

**Ductility Dip Cracking beim Schweißen von Nickel-Basislegierungen -
Phänomenologische und experimentelle Betrachtungen.**

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktoringenieurin

(Dr.-Ing.)

von Dipl.-Wirtsch.-Ing. Carolin Fink
geb. am 09. März 1984 in Burg
genehmigt durch die Fakultät für Maschinenbau
der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Gutachter: Herr Prof. Dr.-Ing. Sven Jüttner
Herr Prof. Dr.-Ing. Prof. h. c. Klaus Dilger

Promotionskolloquium am 16. Februar 2016

Schriftenreihe Fügechnik Magdeburg

Band 1/2016

Carolin Fink

**Ductility Dip Cracking beim Schweißen von
Nickel-Basislegierungen – Phänomenologische
und experimentelle Betrachtungen**

Shaker Verlag
Aachen 2016

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Magdeburg, Univ., Diss., 2016

Copyright Shaker Verlag 2016

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-4469-0

ISSN 1616-7376

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

DANKSAGUNG

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Werkstoff- und Fügetechnik der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg.

Mein Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Sven Jüttner für das entgegengebrachte Vertrauen und das Interesse am Fortschritt meiner Arbeit. Weiterhin danke ich Herrn Prof. Dr.-Ing. Klaus Dilger für die Übernahme des Zweitgutachtens.

Für die langjährige engagierte Betreuung und Förderung, den mir gewährten wissenschaftlichen Freiraum und die tatkräftige Unterstützung meines Vorhabens möchte ich mich besonders bei Frau Dr.-Ing. Manuela Zinke bedanken. Ihre vielen wertvollen Ratschläge und konstruktive Kritik haben mich in dieser herausfordernden, aber ungemein lohnenden Phase meiner akademischen Laufbahn wohlwollend begleitet.

Hervorheben möchte ich an dieser Stelle auch Herrn Dr.-Ing. Daniel Keil, der die Anregung zu diesem Thema gab und jederzeit für konstruktive Gespräche zur Verfügung stand. Unsere zahlreichen Diskussionen und die gute Zusammenarbeit waren stets motivierend und haben wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Mein herzlicher Dank gilt weiterhin allen wissenschaftlichen und technischen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern am Institut für Werkstoff- und Fügetechnik für die freundliche Arbeitsatmosphäre und die Unterstützung bei der Vorbereitung, Durchführung und Auswertung der experimentellen Untersuchungen. Besonders danke ich Herrn Olaf Schwedler, Herrn Niels Holtschke und Herrn Benjamin Wittig für die gemeinsame Zeit und die offene und freundschaftliche Zusammenarbeit.

Für die großzügige Bereitstellung von Versuchswerkstoffen möchte ich mich bei Herrn Dr.-Ing. Martin Wolf und Frau Dr.-Ing. Jutta Klöwer vom Unternehmen VDM Metals bedanken.

Nicht zuletzt gilt mein besonderer Dank meinen Eltern, Lutz und Regina Fink, für ihre kontinuierliche Unterstützung und ihren unerschütterlichen Rückhalt.

Magdeburg, im April 2016

ZUSAMMENFASSUNG

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit dem Auftreten schweißbedingter Heißrisse vom Typ *Ductility Dip Cracking* (DDC) im wärmebeeinflussten Grundwerkstoffgefüge von Nickel-Basislegierungen. Die Literatursauswertung zeigt, dass sich die meisten Untersuchungen zum *Ductility Dip Cracking* beim Schweißen mit dem Rissauftreten im hoch nickelhaltigen, wiedererwärmten Mehrlagenschweißgut beschäftigen. Die dem Rissphänomen zugrunde liegenden Mechanismen und die eine Rissentstehung bedingenden metallurgischen und thermo-mechanischen Zusammenhänge sind jedoch bis heute nur unzureichend beschrieben und werden zum Teil kontrovers diskutiert. Nahezu ungeklärt ist das Rissgeschehen im wärmebeeinflussten Grundwerkstoffgefüge beim Schweißen von Nickel-Basislegierungen. Im Hinblick auf die bestehenden Unsicherheiten zu den Auswirkungen der häufig mikroskopisch auftretenden Risse auf die Lebensdauer geschweißter Komponenten ist die Bewertung und Quantifizierung von *Ductility Dip Cracking* in der Wärmeeinflusszone der Grundwerkstoffe jedoch von großem Interesse. Das Ziel der vorliegenden Untersuchungen ist es daher das Auftreten von *Ductility Dip Cracking* im wärmebeeinflussten Grundwerkstoffgefüge von Nickel-Basislegierungen phänomenologisch zu beschreiben und dessen Ursachen unter Berücksichtigung wesentlicher metallurgischer und thermo-mechanischer Aspekte der Rissentstehung zu ermitteln.

