



Lehrstuhl für Gesteinshüttenkunde

Masterarbeit



Thermomechanische Charakterisierung  
eines feuerfesten Alumina Carbon  
Materials

Manuel Bleidt, BSc

November 2024



**EIDESSTÄTLICHE ERKLÄRUNG**

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, den Einsatz von generativen Methoden und Modellen der künstlichen Intelligenz vollständig und wahrheitsgetreu ausgewiesen habe, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich den Satzungsteil „Gute wissenschaftliche Praxis“ der Montanuniversität Leoben gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 12.11.2024

---

Unterschrift Verfasser/in  
Manuel Bleidt

## Danksagung

Besonderer Dank gebührt meinem Betreuer Priv. Doz. Dipl.-Ing. Dr. mont. Dietmar Gruber für die Betreuung und die Unterstützung mit seiner fachlichen Expertise durch die gesamte Masterarbeit hindurch, sowie meinem Kollegen Zain Ali, MSc für seinen Beitrag durch die Simulationen basierend auf dem GED-Modell bedanken.

Ebenfalls besonders bedanken möchte ich mich bei Herrn Professor Dipl.-Ing. Dr. mont. Harald Harmuth für die Möglichkeit an dem spannenden Thema zu forschen, sowie für die Bereitstellung der Ressourcen.

Ich bedanke mich für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des COMET-Programms im K2 Zentrum „Integrated Computational Material, Process and Product Engineering (IC-MPPE)“ (Projektnummer 859480). Dieses Programm wird von den österreichischen Bundesministerien für Verkehr, Innovation und Technologie (BMVIT) und für Digitalisierung und Wirtschaftsstandort (BMDW), vertreten durch die österreichische Forschungsförderungsgesellschaft (FFG), und den Bundesländern Steiermark, Oberösterreich und Tirol gefördert.

Darüber hinaus möchte ich mich bei den Mitarbeitern am Lehrstuhl, allen voran bei Herrn Ing. Alexander Halacek für die Unterstützung bei den zeitintensiven Versuchen herzlichst bedanken.

Zu guter Letzt gebührt besonderer Dank meinen Eltern, die mir mein Studium ermöglicht und mir auch durch mein gesamtes Master-Studium hindurch Rückhalt gegeben haben, sowie meiner Frau Janine die mich durch alle Höhen und Tiefen während der Erstellung der Arbeit begleitet hat.

## Kurzfassung

Tauchrohre im Stranggussprozess sind thermomechanischen Belastungen ausgesetzt, während ihre Geometrie auch im Hinblick auf thermochemische Effekte wie das "Clogging" optimiert werden muss. Die Optimierung dieser Geometrie spielt eine entscheidende Rolle in der Produktentwicklung. Um neue Geometrien praxisnah unter den Einsatzbedingungen zu simulieren, bedarf es einer thermomechanischen Materialcharakterisierung, um wichtige Eingangsdaten zu generieren. Besondere Bedeutung kommt dabei dem Mode I Rissverhalten und dem Kriechverhalten zu.

In dieser Arbeit wurde ein Alumina-Carbon-Material thermomechanisch charakterisiert. Die spezifische Bruchenergie wurde aus Last-Verschiebungs-Kurven von Keilspaltversuchen bei Raum- und erhöhten Temperaturen bestimmt, und verschiedene Kennzahlen zur Beschreibung der Thermoschockbeständigkeit wurden auf ihrer Grundlage berechnet. Der E-Modul wurde über den gesamten Temperaturbereich mit der Resonanzfrequenzmethode bestimmt. Zusätzlich wurde das Kriechverhalten durch Druckkriechversuche untersucht, und die Norton-Bailey-Kriechparameter wurden ausgewertet.

In der vorliegenden Arbeit konnte gezeigt werden, dass sich das zu untersuchende Feuerfestmaterial bei 1400 °C am beständigsten gegenüber Thermoschock erweist. Hier wurden die höchsten Werte für die spezifische Bruchenergie, den  $R_{st}$ - und den  $R^{***}$ -Parameter bestimmt. Auf Basis der Druckkriechversuche konnte die temperaturabhängige Größe  $K(T)$  aus dem Norton-Bailey-Kriechgesetz für das Material mit einem Polynom zweiter Ordnung beschrieben werden.

Ferner konnte an den Ergebnissen der Arbeit das Gradient Enhanced Damage (GED) Modell zur thermomechanischen Simulation quasispröder Materialien weiter erprobt werden.

## Abstract

Submerged entry nozzles in the continuous casting process are subjected to thermomechanical stresses, while their geometry also needs to be optimized with regard to thermochemical effects such as "clogging". The optimization of this geometry plays a crucial role in product development. To simulate new geometries realistically under operational conditions, thermomechanical material characterization is required to generate important input data. Of particular importance is the mode 1 fracture behavior as well as the creep behavior.

In this study, an alumina-carbon material was thermomechanically characterized. The specific fracture energy was determined from load-displacement curves of wedge splitting tests at room and elevated temperatures, and various quality indices were evaluated based on them to describe thermal shock resistance. The Young's modulus was measured over the entire temperature range using the resonance frequency method. Additionally, creep behavior was investigated through compressive creep tests, and the Norton-Bailey creep parameters were evaluated.

In the present study, it was demonstrated that the refractory material under investigation shows the highest resistance to thermal shock at 1400°C. At this temperature, the highest values for the specific fracture energy, the  $R_{st}$  parameter, and the  $R'''$  parameter were determined. Based on compression creep tests, the temperature-dependent parameter  $K(T)$  from the Norton-Bailey creep law for the material could be described by a second-order polynomial.

Furthermore, the results of the study allowed for further testing of the Gradient Enhanced Damage (GED) model for thermomechanical simulation of quasi-brittle materials.

## Inhaltsverzeichnis

	Seite
<b>1 PROBLEMSTELLUNG.....</b>	<b>2</b>
<b>2 STAND DES WISSENS.....</b>	<b>3</b>
2.1 Tauchrohre .....	3
2.1.1 Funktion im Stranggussprozess.....	3
2.1.2 Belastungen im Einsatz .....	3
2.1.3 Aufbau .....	4
2.1.4 Rohstoffe .....	4
2.1.4.1 Alumina.....	5
2.1.4.2 Bindekohlenstoff .....	6
2.1.5 Entwicklung und Herstellung.....	8
2.2 Thermoschockbeständigkeit.....	8
2.3 R-Parameter .....	9
2.3.1 Rissinitiierung .....	9
2.3.2 Rissausbreitung.....	9
2.3.3 Flexibilität.....	10
2.4 Keilspalttest (KST).....	11
2.4.1 Stabilität der Rissausbreitung .....	12
2.4.2 Grafische Auswertung der Last-Verschiebungs-Kurve .....	12
2.4.3 KST für Hochtemperaturversuche.....	13
2.5 Kriechen .....	14
2.5.1 Norton-Bailey Kriechgesetz.....	15
2.5.2 Druckkriechversuch .....	15
2.6 Resonanzfrequenzmethode – temperaturabhängiger E-Modul .....	15
2.7 Versuchsauswertung durch FEM-Modelle.....	17
2.7.1 Keilspalttest .....	17
2.7.1.1 Abaqus Strain Softening Verhalten .....	17
2.7.1.2 Gradient Enhanced Damage Model (GED) .....	18
2.7.2 Druckkriechen.....	18
<b>3 DURCHFÜHRUNG DER UNTERSUCHUNGEN UND ERGEBNISSE .....</b>	<b>20</b>
3.1 Probenbeschreibung .....	20
3.2 RFDA-Messung des E-Moduls .....	21
3.3 Keilspalttest .....	23
3.3.1 Verschleißerscheinungen der Belastungsteile .....	26
3.3.2 Analytische Auswertung der Versuchsdaten .....	27
3.3.2.1 Last-Verschiebungskurven.....	27

3.3.2.2	Spezifische Bruchenergie bis $0,15 F_{\max}$ .....	30
3.3.2.3	Kennzahlen zur Charakterisierung des thermo-mechanischen Verhaltens	30
3.3.2.4	Inversensimulation basierend auf dem GED-Modell.....	32
3.4	Untersuchung des Druckkriechverhaltens .....	35
3.4.1	Durchführung der Druckkriechversuche .....	35
3.4.2	Bearbeitung der Messergebnisse .....	36
3.4.3	Gesamte Dehnung – Zeit Diagramme.....	37
3.4.4	Auswertung der Norton-Bailey-Kriechparameter .....	40
3.4.4.1	Auswertung von $K(T)$ bei konstantem $N$ , $a$ .....	45
<b>4</b>	<b>INTERPRETATION DER ERGEBNISSE UND SCHLUSSFOLGERUNGEN .....</b>	<b>49</b>
<b>5</b>	<b>RESUMEE .....</b>	<b>51</b>
<b>6</b>	<b>LITERATUR .....</b>	<b>I</b>
<b>7</b>	<b>ABBILDUNGSVERZEICHNIS .....</b>	<b>V</b>
<b>8</b>	<b>TABELLENVERZEICHNIS.....</b>	<b>VII</b>
<b>ANHANG</b>	<b>.....</b>	<b>VIII</b>

