

Technisches Programm

Untersuchungen zum Risswiderstand und zur Kerbzeitstandempfindlichkeit in Abhängigkeit von der Duktilität in Grade 92





Inhalt

1	Motivation / Hintergrund.....	3
2	Erkenntnisgewinn	5
3	Leistungen der beauftragten Dienstleister	6
3.1	Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM – Freiburg	6
3.2	MPA Stuttgart	9
4	Rahmenbedingungen	10
5	Teilnahmegebühr	10
6	Compliance	11
7	Ansprechpartner	12





1 Motivation / Hintergrund

Hintergrund für die Initiierung des ersten Technischen Programms „Langzeitverhalten von Grade 92“ im 1. Quartal 2024 war die Einstufung der martensitischen Stahlsorte „Grade 92“ (X10CrWMoVNb 9-2, Werkstoffnummer 1.4901) im aktuellen ASME Code Case B31 CASE 183 - 5 als „kriechintolerant“. Da diese Klassifizierung den Betriebserfahrungen europäischer Kraftwerks- und Anlagenbetreiber mit langzeitbeanspruchten Hochtemperaturbauteilen aus Stahl Grade 92 widerspricht, wurde vom vgbe energy e.V. eine Arbeitsgruppe gegründet, in der durch systematische Untersuchungen die Belastbarkeit der Klassifizierung überprüft werden soll.

In dem ersten Technischen Programm wurden die Institute Fraunhofer IWM, MPA Stuttgart und IfW Darmstadt beauftragt, durch eine systematische Zusammenstellung von Datensätzen zum Schädigungsverhalten von Grade 92 (Werkstoff X10CrWMoVNb9-2, P92 / T92) sowie weiterführender metallographischer Untersuchungen an gebrochenen Zeitstandproben einerseits und durch umfangreiche Analysen vorliegender Daten aus über 350 Zeitstandversuchen an über 30 Schmelzen der Werkstoffsorte Grade 92, die zum großen Teil von europäischen Herstellern stammen und der dazugehörigen Schmelzeninformationen andererseits, die Frage zu beantworten, ob die Einstufung des Stahles Grade 92 als „kriechintoleranter“ Werkstoff durch den ASME Boiler and Pressure Vessels Code (BPVC), Code Case 3048, auch anhand der in Deutschland verfügbaren Datensätze bestätigt oder widerlegt werden kann. Flankiert wurden die Arbeiten durch theoretische Betrachtungen zum Kriechschädigungs-Toleranzparameter λ und zur Kriechduktilität von Grade 92 im Allgemeinen.

Wesentliches Ergebnis der Arbeiten ist, dass derzeit keine eindeutigen Belege dafür vorliegen, dass der Stahl Grade 92 mit normgerechter Wärmebehandlung (VdTÜV-Blatt 552/2, 2021), chemischer Zusammensetzung und Korngröße sprödes Bruchverhalten oder Kerbempfindlichkeit aufweist, was eine Einordnung als „kriechintolerant“ rechtfertigen würde. Die Bruchverformungskennwerte der untersuchten Zeitstandproben fallen zwar mit höherer Laufzeit ab, das mikroskopische Bruchaussehen bleibt aber überwiegend duktil. Die Aussagen zur Kerbempfindlichkeit sind jedoch vorläufig, da bisher in Deutschland noch keine Ergebnisse aus Kerbzeitstanduntersuchungen zu Grade 92 im Langzeitbereich vorliegen, während die längsten aus der Literatur bekannten Laufzeiten gekerbter Zeitstandproben aus Grade 92 im Bereich von ca. 15.000 Stunden liegen. Weiterhin ist der KriechschädigungsToleranzparameter λ , im ASME Code Case 3048 als Kriechintoleranzparameter bezeichnet, als Verhältnis aus Bruch-