Die Beständigkeit gegenüber dem Auftreten von *Ductility Dip Cracking* wird für eine Auswahl typischer Vertreter von Nickel-Basislegierungen mit dem PVR- und STF-Test bewertet. Die beiden fremdbeanspruchten Heißrissprüfverfahren erlauben es, das Rissauftreten unter grundlegend voneinander abweichenden Prüfprinzipien zu analysieren und unterschiedliche Heißrisskriterien zur qualitativen und quantitativen Bewertung heranzuziehen. Vor dem Hintergrund der Bestimmung metallurgischer Faktoren der Rissentstehung werden gezielt mikrostrukturelle Unterschiede hinsichtlich Korngröße sowie Menge und Verteilung von Karbidausscheidungen im Grundwerkstoffgefüge der Nickel-Basislegierung NiCr15Fe erzeugt und der Einfluss auf das Rissauftreten im PVR- und STF-Test geprüft. Die Charakterisierung des Auftretens und der Morphologie des *Ductility Dip Cracking* in den PVR- und STF-Proben erfolgt licht- und rasterelektronenmikroskopisch anhand metallographischer Schlitze und der fraktographischen Analyse von Bruchflächen. Zum Nachweis von Rissen im Werkstoffinneren der Heißrissproben wird zusätzlich eine hochauflösende Durchstrahlungsprüfung herangezogen. Eine numerische Simulation dient der Beschreibung und Quantifizierung der lokalen Werkstoffbelastungen im PVR-Test infolge schweißbedingter thermo-mechanischer Effekte und der externen mechanischen Zugbeanspruchung. Aus dem Abgleich mit experimentellen Daten werden erstmals lokale risskritische Bedingungen für die Entstehung von *Ductility Dip Cracking* in der Wärmeeinflusszone der PVR-Prüfraupe ermittelt, die für eine Analyse der quantitativen und qualitativen Vergleichbarkeit und Übertragbarkeit der im PVR- und STF-Test verwendeten Heißrisskriterien herangezogen werden. Abschließend werden die experimentell und numerisch ermittelten Ergebnisse zum *Ductility Dip Cracking* im wärmebeeinflussten Grundwerkstoffgefüge im Hinblick auf die dem Rissphänomen zugrunde liegenden Mechanismen und die kritischen Bedingungen der Rissentstehung diskutiert und bewertet.

ABSTRACT

This work presents new insight on the high temperature, solid-state phenomenon of ductility-dip cracking (DDC) in the base metal heat-affected zone of wrought nickel base alloys. Susceptibility to ductility-dip cracking of reheated nickel base weld metal has been studied extensively in the last two decades. As a result, new filler metals with a substantially improved ductility-dip cracking resistance have been developed. However, a clear understanding of the exact mechanisms of the ductility-dip cracking phenomenon remains somewhat elusive. The contributing metallurgical and thermo-mechanical factors are still a controversial issue. Little is reported on the susceptibility to ductility-dip cracking of the heat-affected base metal material when welding nickel base alloys. However, considering the degree of uncertainty associated with the impact of micro cracking on the durability of welded components, the evaluation and quantification of base metal heat-affected zone ductility-dip cracking in nickel base alloys is of particular interest. The objective of this research was to study the ductility-dip cracking phenomenon in the base metal heat-affected zone of nickel base alloys in order to gain a better understanding of the underlying mechanisms considering both metallurgical and thermo-mechanical aspects.