## Abkürzungsverzeichnis

°C	Grad Celsius
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aluminiumoxid / Alumina
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -C	Aluminiumoxid-Kohlenstoff / Alumina Carbon
Bi	Biot-Zahl
CFD	Computational Fluid Dynamics
CIC	Creep in Compression
FEM	Finite-Elemente-Methode
GED	Gradient-Enhanced-Damage(-Modell)
GLV	Glühverlust
Hexa	Hexamethylentetramin
KST	Keilspalttest
LSE	Laser-Speckle-Extensometer
MgO	Magnesiumoxid / Magnesia
MgO-C	Magnesiumoxid-Kohlenstoff / Magnesia Carbon
MnO	Manganoxid
REM	Rasterelektronenmikroskop
RFDA	Resonanzfrequenz-Dämpfungsanalyse
RUL	Refractoriness under Load
SiC	Siliziumcarbid
SiO <sub>2</sub>	Siliziumdioxid / Silica
Std.	Stunde
ZrO <sub>2</sub>	Zirkondioxid / Zirkonia
ZrO <sub>2</sub> -C	Zirkondioxid-Kohlenstoff / Zirkonia Carbon



### Formelzeichen

Bi	Biot-Zahl [-]
B	Sprödigkeitskennzahl (engl.: Brittleness Number) [-]
E	Elastizitätsmodul [GPa]
$f_t$	Kaltbiegezugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]
$G_f$	Spezifische Bruchenergie [N/m]
$G_f'$	Spezifische Bruchenergie bis 0,15 $F_{max}$ [N/m]
h	Wärmeübergangskoeffizient [W/m <sup>2</sup> ·K]
$K_{IC}$	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor [MPa·m <sup>1/2</sup> ]
$l_{ch}$	Charakteristische Länge [m]
R	R-Parameter nach Kingery [K]
$R''''$	Thermoschockparameter nach Hasselman [m]
$R_{st}$	Thermal Stress Crack Stability Parameter [K·m <sup>1/2</sup> ]
$\alpha$	Thermischer Längsdehnungskoeffizient [K <sup>-1</sup> ]
$\gamma$	Spezifische Bruchoberflächenenergie [N/m]
$\lambda$	Wärmeleitfähigkeit [W/m·K]
$\nu$	Querkontraktionszahl [-]
$\sigma_{NT}$	Nominelle Kerbzugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]

# 1 Problemstellung

Ziel dieser Arbeit ist es ein Alumina Carbon Material thermomechanisch zu charakterisieren und Inputdaten für thermomechanische Simulationen von Tauchrohren zu generieren. Dazu sind bruchmechanische Versuche (Keilspalttest) bei Raumtemperatur und hohen Temperaturen, sowie Kriechversuche bei hohen Temperaturen durchzuführen. Weiters ist der temperaturabhängige E-Modul mittels Resonanzfrequenzmethode bis 1500°C zu ermitteln. Über ein Inversenverfahren sollen die Lastverschiebungskurven der Keilspalttests mit einem „Gradient enhanced damage model“ angenähert werden.

## 2 Stand des Wissens

### 2.1 Tauchrohre

#### 2.1.1 Funktion im Stranggussprozess

Strangguss ist das vorherrschende Verfahren zur Herstellung von Gussstahl mit einem Anteil von 95% an der Weltproduktion [1]. Dabei wird der flüssige Stahl von der Pfanne über das Schattenrohr in den Verteiler (Tundish) gegossen, um eine ausreichend lange Verweilzeit zur thermischen Homogenisierung und dem Abtransport noch bestehender Verunreinigungen in die Schlacke sicherzustellen. Aus dem Verteiler wird der flüssige Stahl in mehreren Strängen durch Tauchrohre in die Kokille – in der sich der Stahl zu verfestigen beginnt – zu Vorblöcken, Brammen, Barren oder Knüppeln gegossen. Die nachfolgende Abbildung 1 gibt einen Überblick über den Stranggussprozess.

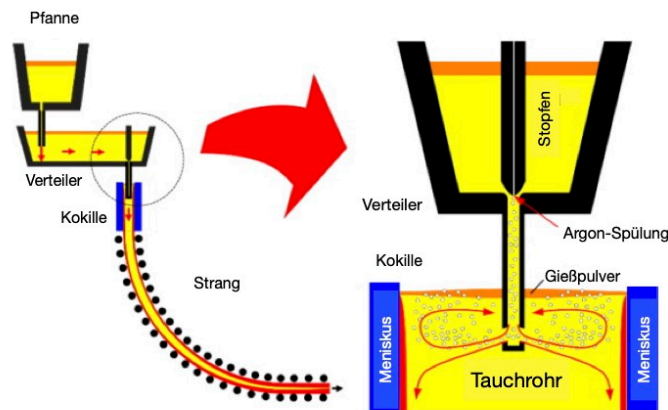


Abbildung 1: Prinzip des Stranggießens [2]

Das Tauchrohr ist ein isostatisch gepresstes, feuerfestes Funktionalprodukt, das im Stranggussprozess die Funktion erfüllt, den Gießstrahl vor Oxidation an der Atmosphäre beim Vergießen zwischen Tundish und Kokille zu schützen [3], [4]. Neben Korrosionsbeständigkeit gegenüber dem geschmolzenen Stahl und der Schlacke ist vor allem eine ausreichend gute Thermoschockbeständigkeit des Funktionalprodukts erforderlich. Aus diesem Grund werden vor allem Alumina Carbon Materialien als Basismaterialien eingesetzt, da sie durch den Einsatz des Kohlenstoffes sowohl eine geringere Benetzbarkeit durch die Schlacke, als auch durch die höhere thermische Leitfähigkeit des Kohlenstoffes eine verbesserte Thermoschockbeständigkeit aufweisen [5], [6], [7].

#### 2.1.2 Belastungen im Einsatz

Aufgrund der Bedingungen ihres Einsatzes sind Tauchrohre thermischen, chemischen und mechanischen Belastungen ausgesetzt. In der Praxis treten vor allem gemischte Beanspruchungen auf, die in ihrer Ursache voneinander abhängig oder unabhängig sein können.

Die Gießtemperatur liegt nahe der Solidustemperatur des Stahles, die abhängig vom Kohlenstoffgehalt zwischen 1400 und 1536 °C liegt. Das Feuerfestmaterial muss über einen ausreichend hohen invarianten Punkt verfügen um Erweichen durch die Ausbildung erster flüssiger Phasen ausschließen zu können. Betreffend der chemischen Zusammensetzung

muss das Feuerfestmaterial beständig gegenüber der flüssigen Stahlschmelze und der Gießschlacke sein, was über die Auswahl schlecht benetzbarer kohlenstoffhaltiger Materialien verwirklicht wird. Für Tauchrohre sind hier insbesondere auch die thermomechanischen Beanspruchungen beim Angießen von Bedeutung.

### 2.1.3 Aufbau

Zur Einführung des Stranggussprozesses waren vor allem Produkte aus schmelzgegessenem  $\text{SiO}_2$  für Tauchrohre geläufig. Das Aufkommen hochlegierter Stähle – im speziellen solcher mit hohem Mangananteil – führte aufgrund von verringerten Haltbarkeitszeiten aufgrund des niedrigen Schmelzpunktes im  $\text{SiO}_2$ - $\text{MnO}$ -System und verstärkter Erosion hin zu der Wahl von Alumina Carbon als bevorzugten Feuerfestwerkstoff für Funktionalprodukte im Stranggussprozess [8]. Moderne Tauchrohre bestehen aus mehreren Komponenten. Neben Alumina Carbon, das als Basismaterial fungiert, verfügen heute gebräuchliche Tauchrohre über ein Schlackenband aus  $\text{ZrO}_2$ -C für erhöhte Korrosionsbeständigkeit an der Dreiphasengrenze zwischen Stahlschmelze, Feuerfestmaterial und der aggressiven Gießschlacke [3], [4]. Für eine erhöhte Beständigkeit gegenüber aggressiven Stahlsorten ist der Einlaufbereich des Tauchrohres häufig aus  $\text{MgO}$ -C gefertigt [3], [4]. Die nachfolgende Abbildung 2 zeigt die schematische Skizze eines Tauchrohres mit Zirkonia-Carbon-Schlackenband und dem Einlaufbereich aus  $\text{MgO}$ -C.

