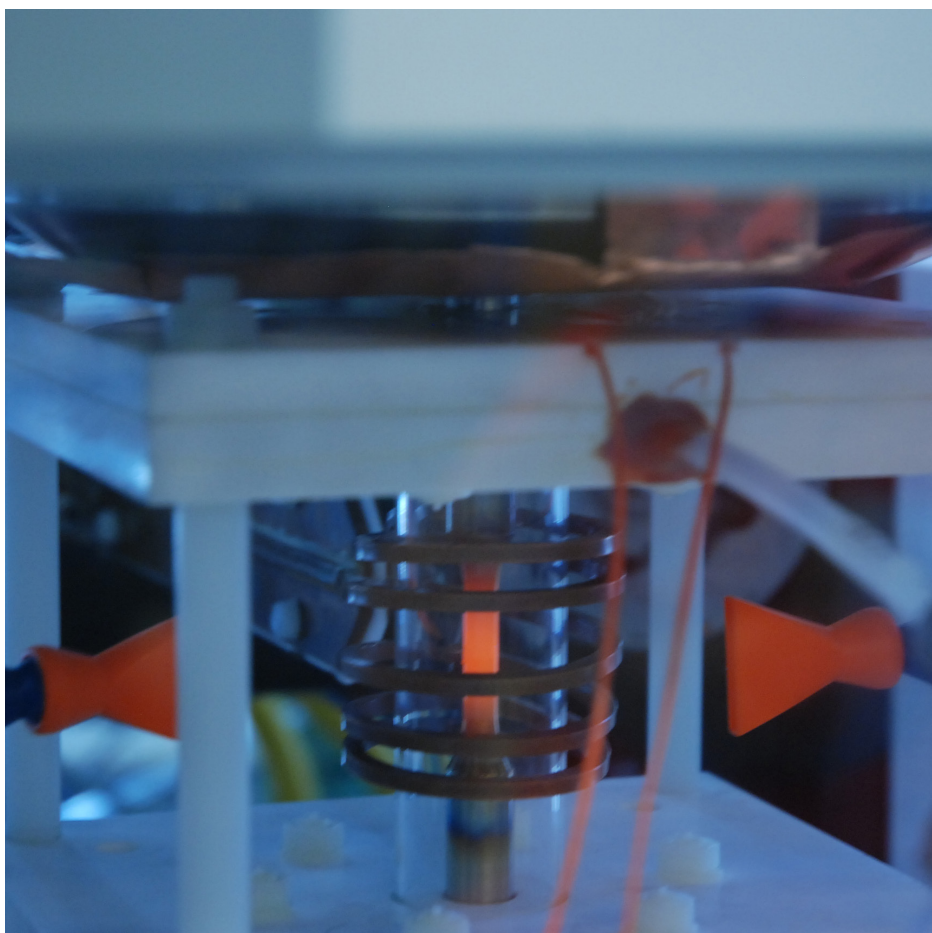


FÖRBÄTTRAD LIVSLÄNGDSPREDIKTERING GENOM TMF PROVNING I KORROSIV MILJÖ

RAPPORT 2016:248



BRÄNSLEBASERAD EL-
OCH VÄRMEPRODUKTION



Förbättrad livslängdsprediktering genom TMF-provning i korrosiv miljö

RIKARD NORLING, HENRIK ÖSTLING, TAINA VUORISTO

ISBN 978-91-7673-248-9 | © 2016 ENERGIFORSK

Energiforsk AB | Telefon: 08-677 25 30 | E-post: kontakt@energiforsk.se | www.energiforsk.se

Förord

Denna rapport är slutrapportering av projekt M 38746 Förbättrad livslängdsprediktering genom TMF provning i korrosiv miljö (Energimyndighetens projektnummer P 38746) som faller under teknikområde material- och kemiteknik inom SEBRA, samverkansprogrammet för bränslebaserad el- och värmeproduktion.

Projektet har följts av en referensgrupp bestående av Jan Storesund, Inspecta och Håkan Brodin, Siemens.

SEBRA, samverkansprogrammet för bränslebaserad el- och värmeproduktion, är efterföljaren till Värmeforsks Basprogram och startade som ett samarbetsprogram mellan Värmeforsk och Energimyndigheten 2013. All forskningsverksamhet som bedrevs inom Värmeforsk ingår sedan den 1 januari 2015 i Energiforsk. Därför ges denna rapport ut som en Energiforskrapport.

Programmets övergripande mål är att bidra till långsiktig utveckling av effektiva miljövänliga energisystemlösningar. Syftet är att medverka till framtagning av flexibla bränslebaserade anläggningar som kan anpassas till framtida behov och krav.

Programmet är indelat i fyra teknikområden: anläggnings- och förbränningsteknik, processtyrning, material- och kemiteknik samt systemteknik.

Stockholm maj 2016

Helena Sellerholm

Områdesansvarig

Bränslebaserad el- och värmeproduktion, Energiforsk AB

Sammanfattning

Gasturbiner arbetar vid höga temperaturer och med höga varvtal på rotern. Detta medför stora mekaniska påfrestningar på rörliga delar. Dimensionering måste göras med hänsyn till både krypning och utmattning. I samband med start och stopp ändras inte bara den mekaniska lasten utan även temperaturen. Detta medför att dimensioneringen med avseende på utmattning ofta görs utifrån data ifrån provning av termomekanisk utmattning (TMF).

TMF-provning utförs nästan alltid i luft och effekten av miljön i gasturbinen inkluderas därmed inte i provningen. Detta beror på att sådan provning är tekniskt mycket svår att realisera och att utrustning för det inte funnits tillgänglig tidigare. Avsikten med detta arbete har varit att utföra inledande studier av effekten av korrosiv miljö på TMF-provning. För projektet har konstruerats en särskild TMF-rigg med miljökammare och utvecklats en anpassad provningsrutin.

Fyra materialkombinationer har provats. Dessa har utgjorts av två legeringar, en varmvalsad legering Hastelloy X och en gjutlegering IN 792, vilka har provats obelagda. Därtill har Hastelloy X provats med två termiskt sprutade beläggningar av MCrAlY applicerade med HVOF respektive plasmateknik.

För provning i korrosiv miljö användes en gasblandning bestående av N_2 -10mol-% O_2 -0,5mol-% SO_2 . Resultaten från den provningen jämfördes med provning i luft under i övrigt lika provningsförhållanden.

Utifrån erhållna resultat rekommenderas särskilt starkt att utföra TMF-provning i korrosiv miljö som komplement till traditionell TMF-provning för nickelbaserade material om de är gjutlegeringar eller om de är spröda, alternativt om de har en kromhalt klart under 22 vikts-%. Detta gäller oavsett om de är avsedda att användas med en termiskt sprutad beläggning av MCrAlY eller ej.

Följande slutsatser har dragits för de i arbetet gällande provningsförhållandena:

- En användbar metod för studier av effekten av korrosiv miljö på TMF-provning har utvecklats, vilken ger förbättrad livslängdsprediktering.
- TMF-livslängden hos obelagd Hastelloy X minskar med ca 20 % i N_2 -10mol-% O_2 -0,5mol-% SO_2 .
- TMF-livslängden hos Hastelloy X med termiskt sprutad beläggning av MCrAlY minskar med ca 15 % i N_2 -10mol-% O_2 -0,5mol-% SO_2 .
- TMF-livslängden hos obelagd IN 792 kan halveras i N_2 -10mol-% O_2 -0,5mol-% SO_2 .
- Då TMF-livslängden visat sig vara kraftigt miljöberoende för vissa material är det starkt rekommenderat att utföra TMF-provning i korrosiv miljö som komplement till traditionell TMF-provning.
- Den framtagna provningsmetoden kommer, om den används vid utveckling av gasturbiner avsedda för förnybara korrosiva bränslen, starkt bidra till att möjliggöra sänkta koldioxidutsläpp från gasturbiner.

Summary

Introduction

Gas turbines operate at high temperatures and with high rotational speeds at the rotor. This causes large mechanical loads on moving parts. The components need to be designed with respect to both creep and fatigue life. During start-up and shut-down not only the mechanical load is changing but also the temperature. Therefore the design with respect to fatigue is preferably based on data from thermomechanical fatigue (TMF) testing.

A standardised testing methodology exists that takes into account the effects of simultaneously varying temperature and mechanical load on fatigue. Often the testing is made with the mechanical load following the temperature in-phase (IP), see Figure I. Another common extreme case is to make the testing directly opposite as out-of-phase (OP). In general the mechanical load and temperature can be varied in a number of ways, for example with another phase shift or with a dwell time at maximum temperature. Such specialised cycles can be designed to fit a particular application.

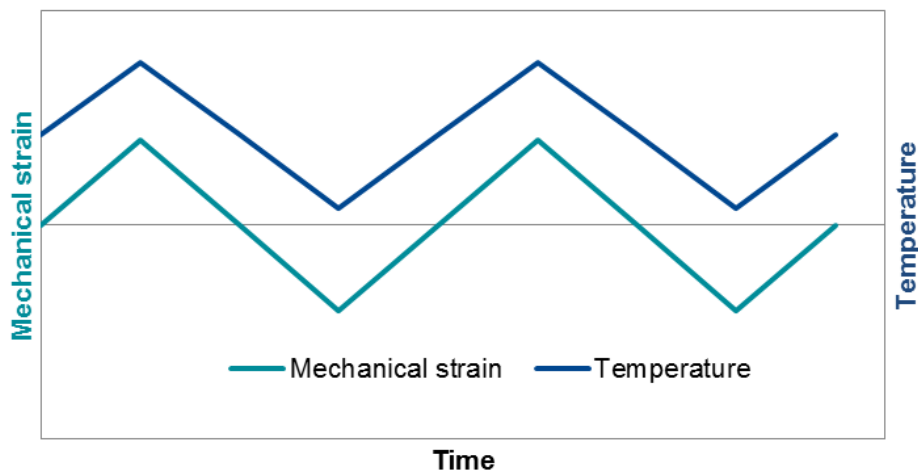


Figure I. Illustration of two consecutive TMF cycles during in-phase (IP) testing.

TMF testing is almost exclusively made in air. The purpose of this work is to study the effect of a corrosive environment on TMF testing. The goals are to develop a TMF test method in corrosive environment representative for gas turbines, and to carry out such testing of uncoated and coated specimens. Finally, recommendations are given for when in particular it is recommended to perform TMF testing in corrosive environment.

Experimental

For the experiments, a test rig for thermomechanical testing has been adapted for testing in the presence of the corrosive and toxic gases. Among other things, the test rig has been equipped with double-hermetically sealed test chambers, see Figure II. A gas delivery system has been added, so that the flow rate of corrosive gas can be controlled during testing. The equipment has multiple safety systems to ensure safe operation without any risk of emission of toxic gases.

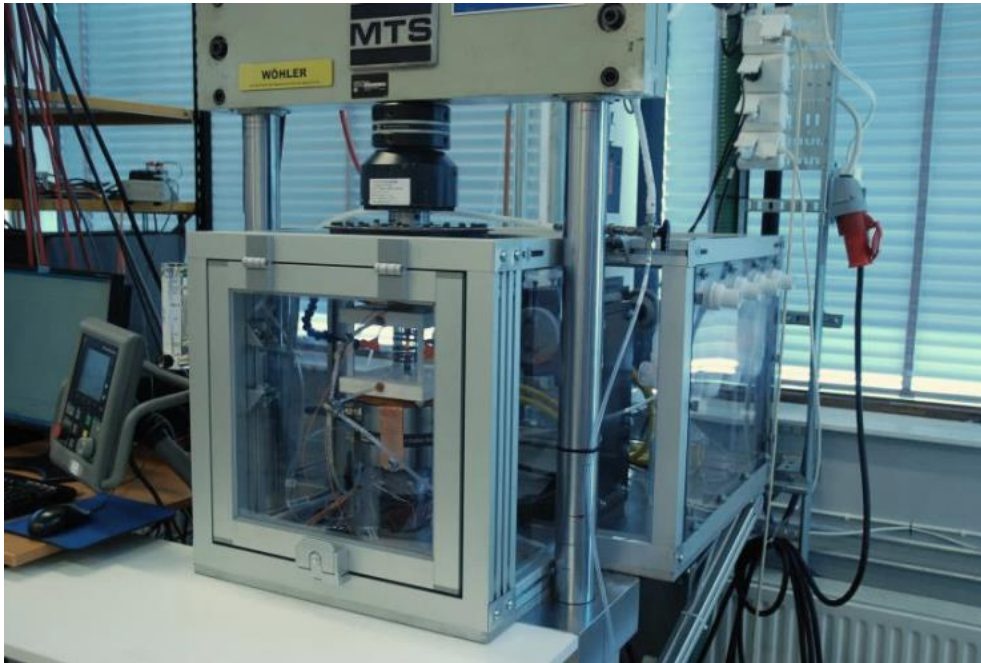


Figure II. Close-up of the safety chamber surrounding the test chamber.

The test chambers prevent the use of an extensometer for operation in strain control. To overcome this issue a method was developed where the machine is operated in displacement control. The control parameters were carefully acquired by first operating the test rig in strain control and then to mimic this in displacement control, see Figure III-IV. The second cycle was used for this purpose. Hence, the following cycles were not recorded. This prevented analysing the shape of the mid-life hysteresis loop which is otherwise customary.

Testing has been made in air and in N_2 -10% O_2 -0.5% SO_2 . The temperature range was 250-850°C. The temperature increase and decrease ramp rates were 1°C/s. The testing was done in-phase (IP). The strain range was adapted for each material to achieve crack initiation within one or a few days.

One hot-rolled superalloy, Hastelloy X, and one precision cast superalloy, IN 792, were tested as uncoated specimens.

Further, Hastelloy X was tested with thermally sprayed coatings of MCrAlY applied by plasma spraying and by HVOF spraying.

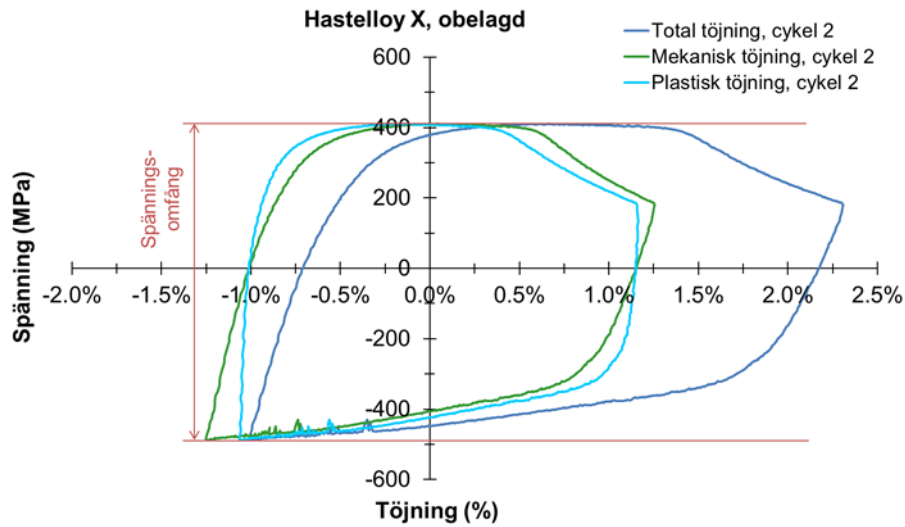


Figure III. Hysteresis loops for uncoated Hastelloy X.

