

# Zerstörungsfreie Prüfung zur Spannungsrisskorrosion im Schweißnahtbereich des Werkstoffs 7CrMoVTiB10-10 (T24)

Reiner ZIELKE<sup>1</sup>, Wolfgang TILLMANN<sup>2</sup>, Christian ULLRICH<sup>1</sup>, Hans-Georg RADEMACHER<sup>1</sup>, Norman SIEVERS<sup>2</sup> <sup>1</sup> Institut für Forschung und Transfer, (RIF) e.V., Dortmund <sup>2</sup> TU Dortmund Lehrstuhl für Werkstofftechnologie, Dortmund

**Kurzfassung** Nach der Einführung der Hochleistungsstahlsorte T24 für wasserberührende Membranwände von Kraftwerken traten zahlreiche Schäden in der Wärmeeinflusszone von Schweißnähten auf, die die Inbetriebnahme der Kraftwerke verzögerten. Durch aufwendige Untersuchungen wurde bereits die Spannungsrisskorrosion als Schadensursache eindeutig identifiziert, welche bei ungünstigen Betriebsbedingungen die Festigkeit der Wärmeeinflusszone beeinträchtigt.

Zur Beseitigung der Spannungsrisskorrosion müssen die kritischen Betriebsparameter des Werkstoffes ermittelt werden. Hierzu wurde ein eigener Messstand entwickelt, der ein betriebsnahes Nachfahren der relevanten Belastungen sowie der wasserchemischen Parameter ermöglicht. Zusätzlich wurde der Prüfstand mit zerstörungsfreien Prüfsystemen für die Bestimmung des Schädigungsbeginns und zur Überwachung des Schädigungsverlaufs ergänzt. Mit diesem System sind umfangreiche und systematische Untersuchungen realisierbar, wobei anhand der gewonnenen Messergebnisse auch detaillierte Informationen zum Verständnis des Schädigungsmechanismus zu erwarten sind.

Im Rahmen des Beitrages werden neben der Konstruktion des Bauteilprüfstandes, die eingesetzten zerstörungsfreien Prüfsysteme sowie erste Versuchsergebnisse vorgestellt. Hier liegt der Schwerpunkt auf der Schallemissionsanalyse, die maßgeblich zur Detektion von Anrissen bzw. Rissen aufgrund der Spannungsrisskorrosion eingesetzt wird.

Weiterhin lässt sich durch den Einsatz der digitalen Bildkorrelation die Dehnungsverteilung an der Probenoberfläche während der Belastung bestimmen, um das Verhalten des Gefüges während der Inbetriebnahme des Kraftwerks zu beschreiben.

# Einführung

Anfang 2010 wurde in Europa erstmals der Werkstoff T24 (7CrMoVTiB10-10) in Kraftwerken eingesetzt. Auf Grund der sehr guten Hochtemperatureigenschaften des Werkstoffes konnten so höhere Betriebsparameter (Druck und Temperatur) realisiert und somit der Wirkungsgrad, insbesondere von kohlebefeuerten Anlagen, gesteigert werden [1,2]. Nach der Inbetriebnahme traten jedoch im Bereich der Schweißnähte zahlreiche



Risse auf, wie in der Abbildung 1 dargestellt. Als Schadensursache wurde die Spannungsrisskorrosion (SpRK) zweifelsfrei identifiziert.



Abb. 1. Schäden durch Spannungsrisskorrosion im Kraftwerksbereich [3]

Die SpRK hängt nicht nur vom Werkstoffzustand sondern auch von der Art der mechanischen und chemischen Belastung ab. Daher kann bei Einhaltung von entsprechenden Betriebsparametern bzw. Behandlungen des Werkstoffs die SpRK vermieden werden. Aus diesem Grund wurden im Versuch folgende Randbedingungen variiert: Die Art und Höhe der mechanischen Belastung, das Medium sowie die Temperatur. Ziel der Untersuchungen ist es Parameter zu ermitteln mit denen die SpRK durch Anpassung der Betriebsparameter während der Inbetriebnahmephase des Kraftwerks sicher verhindert werden kann.