dehnung und Monkman-Grant Dehnung (akkumulierter Dehnung im sekundären Kriechbereich) zwar aus der Kontinuumsschädigungsmechanik heraus motiviert, aber dennoch kein geeigneter Parameter, um die Duktilität eines Werkstoffs zu charakterisieren. Er beschreibt lediglich das Verhältnis zwischen Dehnung im sekundären und tertiären Kriechbereich. Die Bruchverformungskennwerte der Zeitstandversuche am Grade 92 nehmen im betriebsrelevanten Langzeitbereich zwar stark ab, es konnte jedoch nicht nachgewiesen werden, dass die Versuchsparameter Prüftemperatur, Prüfspannung oder Beanspruchungszeit den Parameter λ systematisch beeinflussen. Weiterhin konnte die These, dass eine höhere Sensitivität zur Porenbildung gleichzeitig eine geringere Kriechduktilität zur Folge hat, durch die durchgeführten Analysen nicht bestätigt werden. Es wurde auch gezeigt, dass einzelne Chargen des Grade 92 eine deutlich höhere Sensitivität zur Porenbildung haben als andere, wobei mit FIB-Schnitten durch Kriechporen deutlich wird, dass die Porenbildung bevorzugt an verschiedenen Ausscheidungen erfolgt (nicht nur an Bornitrid). Weiterhin auffällig ist, dass einzelne Chargen des Grade 92 deutlich bessere Brucheigenschaften (höhere Werte für Bruchdehnung und Brucheinschnürung) aufweisen als andere, wobei wie erwähnt kein direkter Zusammenhang zwischen Porendichte oder Porosität und Kriechduktilität (Bruchdehnung, Brucheinschnürung) zu erkennen ist. Gründe für das unterschiedliche Verhalten sind bisher nicht bekannt. So konnte in den durchgeführten Untersuchungen an Schmelzen mit hohen und niedrigen Bruchverformungskennwerten keine eindeutige Korrelation von Gehalten an Elementen bzw. Elementgruppen mit Bruchverformungskennwerten gefunden werden. Die Überprüfung der Homogenität der Versuchsmaterialien mit einem Elementmapping ergab keine Hinweise auf Seigerungen / Mikroseigerungen.

Die Auswertungen zeigen, dass in Langzeitversuchen an Grade 92 spröde Brucherscheinungen bei geringen Bruchverformungskennwerten und gleichzeitig hohen Zeitstandlebensdauer- verbräuchen bis zum Erreichen der 1 %- bzw. 2 %-Zeitdehngrenzen bei gleichzeitig guter Zeitstandfestigkeit (oberes Streuband VdTÜV-Blatt) durchaus vorliegen können. Ungeklärt ist weiterhin, ob

- verformungsarme Grade 92 Schmelzen das Leck-vor-Bruch-Kriterium erfüllen;
- woran duktile und spröde Chargen frühzeitig erkannt werden können und
- ob spröde Schmelzen im Langzeitbereich eher zur Kerbzeitstandempfindlichkeit neigen als Schmelzen mit hoher Duktilität.

Letzteres schließt die Frage mit ein, inwiefern sich das Zeitstandverhalten von Chargen mit geringer Duktilität von Chargen mit hoher Duktilität unter mehrachsiger Beanspruchung unterscheidet.





In diesem neuen Technischen Programms

„Untersuchungen zum Risswiderstand und zur Kerbzeitstandempfindlichkeit in Abhängigkeit von der Duktilität in Grade 92“

sollen die genannten Themen spezifisch adressiert werden.

2 Erkenntnisgewinn

Durch die geplanten Untersuchungen werden die derzeit bestehenden Unsicherheiten im Leck-vor-Bruch Verhalten betriebsrelevanter Werkstoffzustände deutlich reduziert, wodurch sich die von der zuständigen Überwachungsstelle vorgegebenen Sicherheitswerte für einen Weiterbetrieb der Anlage ebenfalls reduzieren könnten. Gleichzeitig liefern die Ergebnisse fundierte Erkenntnisse, ob für den von der ASME als kriechintolerant eingestuften Werkstoff Grade 92 im Langzeiteinsatz tatsächlich das Leck-vor-Bruchkriterium gebrochen wird oder nicht, was ein wichtiges Kriterium bei der Werkstoffauswahl für zukünftige HT-Bauteile, die bei $T > 600 \text{ °C}$ betrieben werden sollen, sein wird.