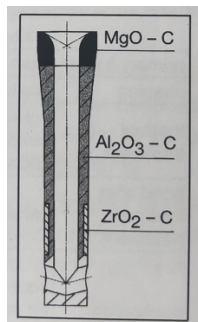


Abbildung 2: Tauchrohr mit  $\text{ZrO}_2$ -C-Schlackenband und Einlaufbereich aus  $\text{MgO}$ -C [4]

### 2.1.4 Rohstoffe

Die nachfolgende Tabelle 1 gibt einen Überblick über die zur Herstellung von feuerfesten Funktionalprodukten eingesetzten Rohstoffe, deren Herstellung – auf die in 3.1.4. noch näher eingegangen wird – und deren Anwendung.

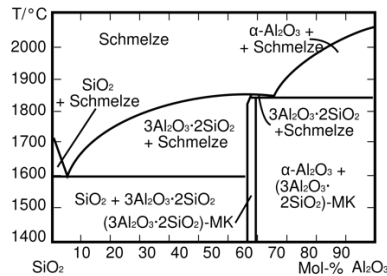
Werkstoff	Alumina Carbon	Zirkon Carbon	Magnesia Carbon
Rohstoffkomponenten	Flockengraphit Schmelzkorund Calc. Tonerde z.T. Antioxidantien	Flockengraphit Stabilisiertes $\text{ZrO}_2$ Baddelyt	Flockengraphit verschiedene Magnesiasinter Antioxidantien
Primärbinder	Harz	Harz	Harz
Formgebung	isostatisches Pressen	isostatisches Pressen	isostatisches Pressen

Thermische Behandlung	Verkoken in reduzierender Atmosphäre 800 – 1000 °C	Verkoken in reduzierender Atmosphäre 800 – 1000 °C	Verkoken in reduzierender Atmosphäre 800 – 1000 °C
Bindung nach therm. Behandlung	Kohlenstoff	Kohlenstoff	Kohlenstoff
Anwendung	Grundmaterial	„Schlackenband“ - Verstärkung im Gießpulverbereich	Verstärkung im Einlaufbereich

**Tabelle 1: Übersicht über die Rohstoffe für feuerfeste Funktionalprodukte, inklusive deren Herstellung und Anwendung [9]**

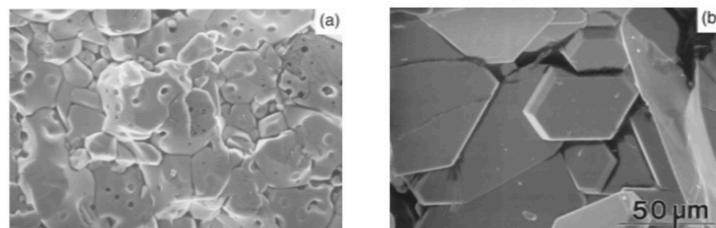
### 2.1.4.1 Alumina

Als Aluminaquelle kommen vor allem hochreine Rohstoffe ausgehend von calcinierter Tonerde, die im Bayerprozess aus Bauxit hergestellt wird und in der Regel eine Reinheit von über 99% erreicht, zum Einsatz [4], [9]. Das nachfolgend abgebildete Zweiphasendiagramm des  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  - Systems (Abbildung 3) zeigt im Bereich der aluminareichen Phasen mit dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gehalt steigende Feuerfestigkeit.



**Abbildung 3:  $\text{SiO}_2$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  Phasensystem [3]**

Die calcinierte Tonerde aus dem Bayerprozess kann anschließend zur Tabulartonerde – mit großen tafelförmigen Kristallen und einer Porosität von rund 10% – gesintert werden oder zum Edelkorund mit einer Porosität von etwa 2% im Elektrolichtbogenofen geschmolzen werden [9]. Mit der steigenden Kristallgröße durch das Sintern bei hohen Temperaturen oder insbesondere durch das Umschmelzen sinkt die Reaktivität und damit einhergehend steigt die chemische Beständigkeit. Die nachfolgende Abbildung 4 zeigt Aufnahmen mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) von a.) Tabulartonerde und b.) Edelkorund, wobei der 50 $\mu\text{m}$  Maßstab laut [3] für a) und b) gilt.



**Abbildung 4: REM-Aufnahmen von a) Tabulartonerde, das Gefüge bietet gegenüber Edelkorund Vorteile hinsichtlich Rissausbreitungswiderstand und b.) Edelkorund, zu beachten ist hier die vergleichsweise große Kristallgröße, die zu einer geringen Reaktivität und damit einer erhöhten chemischen Beständigkeit führt [10]**

Nicht zu verwechseln ist der weiße Edelkorund mit dem braunen Schmelzkorund der durch Schmelzen von kalziniertem refraktären Bauxit im Elektrolichtbogenofen hergestellt wird und aufgrund des geringeren  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gehaltes von 94 – 97% in der Regel nicht zur Herstellung von feuerfesten Funktionalprodukten eingesetzt wird [9].

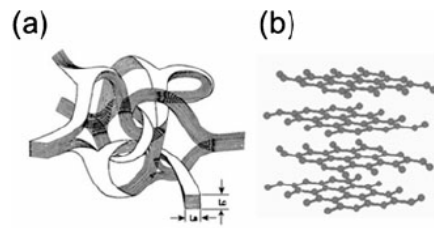
Bei keramisch gebunden feuerfesten Werkstoffen, die ausschließlich aus Oxiden bestehen und eine keramische Bindung aufweisen, steigt die Korrosionsbeständigkeit mit steigender Kristallgröße und abnehmender Porosität, wobei die Thermoschockbeständigkeit bei abnehmender Porosität ab einem gewissen Grad erheblich sinkt [11]. In reinen Oxidkeramiken – in denen die Porosität diesbezüglich die wirkungsvollste Stellschraube in der Produktentwicklung ist – wirkt sich dieses Spannungsverhältnis zwischen Korrosion- und Thermoschockbeständigkeit limitierend auf den Einsatz unter Bedingungen die sowohl eine hohe Korrosions-, als auch Thermoschockbeständigkeit erfordern, aus. Um den Bedarf nach feuerfesten Werkstoffen gerecht zu werden, die sowohl über eine ausgezeichnete Thermoschock-, als auch Korrosionsbeständigkeit verfügen, werden Verbundwerkstoffe aus feuerfesten Oxiden (Magnesia, Alumina, Zirkonia) und Kohlenstoff eingesetzt [4], [9], [10], [11], [12]. Der Kohlenstoff – in der Form von Graphit – wirkt sich durch seine geringe thermische Dehnung ( $10 - 50 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ ) und seine hohe Wärmeleitfähigkeit (80 W/mK) über eine Herabsetzung der Biot-Zahl positiv auf die Thermoschockbeständigkeit aus (siehe 2.2) und ist durch die meisten Schlacken und Metallschmelzen schlecht benetzbar, wird dadurch kaum infiltriert und steigert somit die Korrosionsbeständigkeit erheblich [10], [12].

#### **2.1.4.2 Bindekohlenstoff**

Mit dem Aufkommen des basischen Sauerstoffprozesses (LD Verfahren) in der Stahlherstellung wurden vermehrt kohlenstoffgebundene Steine, ursprünglich hauptsächlich pech- oder teergebundene Magnesia-, Doloma-, und Chromitsteine eingesetzt [10]. Gesundheitliche Bedenken aufgrund der Emission karzinogener Dämpfe, die bei der thermischen Behandlung beim Abbrand von Teer und Pech entstehen führten Ende der 1970er Jahre in Japan zu der Entwicklung von gesundheitlich unbedenklichen phenolharzgebundenen Oxid-Kohlenstoffsteinen, weshalb heute bei kohlenstoffgebundenen Funktionalprodukten überwiegend Phenol-Formaldehydharze Stand der Technik sind [10], [12].

Phenolharze sind Kondensationsprodukte von Phenol und Aldehyd, die in mehreren Varianten vorkommen [12]. Resole sind flüssig, enthalten die für den Aushärtungsprozess essenziellen Methylgruppen und werden in einem alkalisch-katalysierten Prozess hergestellt [4], [9], [12]. Novolake werden in einem Säure-katalysierten Prozess hergestellt und finden Anwendung in alkoholischer Lösung mit Hexamethylentetramin (Hexa) als Härter, das die benötigten Methylgruppen bereitstellt [4], [9], [12], [13].

Das Phenolharz sorgt als Kaltbindemittel für die zur Formgebung der Grünkörper für ausreichende Adhärenz der Komponenten im Verbundwerkstoff. Das Aushärten der Produkte erfolgt durch eine thermische Behandlung unter reduzierenden Bedingungen in 2 Schritten. Je nach Binder findet im Temperaturbereich zwischen 120 und 170 °C der Polymerisationsprozess statt, bei dem das Ammonia ausscheidet und Methylbrücken geformt werden, dadurch bildet sich ein dreidimensionales Gitter, das dafür sorgt, dass das Zwischenprodukt ausreichend hart, unlöslich und nicht schmelzbar ist [12]. Während der Pyrolyse bei etwa 1000 °C laufen neben der Dehydrierung der Kohlenwasserstoffe mehrere komplexe Kondensations- und Isomerisationsreaktionen parallel ab und führen zu der Bildung von elementaren glasigen Kohlenstoff [12]. Der glasige Kohlenstoff verfügt über gürtelförmige graphitische Flächen ohne Fernordnung, in denen die geschichteten C-Atome  $\text{sp}^2$ -hybridisiert sind [12]. Die nachfolgende Abbildung 5 vergleicht die herkömmliche Graphitstruktur mit der von glasigen Kohlenstoff.