Zur Überprüfung der SpRK-Empfindlichkeit wurde ein Prüfstand mit eingebauten Autoklaven entwickelt, in dem Schweißnahtproben kontrolliert belastet werden können. Mit diesem System wurden erfolgreich Versuche zur Bestimmung geeigneter Betriebsparameter durchgeführt. Für grundlegende Untersuchungen der auftretenden Spannungsrisskorrosion sind jedoch Informationen zum Beginn der Schädigung sowie die zugehörigen lokalen Spannungen an der Probenoberfläche notwendig. Daher wurde der Prüfstand um entsprechende Sensorsysteme erweitert.

# Prüfstand mit Autoklaven

Der für die Untersuchungen zur Spannungsrisskorrosion eingesetzte Prüfstand ist in der Abbildung 2a dargestellt. Um die mechanische Belastung realitätsnah nachzufahren sind langsame Verformungsgeschwindigkeiten zwischen 0,1  $\mu$ m/min und 0,25  $\mu$ m/min notwendig, welche mit einer modifizierte LCF-Spindelzugprüfmaschine der Fa. Schenk-Trebel realisiert wurden.



**Abb. 2.** a) Verwendete Prüfmaschine mit eingebautem Autoklav b) Umwälzeinrichtung mit Kontrolleinheit zur Sicherstellung konstanter wasserchemischer Parameter

Neben der mechanischen Belastung wurden auch spezifische wasserchemische Parameter als notwendige Bedingung für die SpRK identifiziert. Daher wurde eine wasserchemische Kontrolleinheit entwickelt (Abbildung 2b), welche definierte Parameter für Temperatur, Druck, pH-Wert und Sauerstoffgehalt ermöglicht.

Mit dem so angepassten Prüfsystem wurden insbesondere Schweißnahtproben untersucht [4]. Dabei handelte es sich ausschließlich um taillierte Zugproben. Grund dafür ist die Zielstellung einer möglichst gleichmäßigen Probenverformung von Schweißnaht und Grundwerkstoff während des Zugversuchs. Durch die Reduzierung des Probenquerschnitts im Bereich der Schweißnaht wird deren höhere Festigkeit im Vergleich zum Grundwerkstoff berücksichtigt. Die Vorgehensweise zur Probenherstellung zeigt Abbildung 3.



**Abb. 3.** Probenentnahme aus einer Schweißverbindung, a) Entnahme aus dem Rohr b) Zugprobe nach Taillierung des vollständigen Schweißnaht- und des angrenzenden WEZ-Bereichs

## Messergebnisse an Proben mit unterschiedlichen Wärmebehandlungen

Für die folgende Untersuchung wurden zwei T24 Proben gewählt, wobei eine Probe einer Wärmebehandlung bei 600 °C für 2 Stunden unterzogen wurde. Die Verformungsgeschwindigkeit betrug 0,1  $\mu$ m/min und der Sauerstoffgehalt war in beiden Versuchen gesättigt. Die erhaltenen Spannungs-Dehnungsdiagramme für die beiden Proben sind in der Abbildung 4a dargestellt.



Abb.4. a) Spannungs-Dehnungsdiagramm der Proben mit unterschiedlichen Wärmebehandlungen Makroskopische b) und mikroskopische c) Aufnahme der wärmebehandelten Probe

Die wärmebehandelte Probe zeigt im Vergleich zur unbehandelten Probe eine wesentlich höhere Bruchdehnung. Die Untersuchung der Probenoberfläche (Abbildung 4b und c) zeigte im Fall der wärmebehandelten Probe keine wesentliche Rissbildung. Bei der nicht wärmebehandelten Probe wurde hingegen eine deutlich ausgeprägte SpRK festgestellt.

Die beispielhaft dargestellte Untersuchung zum Einfluss der Wärmebehandlung zeigt, dass mit dem Prüfsystem die Belastungen realitätsnah nachgefahren werden können und so Strategien zur Vermeidung der SpRK überprüft werden können.