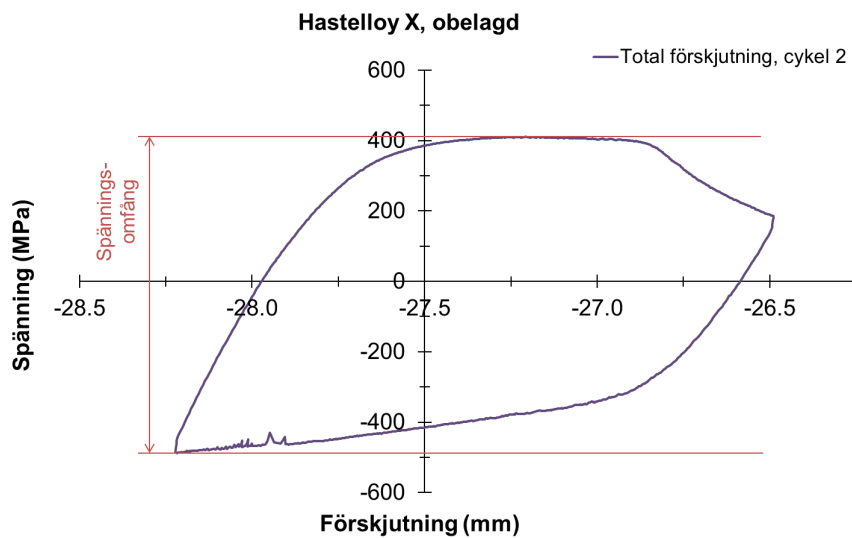


Figure IV. Hysteresis loop based on displacement for uncoated Hastelloy X.

Results and discussion

TMF testing was made using the developed method. In Figure V some examples of the results are shown as curves displaying the variation of the stress range with the number of cycles for uncoated Hastelloy X. It is observed that crack initiation occurs faster in the SO_2 -containing atmosphere.

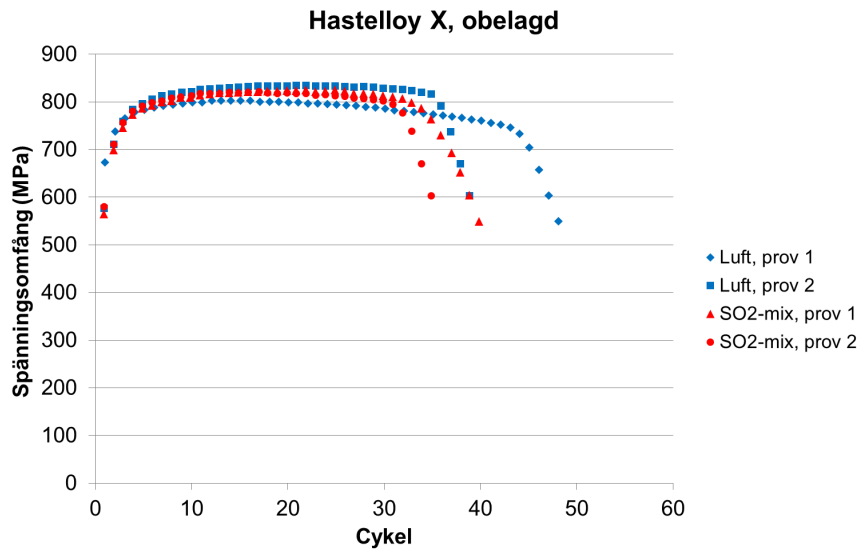


Figure V. Stress range vs. number of cycles for uncoated Hastelloy X.

The test method does not allow the plastic strain hysteresis loop to be calculated since no extensometer is present during testing with the test chamber in place. This prevents analysing the results with respect to plastic strain range vs. life. A method of verifying the results based on displacement was developed to overcome this. This method allows calculating a component of the displacement parameter that to some extent is an equivalent to the plastic strain range. This component is henceforth referred to as the inelastic displacement range, and it has been plotted vs. the N_{90} , life parameter, see Figure VI. The graph verifies that the observed difference in life is rather an effect of the atmosphere than an influence of difference in plastic strain range during testing arising from natural inaccuracies in the testing.

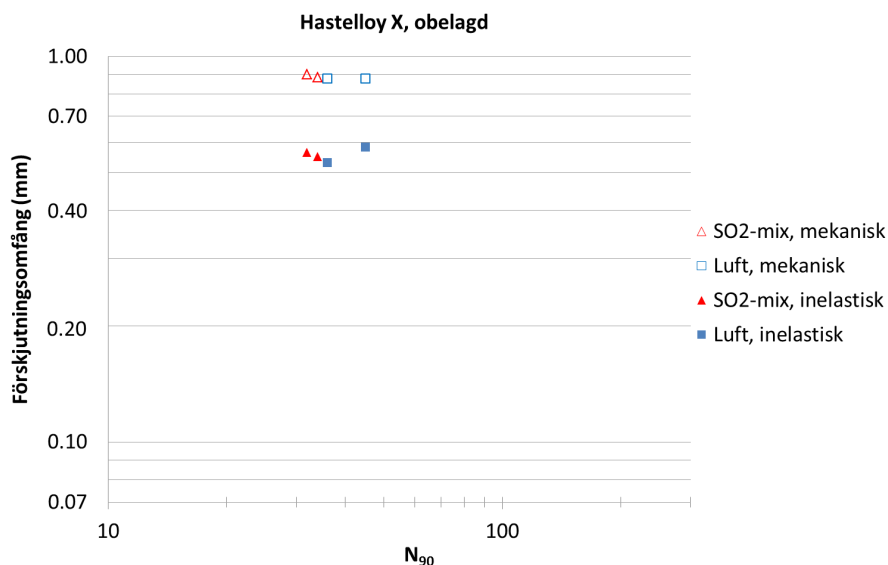


Figure VI. Mechanical and inelastic displacement range for cycle 20 vs. N_{90} for uncoated Hastelloy X.

Similar result analysis has been made for all tested materials. It was shown that the life of uncoated Hastelloy X was shortened by nearly 20 % when it was tested in the SO₂-containing gas. When tested with coatings, the life was shortened by about 15 %. The life of IN 792 was almost halved.

The work aimed at giving recommendations for when in particular it is recommended to perform TMF testing in corrosive environment as a complement to traditional TMF testing. The results of the study showed that this could include all materials. At least it is not safe to conclude which ones possibly could be excluded.

However, it was found that it is of particular interest to perform TMF testing in corrosive atmosphere for nickel-based alloys that are cast or brittle, as well as if the chromium content is clearly below 22 wt.%.

The recommendation to perform this type of testing is independent of whether or not the materials are to be used with a thermally sprayed coating of MCrAlY. Irrespective of this it is recommended to test the alloys in uncoated condition as first priority.

Conclusions

Within this work initial studies were made on the effect of a corrosive environment on TMF testing. The following conclusions were drawn with respect to the test conditions used during the work:

- A useful method for studying the effect of a corrosive environment on TMF testing has been developed, which gives improved life prediction.
- The TMF life of uncoated Hastelloy X is reduced by about 20 % in N₂-10%O₂-0.5%SO₂.
- The TMF life of Hastelloy X with thermally sprayed coating of MCrAlY is reduced by about 15 % in N₂-10%O₂-0.5%SO₂.
- The TMF life of uncoated IN 792 may be halved in N₂-10%O₂-0.5%SO₂.
- Since the TMF life is strongly dependent on the environment for certain materials, it is strongly recommended to perform TMF-testing in a corrosive environment as a complement to traditional TMF-testing.
- The developed testing method will strongly contribute to enable lowered carbon dioxide emissions from gas turbines, if used during development of gas turbines intended to utilise renewable corrosive fuels.

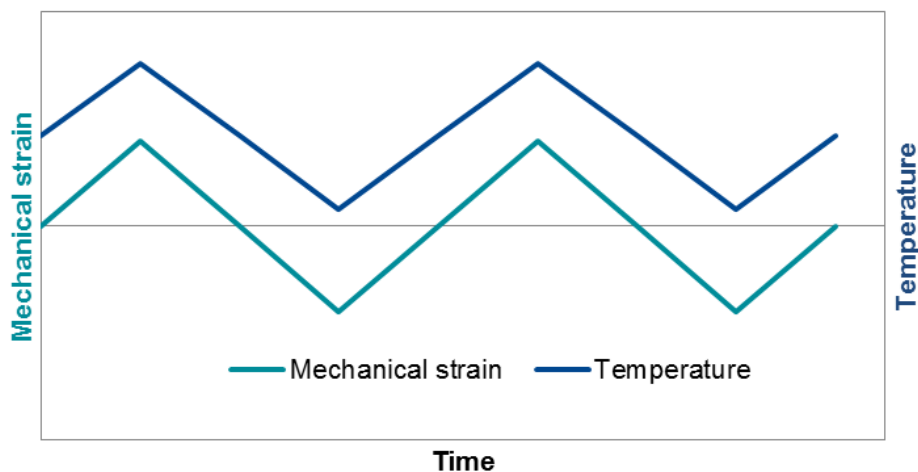
Innehåll

1	Introduktion	13
2	Provningsmetodik	15
2.1	Utrustning	15
2.2	Provningsparametrar	18
2.2.1	Gasmiljö	18
2.2.2	Material	18
2.2.3	TMF-cykel	19
2.2.4	Anpassning för provning i korrosiv miljö	20
3	Resultat	22
3.1	Bestämning av styrkurvor	22
3.2	Resultat ifrån TMF-provning	25
3.3	Verifiering av resultat från utförd TMF-provning	29
4	Diskussion	33
5	Slutsatser	36
6	Rekommendation och användning	37
7	Fortsatt arbete	38
8	Referenser	39
	Appendix A - Provstavsutseenden	40

1 Introduktion

Gasturbiner arbetar vid höga temperaturer och med höga varvtal på rotern. Detta medför stora mekaniska påfrestningar på roterande delar. Dimensionering måste göras med hänsyn till både krypning och utmattningslivslängd. I samband med start och stopp ändras inte bara den mekaniska lasten utan även temperaturen. Detta medför att dimensioneringen med avseende på utmattning bör göras utifrån data ifrån provning av termomekanisk utmattning (TMF, thermomechanical fatigue).

Den standardiserade provningsmetodiken för TMF [1, 2] har utvecklats för att ta hänsyn till de simultana effekter som samtidig variation av temperatur och mekanisk last ger på utmattningsförlopp. Ofta görs provningen så att den mekaniska lasten varieras i fas med temperaturen (IP, in-phase), se Figur 1. Ett annat vanligt extremfall är att utföra provningen så att den mekaniska lasten cyklas i motfas till temperaturen (OP, out-of-phase). I ett allmänt fall kan den mekaniska lasten och temperaturen också varieras på andra sätt, exempelvis med en annan fasförskjutning i förhållande till varandra eller med hålltider vid maxtemperatur. Sådana specialiserade cykler kan konstrueras för att täcka specifika behov för en speciell applikation.



Figur 1. Illustration av två på varandra följande TMF-cykler vid i fas (IP) provning.

Figure 1. Illustration of two consecutive TMF cycles during in-phase (IP) testing.

TMF har använts under flera årtionden och har resulterat i ett stort antal publicerade vetenskapliga artiklar. I en nyligen publicerad review-artikel ger Zhang et al [3] en översikt över området med fokus på nickelbaserade superlegeringar, vilka är speciellt relevanta för gasturbinapplikationer.

TMF-provning utförs nästan alltid i luft och effekten av miljön i gasturbinen inkluderas därmed inte i provningen. Ett fåtal forskargrupper har utfört TMF-provning i inerta miljöer, såsom vacuum eller argon, för att studera inverkan av luftmiljö (dvs. effekten av oxidation pga. syre och luftfuktighet, samt undantagsvis nitrering pga. kväve)

genom jämförelse med resultat ifrån provning i luft [4-6]. Detta har visat att miljön är en viktig parameter.

Erfarenhet har visat att TMF likväl kan användas för acceptabel livslängdsdimensionering vid användning av rena bränslen. Det kan dock inte uteslutas att sprickinitieringen påverkas olika av den faktiska förbränningsmiljön och av luft. För nyutvecklade material innebär detta ett visst risktagande, även om den bedöms som liten vid användning av rena bränslen.

Vid användning av korrosiva bränslen innehållande exempelvis förhöjd halt av svavel så påverkas materialet av högttemperaturkorrosion i betydligt högre utsträckning än i luft. Känsligheten för detta utvärderas normalt sett genom isotherm eller cyklisk korrosionsprovning utan mekanisk belastning. En sådan provning kan användas för att ranka material i förhållande till deras miljökänslighet, men är ett mycket grovt verktyg att använda för livslängdsbestämning.

Då bildade oxidskikt i exempelvis svavelhaltig miljö skiljer sig i sammansättning och morfologi från de bildade i luft, så kan det på goda grunder förmodas att tiden till sprickinitiering blir förkortad i korrosiv miljö såväl i verklig drift som vid TMF-provning. Då olika legeringar med samma användningsområde ofta har starkt varierande korrosionsmotstånd bör dessa dessutom påverkas drastiskt olika. Konsekvensen av detta blir att TMF under dessa förutsättningar blir ett trubbigt verktyg för materialval och livslängdsdimensionering.

Det kan förmodas att anledningen till att TMF-provning inte utförts i korrosiv miljö tidigare är att det är teknisk mycket krävande. Dels är det en utmaning att kapsla in provet så att det kan utsättas för den korrosiva miljön och dels är det sedan en utmaning att säkerställa att läckage av provgasen inte på något sätt får kunna ske till omgivningen, eftersom den vanligen är korrosiv, frätande och giftig. En ytterligare (och den viktigaste) utmaningen är att det inte går att placera en extensometer för tøjningsstyrning inne i den korrosiva miljön, då detta precisionsinstrument då skulle förstöras.