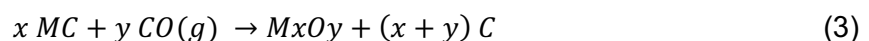
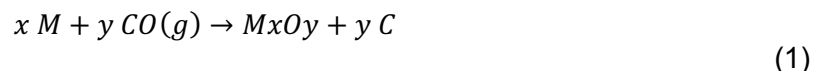
**Abbildung 5: Struktur von (a) glasigem Kohlenstoff und (b) Graphit [14]**

Begründet durch seine Struktur ist glasiger Kohlenstoff von geringerer Dichte als Graphit, zeigt Isotropie in seiner elektrischen und thermischen Leitfähigkeit, verfügt über eine außerordentliche Abrasions- und chemische Beständigkeit und sein Gitter sorgt für die Bindung in phenolharzgebundenen Feuerfestprodukten [12].

Während kohlenstoffgebundene Steine in ihrem C-Gehalt stark variieren, werden moderne feuerfeste Funktionalprodukte, die durch die Natur ihres Einsatzes sowohl heftiger Thermoschocks, als auch Korrosion durch Schlacke und Metallschmelze ausgesetzt sind, nahezu ausschließlich mit hohen Graphit-Gehalten von bis zu 30%, in der Form von amorphen oder Flockengraphit, mit C-Gehalten von 75 – 99%, eingesetzt [4], [9], [10], [12].

Eine Schwäche kohlenstoffgebundener Feuerfestprodukte ist ihre geringe Beständigkeit gegenüber Oxidation an der Atmosphäre, weshalb sie nur unter reduzierenden Bedingungen eingesetzt werden können [4], [9]. Um dem Effekt des Abbrennens des Bindekohlenstoffes, wobei dieser zu Kohlenmonoxid und -dioxid reagiert, vorzubeugen, werden Antioxidantien eingesetzt. Metalle, wie zum Beispiel Silizium (Si) und Aluminium (Al), und Metallcarbide, wie zum Beispiel Siliziumcarbid (SiC) sind hierzu am weitesten verbreitet. Darüber hinaus finden auch Nitride und Boroxide Anwendung [11].

Die nachfolgenden Reaktionsgleichungen zeigen die Wirkung metallischer und carbidischer Antioxidantien [11].



Neben der Hemmung der Oxidation des Kohlenstoffes führt die Verwendung von Antioxidantien zu einem Sinken der Porosität, hervorgerufen durch die Volumenexpansion des Metalls beziehungsweise des Metallcarbides zum Oxid, einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften wie zum Beispiel der Kaltbiegezugfestigkeit (CMOR gemäß EN-993-7 [15]) und einer Erhöhung der Oxidationsbeständigkeit und Korrosionsbeständigkeit durch eine Art Patina an der Oberfläche [4], [11], [12].

Harmuth und Tschegg haben durch bruchmechanische Untersuchungen mit dem Keispalttest nachgewiesen, dass die Verwendung von Antioxidantien einen negativen Effekt auf die Thermoschockbeständigkeit kohlenstoffgebundener Feuerfestprodukte hat, was sich mit Erfahrungen aus der industriellen Praxis deckt [4], [9], [16].

Durch das Kyoto-Protokoll ist man derzeit in Industrie und Forschung bemüht den CO- und CO<sub>2</sub>-Ausstoß durch die Verwendung kohlenstoffgebundener Funktionalprodukte, unter Beibehaltung der positiven Eigenschaften im Hinblick auf die Thermoschock und

Korrosionsbeständigkeit, zu reduzieren [12], [17]. Darüber hinaus kann sich ein geringerer C-Gehalt durch die Vermeidung der Wiederaufkohlung positiv auf die Qualität kohlenstoffarmer Stähle auswirken [5], [18]. Die Verwendung von n-dotiertem Silizium zusätzlich zu den Antioxidantien, sowie die zusätzliche Verwendung von Nanomaterialien als Alumina- und Kohlenstoffquelle sind hierzu zwei vielversprechende Ansätze. Stein und Aneziris konnten nachweisen, dass n-dotiertes Silizium die mechanischen und thermomechanischen Eigenschaften verbessert, indem es das Gitter in der glasigen Kohlenstoffphase stabilisiert und die Graphitisierung durch den verbesserten Elektronentransfer katalysiert wird, womit der nach der Pyrolyse verbleibende Kohlenstoffgehalt erhöht werden kann [12]. Nanomaterialien wie zum Beispiel mehrwandige Kohlenstoffnanoröhrchen und Alumina mit einer Korngröße im Micron-Bereich begünstigen durch die erhöhte Reaktivität die Bildung von SiC-Whiskern zwischen Korn und Matrix, die sich über die erhöhte Hemmung der Rissfortschreitung positiv auf die Thermoschockbeständigkeit auswirken [5], [19], [20]. Der kombinierte positive Effekt auf die thermomechanischen Eigenschaften wurde in einer gemeinsamen Arbeit von Forschern der Wuhan University of Science and Technology, dem Harbin Institute of Technology und der Montanuniversität Leoben nachgewiesen [21].

### 2.1.5 Entwicklung und Herstellung

Um komplexe Geometrien insbesondere mit großem Längen/Durchmesser-Verhältnis herstellen zu können und um Lagenbildung durch den oftmals als Kohlenstoffquelle eingesetzten Flockengraphit zu vermeiden werden Tauchrohre ausschließlich durch isostatisches Pressen geformt [3], [4]. Dabei wird die Rohmasse in eine elastische Form mit Eisenkern gefüllt und anschließend durch eine Flüssigkeit von außen allseitig gleichmäßig mit einem Druck beaufschlagt, wodurch eine homogene Rohdichte innerhalb des gesamten Funktionalproduktes erreicht werden kann [3], [4]. Die Geometrie des Tauchrohres ist im Hinblick auf mehrere Aspekte zu optimieren. Neben einem optimierten Stahlfluss in die Kokille ist hierbei auch die Effizienz der oftmals zur Vermeidung von Verstopfungen eingesetzten Argonspülung und die Vermeidung von großen Temperaturdifferenzen innerhalb des Funktionalproduktes zu berücksichtigen. Um dies zu erreichen ist das Tauchrohr stets auf die Kokillengeometrie und den jeweiligen Stranggussprozess genauestens abgestimmt, hierzu bedient man sich neben der thermomechanischen Simulation insbesondere auch der CFD-Simulation und Wassermodellen [22], [23], [24].

## 2.2 Thermoschockbeständigkeit

Unter einem Thermoschock versteht man gemeinhin eine abrupte Änderung der Temperatur. Innerhalb eines Körpers führt dies durch den Temperaturgradienten zu mechanischen Spannungen, abhängig von der Wärmeübertragung und -leitung. Die dimensionslose Biot-Zahl ist ein Maßstab für die Schwere eines Thermoschocks.

$$Bi = \frac{h \cdot l}{\lambda} \quad (5)$$

$\lambda$  ist die Wärmeleitfähigkeit des Körpers in  $W/(m \cdot K)$ ,  $l$  die charakteristische Länge in m und  $h$  der Wärmeübergangskoeffizient in  $W/(m^2 \cdot K)$ . Die Schwere des Thermoschocks steigt mit dem Verhältnis der eingetragenen über die abgeführte Wärme, und daraus resultierend aus einer inhomogeneren Verteilung der Temperatur und damit größerer mechanischer Spannungen innerhalb des Körpers.

Die Thermoschockbeständigkeit feuerfester Werkstoffe kann anhand von phänomenologischer Untersuchungen gemäß DIN EN 933-11 [25] verglichen werden. Hierbei werden Proben wiederholt erhitzt, an der Luft abgeschreckt und anschließend einer mechanischen Belastung ausgesetzt, beziehungsweise in Wasser abgeschreckt und keiner



weiteren mechanischen Belastung ausgesetzt. Aus den Untersuchungen kann allerdings nicht zweifellos auf das Verhalten im Einsatz geschlossen werden [26].

## 2.3 R-Parameter

Das bruchmechanische Verhalten feuerfester Werkstoffe kann anhand der nachfolgend erläuterten Parameter quantifiziert werden. Harmuth und Tschegg haben auf Basis der Forschung von Kingery und Hasselmann theoretische Überlegungen und Untersuchungen zum bruchmechanischen Verhalten feuerfester Materialien durchgeführt [16], [27], [28], [29], [30]. Demnach lässt sich das Versagen im Hinblick auf Rissinitiierung und Rissausbreitung – beschreiben.