Zudem wird überprüft, ob sich die chargenspezifischen Duktilitätseigenschaften im Langzeitverhalten durch langsame Zugversuche (SSRT-Versuche) an definierten Materialzuständen ermitteln lassen. Hierfür soll eine Methode entwickelt werden, mit der das Gefüge von unbehandeltem Material gezielt durch thermo-mechanische Vorbehandlung so angepasst werden kann, dass es dieselben Charakteristika aufweist wie langfristig kriechbeanspruchtes Gefüge. Da bisher keine eindeutigen mikrostrukturellen Ursachen für die unterschiedlichen Verformungskennwerte bei P92-Schmelzen gefunden werden konnten, sollen im Rahmen eines neuen Technischen Programms weitere Proben metallographisch hinsichtlich möglichen Seigerungen / Mikroseigerungen mit Elementmappings untersucht werden. Der Vergleich von Schmelzen mit hohen und niedrigen Verformungskennwerten im vorhergehenden Projekt lässt einen Einfluss der Anzahl der $M_{23}C_6$ -Karbide vermuten. Die Ausscheidungsstruktur soll im geplanten Projekt für $M_{23}C_6$ -Karbide, MX-Teilchen und Laves Phase untersucht werden. Bruchflächenuntersuchungen im REM sollen die Bewertung des mikroskopischen Bruchaussehens und damit die Einordnung ins DECS-Diagramm ermöglichen.

Die begleitenden mikrostrukturellen Untersuchungen zu AP2 an thermomechanisch beanspruchten Proben werden eine Aussage zur Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse mit denen langzeitstandbeanspruchter Proben ermöglichen.





3 Leistungen der beauftragten Dienstleister

3.1 Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM – Freiburg

„Experimentelle Untersuchungen zum Leck-vor-Bruch Verhalten und Entwicklung einer Screening-Methode zur Identifikation spröder Chargen“, gemäß beigefügter Aufgabenbeschreibung“

AP 1: Experimentelle Untersuchungen zum Leck-vor-Bruch Verhalten

Ziel der Arbeiten ist die experimentelle Charakterisierung des Risswiderstands unterschiedlicher Materialzustände von Grade 92 als notwendige Basis für Leck-vor-Bruchbewertung von Bauteilen aus Grade 92 mit analytischen Bruchmechanik-Modellen.

Dazu sollen Bruchmechanik-Versuche (J-R Versuche) an Werkstoffen in unterschiedlichen Zuständen an Standard C(T)-Proben und speziellen Kleinproben durchgeführt werden. Begleitend dazu werden Zugversuche (Dehnrates $1 \cdot 10^{-3}$ 1/s) benötigt, um die Auswertung der J-R-Versuche zu ermöglichen. Die Variation der Probengeometrie in den J-R-Versuchen wird aus folgenden Gründen als sinnvoll erachtet:

- Ergebnisse von C(T)-Probenversuchen sind nach den gängigen Normen auswertbar;
- Kleinproben ermöglichen die experimentelle Charakterisierung von kriechgeschädigtem Material auch wenn die Entnahme der größeren C(T)-Proben nicht möglich ist;
- Vergleich zwischen C(T)- und Kleinprobenversuchen dient zur Ableitung und Validierung der Constraint-Korrekturfunktion für die J-R-Kurve, welche für eine spätere Übertragung der Ergebnisse auf rissbehaftete Bauteile notwendig ist.