The ductility-dip cracking susceptibility of a range of widely used nickel base alloys was evaluated using the programmable deformation crack (PVR) test and the strain-to-fracture (STF) test. Both weldability testing techniques are externally loaded hot cracking tests, which allow for analyzing the occurrence of ductility-dip cracking at a substantial different test concept using different cracking criteria for quantitative and qualitative evaluation of cracking susceptibility. Metallurgical factors determining susceptibility to ductility-dip cracking were particularly addressed by variations in grain size and grain boundary microstructure (distribution and amount of carbide precipitation) in base metal NiCr15Fe-type alloy 600. Characterization of the occurrence and morphology of ductility-dip cracking was done by optical light microscopy and scanning electron microscopy (SEM) analyzing cross sections and fracture surfaces in PVR and STF samples. An attempt was made to use nano-scale X-ray computed tomography (CT) for internal crack detection. Finite element analysis (FEM) was conducted in order to describe and quantify local thermo-mechanical loads in the base metal heat-affected zone during PVR testing, which result from welding induced strain as well as from the external mechanical loading. Based on experimental data critical thermo-mechanical aspects of the formation of ductility-dip cracking in the heat-affected zone during PVR testing were determined for the first time. Besides, the numerical results were used to analyze the comparability and the transferability of the different cracking criteria used in the PVR and STF test. Finally, the experimental and numerical results on ductility-dip cracking susceptibility in the base metal heat-affected zone of nickel base alloys were discussed in terms of the underlying mechanisms and the critical conditions for the formation of ductility-dip cracking.

INHALTSVERZEICHNIS

Inhaltsverzeichnis	i
Verzeichnis der Formelzeichen und Abkürzungen	iii
TEIL I GRUNDLAGEN UND KENNTNISSTAND	1
KAPITEL 1 Begriffe und Definitionen	3
1.1 Definition und Einteilung von Heißrissen	3
1.2 Begriff des <i>Ductility Dip Cracking</i>	6
KAPITEL 2 Grundlagen des <i>Ductility Dip Cracking</i>	9
2.1 Temperaturbereich der Rissentstehung	9
2.2 Rissanfälligkeit verschiedener Werkstoffgruppen	11
2.3 Rissmorphologie und -topographie	13
2.4 Theorien zur Rissentstehung	17
2.5 Einflussfaktoren auf das Rissaufreten	25
2.6 Rissaufreten bei schweißtechnischen Anwendungen	28
KAPITEL 3 Untersuchungsansätze zum <i>Ductility Dip Cracking</i>	31
3.1 Heißrissprüfverfahren	31
3.2 Numerische Simulationsansätze	41
KAPITEL 4 Schlussfolgerungen zum Kenntnisstand	47
TEIL II EXPERIMENTE UND METHODEN	49
KAPITEL 5 Zielstellung und Vorgehensweise	51
5.1 Zielstellung der Arbeit	51
5.2 Begründung der Werkstoff- und Prüfverfahrensauswahl	51
KAPITEL 6 Versuchsmaterialien	55
6.1 Grundwerkstoffmaterialien im Anlieferungszustand	55
6.2 Zusätzliche Wärmebehandlung	59
KAPITEL 7 Experimente zum <i>Ductility Dip Cracking</i>	63
7.1 Programmierter Verformungsriß (PVR)-Test	63
7.2 <i>Strain-to-Fracture</i> (STF) Test	65
7.3 Numerische Simulation des PVR-Tests	69
KAPITEL 8 Methoden der Probenanalyse	73
8.1 Optische Mikroskopie	73
8.2 Rasterelektronenmikroskopie	74
8.3 Röntgen-Computertomografie	75

