-Basis-Guss-Werkstoffe (Bild 4) ergibt normalerweise unregelmäßige Rissfronten, sowohl beim Anschwingen als auch bei der stabilen Rissausbreitung. Die unebenen Bruchflächen erschweren die Potenzialsondenmessungen als auch insbesondere hochaufgelöste Aufweitungsmessungen beim Teillastungsverfahren.

Die Bilder 5 und 6 zeigen Beispiele von Messungen an dem Ni-Basis-Gusswerkstoff MarM247 bei 800 °C bzw. 900 °C. Die strengen Vorgaben der Normen an die Gültigkeit der Rissfronten lassen sich bei grobkörnigen Werkstoffen häufig nicht erfüllen.

Wie es aus den Bildern 7 und 8 zu erkennen ist, lässt sich die Auswertung mit dem Potenzialsondenverfahren sowohl nach der ESIS-Empfehlung als auch aus einer Auftragung der Risslänge über der Zeit resp. Messwertnummer (ALSTOM-Prozedur) ermitteln.

In Bild 9 sind in der Last-Aufweitungskurve der Belastungspunkt für 0,2 mm stabiles Risswachstum und die entsprechenden Energieanteile dargestellt.

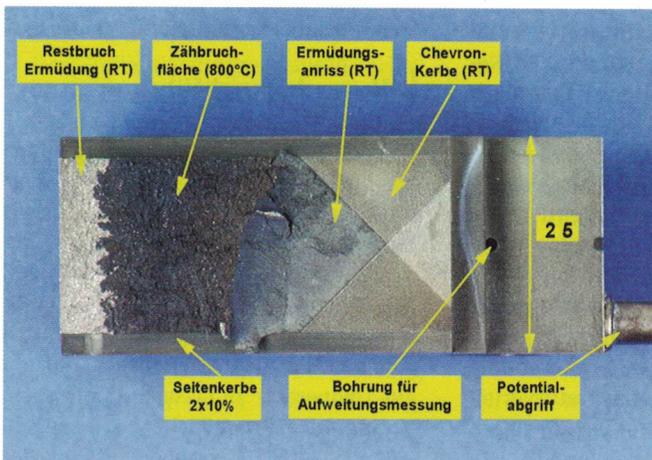


Bild 5. Bruchfläche einer 1"-CT-Probe (Versuch bei 800 °C)  
 Figure 5. 1"-CT specimen crack surface (test at 800 °C)

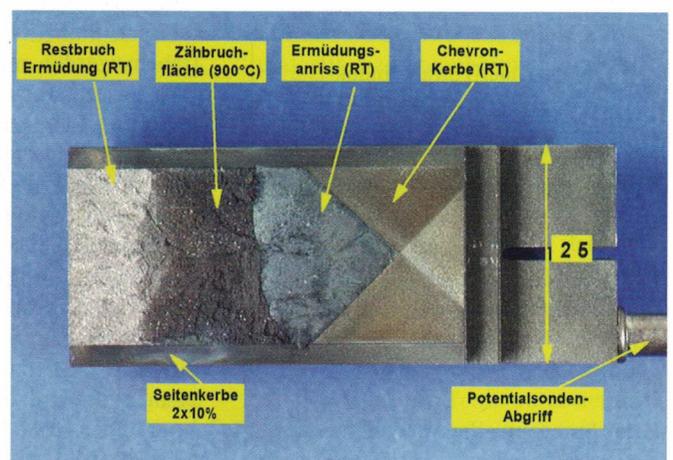


Bild 6. Bruchfläche einer 1"-CT-Probe (Versuch bei 900 °C)  
 Figure 6. 1"-CT specimen crack surface (test at 900 °C)