Im Einzelnen sind folgende Versuche vorgesehen:

- a) Zug- und J-R-Versuche an Standardproben, z. B. C(T)25, an unterschiedlichen Ausgangszuständen ohne Vorschädigung. Die Ausgangszustände sollen zwei Werkstoffchargen mit guten bzw. schlechten Langzeiteigenschaften entsprechen, zu denen das Langzeitverhalten (Kriechtoleranz) bekannt ist. Dadurch soll geklärt werden, ob Unterschiede im Rissverhalten im Ausgangszustand Hinweise auf das Langzeitverhalten geben können.

Umfang: je 2 Zug- und 2 J-R-Versuche an Standardproben pro Ausgangszustand.





- b) Vergleichende J-R-Versuche an Kleinproben an Material im Ausgangszustand mit schlechten Langzeiteigenschaften zur Quantifizierung des Constraint-Einflusses.

Umfang: 2 J-R-Versuche an Kleinproben.

- c) Zug- und J-R-Versuche an aus ungebrochenen Zeitstandproben entnommenem (Option 1) oder betriebsbelastetem (Option 2) Material.

Umfang: 6 Zugversuche (3 Materialzustände, je 2 Proben),

6 J-R-Versuche (3 Materialzustände, je 2 Proben mit Risserweiterungen von ca. 0,2 mm bis 0,5 mm).

Hierbei muss berücksichtigt werden, dass eine starke Plastifizierung der Probe in einem J-R-Versuch nicht zulässig ist. Dies kann jedoch bei der Verwendung von Kleinproben mit entsprechend kleinen Rissen (z. B. aus zylindrischen Rohlingen mit einem Durchmesser von 6 mm) und einem Material mit einer hohen Risszähigkeit passieren. Aus diesem Grund soll vor der Festlegung des Prüfkonzepts mit Hilfe von FE-Simulationen unter Verwendung der Ergebnisse aus AP 1a und AP 1b eine der folgenden Optionen geprüft werden:

- Option 1: J-R-Versuche an Kleinproben aus ungebrochenen Zeitstandproben - falls die Risszähigkeit niedrig ist
 - Option 2: J-R-Versuche an größeren Standardproben aus betriebsbelastetem Material – falls die Risszähigkeit hoch ist
- d) Fraktographische Untersuchungen der geprüften Bruchmechanik-Proben hinsichtlich der Interaktion der Risse mit Kriechporen bzw. bezüglich Rissverlauf bevorzugt interkristallin oder transkristallin.

Die exemplarische Anwendung eines am Fraunhofer IWM existierenden bruchmechanischen Modells zur Leck-vor-Bruchbewertung eines rissbehafteten Bauteils ist nicht Gegenstand der Arbeiten in diesem TP, ist aber auf Basis der in diesem TP ermittelten Werkstoffkennwerte ohne weiteres möglich, sofern die Bauteilbelastungen ebenfalls bekannt sind.





AP 2: Screening-Methode zur Identifikation spröder Chargen

Ziel ist die Entwicklung einer Screening-Methode zur Abschätzung des Zeitstandbruchverhaltens im Langzeitbereich auf Basis von langsamen Zugversuchen (Dehnrates $1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$).

Dazu sollen zunächst je zwei langsame Zugversuche an zwei unterschiedlichen Ausgangszuständen, zu denen das Langzeitverhalten bekannt ist, durchgeführt werden. Dabei ist bevorzugt je eine Charge mit guten und schlechten Langzeiteigenschaften zu verwenden. Durch die Versuche soll geklärt werden, ob Unterschiede im Verformungsverhalten im Ausgangszustand bereits Hinweise auf das Langzeitverhalten unter Zeitstandsbeanspruchung geben können.