8.4	Geräte-, Prüf- und Softwaretechnik	76
TEIL III	AUSWERTUNG UND ANALYSE	77
KAPITEL 9	Ergebnisse des Programmierten-Verformungsriß (PVR) Tests	79
9.1	Bewertung der Heißrißbeständigkeit	79
9.2	Rissauftreten und -morphologie	81
9.3	Einflussfaktoren auf das Rissauftreten	90
9.4	Bestimmung risskritischer Temperaturen und Dehnungen	94
KAPITEL 10	Ergebnisse des <i>Strain-to-Fracture</i> (STF) Tests	97
10.1	Bewertung der Rissbeständigkeit anhand von Temperatur-Dehnungs-Kurven	97
10.2	Rissmorphologie und -topographie	98
10.3	Einflussfaktoren auf das Rissauftreten	103
KAPITEL 11	Ergebnisse der numerischen Analyse des PVR-Tests	111
11.1	Validierung des Simulationsmodells	111
11.2	Bestimmung lokaler Dehnungen in der Wärmeeinflusszone der PVR-Prüfraupe in Abhängigkeit der externen Zugbeanspruchung	115
11.3	Quantifizierung kritischer lokaler Dehnungen bei der Rissentstehung	119
KAPITEL 12	Diskussion	123
12.1	Auftreten und Morphologie von <i>Ductility Dip Cracking</i> im wärmebeeinflussten Grundwerkstoffgefüge der hoch nickelhaltigen Versuchsmaterialien	123
12.2	Einfluss mikrostruktureller Faktoren auf das Auftreten von <i>Ductility Dip Cracking</i>	125
12.3	Vergleichbarkeit und Übertragbarkeit der Heißrißkriterien im PVR- und STF-Test	129
12.4	Entwicklung eines Modells zur Entstehung von <i>Ductility Dip Cracking</i> infolge lokaler thermischer und mechanischer Beanspruchungen im PVR-Test	134
12.5	Beitrag zum Mechanismus der Entstehung von <i>Ductility Dip Cracking</i>	138
KAPITEL 13	Zusammenfassung und Schlussfolgerungen	143
	Literaturverzeichnis	147
	Abbildungsverzeichnis	161
	Tabellenverzeichnis	171
	Lebenslauf	173
	Veröffentlichungen über Teilgebiete der Dissertation	175
	Betreute studentische Arbeiten	177

VERZEICHNIS DER FORMELZEICHEN UND ABKÜRZUNGEN

α	[K ⁻¹]	Wärmeausdehnungskoeffizient
a	[mm/s ²]	Beschleunigung
b	[mm]	Breite des DDC-Bereiches in der WEZ der PVR-Proben
c	[J/kg·K]	spezifische Wärmekapazität
\bar{d}	[μ m]	mittlerer Korndurchmesser
ε	[m/m],[%]	Dehnung
$\dot{\varepsilon}$	[s ⁻¹]	Dehnrage
$\dot{\varepsilon}_{PVR}$	[s ⁻¹]	Dehnrage im PVR-Test
$\dot{\varepsilon}_{STF}$	[s ⁻¹]	Dehnrage im STF-Test
ε_{elast}	[m/m],[%]	elastische Dehnung
ε_{ges}	[m/m],[%]	Gesamtdehnung
ε_{min}	[m/m],[%]	minimale, rissauslösende Dehnung
$\varepsilon_{min,PVR}$	[m/m],[%]	risskritische lokale Dehnung im PVR-Test
$\varepsilon_{min,STF}$	[m/m],[%]	minimale, rissauslösende Mindestdehnung im STF-Test
ε_{plast}	[m/m],[%]	plastische Dehnung
ε_{PVR}	[m/m],[%]	Dehnung im PVR-Test
ε_{STF}	[m/m],[%]	Dehnung im STF-Test
ε_T	[m/m],[%]	lokale Dehnung infolge schweißbedingter, thermo-mechanischer Beanspruchungen im PVR-Test
ε_{therm}	[m/m],[%]	thermische Dehnung
ε_Z	[m/m],[%]	lokale Dehnung infolge der externen Zugbeanspruchung im PVR-Test
E	[Pa]	Elastizitätsmodul
E_S	[kJ/cm]	Streckenenergie
I	[A]	Stromstärke
λ	[W/m·K]	Wärmeleitfähigkeit
Δl	[mm]	Probenverlängerung
l_0	[mm]	Ausgangslänge
L_{DDC}	[mm]	Lage des ersten DDC auf der PVR-Probe
L_{HR}	[mm]	Lage des ersten Heißrisses auf der PVR-Probe
ν	[-]	Querkontraktionszahl
ρ	[g/cm ³]	Dichte
R	[Ω]	elektrischer Widerstand
σ	[Pa]	Normalspannung
s	[mm]	Abstand des DDC-Bereiches von der Schmelzlinie (PVR-Test)
τ_{max}	[Pa]	maximale Schubspannung
t	[s]	Zeit
T_L	[°C]	Liquidustemperatur
T_P	[°C]	Prüftemperatur
T_R	[°C]	Rekristallisationstemperatur
T_S	[°C]	Solidustemperatur
U	[V]	Spannung