### 2.3.1 Rissinitiierung

Das R-Parameter nach Kingery ist proportional dem Verhältnis Bruchdehnung über wirksame Dehnung.

$$R = \frac{f_t}{\alpha \cdot E} \cdot (1 - \nu) \quad (6)$$

$R$  gibt die maximale Temperaturdifferenz in Kelvin an, die beaufschlagt werden kann, ohne dass ein Riss initiiert wird.  $f_t$  ist die Zugfestigkeit und  $E$  der E-Modul in MPa.  $\alpha$  ist die thermische Dehnung in  $K^{-1}$  und  $\nu$  die einheitenlose Querkontraktionszahl.

Der durch Hasselman beschriebene  $R_{st}$  Parameter, leitet sich aus dem Verhältnis Bruchspannung über wirksame Spannung ab. Er beschreibt wie auch der Kingery-Parameter den Widerstand gegenüber Rissinitiierung.  $R_{st}$  steht entsprechend Glg. 8 im Zusammenhang mit dem Spannungsintensitätsfaktor für das Mode I Bruchverhalten [27], [29], [30].

$$R_{st} = \sqrt{\frac{\gamma}{\alpha^2 \cdot E}} \quad (7)$$

$\gamma$  ist die spezifische Bruchoberflächenenergie in N/m und steht wie folgt im Zusammenhang mit dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor  $K_{Ic}$  für einen Mode I Bruch:

$$\gamma = \frac{K_{Ic}^2}{2 \cdot E} \quad (8)$$

Da im Einsatz feuerfester Materialien eine Überschreitung des  $R$ -Parameter, also Rissinitiierung, in der Regel kaum vermieden werden kann, beziehungsweise Mikrorisse und Poren innerhalb der inhomogenen Materialien in der Regel bereits vorhanden sind, liegt der Fokus oft auf der Rissausbreitung.

### 2.3.2 Rissausbreitung

Aus dem Verhältnis der elastischen Dehnungsenergie bei Rissinitiierung über die gesamte beim Bruch der Probe verbrauchten Energie leitet sich für den Fall des einachsigen Spannungszustandes die Sprödigkeitszahl  $B$  ab.

$$B = \frac{f_z^2 \cdot l}{G_f \cdot E} \quad (9)$$

Hierbei ist  $G_f$  die spezifische Bruchenergie in N/m und  $l$  die Länge der Probe. Sie ist definiert als das Verhältnis der Energie, die für den Bruch eines Probekörpers notwendig ist, über die Projektion der neugebildeten Oberfläche.

Die Sprödigkeitskennzahl  $B$  ist proportional dem  $R''''$ -Parameter nach Hasselman und quantifiziert das Ausmaß der Rissausbreitung.

$$R'''' = \frac{\gamma \cdot E}{f_z^2} \quad (10)$$

Die spezifische Bruchoberflächenenergie  $\gamma$  ist die spezifische Bruchenergie  $G_f$  geteilt durch den Faktor 2, daraus folgt:

$$R'''' = \frac{l}{2 \cdot B} \quad (11)$$

Über die Länge  $l$  ist die Sprödigkeitskennzahl abhängig von einem geometrischen Faktor. Die charakteristische Länge  $l_{ch}$  – erstmals beschrieben von Hillerborg – ist invers proportional der Sprödigkeitskennzahl  $B$ , ausschließlich abhängig von Materialparametern, daher aussagekräftiger verschiedene Materialien zu vergleichen, lässt aber für sich keinen Rückschluss auf das Verhalten im Einsatz zu [31].

$$l_{ch} = \frac{G_f \cdot E}{f_z^2} = 2R'''' \quad (12)$$

Bedeutung kommt dem Verhältnis der spezifischen Bruchenergie über die kritische Energie die bei Rissinitiierung freigesetzt wird zu, die wie folgt definiert ist:

$$G_c = \frac{K_{Ic}^2}{E} \quad (13)$$

$$\frac{G_f}{G_c} \propto R'''' \quad (14)$$

Das Verhältnis ist proportional dem  $R''''$ -Parameter nach Hasselman, woraus folgt, dass eine gute Flexibilität gleichbedeutend ist mit einer geringen Sprödigkeit, einem durch eine ansteigende R-Kurve von linear-elastischem abweichenden Materialverhalten und letztlich einem Energiebedarf für die Rissausbreitung der den für die Rissinitiierung übersteigt [16], [27].

### 2.3.3 Flexibilität

Die Flexibilität feuerfester Werkstoffe ist kein wissenschaftlich exakt definierter Begriff, gemeinhin wird darunter der Widerstand des Materials gegenüber mechanischen Versagens hervorgerufen durch Dehnung oder einen Thermoschock im Einsatz bezeichnet [25], [26]. Da die Rissinitiierung in der Regel aus den Bedingungen des Einsatzes nicht ausgeschlossen werden kann, wird in der Produktentwicklung eine Steigerung der Flexibilität durch eine Verringerung der Sprödigkeit forciert. Als flexibel gelten daher Materialien von geringer Sprödigkeit, die vom linear-elastischen Verhalten abweichen indem sie ansteigende R-Kurven zeigen, hierzu kann die Sprödigkeitszahl  $B$  gemäß (9) als Gütezahl herangezogen werden [16], [27], [32]. In der Praxis wird dies bei gebrannten Feuerfeststeinen durch Unterschiede in der thermischen Dehnung zwischen Körnern und Matrix – zum Beispiel Spinellkörner in einer Magnesiamatrix – erreicht [27]. Bei kohlenstoffgebundenen Feuerfestprodukten steigt die Flexibilität mit steigendem Kohlenstoffgehalt, aufgrund der höheren thermischen Leitfähigkeit des Kohlenstoffes, was sich über die Erniedrigung der Biot-Zahl (5) durch eine Erhöhung der abgeführten Wärme und damit einer Verringerung der Schwere des Thermoschocks erklären

lässt [33]. Ein steigender Gehalt an Antioxidantien verringert diesen Effekt und führt zu einer Versprödung der kohlenstoffgebundenen Produkte [27].

## 2.4 Keilspalttest (KST)

Der Keilspalttest nach Tschegg ist eine Prüfmethode zur Bestimmung der spezifischen Bruchenergie spröder Werkstoffe wie zum Beispiel Beton und vieler feuerfester Werkstoffe [34]. Stückelschweiger et al. haben Hochtemperaturversuche an MgO-C-Proben durchgeführt, hierzu wurde ein Prüfgerät am Lehrstuhl für Gesteinshüttenkunde entwickelt, das auch für die in der gegenständlichen Arbeit durchgeführten KST verwendet wird [35]. Der Versuchsaufbau wird durch die nachfolgende Abbildung 6 veranschaulicht.

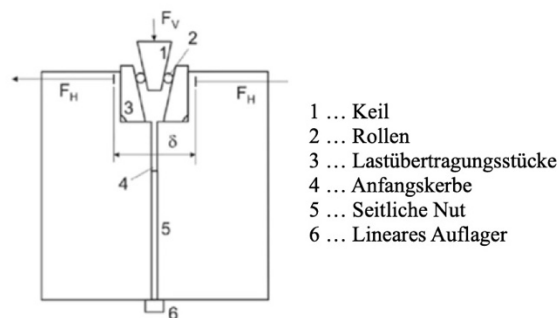


Abbildung 6: Versuchsaufbau beim KST [21]

Der kubische Probekörper ist mit einer Ausnehmung in der die Kraftübertragung von der Maschine über einen Keil, Rollen und Kontaktelemente stattfindet und einer Anfangskerbe ausgestattet. Die horizontale Kraft die den Prüfkörper spaltet ergibt sich aus der Kraft  $F_M$ , die durch die Maschine aufgebracht wird und dem Winkel  $\alpha$  des Keils.

$$F_H = \frac{F_M}{2 \cdot \tan \frac{\alpha}{2}} \quad (15)$$

Üblicherweise wird der KST mit einem Keilwinkel von  $10^\circ$  durchgeführt [35], [36], [37]. Das hat den wesentlichen Vorteil, dass man bereits mit einer relativ geringen Kraft der Prüfmaschine eine große horizontale Kraft auf den Prüfkörper ausüben kann –  $F_H$  übersteigt  $F_M$  für einen Winkel  $\alpha$  von  $10^\circ$  um den Faktor 5,7. Dadurch wird beim Aufbringen der Last weniger elastische Energie in der Prüfvorrichtung gespeichert was sich positiv auf die Stabilität der Rissbildung auswirkt (siehe Absatz 3.3.1).