Avsikten med detta arbete har varit att utföra inledande studier av effekten av korrosiv miljö på TMF-provning. För projektet sattes följande mål:

- att utveckla en metod för TMF provning i korrosiv miljö representativ för i första hand gasturbiner
- verifiera att utrustningen ger förväntade provsvar i luftmiljö
- genomföra en TMF provserie för obelagda material i korrosiv miljö och luftmiljö
- genomföra en TMF provserie för belagda material i korrosiv miljö och luftmiljö
- ta fram rekommendationer för vilka materialtyper TMF provning i korrosiv miljö bör utföras som komplement till traditionell TMF provning, med anledning av att de uppvisar speciell miljökänslighet

2 Provningsmetodik

2.1 UTRUSTNING

Provning av TMF i en korrosiv gasmiljö förutsätter att den korrosiva gasen kan flödas förbi provytan, samtidigt som det säkerställs att den inte utgör en risk för omgivningen. Korrosiva gaser som SO₂ och HCl är frätande och dödliga vid inandning i måttliga halter. Arbetsmiljöverket har i sin författningssamling (AFS 2015:7) fastställt gränsvärden för tillåtna halter i omgivande luft. Dessa halter är långt under förväntade halter vid exponeringen, vilket medför att provningsutrustning måste konstrueras så att risk för exponering av personal ej kan uppkomma.

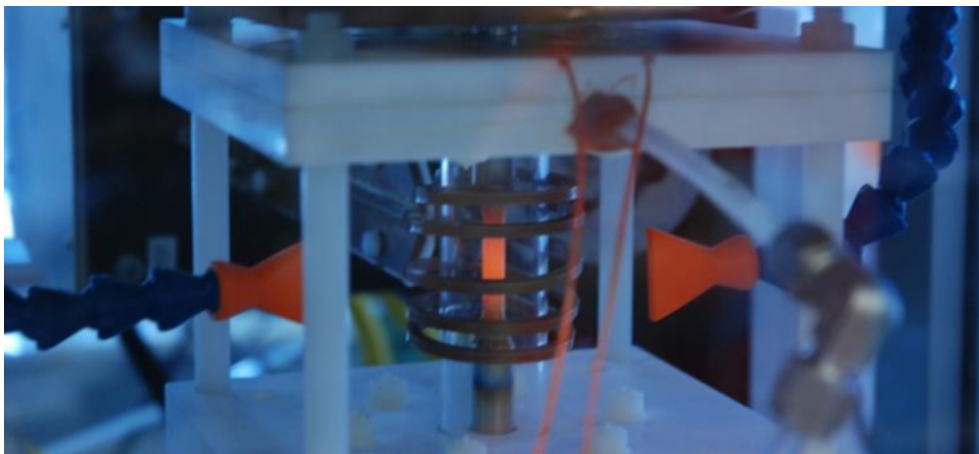
För projektet konstruerade Swerea KIMAB en särskild TMF-rigg med miljökammare, se Figur 2. Utrustningen innehåller en stor mängd sammanlänkade enheter. I grunden utgörs den av en servohydraulisk utmattningsrigg, med ett reglersystem för att mäta, logga och reglera last, kolvläge och/eller töjning. Detta möjliggör utmattningsprovning med last- läges- eller töjningsstyrning. Till detta krävs sedan för TMF-provning att riggen förses med induktionsuppvärmning av provstaven och styrsystem för detta. För temperaturmätningen används termoelement av ädelmetall (platina, typ S), vilka svetsas på provet. Temperaturstyrsystemet är integrerat med utmattningsriggens styrsystem, för att möjliggöra synkroniserade last- och temperaturcykler.



Figur 2. Översiktligt foto av TMF provningsriggen. Utrustning för gastillförsel och –evakuering är utanför bild.
Figure 2. Overview of TMF test rig. Equipment for gas supply and evacuation is outside image.

Till TMF-riggen har lagts ett system för att möjliggöra provning i korrosiv miljö. Detta består av en enhet för gasförsörjning till en provkammare som omger provstaven och ett renings- och evakueringsystem för att ta hand om utgående gaser från provkammaren. Därtill kommer ett flertal skyddssystem.

Då provningsmetoden bygger på induktionsuppvärmning krävs att provkammaren är icke-metallisk för att inte interferera med uppvärmningssystemet. Provkammaren konstruerades därför i kvartsglas och en bearbetningsbar keram, samt med polymera kopplingsdetaljer. Provkammaren visas i Figur 3. I centrum syns den glödande provstaven. Den omges av ett glaströr, vilket i sin tur omges av induktionsspolen. Kammaren förseglas med vita keramplattor mot glaströrets ändar och provstaven. Gasen leds in i provkammaren genom ett antal hål i nedre keramplattan placerade cirkulärt runt provstaven. Gasen evakueras sedan genom motsvarande hål i övre plattan. Provkammaren är kyld med tryckluft från utsidan. I svalningsfasen kyls själva provet främst genom strålning vid de högsta temperaturerna och vid de lägre genom konvektion i provgasen som strömmar förbi provet. Detta ger en begränsning i svalningshastighet vid låga temperaturer, vilken vid 250°C är 1°C/s. Termoelement leds in i kammaren genom gastäta genomföringar för temperaturmätning.



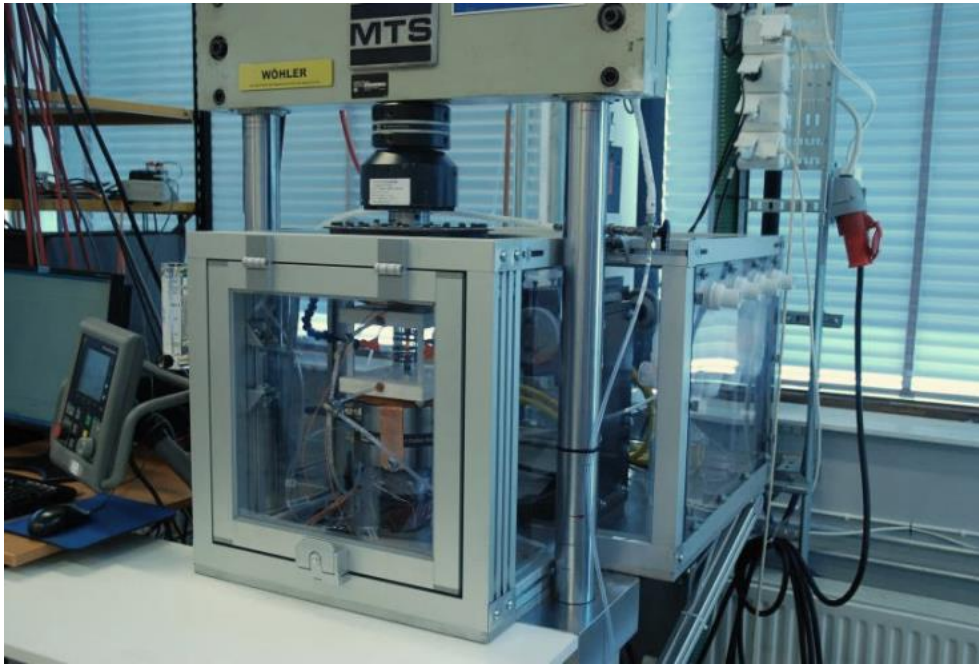
Figur 3. Närbild av provkammaren under pågående TMF provning.

Figure 3. Close-up of test chamber during ongoing TMF testing.

Gasförsörjning till provkammaren kommer ifrån en gastub placerad i ett brandklassat och ventilerat gaskabinett godkänt för förvaring av giftig gas. I skåpet finns en uttagspost med tryckreglerventil för gasen, vilken är försedd med anslutning till en kvävgasförsörjning för att möjliggöra nödvändig genomspolning av hela provningssystemet med torr inertgas före och efter provning. Gasflödet in i provkammaren regleras med en elektroniskt styrd massflödesregulator av termisk typ.

Efter provkammaren passerar gasen genom en skrubber med NaOH-lösning för rening av SO₂ från gasen genom bildande av natriumsulfat i lösningen. Gasen leds därefter in i en evakueringsledning med mycket högt luftflöde och undertryck, så att halten giftiga gaser omedelbart kommer att understiga förekommande gränsvärden. Därefter avleds gasen till omgivande luft utanför byggnaden.

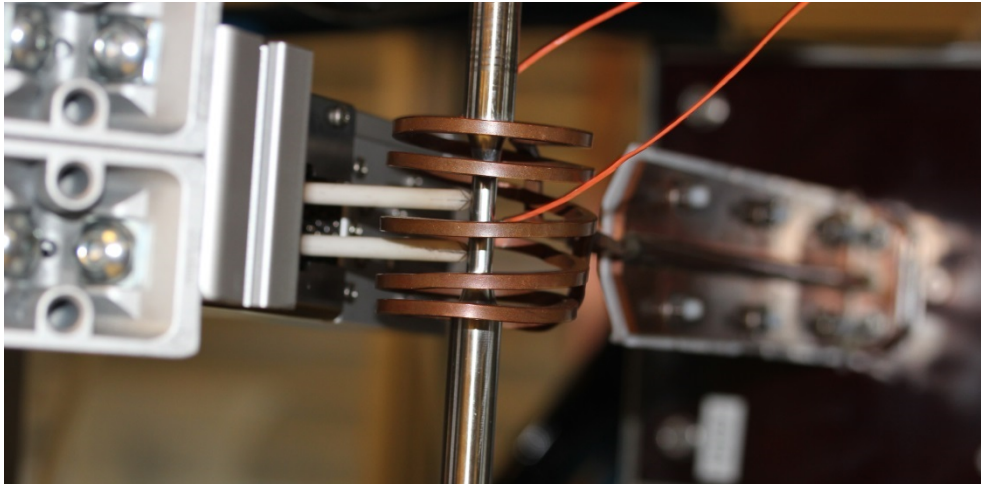
För att säkerställa att utsläpp av gas till rummet inte kan ske vid eventuellt haveri av provkammaren är hela provningen inbyggd i en skyddskammare, se Figur 4. Denna är satt under undertryck och är kontinuerligt evakuerad av samma industrisug som evakuerar provningsgasen. Vid bortfall av undertryck i kammaren stängs gastillförseln automatiskt ifrån gaskabinettet. Därtill finns gaslarm i lokalen.



Figur 4. Närbild av skyddskammaren som omger provkammaren.

Figure 4. Close-up of the safety chamber surrounding the test chamber.

TMF-provning utförs normalt med töjningsstyrning. Det betyder att lasten kontrolleras så att den mekaniska töjningen följer önskad kurva enligt vald TMF-cykel enligt exempelvis Figur 1. Detta kräver att töjningen mäts med en högtemperatur-extensometer, se Figur 5. Mätningen görs med två fjäderbelastade keramiska pinnar som hålls emot provet och registrerar förändring i avståndet mellan pinnarna. Detta arrangemang är ej möjligt att kombinera med provkammaren för provning med korrosiv gas utan istället har en metod med lägesstyrning utvecklats, vilken beskrivs i detalj i avsnitten 2.2.4 och 3.1 nedan.



Figur 5. Närbild av högttemperaturextensometer i kontakt med provstav.

Figure 5. Close-up of high temperature extensometer in contact with test specimen.

2.2 PROVNINGSPARAMETRAR

2.2.1 Gasmiljö

För provning i korrosiv miljö användes en gasblandning bestående av N_2 -10mol-% O_2 -0,5mol-% SO_2 , vilken levererats förblandad i gasflaska från leverantör för att få hög noggrannhet på sammansättningen. Halten O_2 motsvarar ungefär en syrehalt som kan föreligga efter förbränning i en gasturbin. Halten SO_2 ger vid provningen partialtrycket SO_2 $p(SO_2)=0,005$ atm. Antas ett arbetstryck om 20 bar i en gasturbin, så ger $p(SO_2)=0,005$ atm en halt av SO_2 på 250 mol-ppm (0,025 mol-%) i förbränningsgasen, vilket är realistiskt för vissa bränslen.

Innan provning flödas torr kvävgas genom systemet, för att säkerställa att kondensation av svavelsyra inte uppkommer när SO_2 -haltig gas leds in i systemet. Efter spolning med kvävgas flödas den SO_2 -haltiga provgasen genom systemet tills all gas är utbytt. Först därefter värms provstaven upp för första gången. Detta säkerställer att provstaven inte får en oönskad oxidbildning i luft eller kvävgas innan den provas i SO_2 -haltig gas. Det skulle annars ha medfört en felaktig inverkan av korrosionsbidraget vid provningen.

För provning i luft användes teknisk luft från gasflaska. Vid både provning i luft och i SO_2 -haltig gas var gasflödet 150 normal-ml/min.

2.2.2 Material

Fyra materialkombinationer har provats. Dessa har utgjorts av två legeringar, en varmvalsad legering Hastelloy X och en gjutlegering IN 792, vilka provats obelagda. Därtill har Hastelloy X provats med två termiskt sprutade beläggningar av MCrAlY applicerade med *high velocity oxygen fuel* (HVOF) respektive plasmateknik. För legeringssammansättningar och data om beläggningarna se Tabell 1 och Tabell 2.

Provstavarna tillverkades som rundstavar med 12 mm diameter. Dessa svarvades sedan ner på mitten så att de fick en midja om 6 mm diameter och 22 mm parallelllängd. Övergångarna från midjan gjordes med stora radier på 22 mm.

Obelagda provstavar våtstipades före provning i sin längsriktning med SiC-papper av grovlekarna P320, P600 och P1200.

Tabell 1. Nominell sammansättning av testade legeringar.

Table 1. Nominal composition of tested alloys.

Legering	Ni	Cr	Fe	Mo	Co	W	C	Ta	Ti	Al
Hastelloy X	Bal.	22	18	9	1,5	0,6	0,1	-	-	<0,3
IN 792	Bal.	12,5	<0,5	1,9	9	4,2	0,08	4,2	4	3,4

Tabell 2. Data för testade beläggningar och nominell sammansättning.

Table 2. Data for tested coatings and nominal composition.

Metod	Tjocklek (µm)	Pulvertyp	Pulverfraktion	Ni	Co	Cr	Al	Y
HVOF	200	Amperit 410.072	-38+10 µm	Bal.	23	17	12	0,5
Plasma (APS)	300	Amdry 365-20	-75+38 µm	Bal.	23	17	12,5	0,45

2.2.3 TMF-cykel

Det valdes att utföra provningen som i fas (IP) med linjär ramp upp och tillika ner för temperatur och total mekanisk töjning (ϵ_{mek}). Töjningen utfördes symmetriskt, dvs. $\epsilon_{mek, \min} = -(\epsilon_{mek, \max})$, vilket ger den mekaniska töjningskvoten $R_\epsilon = \epsilon_{mek, \min} / \epsilon_{mek, \max} = -1$. Det totala mekaniska töjningsområdet $\Delta\epsilon_{mek} = (\epsilon_{mek, \max} - \epsilon_{mek, \min})$ utprovades för varje materialkombination för att få en rimlig provtid till brott om en eller ett par dagar per provstav.