#### Einsatz der Schallemissionsanalyse zur Detektion der SpRK

Vor der Integration der Schallemissionsanalyse in das Prüfsystem wurden zunächst Voruntersuchungen zur prinzipiellen Detektion und Bewertung von SpRK durchgeführt. Dabei wurde ein möglichst einfacher Versuchsaufbau gewählt, um die Einflüsse des Autoklav und der Prüfmaschine auszuschließen. Hierzu wurde eine Jones-Testvorrichtung (Abbildung 5a) gewählt, bei der die Probe ausschließlich statisch belastet wird. Die maximal aufgebrachte Spannung liegt bei dem Versuchsaufbau in der Probenmitte in dem der Biegedorn anliegt. An der eingespannte Probe wurde ein Schallemissionssensor vom Typ WD der Firma Physical Acoustics Corporation befestigt, welcher über einen Vorverstärker an das Schallemissionsanalysesystem PCI-2, ebenfalls von der Firma Physical Acoustics Corporation, angeschlossen wurde (Abbildung 5b). Um Störsignale aus der Umgebung zu eliminieren, wurde ein zweiter Sensor, der am Labortisch befestigt wurde, als Referenzmessung eingesetzt.



**Abb.5.** a) Darstellung einer Jones-Testvorrichtung [5] b) Messaufbau bestehend aus Probe, Säurebad, Sensor und Vorverstärker

Als Probematerial wurde exemplarisch der Werkzeugstahl Toolox 44 eingesetzt. Dieser wurde in eine Jones-Testvorrichtung eingespannt und konzentrierter Salzsäure ausgesetzt. Dabei wurden die in der Probe entstehenden Schallemissionssignale über eine Messdauer von 1 Stunde aufgezeichnet. Das Messergebnis ist in der Abbildung 6 dargestellt.



Abb.6. a) Amplitude-Zeit-Verlauf b) Schallaktivität-Zeit-Verlauf

Das Diagramm (Abbildung 6a) stellt die Amplitude in dB und das Diagramm (Abbildung 6b) die Aktivität gegenüber der Messzeit dar. Bei beiden Darstellungen sind drei charakteristische Bereiche zu erkennen. Der Bereich 1 zeigt eine mittlere Aktivität und Amplituden, die das typische Burstsignal zeigen, welches auf eine Rissbildung hindeutet. In diesem Bereich liegt die Rissentstehung. Nach 500 Sekunden schließt sich der Bereich 2

an, der neben höheren Amplituden auch eine erhöhte Aktivität zeigt. Dieser Bereich deutet auf eine weitere Rissentstehung aber auch insbesondere auf eine Rissausbreitung hin. Im dritten Bereich nimmt die Aktivität stark ab und die Schallemissionssignale zeigen eine geringe Amplitude. Das typische Burstsignal ist nicht mehr zu erkennen. In diesem Bereich ist die vorliegende und durch die Rissbildung reduzierte Spannung nicht mehr ausreichend um weitere Risse zu initiieren. Die Vorrausetzung für die SpRK ist nicht mehr gegeben. Nach dem Versuch wurde die Probenoberfläche sowie ein metallgraphischer Schliff eingehend untersucht (Abbildung 7).



Abb.7. a) Toolox 44 nach 60 min Auslagerungszeit in Salzsäure b) metallografischer Befund

Die Art der Risse bestätigt als Schadensmechanismus eindeutig die SpRK. Somit ist festzuhalten, dass die Ermittlung des Rissinitiierungszeitpunkts durch die Schallemissionsanalyse für die SpRK grundsätzlich möglich ist.

# Integration der Schallemissionsanalyse im Prüfstand

Nach den erfolgreichen Voruntersuchungen wurde nun das Schallemissionssystem im Prüfstand integriert. Hierzu wurden die Schwingungsaufnehmer am Autoklaven befestigt. In dem mit Wasser (180 °C und 16 bar) gefüllten Autoklave befand sich eine T24-Jonesprobe, die mit betriebsnahen Bedingungen belastete wurde. Während des Belastungsversuchs wurden kontinuierliche die Signale aufgenommen. In der Abbildung 8 sind das Schallemissionssystem und der eingesetzte Autoklave abgebildet.