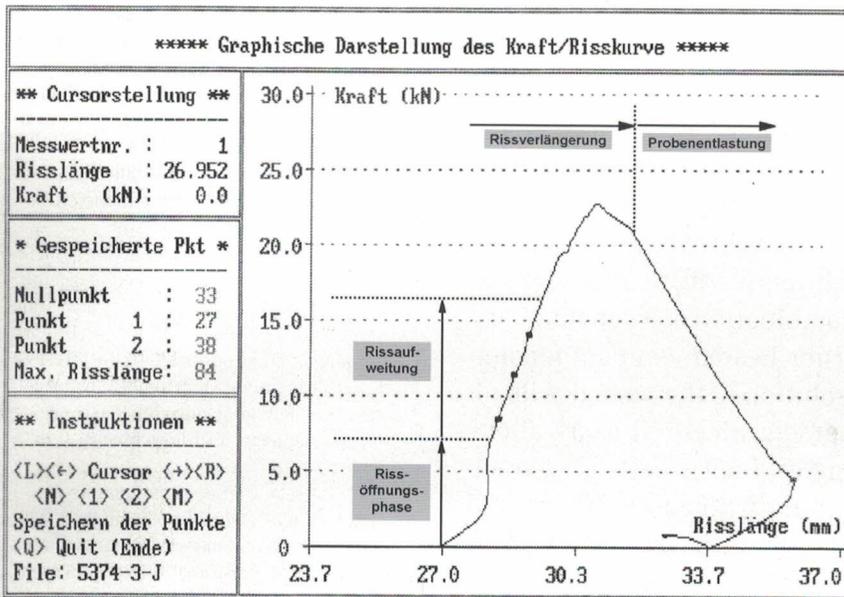


Bild 7. Potenzialsondenauswertung (ESIS-Prozedur), Versuch bei 900 °C

Figure 7. Potential drop evaluation (ESIS-procedure), test at 900 °C

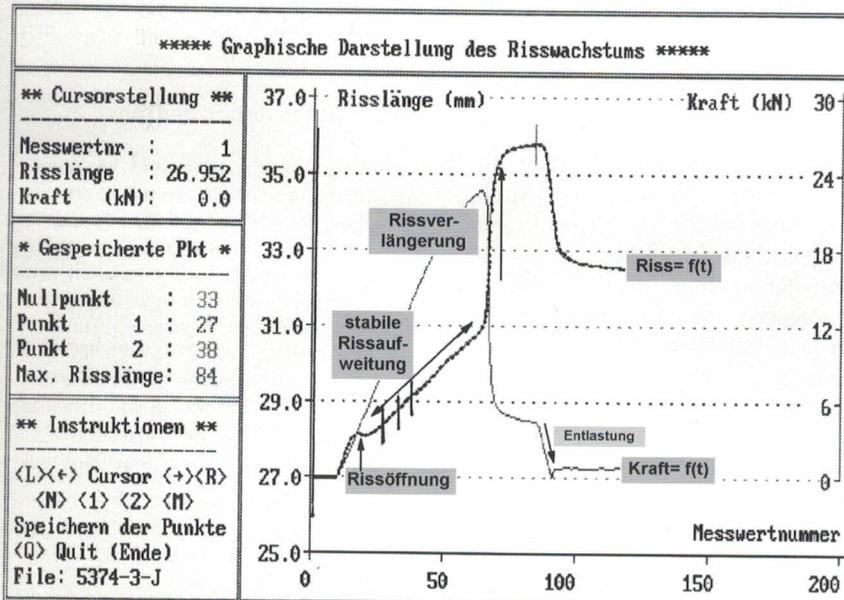


Bild 8. Potenzialsondenauswertung (ALSTOM-Prozedur), Versuch bei 900 °C

Figure 8. Potential drop evaluation (ALSTOM-procedure), test at 900 °C

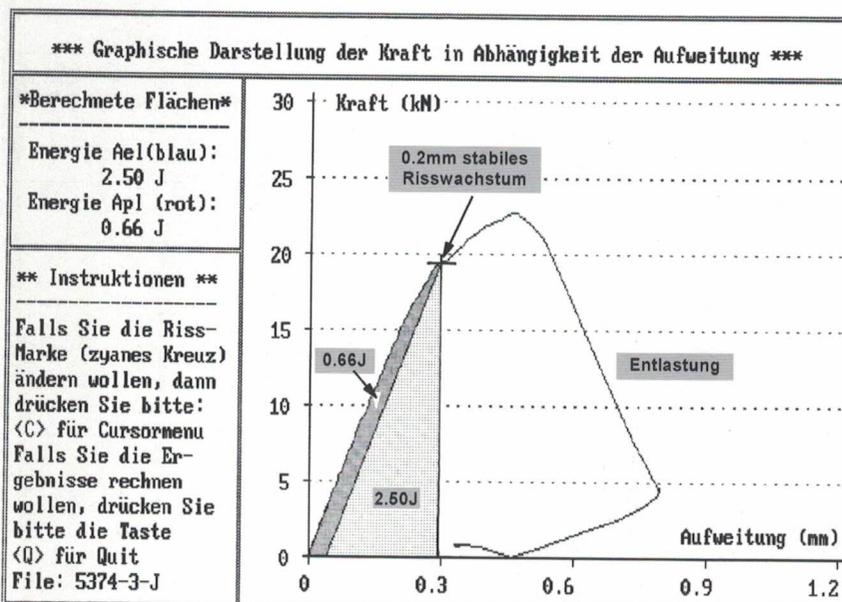


Bild 9. Ermittlung des Belastungspunktes für 0,2mm stabiles Risswachstum sowie der Energieanteile, Versuch bei 900 °C

Figure 9. Load point for 0.2mm stable crack elongation and elastic/plastic energies, test at 900 °C

## Abstract

**High Temperature Fracture Toughness Measurement.** The knowledge of the fracture toughness is useful for the estimation of the failure behaviour of components with defects. The procedure for measuring the crack growth resistance of metallic materials at very high temperatures is shown.

The fracture behaviour of Ni-base high-temperature alloys can be measured at high temperatures with a combination of a constant current potential drop system and gas burner heated compact tension specimens. The necessary very high resolution of the partial unloading procedure can be avoided. The coarse-grained Ni-basis alloys show higher scatter compared with fine-grained steels. The crack front covers only a small number of grains with unknown crystal orientations. It is recommended to test a number of specimens at the same temperature to get a realistic material scatter band.

## Schlussfolgerungen

Das Bruchverhalten von metallischen Hochtemperaturlegierungen lässt sich bei hohen Temperaturen erfolgreich mit einer Kombination der Gleichstrompotenzialsonde und einer Probenheizung mit einem Gasbrenner ermitteln. Die sehr hohen Genauigkeitsanforderungen des Teillastungsverfahrens lassen sich umgehen. Die grobkörnigen Nickelbasislegierungen führen zu größeren Messwertstreuungen, als sie bei feinkristallinen Stählen je nach Duktilität mit ca.  $\pm 10\%$  bis  $\pm 15\%$  bekannt sind. Bei Ni-Basisgusslegierungen beinhaltet die Rissfront nur wenige Körner mit unbekannter Kristallorientierung. Bis ca.  $750^\circ\text{C}$  zeigen viele Ni-Basisgusslegierungen verformungsarmes Bruchverhalten. Es ist als nächster Schritt vorgesehen, mehrere Proben bei derselben

Temperatur zu prüfen, um einen Anhaltswert für die zu erwartende Streuung zu erhalten. Zur Nachrechnung von Bauteilversagen ist ein belastbarer Mittelwert der Bruchzähigkeit zu verwenden, wogegen für die Bauteilauslegung gut belegte Mindestwerte von mehreren Chargen des jeweiligen Werkstoffes zur Verfügung stehen sollten.

## Literatur

- 1 ASTM E 1820-05a: Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, ASTM (2005), S. 1054-1101

- 2 ESIS P2-92: Procedure for determining the fracture behaviour of materials, European Structural Integrity Society (1992)
- 3 ISO 12135: Metallic Materials - Unified method of test for the determination of quasi-static fracture toughness, ISO (2002)
- 4 N. N.: Degussa - Fortschritt durch Edelmetall und Chemie, Thermodrähte, Messtechnik 87-0-8-571HP
- 5 K. F. Stärk, D. W. Bühler: Personal-Computer-gestützte Bruchzähigkeitsmessung mit der Potentialsonde, 23. Vortragsveranstaltung des DVM-Arbeitskreises „Bruchvorgänge“, DVM Berlin (1991), S. 131-139
- 6 K. F. Stärk: Entwicklung einer rechnergesteuerten Potentialsonde für Risswachstumsmessungen, VDI-Berichte 631 (1987), S. 331-342
- 7 K. F. Stärk, A. Genner: Bestimmung der elastisch-plastischen Bruchzähigkeit mit einer rechnergesteuerten Potentialsonde, DGM Werkstoffprüfung (1989), S. 133-140
- 8 W. Baer: Key Curve-Einprobenverfahren zur Ermittlung dynamischer Risswiderstandskurven, Materialprüfung 47 (2005), No. 11-12, S. 666-673

## Der Autor dieses Beitrags

Dr.-Ing. Klaus F. Stärk, geb. 1943, studierte Maschinenbau an der TH Darmstadt mit den Vertiefungsfächern Kunststoffkunde und -technologie. Von 1972 bis 1980 Versuchsingenieur und Wissenschaftlicher Assistent an der MPA, Universität Stuttgart. 1980 promoviert er auf dem Gebiet der Thermometrie und Schwingfestigkeit. Von 1980 bis 2008 war er zuständig für mechanische Werkstoffeigenschaften bei ALSTOM (Schweiz) AG, Materials Technology, Abt. TTTM Baden/Schweiz, Hauptgruppe Werkstoff- und Bauteilprüfung.

You will find the article and additional material by entering the document number MP110143 on our website at [www.materialstesting.de](http://www.materialstesting.de)