In einem zweiten Schritt soll durch eine gezielte Veränderung der Ausgangsmikrostruktur durch thermo-mechanische Belastung eine für Langzeitkriechen typische Mikrostruktur erzeugt werden. Dazu ist zunächst eine Literaturrecherche durchzuführen, um der Stand der Technik zur Beschleunigung der durch Zeitstandsbelastung ablaufenden Mikrostrukturentwicklung durch thermo-mechanische Belastung in Grade 92 zu ermitteln. Die als geeignet angesehene thermo-mechanische Belastung soll dann auf zwei unterschiedliche Ausgangszustände angewendet werden, zu denen das Langzeitverhalten bekannt ist. Die sich durch die thermo-mechanische Vorbelastung einstellende Mikrostruktur soll anhand von vergleichenden metallographischen Untersuchungen (siehe Arbeitsplan der MPA Stuttgart) charakterisiert werden. An dem thermo-mechanisch vorbelasteten Materialien sollen weiterhin durch je zwei langsame Zugversuche die spezifischen mechanischen Eigenschaften ermittelt und die Ergebnisse mit denen aus SSRT-Versuchen an den jeweiligen Ausgangszuständen verglichen werden.

Zum Abschluss werden je zwei langsame Zugversuche an zwei unterschiedlichen Materialien durchgeführt, das aus gelaufenen Zeitstandproben entnommen wurde. Die Ergebnisse werden mit denen aus Versuchen nach thermo-mechanischer Vorbelastung verglichen.

Die geplanten Untersuchungen zielen folglich darauf ab, zu überprüfen, ob sich durch eine gezielte thermo-mechanische Vorbelastung des Ausgangsmaterials ähnliche Ergebnisse im SSRT-Versuch erzielen lassen wie an langzeitbeanspruchten Proben. Ist dies der Fall, ließe sich auf Basis der am Projektende vorliegenden Ergebnisse eine Screening-Methode zur Identifikation spröder Chargen durch Versuche an Ausgangsmaterial ableiten.





3.2 MPA Stuttgart

AP 1: Weiterführende metallographische Untersuchungen

An der MPA Stuttgart sind mikrostrukturelle Untersuchungen an Licht-, Raster- und Transmissionselektronenmikroskop geplant. Dabei soll der Einfluss einzelner Phasen wie $M_{23}C_6$ - Karbide, MX- Teilchen, Laves Phase, und von Seigerungen näher beleuchtet werden. Die im Vorgängerprojekt ermittelten Daten sollen erweitert bzw. verifiziert werden. Außerdem soll an ausgewählten gebrochenen Proben der makroskopische und mikroskopische Bruchmechanismus dokumentiert werden.

Die Untersuchungen sollen die thermo-mechanischen Versuche in AP2 des IWM begleiten, wobei z. B. überprüft wird, ob die thermo-mechanische Vorbelastung zu einer Mikrostruktur führt, welche jener bei langzeitstandbeanspruchten Proben ähnelt.

Bruchflächenuntersuchungen im REM sollen die Bewertung des mikroskopischen Bruchaussehens und damit die Einordnung ins DECS-Diagramm ermöglichen.

AP 2: Kerbzeitstandversuche

Weiterhin sollen an ausgewählten Schmelzen Kerbzeitstanduntersuchungen durchgeführt werden, wobei in Summe 6 Kerb-Zeitstandversuche geplant sind (3 Materialzustände, je 2 Proben für 1000 h und 3000 h). Dabei sollen folgenden Materialzustände betrachtet werden:

- Materialzustand 1: Ausgangszustand Grade92
- Materialzustand 2: bei 1 % Dehnung ausgebaute Zeitstandprobe
- Materialzustand 3: bei 2 % Dehnung ausgebaute Zeitstandprobe

Für die vorbelasteten Materialzustände sollen ohne Bruch ausgebaute einachsig beanspruchte Zeitstandproben verwendet werden, welche mit einem Kerb versehen werden.

Die Versuche sollen einen Beitrag für die Beurteilung des Werkstoffs bezüglich der Zeitstandfestigkeit bei Auftreten von Kerben liefern, im Ausgangszustand und nach definierter Vorbelastung. An metallographischen Schliffen im Kerbgrund soll die Ausbildung der Poren untersucht werden im Vergleich zu einachsig beanspruchten Zeitstandproben.





4 Rahmenbedingungen

An dem technischen Programm sind vgbe-Mitglieder als auch Nicht-Mitglieder zugelassen.