Abb.8. a) Im Prüfsystem integriertes Schallemissionssystem b) Autoklave mit Sichtfenster

Die zugehörigen Messergebnisse sind in der nachfolgenden Abbildung 9 in Form einer Amplituden- (Bild a) und Frequenzverteilung (Bild b) gegenüber der Messzeit dargestellt.



Abb.9. Schallemissionsmessergebnisse, a) Amplitudenauswertung b) Frequenzauswertung

Um die Anzahl der Messdaten zu reduzieren wurden nur Signale mit einer Amplitude größer 30 dB aufgezeichnet. Die Amplitude der aufgenommen Signale stieg zu Beginn der Messung bis knapp 55 dB fiel dann nach 2,5 Stunden (10000 Sekunden) ab um danach auf ein Niveau von 40 dB wieder anzusteigen, welches bis 10 Stunden (40000 Sekunden) anhielt. Danach fielen die Signale auf 30 dB ab. In der Abbildung 9b sind die Frequenzen der aufgenommen Signale gegenüber der Versuchsdauer aufgetragen. Dabei treten von Versuchsbeginn bis nach einer Versuchsdauer von 10 Stunden Signale im Bereich von 300 kHz auf. Nach diesem Zeitraum wurden keine Signale mehr in diesem Frequenzbereich detektiert. Das Verhalten der 300 kHz Signale korreliert mit dem Verhalten der SpRK, die nach Ausbildung des Risses und Wegfall der mechanischen Spannung stoppt.

Um den Einfluss des Prüfstandes auf die Schallemissionsmessung zu untersuchen, wurde eine Messung über den gleichen Zeitraum, bei gleichen Bedingungen (180 °C und 16 bar) jedoch ohne Probekörper durchgeführt.



Abb.10. Schallemissionsmessergebnisse, a) Amplitudenauswertung b) Frequenzauswertung

Die Ergebnisse sind wie zuvor in Form einer Amplituden- und Frequenzauswertung in der Abbildung 10 dargestellt. Im Vergleich zur Messung mit dem Probekörper fällt auf, dass insgesamt wesentlich weniger Signale aufgenommen wurden und nur zum Versuchsbeginn vereinzelnd Signale im Bereich von 300 kHz aufgenommen wurden. Somit stammen die 300 kHz Signale von der Jones-Probe und werden von der SpRK ausgelöst.

Das Ergebnis der beiden Messungen ist in der folgenden Abbildung 11 zusammengefasst. Hier wurden mit einem digitalen Filter nur Frequenzen von 250 kHz bis 350 kHz separiert und sind gegenüber der Versuchsdauer aufgetragen.



Abb. 11. Ergebnisse der beiden Schallemissionsmessungen

Die Aktivität der Schallemissionssignale startet kurz nach Versuchsbeginn und hört nach ca. 9 Stunden abrupt auf. Zusätzlich ist im Diagramm exemplarisch für ein Signal der Zeitverlauf (Amplitude gegenüber der Zeit) dargestellt. Dieser Signalverlauf entspricht dem eines Burstsignals, das für eine Rissentstehung bzw. Risswachstums typisch ist.

Somit zeigen die Untersuchungen, dass mit Hilfe der Schallemissionsanalyse eine zuverlässige Detektion des Beginns und Ende der SpRK beim Prüfstand möglich ist.