Maxtemperaturen vid TMF-provningen valdes till 850°C, vilket är en rimlig maximal användningstemperatur för de två provade legeringarna. Mintemperaturen valdes till 250°C, då svalningshastigheten under denna temperatur blev mycket långsam vid användning av provkammare. Värmnings- respektive svalningshastigheten var 1°C/s, vilket gav en cykeltid på 20 min.

Fördjupande förklaring om TMF provparametrar

Den töjning som det vid TMF normalt styrs på är total mekanisk töjning (ϵ_{mek}) som förorsakas av den mekaniska lasten. Extensometern mäter dock total töjning (ϵ_{tot}), vilken även inkluderar termisk töjning (ϵ_{term}) förorsakad av temperaturförändring. Den mekaniska töjningen kan delas upp i två komponenter, elastisk töjning (ϵ_{el}) och plastisk töjning (ϵ_{plast}). Sambanden visas i Ekvation 1 och Ekvation 2. Den elastiska töjningen relaterar till den mekaniska spänningen σ och elasticitetsmodulen E enligt Ekvation 3.

$$\epsilon_{tot} = \epsilon_{mek} + \epsilon_{term} \quad (1)$$

$$\epsilon_{mek} = \epsilon_{el} + \epsilon_{plast} \quad (2)$$

$$\sigma = E * \epsilon_{el} \quad (3)$$

Den termiska töjningen är en funktion av temperaturen. Före provning bestäms den genom att köra en temperaturcykel vid noll last, dvs. med $\sigma = 0$ N/mm². Då blir den

totala mekaniska töjningen definitionsmässigt noll och den uppmätta totala töjningen därmed lika med den termiska töjningen. Därefter kan den termiska töjningen beräknas utifrån provets temperatur.

För att vid provningen kunna styra på mekanisk töjning, så måste den beräknas kontinuerligt med hjälp av ekvation 1 utifrån den totala töjningen, vilken extensometern mäter, och den termiska töjningen, vilken kontinuerligt beräknas utifrån temperaturen.

Vid djuplodande analys av data efter provning, så är det ibland av intresse att bestämma den plastiska töjningen utifrån den mekaniska töjningen. För att göra detta utifrån Ekvation 2, så behöver den elastiska töjningen beräknas utifrån aktuell spänning enligt Ekvation 3. Då elasticitetsmodulen är temperaturberoende, så förutsätter detta att den beräknas kontinuerligt utifrån uppmätt temperatur. Detta i sin tur förutsätter att elasticitetsmodulens temperaturberoende bestämts före provningen. Uppgifter om det finns ibland i materialdatablad, men för acceptabel precision behöver en egen bestämning göras före provningen. Detta kan göras genom att belasta ett prov lätt vid olika temperaturer och mäta töjningen med extensometer. Är belastningen lätt blir den plastiska töjningen noll och elasticitetsmodulen kan då bestämmas utifrån Ekvation 1-3 för ett antal temperaturer, varefter den med interpolation kan bestämmas för mellanliggande temperaturer.

2.2.4 Anpassning för provning i korrosiv miljö

Vid provning i korrosiv miljö, så är risken stor för att termoelement som är svetsade vid provets midja kommer att lossna. Detta område utsätts för den högsta temperaturen och den största töjningen. Denna risk finns även vid provning i luft, men blir förhöjd när korrosionshastigheten ökar.

En metod för att minska den risken utvecklades där ett termoelement svetsas på midjan och ett precis utanför den centrala midjan på den tjockare delen av provstaven. Dessa två termoelement kommer inte att ha samma temperatur, då induktionsuppvärmningen gör att midjan blir varmare. Och det är temperaturen vid midjan som är avgörande för provningen. Dessa temperaturer följs dock åt. Med den utvecklade metoden får provet genomgå en temperaturcyklning innan provningen startas. Vid den cyklingen styrs temperaturen på midjan och temperaturen vid änden mäts. Därefter kan temperaturen vid provningen styras med termoelementet vid änden och det är då inget problem om termoelementet på mitten lossnar pga. korrosion.

Vid upptagningen av temperaturförhållandet mellan termoelementen krävs det att provet får genomgå minst två temperaturcykler direkt på varandra följande och att mätningen sker först vid den andra cykeln, då temperaturjämvikt inte hinner inställa sig vid den första. Vid varje förändring av temperaturcykel eller någon annan parameter med inverkan på temperaturjämvikten, så måste det kontrolleras att två temperaturcykler är tillräckligt för att uppnå jämvikt eller hur många cykler som krävs. Det är viktigt att värmnings- respektive svalningshastigheterna är lika som vid provningen, dvs. att identiska temperaturcykler körs. Det krävs att temperaturförhållandet mäts för varje individuell provstav, eftersom minimala skillnader i position för termoelementens positioner vid svetsningen leder till skillnader i temperaturdifferens dem emellan.

Provning med provkammare möjliggör inte anslutning av extensometer. Därmed kan den mekaniska töjningen inte bestämmas enligt Ekvation 1. Det blir då inte heller

möjligt att utföra provning med töjningsstyrning. Detta hanteras genom att först utföra provning på ett referensprov utan provkammare och med användning av högtemperaturextensometer. Därvid registreras aktuella kolvlägen, vilket sedan möjliggör lägesstyrning vid användning av provkammare.

För att lägesstyrningen skall bli korrekt måste hänsyn tas till att provningen inte utförs på samma provstav som för vilken kolvlägena uppmätts. Om lägesstyrning skulle göras direkt till de uppmätta kolvlägena skulle detta resultera i omedelbart provbrott eller åtminstone stor deformation av provstaven. Detta beror främst på att det är omöjligt att montera en provstav på exakt samma position som en tidigare provstav, men också på att den termiska utvidgningen skiljer sig något åt mellan provstavarna.

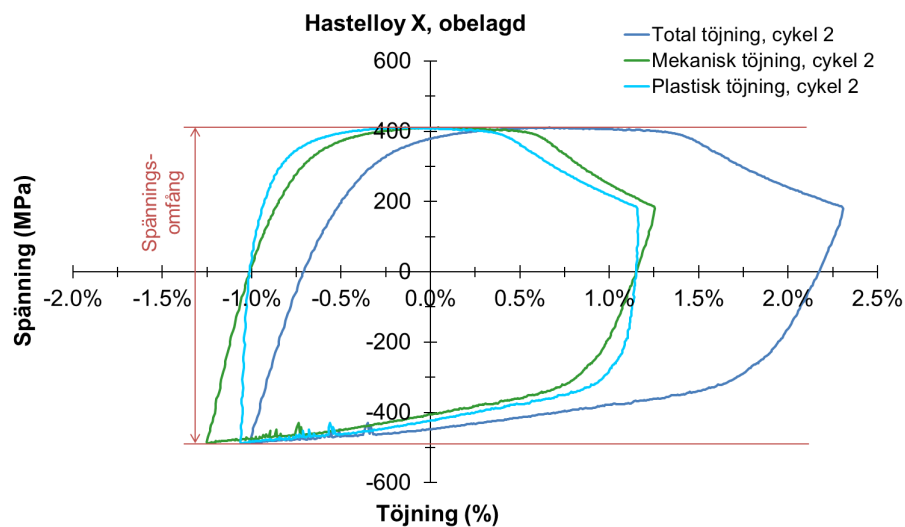
För att hantera detta har en procedur utarbetats där kolvlägena mäts upp vid temperaturcykling vid noll last för den aktuella provstaven och jämförs med motsvarande tidigare mätning för referensprovet. Detta görs med provningsriggen i laststyrning för att säkerställa att belastningen på provet faktiskt blir noll och att det därmed inte kan uppkomma någon plastisk deformation som skulle kunna påverka provets mekaniska egenskaper. Differenserna mellan dessa mätserier adderas sedan till de uppmätta kolvlägena för referensprovet vid TMF-provning. Därmed kompenseras för skillnaderna i position och önskad provning kan utföras i lägesstyrning.

Denna nya procedur med lägesstyrning möjliggör nu på ett unikt sätt att utföra provning i korrosiv miljö, där detta tidigare ej varit möjligt pga. extensometers miljö känslighet.

3 Resultat

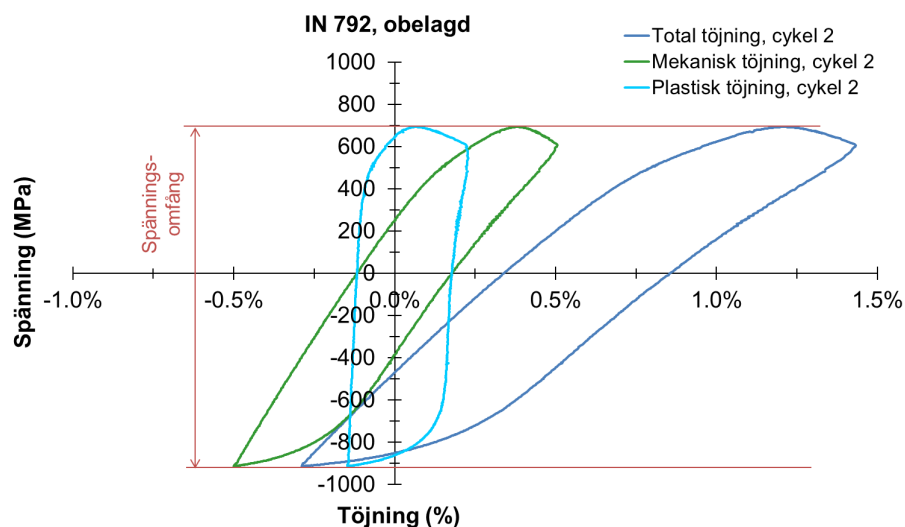
3.1 BESTÄMNING AV STYRKURVOR

För att kunna utföra TMF-provning i lägesstyrning måste styrkurvor bestämmas. Detta har gjorts genom att genomföra provning i samma provningsrigg under töjningsstyrning med extensometer. Vid provningen följdes i övrigt exakt samma parametrar för provningen som var tänkt för den senare provningen, undantaget att ingen provkammare och korrosiv miljö användes. Vid denna provning upptogs hysterskurvor för spänning relaterat till total töjning för materialen. Se exempel för obelagda prov av Hastelloy X och IN 792 i Figur 6 och Figur 7.



Figur 6. Hystereskurvor för obelagd Hastelloy X.

Figure 6. Hysteresis loops for uncoated Hastelloy X.

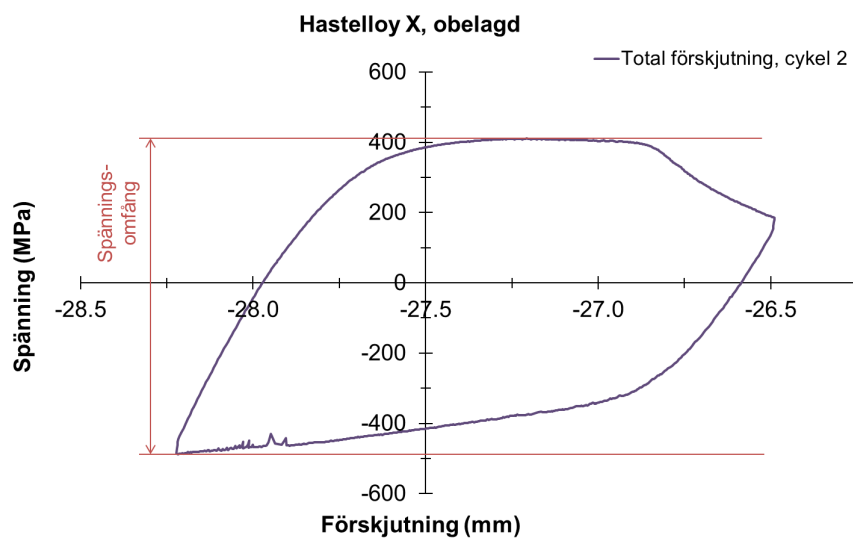


Figur 7. Hystereskurvor för obelagd IN 792.

Figure 7. Hysteresis loops for uncoated IN 792.

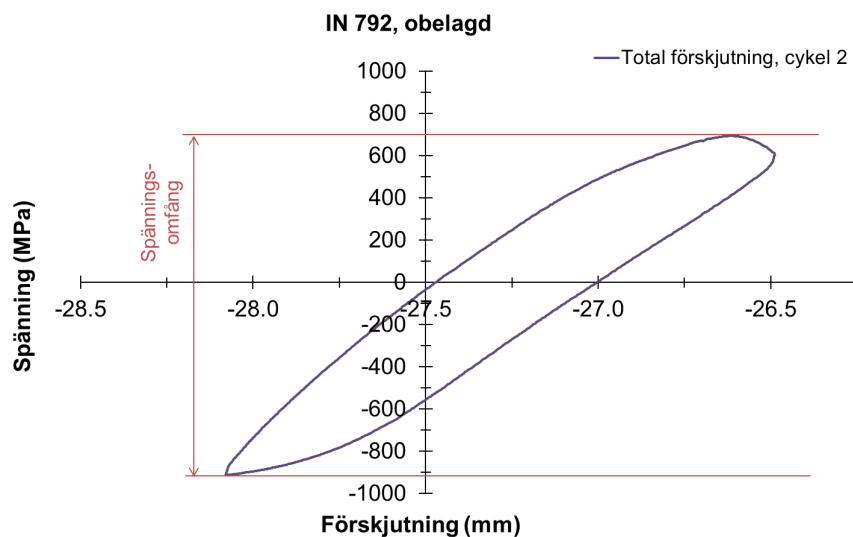
Kurvorna för total mekanisk töjning respektive plastisk töjning i Figur 6 och Figur 7 har beräknats utifrån Ekvation 1-3. Denna beräkning sker i realtid kontinuerligt under hela provningens gång för att möjliggöra styrning mot total mekanisk töjning. Det framgår av graferna att töjningsområdet varit $\pm 1,25\%$ för Hastelloy X och $\pm 0,5\%$ för IN 792.

Samtidigt med att hystereskurvorna för spänning relaterat till total töjning togs upp, så registrerades provets förskjutning, eller egentligen hydraulkolvens läge i provningsriggen. I Figur 8 och Figur 9 visas hystereskurvor baserade på den registrerade förskjutningen. I dessa relateras spänningen till förskjutningen. Kurvorna blir formmässigt mycket lika de baserade på total töjning, om än inte identiska.



Figur 8. Hystereskurva baserad på förskjutning för obelagd Hastelloy X.

Figure 8. Hysteresis loop based on displacement for uncoated Hastelloy X.

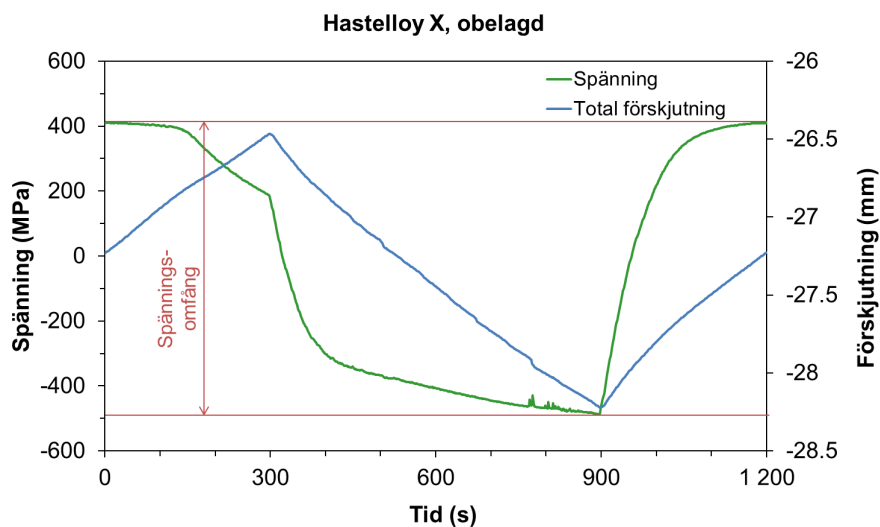


Figur 9. Hystereskurva baserad på förskjutning för obelagd IN 792.

Figure 9. Hysteresis loop based on displacement for uncoated IN 792.

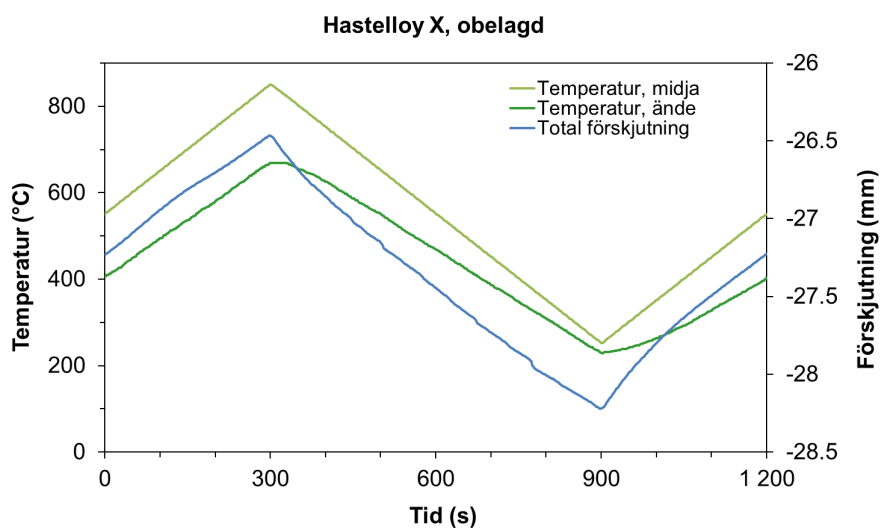
Hystereskurvorna i Figur 6 till Figur 9 är konstruerade utifrån spänningarnas och töjningarnas respektive förskjutningarnas tidsberoende inom varje cykel. Bakomliggande data för att konstruera hystereskurvan för Hastelloy X i Figur 8 visas i demonstrativt syfte i Figur 10.

I Figur 11 visas för Hastelloy X den vid töjningsstyrning erhållna totala förskjutningen som funktion av tiden tillsammans med den mätta styrtemperaturen vid provstavens midja och den mätta temperaturen på dess ände precis utanför midjan. Denna förskjutningskurva, samt endera av temperaturkurvorna, används sedan som styrkurvor vid provning med lägesstyrning.



Figur 10. Spänning och förskjutning som funktion av tiden inom en cykel för obelagd Hastelloy X.

Figure 10. Stress and displacement vs. time within one cycle for uncoated Hastelloy X.



Figur 11. Temperatur och förskjutning som funktion av tiden inom en cykel för obelagd Hastelloy X.

Figure 11. Temperature and displacement vs. time within one cycle for uncoated Hastelloy X.

Förskjutningskurvan måste bestämmas genom provning med töjningsstyrning före den faktiska provningen för varje temperaturintervall, töjningsintervall, material, provstavsgometri och provningsrigg. Den måste därtill justeras för varje enskild provstav för att kompensera för skillnader i förskjutningens initialvärde och dess temperaturberoende. Används temperaturkurvan för änden som styrkurva, så måste även dess temperaturrelation i förhållande till midjan bestämmas för varje enskild provstav före provningen.

När styrkurvor bestämts för en enskild provstav kan denna sedan provas i lägesstyrning utifrån dessa. Provet kommer då initialt att erhålla samma hysterskurvor för spänning relaterat till de olika töjningskomponenterna som vid bestämningen av styrkurvorna, men utan att extensometer krävs. För bestämning av styrkurvorna användes den andra cykeln. Påföljande hysterskurvor registrerades därför inte utifrån töjning, varvid hysterskurvornas form vid halva livslängden inte kunnat utvärderas vilket annars är brukligt.

3.2 RESULTAT IFRÅN TMF-PROVNING

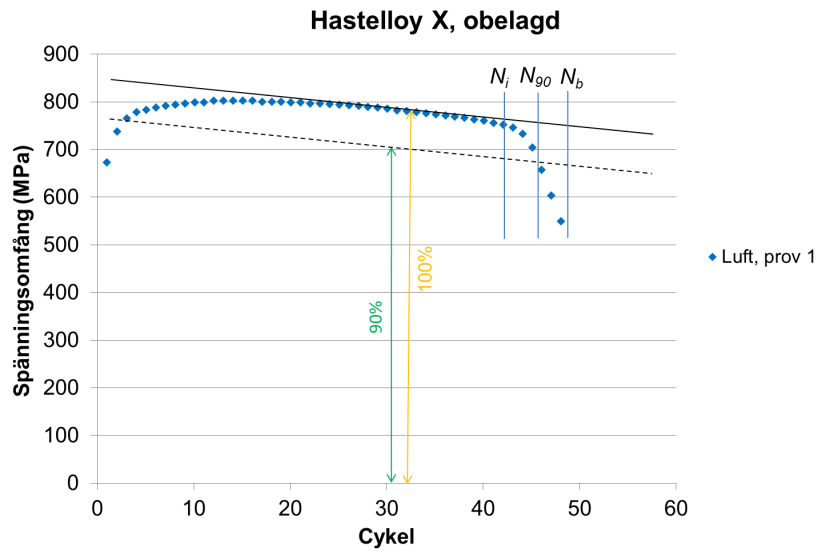
Huvudsyftet med den utförda TMF-provningen har varit att bestämma livslängden för provning i luft respektive i korrosiv gas i avsikt att fastställa den relativa skillnaden mellan dessa. Livslängden kan uttryckas på följande tre sätt:

1. antal cykler till initiering av (observerad) lastsänkning (N_i)
2. antal cykler till att spänningsomfånget minskat till 90 % (N_{90})
3. antalet cykler till brott (N_b)

Definitionen av de olika livslängdsmåtten illustreras i Figur 12 där spänningsomfångets relation till antalet genomlöpta cykler visas för ett prov av obelagd Hastelloy X utförd i lägesstyrning i luft.

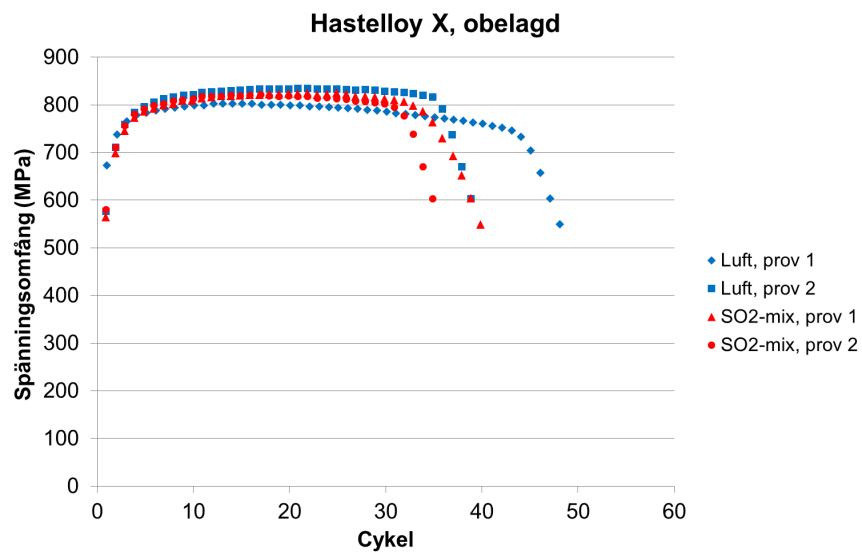
Av grafen i Figur 12 framgår också att spänningsomfånget initialt ökar kraftigt, vilket innebär ett hårdnande av provet. Detta hårdnande pågår sedan i liten grad under ett antal cykler varefter spänningsomfånget börjar minska svagt, vilket innebär att ett mjuknande av provet inletts. Detta är ett ganska typiskt beteende för ett TMF-prov för många material. Efter N_i cykler sker en abrupt förändring i kurvans lutning till att ge ett snabbt minskande spänningsomfång. Detta innebär att sprickinitiering skett. Efter ytterligare några cykler sker ett slutligt brott.

Spänningsomfångets relation till antalet genomlöpta cykler visas i Figur 13 för samtliga obelagda prov av Hastelloy X. Proven utfördes med lägesstyrning motsvarande ett töjningsomfång om $\pm 1,25$ %. Det framgår att alla prov uppvisar ett relativt likartat beteende. Det ses också att prov utförda i den SO_2 -innehållande gasblandningen i genomsnitt fått en något kortare livslängd, oavsett om N_i , N_{90} , eller N_b beaktas. Skillnaderna mellan prov 1 och 2 för respektive miljö kan huvudsakligen hänföras till statistiska variationer mellan proven och inte till skillnader i provningsförhållanden enligt en fördjupad resultatverifiering i avsnitt 3.3 nedan.



Figur 12. Spänningsomfånget som funktion av antalet cykler för ett prov av obelagd Hastelloy X provat i luft.

Figure 12. Stress range vs. number of cycles for one specimen of uncoated Hastelloy X tested in air.

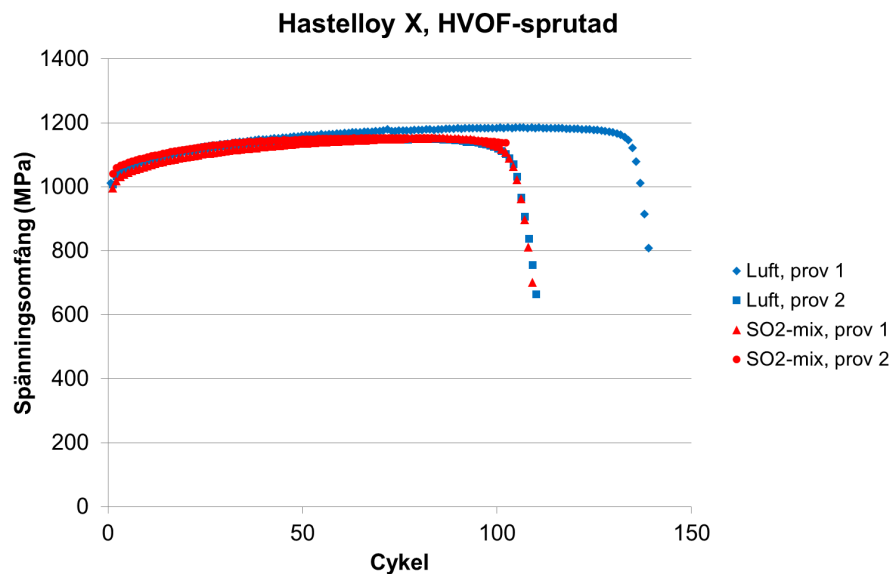


Figur 13. Spänningsomfånget som funktion av antalet cykler för obelagd Hastelloy X.

Figure 13. Stress range vs. number of cycles for uncoated Hastelloy X.

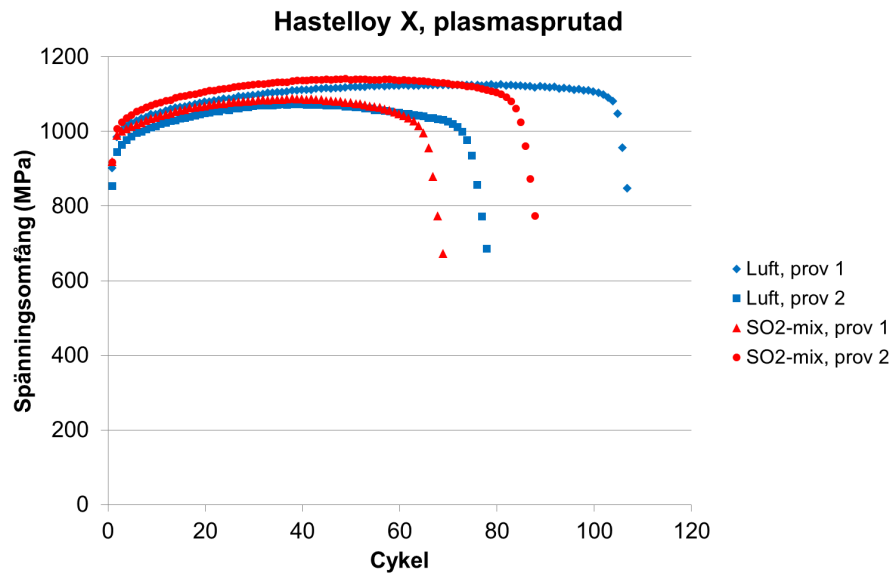
Spänningsomfångets relation till antalet genomlöpta cykler för Hastelloy X med MCrAlY-beläggning applicerad med HVOF respektive plasmateknik visas i Figur 14 och Figur 15. Dessa prov utfördes med lägesstyrning motsvarande ett töjningsomfång om $\pm 0,9\%$. Det kan noteras att HVOF-sprutat prov nr 2 i SO₂-innehållande miljö fått ett abrupt avslut utan registrerad sänkning av spänningsomfånget. Detta beror på att provningen i detta fall automatiskt stoppats pga. att en särskilt stor momentan lastförändring detekterats och triggat en larmgräns för provningsriggen. Detta var föranlett av sprickbildning i beläggningen, vilken visserligen förekommit för samtliga prov men endast i detta fall varit tillräckligt omfattande och momentan för att trigga larmgränsen. Antalet cykler till brott, N_b , skulle annars förmodligen ha blivit större än för prov 1 i samma miljö. Detta inverkar ej på N_i och N_{90} .

Vid spänningsberäkningarna för belagda provstavar har det förenklat antagits att grundmaterialet bär all last, dvs. tvärsnittsarean har beräknats utifrån provstavarnas diameter före de har blivit belagda (dvs. $d_{\text{obelagd}} = 6\text{ mm}$). Om viss last bärs av beläggningen, vilket är troligt, så blir absolutvärdet av lasten som bärs av grundmaterialet i motsvarande grad lägre och därmed även den resulterande spänningen i grundmaterialet. Eftersom provningen görs i lägesstyrning med styrkurvor framtagna i töjningsstyrning får detta ingen provningsteknisk inverkan. Däremot utgör absolutvärdena för spänningsomfången i kurvorna möjliga nominella max-värden för spänningen i grundmaterialet, dvs. den spänning som skulle erhållits i grundmaterialet om beläggningens tjocklek varit nära noll och inte kunnat bära någon last. Att det faktiska spänningsomfånget i grundmaterialet varit lägre behöver enbart beaktas vid eventuell jämförelse av absolutvärden för spänningsomfången mellan provstavar med olika beläggningmaterial eller beläggningstjocklekar.



Figur 14. Spänningsomfånget (beräknat utifrån grundmaterialets tvärsnitssarea) som funktion av antalet cykler för HVOF-sprutbelagd Hastelloy X.

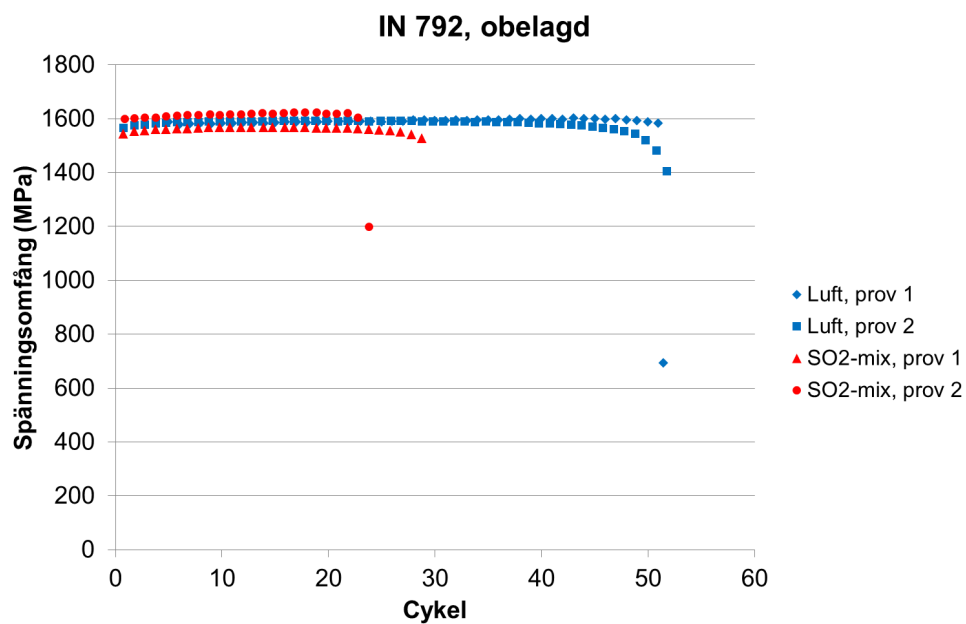
Figure 14. Stress range (calculated based on the cross-sectional area of the substrate) vs. number of cycles for HVOF spray coated Hastelloy X.



Figur 15. Spänningsomfånget (beräknat utifrån grundmaterialets tvärsnittssarea) som funktion av antalet cykler för plasmasprutbelagd Hastelloy X.

Figure 15. Stress range (calculated based on the cross-sectional area of the substrate) vs. number of cycles for plasma spray coated Hastelloy X.

Spänningsomfångets relation till antalet genomlöpta cykler för IN 792 ges i Figur 16. För detta material användes lägesstyrning motsvarande ett töjningsomfång om $\pm 0,5\%$. Det abrupta avslutet av samtliga kurvor indikerar ett något sprött beteende för detta material.



Figur 16. Spänningsomfånget som funktion av antalet cykler för obelagd IN 792.

Figure 16. Stress range vs. number of cycles for uncoated IN 792.

De erhållna livslängderna (N_i , N_{90} , och N_b) ges för samtliga utförda prov i Tabell 3. Två prov med de obelagda materialen utfördes utan provkammare för jämförelse med försök i kammare. För Hastelloy X indikeras att livslängden möjligen blir något korta med provkammare än utan. En möjlig förklaring till detta skulle kunna spekuleras vara att det på något sätt kan härledas till smärre skillnader i temperaturprofil.

Tabell 3. Provningsförhållanden och erhållna livslängder för samtliga prov.

Table 3. Test conditions and achieved life for all tests.

Legering	Beläggning	$\Delta\epsilon_{mek}$	Miljö	Prov nr.	N_i	N_{90}	N_b
Hastelloy X	-	$\pm 1,25\%$	Luft	1	42	45	49
Hastelloy X	-	$\pm 1,25\%$	Luft	2	34	36	39
Hastelloy X	-	$\pm 1,25\%$	Luft*	3	53	57	64
Hastelloy X	-	$\pm 1,25\%$	SO ₂ -mix	1	31	34	40
Hastelloy X	-	$\pm 1,25\%$	SO ₂ -mix	2	30	32	35
Hastelloy X	HVOF	$\pm 0,9\%$	Luft	1	129	135	140
Hastelloy X	HVOF	$\pm 0,9\%$	Luft	2	95	104	110
Hastelloy X	HVOF	$\pm 0,9\%$	SO ₂ -mix	1	93	103	109
Hastelloy X	HVOF	$\pm 0,9\%$	SO ₂ -mix	2	103	103	103
Hastelloy X	Plasma	$\pm 0,9\%$	Luft	1	98	104	108
Hastelloy X	Plasma	$\pm 0,9\%$	Luft	2	67	73	79
Hastelloy X	Plasma	$\pm 0,9\%$	SO ₂ -mix	1	60	65	69
Hastelloy X	Plasma	$\pm 0,9\%$	SO ₂ -mix	2	78	84	88
IN 792	-	$\pm 0,5\%$	Luft*	1	49	51	51
IN 792	-	$\pm 0,5\%$	Luft	2	45	52	52
IN 792	-	$\pm 0,5\%$	SO ₂ -mix	1	26	29	29
IN 792	-	$\pm 0,5\%$	SO ₂ -mix	2	22	24	24

* Försök utfört utan provkammare

Provstavernas utseende efter provning visas i Appendix A. Inga signifikanta skillnader kan för respektive material noteras för utseendet hos uppkomna sprickor eller de slutliga brottytorna beroende på om provningen utförts i luft eller SO₂-haltig gas. Möjligen förefaller ytoxiden för obelagd Hastelloy X som provats i luft vara marginellt mörkare än efter provning i SO₂-haltig gas. Någon skillnad i tendens till flagning eller delaminering beroende på miljö har inte observerats för de termiskt sprutade skikten.

3.3 VERIFIERING AV RESULTAT FRÅN UTFÖRD TMF-PROVNING

Provningsen har genomförts så att det totala mekaniska tøjningsområdet, $\Delta\epsilon_{mek}$, avsetts vara samma för varje materialkombination. Detta för att möjliggöra jämförelse av resultat ifrån provning i luft och i SO₂-haltig gas. Provningsen utfördes dock i lägesstyrning utan extensometer, vilket omöjliggör direkt kontroll att önskat tøjningsomfång erhållits. För jämförande provning är det framförallt viktigt att det totala mekaniska tøjningsområdet blir likvärdigt mellan proven. Det absoluta värdet av området är däremot av underordnad betydelse. En smärre avvikelse i absolutvärde kan exempelvis ha uppkommit då temperaturprofilen inte blir identisk längs med

provstavens längd vid provning i provkammare, som vid provning med extensometer utan provkammare.

Vid provningen har styrningen gjorts med avseende på förskjutningen. Denna består av en mekanisk komponent och en termisk komponent härrörande från provets termiska längdutvidgning på ett motsvarande sätt som för den totala mekaniska töjningen. Eftersom den termiska komponenten har mätts upp för varje provstav vid inledningen av provningen, så kan den subtraheras från den totala förskjutningen varvid den mekaniska komponenten av förskjutningen erhålls. Detta har visserligen tagits hänsyn till redan vid beräkningen av styrkurvan för förskjutningen, men då för en önskad temperaturstyrkurva. Förekommande mindre avvikelser i verklig provtemperatur genom varje cykel i förhållande till temperaturstyrkurvan kommer att leda till mindre avvikelser i den mekaniska komponenten av förskjutningen.

Förskjutningen mäts utifrån hydraulkolvens läge och pga. maskinkomplians relaterat till pålagd last avviker den något från den faktiska förskjutningen för provstaven. Även detta tas hänsyn till vid bestämningen av styrkurvan. Spänningsområdet och därmed lasten varierar dock något med antalet cykler, men styrkurvan justeras inte för detta under provningens gång. Detta ger en mindre avvikelse i den maskinkompliansjusterade delen av den mekaniska komponenten av förskjutningen. Förutsatt att spänningsområdet förändras på samma sätt för provstavar som skall jämföras är detta inget avgörande problem. För att visa att ovan nämnda avvikelser varit försumbara och att verifiera att resultaten är jämförbara har en approach enligt följande stycken använts.

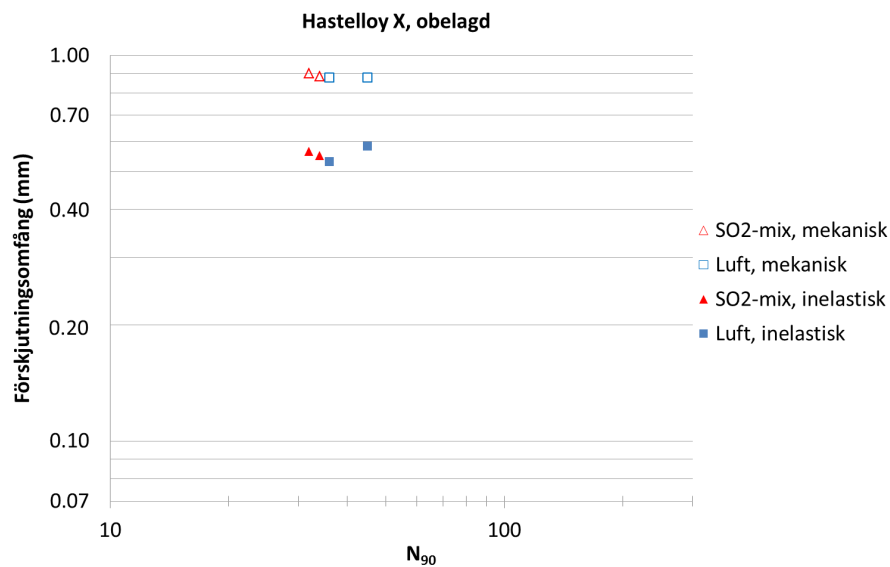
Efter provningen har den faktiska mekaniska komponenten av den mätta förskjutningen beräknats genom subtraktion av den termiska komponenten baserad på faktiskt mätt temperatur. Därmed har området av den mekaniska komponenten av den mätta förskjutningen kunnat bestämmas, vilket fortsättningsvis betecknas mekaniska förskjutningsområdet. Det motsvarar området av den totala mekaniska töjningen i hystereskurvorna i Figur 6 och Figur 7.

Vid noll spänning blir den elastiska komponenten av den mätta förskjutningen noll. Även effekten av maskinkompliansen blir då noll. Den återstående delen av förskjutningen relaterar då till plastisk deformation av provet. Området vid noll spänning av den komponenten i hystereskurvan betecknas fortsättningsvis inelastiska förskjutningsområdet. Det motsvarar området vid noll spänning av den plastiska töjningen i hystereskurvorna i Figur 6 och Figur 7.

För Hastelloy X visas i Figur 17 det mekaniska och det inelastiska förskjutningsområdet för cykel 20 plottat emot livslängden (N_{90}) i ett log-log-diagram. Detta är en direkt motsvarighet till att plotta det mekaniska och det plastiska töjningsområdet emot livslängden, vilket vanligen görs i log-log-diagram. Detta görs då i avsikt att studera inverkan av plastiskt deformationsarbete på livslängden. Avsikten här är dock enbart att visa att eventuella skillnader i plastiskt deformationsarbete inte är huvudsaklig orsak till eventuella observerade skillnader i livslängd mellan de testade miljöerna. Det har valts att använda cykel 20 för denna jämförelse, då initiala effekter på spänningsområdet i Figur 13 då hunnit stabiliseras. Livslängdsmåttet N_{90} valdes då det vanligen är mest repeterbart.

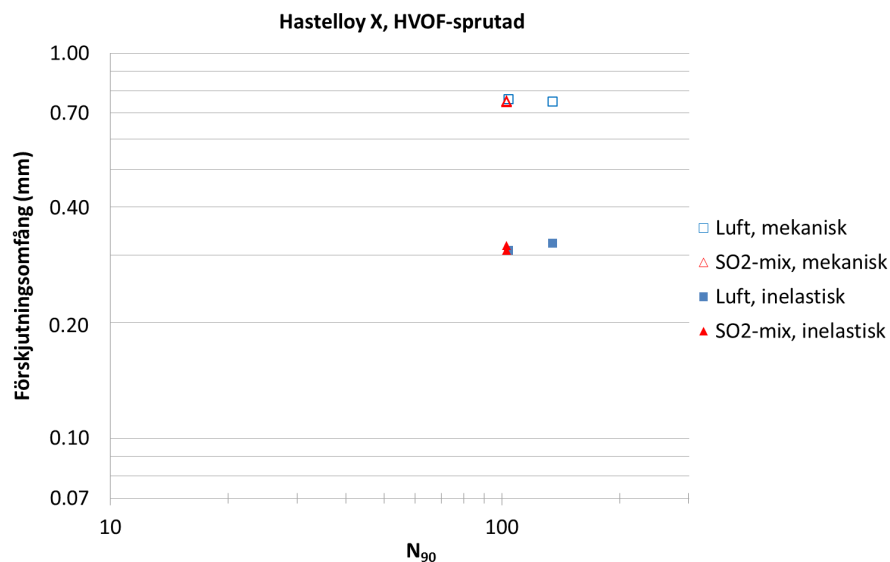
Det framgår av Figur 17 att för obelagd Hastelloy X, så är skillnaden i livslängd mellan luft och den SO₂-innehållande gasblandningen sannolikt inte en effekt av skillnader i plastiskt deformationsarbete mellan proverna. Det samma gäller även för Hastelloy X

som belagts med en HVOF- eller plasmaspjutad ytbeläggning av MCrAlY, men är mindre tydligt, se Figur 18 och Figur 19. För IN 792 är det väldigt tydligt att skillnaden i livslängd mellan luft och den SO₂-innehållande gasblandningen inte bör vara en effekt av skillnader i plastiskt deformationsarbete mellan proverna, se Figur 20.



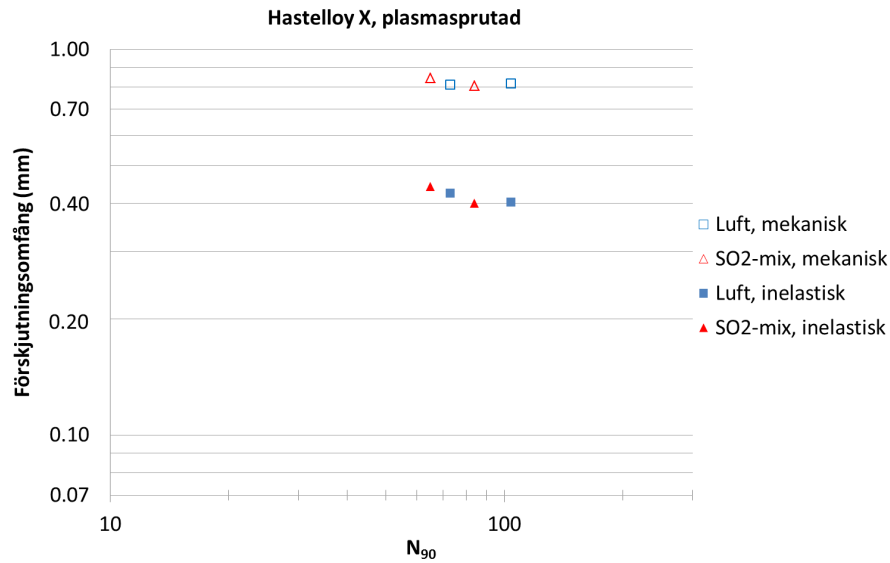
Figur 17. Mekaniska och inelastiska förskjutningsomfånget vid cykel 20 relaterat till N_{90} för obelagd Hastelloy X.

Figure 17. Mechanical and inelastic displacement range for cycle 20 vs. N_{90} for uncoated Hastelloy X.



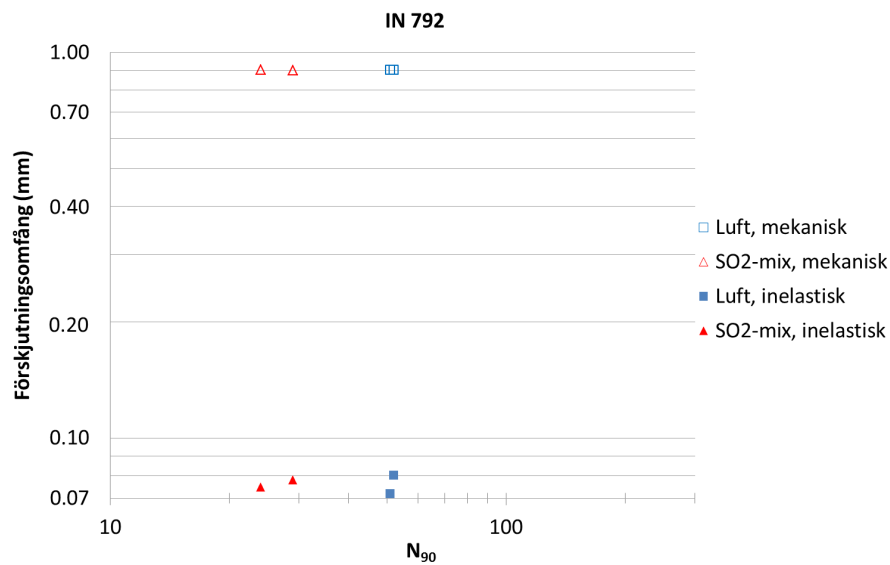
Figur 18. Mekaniska och inelastiska förskjutningsomfånget vid cykel 20 relaterat till N_{90} för HVOF-sprutbelagd Hastelloy X.

Figure 18. Mechanical and inelastic displacement range for cycle 20 vs. N_{90} for HVOF spray coated Hastelloy X.



Figur 19. Mekaniska och inelastiska förskjutningsomfånget vid cykel 20 relaterat till N_{90} för plasmasprutbelagd Hastelloy X.

Figure 19. Mechanical and inelastic displacement range for cycle 20 vs. N_{90} for plasma spray coated Hastelloy X.



Figur 20. Mekaniska och inelastiska förskjutningsomfånget vid cykel 20 relaterat till N_{90} för obelagd IN 792.

Figure 20. Mechanical and inelastic displacement range for cycle 20 vs. N_{90} for uncoated IN 792.

4 Diskussion

Termomekanisk utmattningsprovning har genomförts i luft och i SO₂-haltig gas, i avsikt att undersöka vilken inverkan miljön har på livslängden. De uppmätta livslängderna indikerade att så var fallet. En fördjupande analys har verifierat att dessa resultat sannolikt inte uppkommit genom skillnader i plastiskt deformationsarbete mellan proverna. Det är därmed högst sannolikt att en miljöeffekt observerats. Det som har studerats i det här fallet har varit miljöns inverkan på livslängden till sprickinitiering och inte effekten av miljön på spricktillväxt.

I Tabell 4 visas kvoten mellan de genomsnittliga livslängderna i luft och i SO₂-haltig gas. Det ses att livslängden minskar med nästan 20 % för obelagd Hastelloy X och med ca 15 % när den är belagd. Livslängden för IN 792 halveras i princip.

Tabell 4. Inverkan av miljön på TMF-livslängden.

Table 4. Influence of the environment on the TMF life.

Legering	Beläggning	N ₉₀ (SO ₂ -mix) (medelvärde)	N ₉₀ (luft) (medelvärde)	N ₉₀ (SO ₂ -mix) / N ₉₀ (luft)
Hastelloy X	-	33,0	40,5	0,81
Hastelloy X	HVOF	103	119,5	0,86
Hastelloy X	Plasma	74,5	88,5	0,84
IN 792	-	26,5	51,5	0,51

Antalet prov har för respektive provningsfall varit begränsat till 2 st. Det medger inte att den statistiska signifikansen av resultaten beräknas per materialkombination. För IN 792 får det ändå anses mycket säkert att en betydande inverkan av miljön finns, då spridningen mellan dubbelproven varit mycket liten i förhållande till den registrerade inverkan av miljön.

För Hastelloy X är den registrerade inverkan av miljön mindre än för IN 792 och spridningen i resultat mellan dubbelproven större. Men då både obelagda prover och två olika varianter av belagda prover uppvisat likartade resultat kan det likväl anses som högst sannolikt att en viss inverkan av miljön finns.

Provstavar av obelagd Hastelloy X bucklade under provningen, vilket framgår av Appendix A. Buckling kan uppkomma pga. otillfredsställande linjering av provningsriggens lastlinje. Denna har dock nogsamt kontrollerats, varvid det kunnat uteslutas som felkälla. Bucklingen tros därför relatera till det slanka längd-diameterförhållande för provstavnas midja i kombination med de höga töjningsomfång. Då samtliga prov bucklade likadant, ungefär samtidigt och relativt tidigt under provningen, så bedöms det inte ha inverkat på resultaten avseende effekten av miljön. Belagda provstavar bucklade inte, vilket kan bero på en kombination av att de provades med lägre töjningsomfång och att beläggningen i sig motverkat utböjning.

Obelagd Hastelloy X och Hastelloy X belagd med MCrAlY med termisk sprutning med HVOF-teknik respektive plasmateknik uppvisade en likartad inverkan av gasmiljö. Det indikerar att beläggningarna inte skyddat mot miljöns påverkan på sprickinitieringen i

grundmaterialet. Detta kan bero på att beläggningarna inte är helt skyddande från början, eller att mikrosprickor uppkommit i dem tidigt under provningens gång, varefter de inte längre varit lika skyddande. Eventuellt bildande av mikrosprickor kan förmodas bli lägre om lägre töjningsnivåer skulle användas vid provning. Möjligen kan då beläggningarna få en mer skyddande inverkan.

Det bör noteras att det inte kan antas utifrån denna studie att en beläggning inte skulle ha en positiv inverkan på livslängden absolut sett. Det som har indikerats är att den relativa effekten mellan olika miljöer varit liten.

Samtliga provade materialkombinationer, även de med MCrAlY-beläggning, har uppvisat ett beroende av miljön och det kan därför utifrån detta arbete inte rekommenderas att någon särskild legerings- eller beläggningstyp inte behöver provas avseende TMF-egenskaper i korrosiv miljö. Däremot har legeringen IN 792 uppvisat en klart större känslighet än Hastelloy X, när de provats obelagda. Det är dock inte klarlagt varför. En anledning kan vara att IN 792 är en gjutlegering och att den därtill uppvisar ett lite sprödare beteende än smideslegeringen Hastelloy X. En annan möjlighet kan vara att det beror på att dess kromhalt (12,5 vikts-%) är mer än 40 % lägre än den för Hastelloy X (22 vikts-%), eftersom en låg kromhalt vanligen anses vara negativt för korrosionsmotståndet. Legeringen IN 792 har inte provats med beläggning, men då MCrAlY beläggning inte tydligt minskade inverkan av miljön för Hastelloy X, så kan det inte förutsättas att så är fallet heller för IN 792.

Utifrån erhållna resultat rekommenderas särskilt starkt att utföra TMF-provning i korrosiv miljö som komplement till traditionell TMF-provning för nickelbaserade material om de är gjutlegeringar eller om de är spröda, alternativt om de har en kromhalt klart under 22 vikts-%. Detta gäller oavsett om de är avsedda att användas med en termiskt sprutad beläggning av MCrAlY eller ej.

Det har vid provningen inte noterats någon särskild inverkan av provningsmiljön på korrosionsangreppen av själva MCrAlY-beläggningarna eller på deras vidhäftning. Därmed rekommenderas att TMF-provning i korrosiv miljö i första hand skall göras på obelagda provstavar, även om dessa är avsedda att användas med en MCrAlY-beläggning. Provning med MCrAlY-beläggning kan göras som ett komplement för att utvärdera beläggningens skyddande effekt. Provningen bör då inte göras alltför accelererad.

Utförd provning har varit mycket accelererad med höga töjningsnivåer och därmed få cykler till brott. Detta ger i sin tur att tiden under vilken oxidation/korrosion ifrån gasmiljön kan ske blir kort. Om den relativa inverkan av miljön skulle bli större eller mindre vid en mindre accelererad provning med mindre töjningsomfång är svårt att förutse. Ett första antagande är att de längre provtiderna medger ett mer omfattande korrosionsangrepp och det skulle sannolikt medföra en ökad inverkan av miljön. Men samtidigt kan de lägre töjningsnivåerna medföra minskad mekanisk skada i form av färre uppkomna mikrosprickor i de skyddande oxidskikten. Och det skulle kunna ge en motsatt effekt. Det kan dock likaväl argumenteras att det större antalet cykler kunna resultera i uppkomsten av fler mikrosprickor. Det går därmed inte att göra något enkelt antagande avseende förväntad uppkomst och inverkan av mikrosprickor i relation till töjningsnivåerna.

Aktuell provning har utförts med den mekaniska lasten varierad i fas med temperaturen (IP, in-phase). Inverkan av miljön kan bli annorlunda vid provning där den mekaniska lasten cyklas i motfas till temperaturen (OP, out-of-phase). Det är

mycket svårt att förutsäga om inverkan då kan förväntas bli högre eller lägre. Detta beror bland annat på vilken effekt mikrosprickor får på oxidskiktens skyddande egenskaper. Mängden mikrosprickor kommer i den mån de uppstår att bli olika för de två fallen, då spänningsbilden i oxidskikten blir olika. Samtidigt kommer det att vara så att sprickorna kommer att bildas vid olika temperaturer, vilket också kan inverka på vilken betydelse deras förekomst har för korrosionsförloppet. Detta då sprickor i oxidskikt har viss självläkande förmåga. Denna är i sin tur beroende av temperatur, material och miljö.

Provningsmiljön har i det här fallet bara beaktat inverkan av $\text{SO}_2(\text{g})$. Det är väl känt att förekomst av alkalisulfater (Na_2SO_4 och K_2SO_4) ger upphov till ett kraftigt accelererat korrosionsangrepp i SO_2 -haltiga gasblandningar för nickelbaserade legeringar [7], bland annat genom att det ger upphov till korrosionsgropar. Dessa gropar kan i vissa fall undertryckas i närvaro av $\text{HCl}(\text{g})$, men då övergår angreppet istället till att vara i form av inre korrosion [7]. Det är rimligt att anta att bägge dessa angreppsformer skulle ge upphov till ett förkortande av tiden till sprickinitiering, då lokala angrepp ger upphov till spänningskoncentrationer och kan förväntas utgöra tydliga initieringspunkter för sprickbildning.

Avsikten med detta arbete har varit att utföra inledande studier av effekten av korrosiv miljö på TMF-provning. För detta projekt sattes ett antal konkreta mål, för vilka måluppfyllnaden diskuteras följande stycken.

Projektets första mål var att utveckla en metod för TMF provning i korrosiv miljö representativ för i första hand gasturbiner. Detta mål har med den genomförda provningen och verifieringen av resultaten visats vara uppfyllt.

Det skulle också verifieras att utrustningen ger förväntade provsvar i luftmiljö. Detta har inte varit möjligt, då TMF-provning tidigare vanligen utförts med temperaturcykler med en lägre mintemperatur, exv. 100°C . Att provningen i denna studie gjorts med en högre mintemperatur innebär att absolutvärdena för de erhållna resultaten är icke-konservativa och därmed av begränsat industriellt värde för dimensionering. Detta har dock inte inverkat på möjligheten att nå projektets överordnade mål om att utföra inledande studier av effekten av korrosiv miljö på TMF-provning. Detta då en metod utvecklats där resultaten som skall jämföras tas fram i samma provkammare oberoende av miljö och under i övrigt samma provningsbetingelser. Dessutom har provning med aktuell temperaturcykel utförts både med och utan provkammare och med erhållande av någorlunda likartade resultat. Detta mål anses därför delvis uppfyllt.

En TMF provserie för obelagda material skulle genomföras i korrosiv miljö och luftmiljö, vilket har gjorts för två material varvid målet uppfyllts.

En TMF provserie för belagda material skulle genomföras i korrosiv miljö och luftmiljö, vilket har gjorts för två belägningsmaterial varvid målet uppfyllts.

Det skulle slutligen tas fram rekommendationer för vilka materialtyper TMF provning i korrosiv miljö bör utföras som komplement till traditionell TMF provning, med anledning av att de uppvisar speciell miljö känslighet. Provningsresultatet har visat att det skulle kunna omfatta alla material, men framförallt så förefaller det viktigt för nickelbaserade material om de är gjutlegeringar eller om de är spröda, alternativt om de har en kromhalt klart under 22 vikts-%. Detta gäller därtill oberoende av om de är avsedda att användas med en termiskt sprutad beläggning av MCrAlY eller ej. Med denna rekommendation anses målet vara uppfyllt.

5 Slutsatser

I detta arbete har inledande studier av effekten av korrosiv miljö på TMF-provning utförts. Följande slutsatser har dragits för de i arbetet gällande provningsförhållandena:

- En användbar metod för studier av effekten av korrosiv miljö på TMF-provning har utvecklats, vilken ger förbättrad livslängdsprediktering.
- TMF-livslängden hos obelagd Hastelloy X minskar med ca 20 % i N_2 -10mol-% O_2 -0,5mol-% SO_2 .
- TMF-livslängden hos Hastelloy X med termiskt sprutad beläggning av MCrAlY minskar med ca 15 % i N_2 -10mol-% O_2 -0,5mol-% SO_2 .
- TMF-livslängden hos obelagd IN 792 kan halveras i N_2 -10mol-% O_2 -0,5mol-% SO_2 .
- Då TMF-livslängden visat sig vara kraftigt miljöberoende för vissa material är det starkt rekommenderat att utföra TMF-provning i korrosiv miljö som komplement till traditionell TMF-provning.
- Den framtagna provningsmetoden kommer, om den används vid utveckling av gasturbiner avsedda för förnybara korrosiva bränslen, starkt bidra till att möjliggöra sänkta koldioxidutsläpp från gasturbiner.

6 Rekommendation och användning

Samtliga provade materialkombinationer, även de med MCrAlY-beläggning, har uppvisat ett beroende av miljön. Det kan därför utifrån detta arbete inte rekommenderas att någon särskild legerings- eller beläggningstyp generellt skulle kunna uteslutas från att provas avseende TMF-egenskaper i korrosiv miljö. Vid exponering utan mekanisk last anses Cr-halten vara den enskilt viktigaste parametern för att begränsa korrosionshastigheten. Det är en rimlig hypotes att anta att så också är fallet vid TMF i korrosiv miljö, varvid de kan förmodas vara mindre miljö känsliga.

Utifrån erhållna resultat rekommenderas särskilt starkt att utföra TMF-provning i korrosiv miljö som komplement till traditionell TMF-provning för nickelbaserade material om de är gjutlegeringar eller om de är spröda, alternativt om de har en kromhalt klart under 22 vikts-%. Detta gäller oavsett om de är avsedda att användas med en termiskt sprutad beläggning av MCrAlY eller ej.

Det rekommenderas att TMF-provning i korrosiv miljö i första hand skall göras på obelagda provstavar, även om dessa är avsedda att användas med en MCrAlY-beläggning. Provning med MCrAlY-beläggning kan göras som ett komplement för att utvärdera beläggningens skyddande effekt. Provningen bör då inte göras alltför accelererad.

Den utvecklade provningsmetoden förväntas främst komma till användning vid utveckling av gasturbiner. Speciellt vid nyutveckling eller anpassning av dessa för mer korrosiva bränslen, såsom förnybara kan vara, så har metoden särskilt stor potential att komma till god användning. Den kan då förmodas ge värdefull och kanske till och med vital information om förväntade materialbeteenden vid de avsedda driftsförhållandena. Tidigare har sådan information endast kunnat erhållas genom provdrift.

7 Fortsatt arbete

Den genomförda studien har visat på värdet av att utföra TMF-provning i korrosiv miljö. Samtidigt har detta arbete bara varit avsett att utgöra en inledande studie. TMF-provning är i sig väldigt komplext med en mängd möjliga variabler. Till detta läggs nu möjligheten att också variera miljön.

Provningsparametrar av vikt som skulle bör studeras vidare är exempelvis inverkan av provning med temperatur och töjning i motfas (OP) och inverkan av andra miljöparametrar som förekomst av sulfat- och kloridsalter, samt HCl(g). Nämnade miljöparametrar kan förmodas bli av ökande vikt i ett framtida scenario med gasturbiner drivna av förnybara gasformiga bränslen i högre utsträckning.

För att understödja materialutveckling skulle det vara av värde att studera mer i detalj vilka mekanismer som är aktiva och förorsakar en inverkan av miljön på antalet cykler till sprickinitiering. Detta skulle kunna göras genom att göra avbrutna studier, där utvecklingen av korrosionsangreppen på ytorna studeras i detalj innan sprickinitiering uppkommit. Dessa studier bör då lämpligen kombineras med motsvarande korrosionsprovning i luft, dels vid olika konstanta temperaturer och dels med termisk cykling identisk med den vid TMF-provningen.

Den framtagna metoden har varit framgångsrik för att visa på den relativa miljöeffekten. Det skulle vara av värde att kunna implementera denna i en modellering av TMF-livslängder. Detta kräver normalt data framtaget i töjningsstyrning. Utveckling av en metod där detta tillåts i korrosiv miljö vore optimalt men oerhört komplext. Det är dock troligen ej helt nödvändigt. Den utvecklade metoden motsvarar redan töjningsstyrning under de första cyklerna. Nästa steg som kan tas är att övergå till att göra lägesstyrningen motsvarande töjningsstyrning för varje cykel genom att ta upp styrkurvor för läget vilka varierar med antalet genomlöpta cykler. Dessa skulle dessutom kunna förfinas genom att mäta upp och kompensera för maskinkompliansen. Vidare skulle effekten av de olika temperaturprofilerna med och utan provkammare kunna kompenseras för genom att ta upp styrkurvorna med en provkammare på plats. Detta skulle kunna göras med en speciell provkammare, vilken tillåter användning av extensometer genom att förse den med små genomföringar för extensometerpinnar. Den skulle visserligen då inte bli hermetisk vilket krävs vid provning i korrosiv gas, men det bör ha mycket liten inverkan på den erhållna temperaturprofilen. Vid provning används sedan precis som i detta arbete en hermetisk provkammare.

Ett alternativ till att utveckla en förbättrad metod för lägesstyrning är att utföra provning med spänningsstyrning. Detta skulle kunna ge nya möjligheter och används idag vid exempelvis TMF-provning under spricktillväxt. Samtidigt kan det förväntas leda till speciella utmaningar vid provning i korrosiv miljö. Vid spänningsstyrd provning finns ingen naturlig begränsning för om ett prov skall förlängas eller förkortas under provningen, utan om det sker beror på det aktuella materialets konstitutiva egenskaper och de valda provningsparametrarna. Detta ger då upphov till praktiska svårigheter när provet skall vara placerat i en provkammare med en definierad storlek.

För att erhålla resultat som är direkt användbara för dimensionering bör provning utföras med en mintemperatur om 100°C. Detta kan uppnås med bibehållande av rimliga cykeltider genom ökad kylning och att tillåta en icke-linjär svalningskurva.

8 Referenser

1. ASTM E2368-10, *Standard Practice for Strain Controlled Thermomechanical Fatigue Testing*, ASTM International, West Conshohocken, PA (2010).
2. ISO 12111:2011, *Strain-controlled thermomechanical fatigue testing method*, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland (2011)
3. Zhang P., Zhu Q., Chen G., Wang C., "Review on thermo-mechanical fatigue behavior of nickel-base superalloys", *Materials Transactions*, Vol. 56, sid. 1930-1939 (2015).
4. Bartolotta, P.A., Verrilli, M.J., "Thermomechanical fatigue behavior of SiC/Ti-24Al-11Nb in air and argon environments", *Proceedings of the 11th Symposium on Composite Materials*, ASTM Special Technical Publication, nr. 1206, sid. 190-201 (1993).
5. Christ, H.J., "Effect of environment on thermomechanical fatigue life", *Materials Science and Engineering A*, vol. 468–470, sid. 98–108 (2007).
6. Shankar V., Bauer V., Sandhya R., Mathew M.D. , Christ H.J., "Low cycle fatigue and thermo-mechanical fatigue behavior of modified 9Cr–1Mo ferritic steel at elevated temperatures", *Journal of Nuclear Materials*, vol. 420, sid. 23-30 (2012).
7. Simms, N.J., Encinas-Oropesa, A., Nicholls, J.R., "Hot corrosion of coated and uncoated single crystal gas turbine materials", *Materials and Corrosion*, vol. 59, sid. 476-483 (2008).

Appendix A - Provstavsutseenden

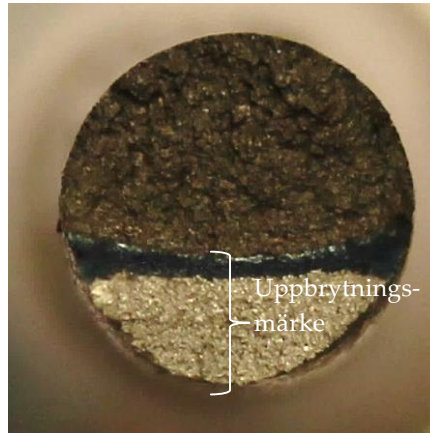
Hastelloy X – obelagd



Luft



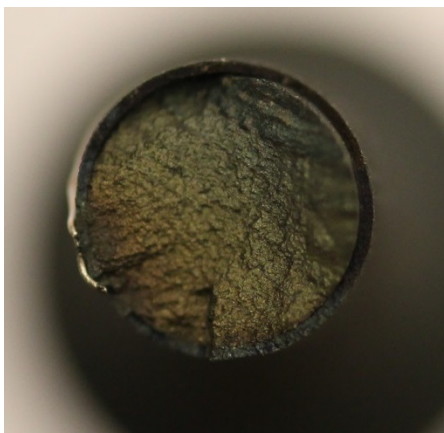
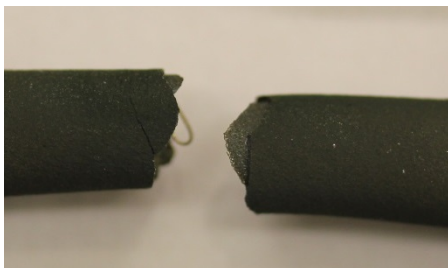
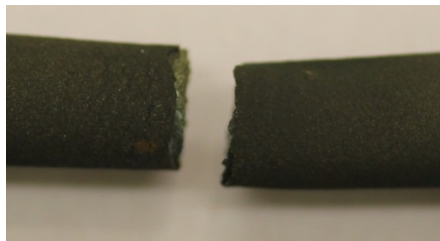
SO₂-mix



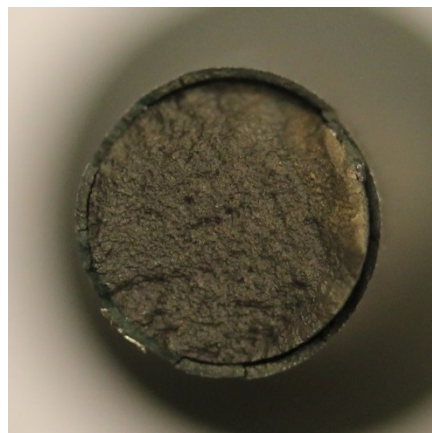
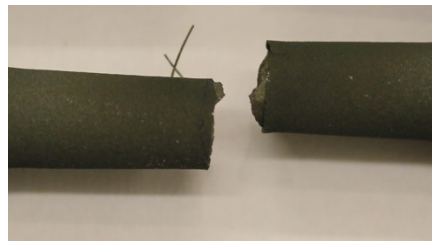
Hastelloy X – HVOF-sprutbelagd



Luft



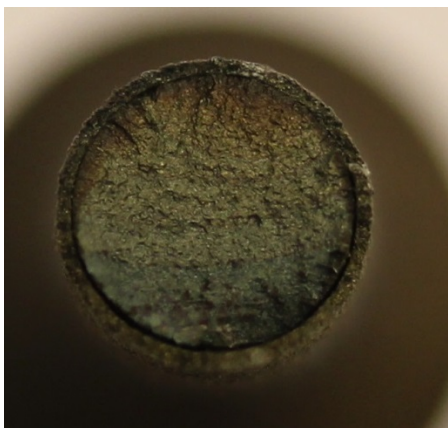
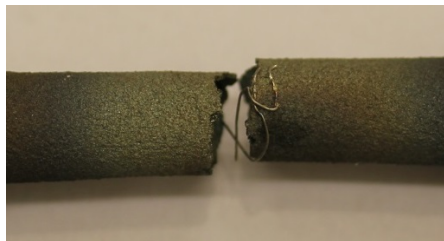
SO₂-mix



Hastelloy X – plasmasprutbelagd



Luft



SO₂-mix



IN 792 - obelagd



Luft



SO₂-mix



FÖRBÄTTRAD LIVSLÄNGDSPREDIK- TERING GENOM TMF PROVNING I KORROSIV MILJÖ

Gasturbiner utsätts för stora mekaniska påfrestningar. Dimensionering görs ofta med utgångspunkt från provning av termomekanisk utmattning, så kallad TMF. Denna provning utförs nästan alltid i luft och effekten av miljön i gasturbinen inkluderas därmed inte i provningen. Det beror på att sådan provning är tekniskt mycket svår att genomföra och att utrustning för att kunna göra detta inte har funnits tidigare.

Här har inledande studier gjorts för att undersöka effekten av korrosiv miljö på TMF-provning. En särskild rigg med miljökammar har utvecklats och en anpassad provningsrutin har konstruerats för projektet.

Fyra materialkombinationer har provats med två legeringar och två termiskt sprutade beläggningar. Provningen i korrosiv miljö gjordes i en gasblandning innehållande SO₂ och denna jämfördes med provning i luft.

Resultaten visar att TMF-livslängden är kraftigt miljöberoende för vissa material. Det är därför en stark rekommendation att som komplement utföra provning av den termomekaniska utmattningen i korrosiv miljö.

Ett nytt steg i energiforskningen

Energiforsk är en forsknings- och kunskapsorganisation som samlar stora delar av svensk forskning och utveckling om energi. Målet är att öka effektivitet och nyttiggörande av resultat inför framtida utmaningar inom energiområdet. Vi verkar inom ett antal forskningsområden, och tar fram kunskap om resurseffektiv energi i ett helhetsperspektiv – från källan, via omvandling och överföring till användning av energin. www.energiforsk.se



Energiforsk