$v_{kr,DDC}$	[mm/min]	kritische Verformungsgeschwindigkeit für das Auftreten von <i>Ductility Dip Cracking</i> im PVR-Test
$v_{kr,ER}$	[mm/min]	kritische Verformungsgeschwindigkeit für das Auftreten von Erstarrungsrisen im PVR-Test
$v_{kr,WAR}$	[mm/min]	kritische Verformungsgeschwindigkeit für das Auftreten von Wiederaufschmelzrisen im PVR-Test
$v_{kr,1.HR}$	[mm/min]	kritische Verformungsgeschwindigkeit für das Auftreten des ersten Heißrisses im PVR-Test
$v_{kr,3.HR}$	[mm/min]	kritische Verformungsgeschwindigkeit als Mittelwert für das Auftreten der ersten drei Heißrisse im PVR-Test
$v_{kr,PVR}$	[mm/min]	kritische Verformungsgeschwindigkeit im PVR-Test
v_{PVR}	[mm/min]	Verformungsgeschwindigkeit im PVR-Test
v_{STF}	[mm/s]	Verformungsgeschwindigkeit im STF-Test
v_s	[mm/min]	Schweißgeschwindigkeit
x_0	[mm]	Abstand zum Beginn der PVR-Prüfraupe
BTR		<i>Brittle Temperature Range</i> (engl.)
CT		Computer <u>t</u> omographie
DDC		<i>Ductility Dip Cracking</i> (engl.)
DIC		<i>Digital Image Correlation</i> (engl.)
DIK		Differenzial <u>I</u> nterferenz <u>K</u> ontrast
DTR		<i>Ductility-dip Temperature Range</i> (engl.)
DVS		Deutscher <u>V</u> erband <u>S</u> chweißen und verwandte Verfahren e.V.
EBS		<i>Electron backscatter diffraction</i> (engl.)
EDS/EDX		Energiedispersive <u>R</u> öntgenspektroskopie
ER		Erstarrungs <u>r</u> iss
FE		Finite <u>E</u> lemente
FEM		Finite <u>E</u> lemente <u>M</u> ethode
FIB		<i>Focused Ion Beam</i> (engl.)
FM		<i>filler metal</i> (engl.)
GBS		<i>grain boundary sliding</i> (engl.)
Gew.-%		Gewichtsprozent
HDD		<i>hot ductility dip</i> (engl.)
HV		<u>V</u> ickers <u>h</u> ärte
H.T.B.I.F.		<i>high temperature brittle intergranular fracture</i> (engl.)
ITE		<i>intermediate temperature embrittlement</i> (engl.)
kfz		<u>k</u> ubisch- <u>f</u> lächen <u>z</u> entriert
krz		<u>k</u> ubisch- <u>r</u> aum <u>z</u> entriert
LBT		Längsbiegeprüfung (engl.: <i>Longitudinal bend test</i>)
LTBR		<i>low temperature brittleness range</i> (engl.)
LTCP		<i>low temperature crack propagation</i> (engl.)
MCD		<i>maximum crack distance</i> (engl.)
MCL		<i>maximum crack length</i> (engl.)
MGB		<i>migrated grain boundary</i> (engl.)
MRDM		<i>mid-range ductility minimum</i> (engl.)
PIC		<i>precipitation-induced cracking</i> (engl.)

PMZ	<i>partially melted zone</i> (engl.)
PT	Eindringprüfung (engl.: <i>penetration testing</i>)
PVR	Programmierter Verformungsriß-Test
PWSCC	primärwasser-induzierte Spannungsrißkorrosion
REM	Rasterelektronenmikroskopie
STF	<i>Strain-to-Fracture</i> -Test (engl.)
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TIS	Temperaturintervall der Sprödigkeit
WAR	Wiederaufschmelzriß
WB	Wärmebehandlung
WEZ	Wärmeeinflusszone
WIG	Wolfram-Inertgas-Schweißen
ZTA	Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm