

# Entwicklung eines Standards zur Untersuchung der Hochtemperaturoxidationsbeständigkeit

M. Malessa, M. Schütze  
 E-Mail: malessa@dechema.de  
 gefördert durch: Europäische Kommission  
 Laufzeit: 01.01.2002 – 31.01.2005



## Einleitung

Zur Untersuchung des Korrosionsverhaltens bei hohen Temperaturen werden Werkstoffe häufig isotherm in entsprechenden Atmosphären ausgelagert. Der Nachteil isothermer Tests ist, daß unter Betriebsbedingungen fast nie isotherme Zustände vorliegen und meistens eine bessere Oxidationsresistenz als unter realer Beanspruchung beobachtet wird (Abb.1). Eine thermozyklische Prüfung, bei der die Proben alternierend sowohl hohen Temperaturen als auch der Umgebungstemperatur ausgesetzt sind, ermöglicht in vielen Fällen eine realistischere Simulation der Betriebsbedingungen.

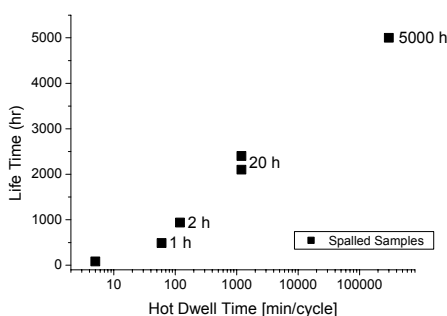


Abb. 1: Materiallebensdauer in Abhängigkeit von der Haltezeit bei oberer Temperatur (hot dwell time) bei thermozyklischem Betrieb

Der wesentliche Nachteil des zyklischen Oxidationstests besteht in der bislang fehlenden Standardisierung der Testparameter mit der damit verbundenen enormen Streuung von Daten aus unterschiedlichen Laboratorien, was die Vergleichbarkeit der Daten erheblich erschwert.

Das Ziel dieses von der Europäischen Kommission geförderten Verbundprojekts besteht in der Quantifizierung der Rolle der Beanspruchungsparameter in der zyklischen Oxidation und der Entwicklung einer zuverlässigen und aussagekräftigen Testprozedur für die zyklische Oxidation. Abschließend soll diese Praxisrichtlinie über das technische Komitee ISO TC 156 als Arbeitsthema bei der International Organisation for Standardisation (ISO) eingereicht und als Norm zur Durchführung zyklischer Oxidationstests eingeführt werden.

## Projekttablauf

Neben der Durchführung experimenteller Teilaufgaben obliegt der Arbeitsgruppe HTW des Karl-Winnacker-Instituts die gesamte Koordinierung des Projekts. Der Ablauf des Projekts ist in zwei Phasen gegliedert:

- Evaluierung derzeit benutzter Testprozeduren, Apparaturen und existierender Daten; Entwicklung von Testprozeduren für unterschiedliche Anwendungen (Lang-, Kurz- und Ultrakurzzeitzyklen; komplexe korrosive Bedingungen); Untersuchung dieser Prozeduren in Bezug auf Einflüsse der Testparameter auf Streuung der Ergebnisse.
- Entwicklung eines Entwurfs einer Praxisrichtlinie basierend auf Ergebnissen der Phase I; Evaluierung in Validierungstests; Formulierung und Einreichung der endgültigen Praxisrichtlinie bei ISO.

## Projektpartner

An dem Projekt sind 15 Partner aus Forschungsinstituten und Universitäten sowie der Industrie beteiligt.

Forschungseinrichtungen: Cranfield Univ., DECHEMA, EU Joint Research Centre, Forschungszentrum Jülich, NPL Management Ltd., Swedish Institute for Metal Research (SIMR), Technical Research Centre of Finland (VTT), Universidad Complutense de Madrid, University of Newcastle upon Tyne

Industrie: Alstom (Switzerland) Ltd., Arcelor, CESI SpA, MTU Aero Engines, ThyssenKrupp VDM, Ugine-Savoie Imphy SA

Zusätzliche wissenschaftliche Unterstützung erfolgt durch acht Unterprojektpartner („Subcontractors“).

## Untersuchte Werkstoffe

Die Werkstoffe wurden so ausgewählt, daß sie sowohl verschiedene Klassen von Hochtemperaturwerkstoffen als auch unterschiedliche Gruppen typischer Serviceparameter repräsentieren.

- P 91 (ferritischer 9%Cr-Stahl): Konstruktionsmaterial in Kraftwerken und Chemischer Industrie; 500-700°C
- AISI 441 (ferritischer 18%Cr-Stahl): Motorenbereich (Auspuffkrümmer) und Brenner; 700-950°C
- Alloy 800H (austenitischer, chromoxidbildender Stahl, 32% Ni, 20%Cr): Konstruktionsmaterial in chemischer Industrie, in Gasturbinen, Flugtriebwerken; 700-1100°C
- CM 247 (Ni-basiert Superlegierung): für Komponenten mit hohen mechanischen Belastungen (Turbinschaufeln); 850-1100°C
- Kanthal A1 (FeCrAl-Legierung): Anwendung als Heizelement, Katalysatorträger, Brenner; 1000-1400°C

## Interne Standardisierung

Zur Vermeidung möglicher Streueinflüsse wird ein interner Standard benutzt, um eine gemeinsame Basis für alle Experimente im Projekt zu gewährleisten. Dieser beinhaltet:

- Probenvorbereitung
- Geräteparameter
- Definition eines Thermozyklus

Variiert wurden die Parameter Temperatur, obere Haltezeit, untere Haltezeit und Luftfeuchtigkeit.

## Definition eines Thermozyklus

Ein Thermozyklus besteht aus den vier Phasen Aufheizphase (heating), Haltezeit bei hoher Temperatur (hot dwell time), Abkühlphase (cooling) und Haltezeit bei niedriger Temperatur (cold dwell time) (Abb.2).

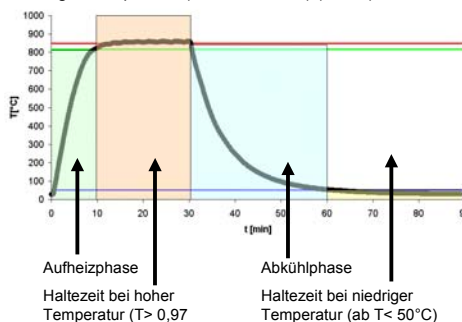


Abb. 2: Definition eines Thermozyklus

Die Haltezeit bei hoher Temperatur beginnt bei Erreichen der Temperatur  $T(t_{heating})$  und endet mit Entfernen der Proben aus der heißen Zone des Ofens.

## Testmatrix

Die Auswahl der verschiedenen Versuche aus den möglichen Kombinationen von Testparametern erfolgt unter statistischen Gesichtspunkten. Dabei erlaubt die symmetrische Auslegung (balanced design) der Testmatrizes eine quantitative Evaluierung der experimentellen Ergebnisse und eine Aussage über die Signifikanz des Testparameterinflusses in Bezug auf das Hochtemperaturoxidationsverhalten.

## Ergebnisse der Parametervariation

Als signifikante Testparameter wurden, neben der Temperatur, die obere Haltezeit (Abb. 3a) und die Luftfeuchtigkeit der Prüfatmosphäre (Abb. 3b) identifiziert.

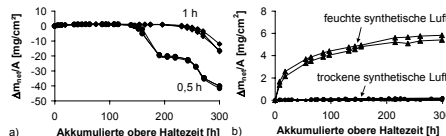


Abb. 3:

- a) Einfluß der oberen Haltezeit bei Short Dwell Auslagerung von Alloy 800 bei 1000°C
- b) Einfluß der Luftfeuchtigkeit bei Short Dwell Auslagerung von P91 bei 650°C

## Validierung der Praxisrichtlinie

Der Entwurf der Praxisrichtlinie wird zur Zeit in umfangreichen Ringversuchen in verschiedenen Laboren validiert. Die bislang vorliegenden Ergebnisse zeigen, daß der Entwurf geeignet ist, um direkt vergleichbare Ergebnisse über das thermozyklische Oxidationsverhalten zu erhalten (z.B. Abb. 4, 5). Bei Befolgung der Praxisrichtlinie ist das Oxidationsverhalten bis zu dem Zeitpunkt  $t_{protective}$  innerhalb der Streuung der Einzelproben in verschiedenen Laboren reproduzierbar und ermöglicht damit eine Materialprüfung nach einem standardisierten Verfahren, was bislang nicht möglich war. Dies bildet die Grundlage für thermozyklische Oxidationsprüfungen als Dienstleistung durch zertifizierte externe Prüflaboratorien.

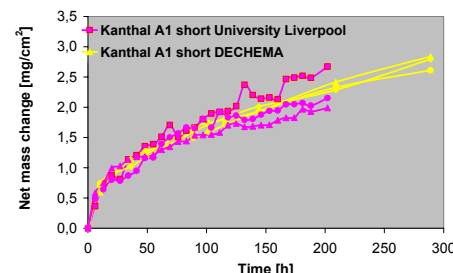


Abb. 4: Short Dwell Auslagerung von Kanthal A1 bei 1250°C

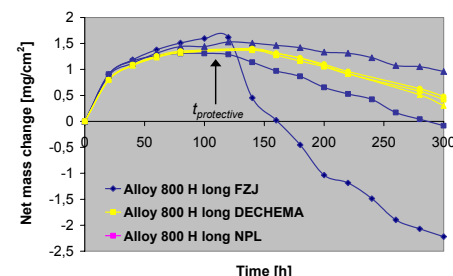


Abb. 5: Long Dwell Auslagerung von Alloy 800H bei 1000°C