Die Sprache im TP ist Deutsch/Englisch.

Das Programm wird durchgeführt, wenn sich mindestens 5 Unternehmen beteiligen.

Die Gesamtlaufzeit des TP beträgt 10 Monate.

5 Teilnahmegebühr

Die Kosten des technischen Programms pro Programmteilnehmer sind tabellarisch, bezogen auf die Anzahl der Programmteilnehmer wie folgt aufgeführt:

Für vgbe Mitglieder:

Anzahl Teilnehmer	Kosten* [€]
5	30.400,00 €
6	25.500,00 €
7	21.900,00 €
8	19.400,00 €
9	17.200,00 €
10	15.700,00 €
11	14.200,00 €
12	13.200,00 €
13	12.100,00 €
14	11.400,00 €
15	10.600,00 €

Für vgbe NICHT-Mitglieder:

Anzahl Teilnehmer	Kosten* [€]
5	33.400,00 €
6	28.000,00 €
7	24.100,00 €
8	21.300,00 €
9	18.900,00 €
10	17.300,00 €
11	15.600,00 €
12	14.500,00 €
13	13.300,00 €
14	12.500,00 €
15	11.700,00 €

* zuzüglich der gesetzlich vorgeschriebenen Mehrwertsteuern





6 Compliance

vgbe energy, die Vertragspartner von vgbe energy bezogen auf dieses Technische Programm und beteiligte Unternehmen verpflichten sich zu fairen Geschäftspraktiken und lehnen jegliche Form von Korruption und Bestechung ab. Auf der Grundlage dieses Verständnisses verpflichten sich vgbe energy, die Vertragspartner von vgbe energy und die beteiligten Unternehmen, ihre jeweiligen internen Compliance-Regeln und Compliance-Verfahren sowie die gesetzlichen Antikorruptionsvorschriften strikt einzuhalten. vgbe energy, die Vertragspartner von vgbe energy und die beteiligten Unternehmen und deren Mitarbeiter verpflichten sich daher, im Zusammenhang mit dem Abschluss und der Durchführung dieses Vertrages sowie auch des sich daraus ergebenden Vertragsverhältnisses weder unberechtigte Vorteile gleich welcher Art anzubieten, zu versprechen oder zu gewähren noch zu fordern, zu versprechen oder anzunehmen. vgbe energy, die Vertragspartner von vgbe energy und die beteiligten Unternehmen erwarten auch von Dritten, die an der Durchführung dieses Vertrages beteiligt sind, ein entsprechendes Verhalten und verpflichten sich, diese auf die Einhaltung der Gesetze hinzuweisen.



7 Ansprechpartner



Tel.: +49 201 8128 295

Mobil: +49 151 18248007

Mail: Jens.Ganswind@vgbe.energy



Tel.: +49 201 8128 232

Mail: Diana.Ringhoff@vgbe.energy

vgbe energy e.V.

Deilbachtal 173

45257 Essen

Germany

www.vgbe.energy





**Registrierungsformular zur Teilnahme am
technischen Programm des vgbe energy e.V.**

Technisches Programm	„Untersuchungen zum Risswiderstand und zur Kerbzeitstandempfindlichkeit in Abhängigkeit von der Duktilität in Grade 92“
Firma:	
Name:	
Funktion	
Anschrift	
Telefon:	
E-Mail:	
Sonstige Bemerkungen:	

Mit meiner Unterschrift erkläre ich meine verbindliche Bereitschaft zur Teilnahme an dem o. g. technischen Programm und leiste somit einen Finanzierungsanteil entsprechend der Angaben im Kapitel 5.

Ort, Datum

Unterschrift

Bitte schicken sie das ausgefüllte Formular an: jens.ganswind@vgbe.energy





VGB PowerTech e.V.
Deilbachtal 173 | 45257 Essen
Germany

t +49 201 8128-0
e info@vgbe.energy

Bildnachweis:
Umschlag, voestalpine