## Einsatz der Bildkorrelation zur Rissdetektion

In dem Autoklav ist durch zwei Schauglaser die Möglichkeit geschaffen worden, die eingebaute Probe während des Versuchs zu beobachten und ihre Dehnung lokal zu vermessen. Durch eines der Fenster wird der Versuchsraum innerhalb des Autoklavs beleuchtet. Durch das andere Fenster wird die Probenoberfläche mit Hilfe eines Fernfeldmikroskops (Questar QM100) und einer CMOS Kamera fortlaufend während des Versuchs fotografiert. Mit Hilfe der digitalen Bildkorrelation ist es möglich, aus einer zeitlichen Abfolge von Bildern den Dehnungsverlauf auf der Probenoberfläche zu berechnen. Dazu müssen in den Bildern ausreichend viele Merkmale, die sich deutlich in ihrem Grauwert unterscheiden, erkennbar sein. Oft ist dafür bereits die Oberflächenrauheit eines Messobjektes ausreichend. Da die Probenoberfläche der verwendeten Zugproben geschliffen ist, ist kein ausreichender "natürlicher" Grauwertkontrast vorhanden. Daher wurde ein erster Versuch mit einer künstlich strukturierten Probe unternommen. Dazu wurde auf der Probenoberfläche ein aus Goldpunkten bestehendes Raster abgeschieden. Auf Grund der starken Oxidation der Probe unter den Versuchsbedingungen insbesondere bei hohen O2 Konzentration war ein ausreichender Kontrast nach einiger Versuchszeit nicht mehr erkennbar. Hier besteht noch Optimierungsbedarf. Grundsätzlich handelt es sich aber um eine etablierte Methode mit der Aussagen über die Dehnungen auf der Probenoberfläche getroffen werden können. Anzumerken ist, dass es sich dabei nicht um die wahre Dehnung handelt, da keine dreidimensionale Information ausgewertet wird, d.h. die Ausdünnung der Probe wird nicht berücksichtigt.

## Zusammenfassung und Ausblick

Der für die Untersuchungen an dem Stahl T24 erstellte Prüfstand wurde erfolgreich zum praxisnahen Nachfahren der thermischen, mechanischen und chemischen Belastungen eingesetzt. Die Versuche zeigen eine Möglichkeit, die unerwünschte SpRK durch eine gezielte Wärmebehandlung zu unterdrücken. Die zur Zeit laufenden Untersuchungen sollen zum einen dieses Ergebnis absichern und zum anderen alternative Strategien aufzeichnen und die schadensauslösenden Rahmenbedingungen genau definieren. Für die dazu notwendigen grundlegenden Untersuchungen sind Kenntnisse über den Beginn und Verlauf der SpRK notwendig. Aus diesem Grunde wurden erfolgreich Untersuchungen zur Detektion und Beschreibung der SpRK mit Hilfe der Schallemissionsanalyse durchgeführt. Die vorgestellten Ergebnisse belegen, dass das Verfahren sowohl zur Detektion als auch zur Überwachung der SpRK geeignet ist. Laufende Arbeiten liegen bei der Ortung der Schallquellen durch den Einsatz mehrerer Sensoren. Für die Verformungsanalyse der Probenoberfläche wurden Sichtfenster in den Autoklav integriert, um die Beobachtung der Probe mit Hilfe einer Kamera zu ermöglichen. Mit Hilfe der Bildkorrelation kann aus den Bilddaten die Verformung der Probenoberfläche ermittelt werden. Die Integration des optischen Systems ist eine weitere Teilaufgabe der aktuellen Arbeiten.

## Danksagung

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) sei an dieser Stelle für die finanzielle Unterstützung der Arbeiten im Rahmen des Projekts TI 343/89-1 gedankt.

## Referenzen

- [1] The T23/T24 Book: New Grades for Waterwall and Superheater, Valourec und Mannesmann Tubes, 2nd editon, 2000
- [2] Böhler Welding Group: Schweißzusätze für thermische Kraftwerke, Düsseldorf 2010
- [3] DIN 50915: Prüfung von unlegierten und niedriglegierten Stählen auf Beständigkeit gegen interkristalline Spannungsrisskorrosion in nitrathaltigen Angriffsmitteln; Geschweißte und ungeschweißte Werkstoffe. Beuth Verlag GmbH, 1993.
- [4] Dr. Benesch, Herausforderungen an Werkstoffe durch den zukünftigen Kraftwerksbetrieb, Ge, 13.09.2012
- [5] Ullrich, Heckmann, Tillmann et al., T24 Investigation Program and derived Measures, MPA Seminar 2012