Direkt aus dem KST können die nominelle Zugfestigkeit  $\sigma_{NT}$  und die spezifische Bruchenergie  $G_f'$  berechnet werden:

$$\sigma_{NT} = \frac{F_{H,max}}{b \cdot h} \cdot \left(1 + \frac{6 \cdot y}{h}\right) \quad (16)$$

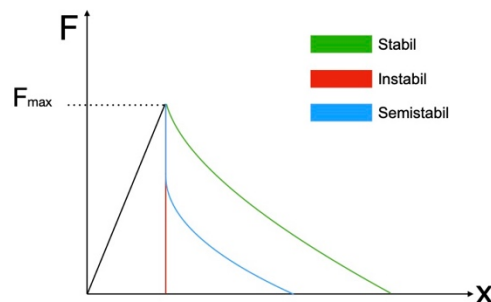
$F_{H,max}$  ist die größte gemessene horizontale Kraft.  $b$  und  $h$  sind die Abmessungen der Ligamentfläche – veranschaulicht durch die nachfolgende Abbildung 7.  $y$  ist der vertikale Abstand zwischen der Auflageposition und dem geometrischen Schwerpunkt der Ligamentfläche.

$$G_f' = \frac{1}{A} \cdot \int_0^\delta F_H \cdot d\delta_H \quad (17)$$

Die spezifische Bruchenergie  $G_f'$  ist die Fläche unter der Last-Verschiebungskurve geteilt durch die Ligamentfläche  $A$  und  $\delta_H$  die horizontale Verschiebung zu dem Zeitpunkt an dem die Kraft, nach Erreichen der maximalen Kraft, wieder auf 15% der Maximalkraft abgefallen ist. Dies ist notwendig um einen Kontakt zwischen dem Keil und dem Ligament zu vermeiden [35].

### 2.4.1 Stabilität der Rissausbreitung

Der wesentliche Vorteil des KST gegenüber anderen gängigen zerstörenden Prüfverfahren – wie zum Beispiel einem Zugversuch – ist, dass auch für relativ spröde Materialien stabile Rissbildung erreicht werden kann. Dies ist wesentlich um die spezifische Bruchenergie bestimmen zu können. Die nachfolgende Abbildung 7 veranschaulicht stabile, instabile und semistabile Rissausbreitung in einem Last-Verschiebungs-Diagramm eines Zugversuches.



**Abbildung 7: Stabile, instabile und semistabile Rissausbreitung im Last-Verschiebungs-Diagramm**

Auf der Ordinate des Last-Verschiebungs-Diagramms ist die Kraft aufgetragen, die auf den Prüfkörper ausgeübt wird, die Verschiebung auf der Abszisse. Wie in (17) gezeigt ist die spezifische Bruchenergie die Fläche unter dem Funktionsgraphen geteilt durch die Ligamentfläche. Diese kann nur dann vollständig gemessen werden, wenn die Funktion integrierbar ist, dies ist der Fall wenn die durch die maschinell beaufschlagte Kraft eingetragene Energie bei der Rissausbreitung vollständig verbraucht wird. Daraus folgt die nachfolgende Stabilitätsbedingung [27]:

$$-\frac{d}{da} (U_P + U_M) \leq \frac{dW_f}{dx} \quad (18)$$

$U_P$  und  $U_M$  sind die im Prüfkörper bzw. in der Prüfmaschine gespeicherte Energie,  $W_f$  die Bruchenergie. Die Sprödigkeitszahl  $B$  gemäß (9) ist für diesen Fall  $\leq 1$ . Um dies zu erreichen sind beim KST über die Wirkung des Keiles, ein großes Verhältnis der generierten Bruchoberfläche über das Probenvolumen und eine ausreichende Steifheit der Apparatur Maßnahmen verwirklicht die in Probenkörper und Apparatur gespeicherte elastische Energie möglichst gering zu halten [27], [34], [36], [38].

### 2.4.2 Grafische Auswertung der Last-Verschiebungs-Kurve

Ribeiro und Rodrigues beschreiben in ihrer Arbeit eine Methode zur grafischen Auswertung der Last-Verschiebungs-Kurve aus einem stabilen bruchmechanischen Test – wie zum Beispiel dem Keilspalttest [39]. Demnach lässt sich die Last-Verschiebungs-Kurve aus dem Keilspalttest in drei Bereiche – „A“, „B“ und „C“ – unterteilen [21], [39]. „A“ bezeichnet den

linear-elastischen Bereich, in dem die Kraft konstant mit der Verschiebung steigt. „B“ bezeichnet den Bereich zwischen dem Ende des linear-elastischen Bereiches und dem Erreichen der maximalen Kraft  $F_{max}$ . Hier steigt die Kraft langsamer mit der Verschiebung, es gilt die Bedingung  $\frac{d^2F}{dx^2} < 0$ , was auf das Heranwachsen eines Risses hindeutet, der im Bereich „C“ – in dem die Kraft abfällt – stabil fortschreitet [39]. Ribeiro und Rodrigues bezeichnen das Verhältnis  $\frac{B+C}{A}$  als „Relative crack-propagation work“, die relative Rissausbreitungsarbeit. „A“ kann als die in der Probe gespeicherte elastische Energie gesehen werden, „B+C“ die beim fortschreiten des Risses verbrauchte Energie, unter Mitberücksichtigung der subkritischen Region „B“. Es fällt auf, dass Zähler und Nenner ähnlich definiert sind wie jene der Sprödigkeitskennzahl  $B$  (9), womit man die relative Rissausbreitungsarbeit als zusätzlichen Maßstab für die Thermoschockbeständigkeit heranziehen kann. Die nachfolgende Abbildung 8 zeigt eine Last-Verschiebungs-Kurve mit den Bereichen „A“, „B“ und „C“.

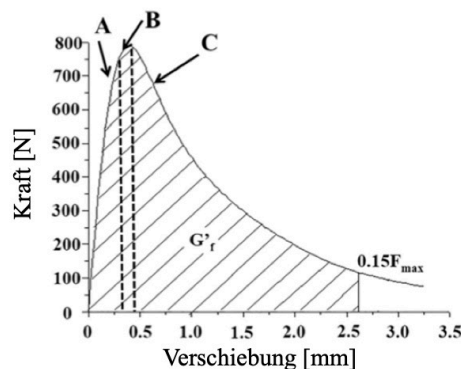


Abbildung 8: Last-Verschiebungs-Kurve mit den Bereichen "A", "B" und "C" [21]

### 2.4.3 KST für Hochtemperaturversuche

Das am Lehrstuhl vorhandene Prüfgerät wurde zusammen mit dem Unternehmen ZwickRoell Testing Systems GmbH auf Basis einer vorhandenen Universalprüfmaschine mit einer maximalen Kapazität von 300 kN entwickelt [35]. Der KST wird bei Temperaturen bis zu 1500 °C in einer gasgespülten Ofenkammer durchgeführt. Die Ofenkammer verfügt über zwei Fenster um mit Laser Speckle Extensometern (LSE) die Verschiebung messen zu können. Die kontaktfreie Messung hat gegenüber dem mechanischen Extensometer den Vorteil, dass weder Beschädigungen am Gerät, noch eine Verfälschung der Messergebnisse durch den Kontakt des Extensometers mit der Probe stattfinden kann. Gemäß der Spezifikationen beträgt die Auflösung der Messungen mit dem LSE 0,11 µm, in Hochtemperatur-Versuchen wurde eine Streuung der Messwerte von 3 µm beobachtet [35].

Um einen Abbrand des Kohlenstoffes gemäß nachfolgender Reaktionsgleichung (19) – bei der das Gleichgewicht gemäß Boudard für hohe Temperatur auf der rechten Seite liegt – und damit einhergehend signifikante Veränderungen des Materialverhaltens – vorzubeugen und Hochtemperaturversuche des KST auch für kohlenstoffgebundene Feuerfestprodukte zu ermöglichen, besteht die Möglichkeit einer Gasspülung, beispielsweise mit Argon, mit Spülraten bis hin zu 70 l/Std.



Sowohl die sich in der Ofenkammer befindenden Kolben der Prüfmaschine, als auch die Teile zur Kraftübertragung (Keil, Rollen, etc.) sind aus Korund  $Al_2O_3$  gefertigt. Zwischen den Kolben und den Teilen zur Kraftübertragung befinden sich jeweils ein Lager aus Siliziumkarbid SiC. Die verwendeten Materialien sind hoch feuerfest und verfügen über eine ausreichend gute

Steifigkeit, was sich positiv auf die Stabilität der Rissbildung bei den Keilspaltversuchen auswirkt.

## 2.5 Kriechen

Unter Kriechen versteht man gemeinhin die irreversible zeit- und temperaturabhängige Verformung von Materialien unter einer gleichbleibenden Last [40]. Die Kriechdehnungsrate  $\dot{\varepsilon}$  ist die zeitabhängige Ableitung der Kriechdehnung, also jenem Anteil der Längenänderung  $\Delta l$  die alleine dem Kriechen geschuldet ist.

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial t} \left( \frac{\Delta l}{l} \right) \quad (20)$$

Die Länge  $l$  ist die ursprüngliche Länge der Probe. Abhängig vom Vorzeichen der Kriechdehnungsrate werden 3 Stadien im Kriechverhalten unterschieden, veranschaulicht durch Abbildung 9.

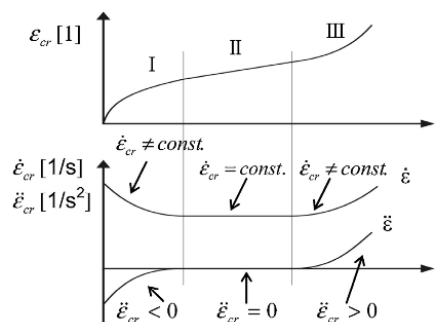


Abbildung 9: 3 Stadien des Kriechverhaltens [41]

Im Stadium I – dem primären Kriechen – ist die Kriechdehnungsrate abfallend und die Kriechbeschleunigung  $\ddot{\varepsilon}$  kleiner 0. Im Stadium II – dem sekundären Kriechen – ist die Kriechdehnungsrate konstant und die Kriechbeschleunigung folglich 0. Im Bereich des tertiären Kriechens – Stadium III – steigt die Kriechbeschleunigung an bis schlussendlich Versagen eintritt [41].

Da sich die Kriechdehnung mit anderen Effekten mit Einfluss auf die gesamte Dehnung gemäß nachfolgend beschriebenen Zusammenhang überlagert ist es mit standardisierten Testverfahren wie zum Beispiel der „Refractoriness under load“ (RUL) oder „Creep in Compression“ (CIC) gemäß EN 993-9 bislang schwierig den Beginn des Kriechens genau zu bestimmen und damit den Anteil der Dehnung die rein auf das Kriechen rückzuführen ist zu quantifizieren [40], [41], [42], [43].

$$\varepsilon_{cr} = \varepsilon_{tot} - \frac{\sigma}{E} \quad (21)$$

$\varepsilon_{cr}$  ist die Kriechdehnung und errechnet sich aus der gesamten gemessenen Dehnung abzüglich der linear-elastischen Anteils der Dehnung  $\frac{\sigma}{E}$ . Die Spannung  $\sigma$  ergibt sich aus der beim Versuch beaufschlagten Kraft und dem bekannten Querschnitt des Probekörpers. Der E-Modul  $E$  des Probekörpers wird über den Temperaturverlauf mit einem zerstörungsfreien Verfahren – wie z.B. der Resonanzfrequenzmethode – gemessen.

## 2.5.1 Norton-Bailey Kriechgesetz

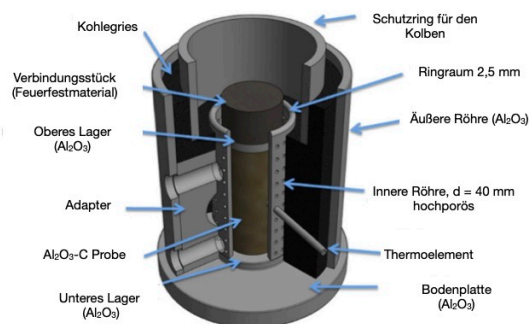
Das Norton-Bailey Kriechgesetz wird häufig verwendet um das Kriechverhalten feuerfester Werkstoffe über die drei Stadien des Kriechens zu beschreiben [40], [41], [44].

$$\dot{\varepsilon}_{kr,j} = K_j(T) \cdot \sigma^{n_j} \cdot \varepsilon_{kr}^{a_j} \quad (22)$$

$K$  ist eine temperaturabhängige Funktion,  $n$  der Spannungs- und  $a$  der Kriechdehnungsexponent. Der Index  $j$  ist eine Notation für das jeweilige Stadium des Kriechens.  $K$ ,  $n$  und  $a$  werden über ein Inversenverfahren mittels FE-Simulation aus einem Druck- oder Zugkriechversuch ermittelt. In früheren Forschungsarbeiten wurde hierzu häufig der Levenberg-Marquardt-Algorithmus verwendet [41].

## 2.5.2 Druckkriechversuch

Um die zuvor beschriebenen Nachteile der standardisierten Kriechversuche – RUL und CIC – zu überwinden, wurde ein Hochtemperatur-Druckkriechversuch – für Temperaturen bis zu 1600 °C – am Lehrstuhl für Gesteinshüttenkunde entwickelt [41]. Durch den Start der Messungen unter isothermen Bedingungen und dem Messen der Verschiebung direkt an der Probenoberfläche mittels mechanischen Extensometern, mit einer Auflösung kleiner 0,1 µm, kann der Anteil der Kriechdehnung gemäß (21) bestimmt werden. Mit der Prüfvorrichtung ist es möglich den 35 mm x 70 mm messenden zylindrischen Probekörper mit einer Last von bis zu 20 MPa zu beaufschlagen, womit alle 3 Stadien des Kriechverhaltens analysiert werden können. Der Versuchsaufbau wurde für Versuche mit Kohlenstoff haltigen Proben modifiziert [40]. Abbildung 10 zeigt den Versuchsaufbau.



**Abbildung 10: Versuchsaufbau des Druckkriechversuchs für kohlenstoffgebundene feuerfeste Werkstoffe [40]**

Um den Abbrand des Kohlenstoffes in kohlenstoffgebundenen Werkstoffen gemäß der Reaktion (19) zu vermeiden wird der Ringraum zwischen dem inneren und dem äußeren Rohr mit Koksgries gefüllt. Das innere Rohr ist porös um die Diffusion von Gasen zu ermöglichen. Aufgrund des wärmedämmenden Effekts des Koksgries und der Röhren wurden bei den Versuchen auf MgO-C von Stückelschweiger et. al eine Differenz von rund 30°C zwischen Ofen- und Probentemperatur beobachtet [40]. Aus diesem Grund werden beide Temperaturen gemessen, aufgezeichnet und korreliert. Die Messungen werden bis zum Versagen oder längstens über 5 Stunden durchgeführt.

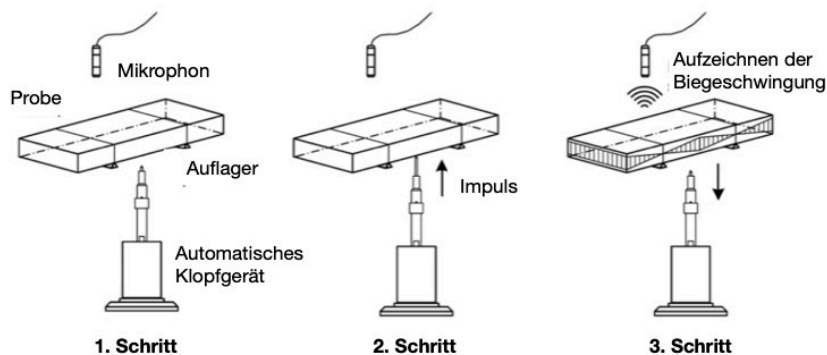
## 2.6 Resonanzfrequenzmethode – temperaturabhängiger E-Modul

Die Resonanzfrequenzmethode ist ein zerstörungsfreies Prüfverfahren zur Messung des E-Modul, genormt in der DIN ISO 12680-1 für feuerfeste Werkstoffe [45]. Dabei wird die Probe

durch einen mechanischen Impuls angeregt und die Resonanzfrequenz der Biegeschwingung ermittelt. Es gilt folgender formelmäßiger Zusammenhang zwischen der Frequenz der Biegeschwingung und dem E-Modul [46]:

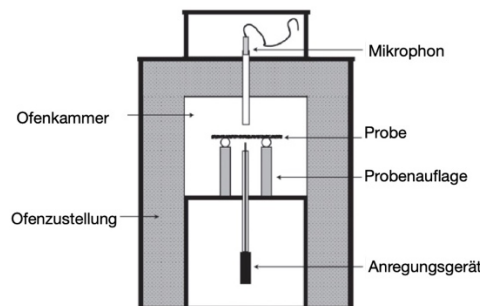
$$E = 0,9465 \cdot \frac{m \cdot f^2 \cdot l^3}{b \cdot h^3} \quad (23)$$

Die gemessene Frequenz der Biegeschwingung ist hier bezeichnet mit  $f$ , die Masse der Probe  $m$ . Die Abmessungen der Querschnittsfläche der Probe – ihre Breite und Höhe – sind bezeichnet mit  $b$  und  $h$ .  $L$  ist die Länge der Probe. Die nachfolgende Abbildung 11 veranschaulicht über einen schematischen Versuchsaufbau das Grundprinzip der Messung mit der Resonanzfrequenzmethode.



**Abbildung 11: Grundprinzip der E-Modul-Messung mit der Resonanzfrequenzmethode [46]**

Da der E-Modul temperaturabhängig ist wird er für feuerfeste Werkstoffe bis zur maximalen Einsatztemperatur ermittelt. Hierzu werden Messungen mit der Resonanzfrequenzmethode in einer Ofenkammer durchgeführt. Um bei kohlenstoffgebundenen Proben den Abbrand des Kohlenstoffes gemäß (19) vorzubeugen wird eine inerte Ofenatmosphäre mittels Argonspülung sichergestellt [35]. Die nachfolgende Abbildung 12 zeigt schematisch den Versuchsaufbau zu Hochtemperaturmessungen der Resonanzfrequenz.



**Abbildung 12: Versuchsaufbau beim Hochtemperaturversuch [17]**

Typischerweise steigt der temperaturabhängige E-Modul thermoschockbeständiger feuerfester Baustoffe mit der Temperatur und die Kurve zeigt nach dem Abkühlen eine Hysterese. Abbildung 13 zeigt typische Kurvenverläufe zweier Alumina-Carbon Werkstoffe [17].



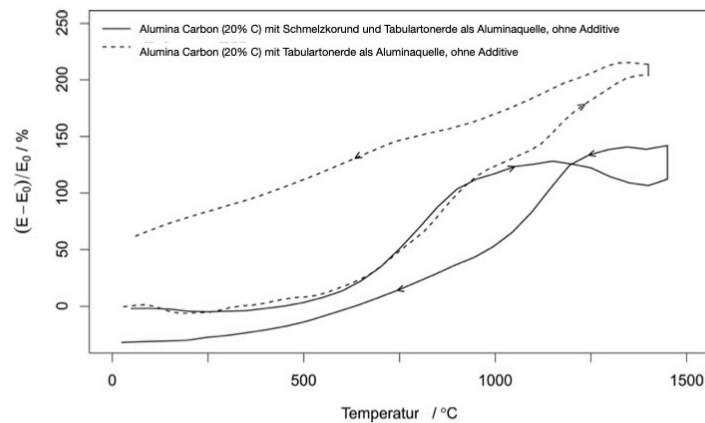


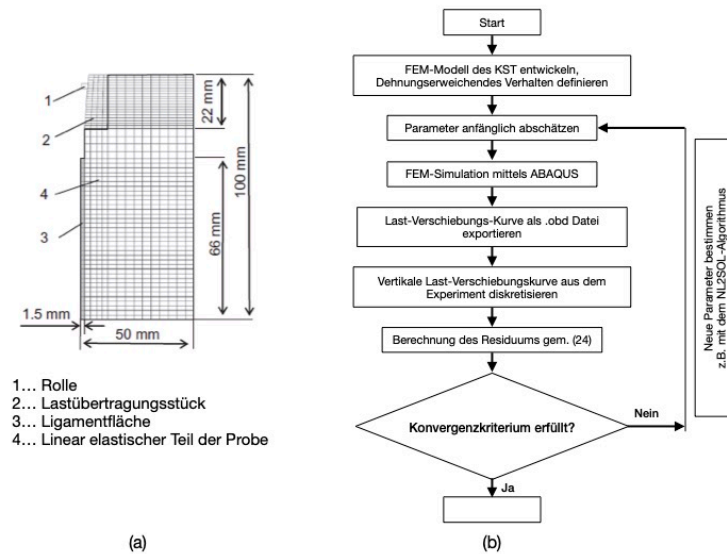
Abbildung 13: Temperaturabhängiger E-Modul zweier Alumina-Carbon-Werkstoffe [17]

## 2.7 Versuchsauswertung durch FEM-Modelle

### 2.7.1 Keilspalttest

#### 2.7.1.1 Abaqus Strain Softening Verhalten

$G_f'$  und  $\sigma_{kz}$  werden entsprechend (17) und (16) direkt aus dem Last-Verschiebungsdiagramm ermittelt. Das Verhältnis  $\frac{\sigma_{kz}}{f_z}$  sinkt mit ansteigender Sprödigkeitskennzahl  $B$  – die Zugfestigkeit wird durch  $\sigma_{kz}$  für Materialien mit reduzierter Sprödigkeit überschätzt [47]. Um die spezifische Bruchenergie  $G_f$ , sowie die Zugfestigkeit  $f_z$ , den E-Modul und andere Mode-1-Bruch-Parameter zu ermitteln haben Jin, Gruber und Harmuth ein FEM-Modell zur Inversensimulation entwickelt [47]. Dabei wird der Keilspaltversuch in einem Finite-Elemente-Methode (FEM) Modell mit der Software ABAQUS simuliert. Aufgrund von Symmetriebedingungen reicht es eine Hälfte des Keils als 2D-Modell nachzubilden, siehe Abbildung 15. Die Elemente, zwischen denen die Software linear interpoliert, haben eine Kantenlänge von 1,5 mm. Im Modell werden die Parameter für das strain softening Verhalten anfänglich geschätzt und nach jedem Simulationsdurchgang wird die Last-Verschiebungs-Kurve – mit einem Python-Code extrahiert und mit den diskretisierten Daten aus dem Laborversuch verglichen. Die Ermittlung der Startwerte für die nächste Simulation erfolgt über ein Minimierungsverfahren mit dem NL2SOL Algorithmus im Open-Source-Code DAKOTA [48]. Die Simulationen werden wiederholt bis ein definiertes Residuum unterschritten ist. Die nachfolgende Abbildung 14 zeigt das Iterationsschema.



**Abbildung 14: FEM-Modell des KST (a) und schematische Darstellung über den Ablauf der Inversensimulation (b) [47]**

Ist das Konvergenzkriterium erreicht stimmt die simulierte Kurve mit jener aus dem Versuch hinreichend überein. Die gesamte spezifische Bruchenergie und die Mode-1-Bruch-Parameter werden ausgegeben. Durch die Notwendigkeit den Versuch bei  $0,15F_{\max}$  abzurechnen, ergibt sich der Umstand, dass nicht die gesamte spezifische Bruchenergie durch die Versuchskurve ermittelt wird. Insbesondere bei langsam abflachenden Last-Verschiebungs-Kurven, die für thermoschockbeständige Feuerfestmaterialien typisch sind, ist dieser Effekt nicht vernachlässigbar. Deshalb ist es essentiell die gesamte spezifische Bruchenergie mittels FEM-Simulation zu ermitteln. Dies wird veranschaulicht durch die Ergebnisse der Arbeit von Jin, Gruber und Harmuth. Dort wurde bei Keilspaltversuchen an einer Magnesia-Chromit Probe nur 85,3% der gesamten spezifischen Bruchenergie – die mittels FEM-Simulation ermittelt wurde – im bei  $0,15F_{\max}$  abgebrochenen Keilspaltversuch gemessen. Dadurch wurde das Kingery-Parameter R in den nicht aufbereiteten Versuchsdaten um knapp 60% überschätzt und die charakteristische Länge um den Faktor 3 unterschätzt [47]. Dies zeigt die Vorteile der Versuchsauswertung mittels FEM-Modell und Inversensimulation.

### 2.7.1.2 Gradient Enhanced Damage Model (GED)

Herkömmliche Schadensmodelle leiden unter Konvergenzproblemen im strain softening Verhalten. Das GED-Modell – als nicht-lokales Modell – überwindet dieses Problem durch die Deregularisierung der Spannung [49]. Somit ist das GED-Modell numerisch robuster, insbesondere bei der Simulation komplexer Bauteile und/oder komplexer Randbedingungen. Ein wesentlicher Nachteil des GED-Modells ist, dass die Größe der Fracture Process Zone unter Umständen überschätzt wird und ein erhöhter Rechenaufwand auftritt [49]. Anhand der Versuchsdaten der vorliegenden Arbeit wird das GED-Modell zur Simulation der Keilspaltversuche erprobt. Hierzu wurde das Localizing gradient damage model verwendet [49], [50].

### 2.7.2 Druckkriechen

Ziel der Kurvenanpassung ist es die Norton-Bailey-Kriechparameter  $K(T)$ ,  $n$  und  $a$  zu bestimmen (vgl. Kapitel 2.5.1). Im Fall von einem linearen oder konstanten Zusammenhang

zwischen Spannung und Zeit – das ist bei Versuchen bei denen die Spannung voreingestellt wird der Fall – kann die Integration mit analytischen Methoden durchgeführt werden [41]. Ist der Zusammenhang zwischen Spannung und Zeit nicht vorab definiert – so zum Beispiel bei Versuchen bei denen die Dehnung voreingestellt wird – wird die Integration numerisch – auf Basis der Trapezregel mit ausreichend kleinen Intervallen gemäß der nachfolgenden Formel durchgeführt [41].

$$\varepsilon_{cr,i+1} \approx \left[ \varepsilon_{cr,i}^{1-a} + \frac{(1-a) \cdot K \cdot (\sigma_{i+1}^n + \sigma_i^n) \cdot (t_{i+1} - t_i)}{2} \right]^{\frac{1}{1-a}} \quad (24)$$

i bzw. i+1 sind die Indizes für die Zeitschritte.

Die inverse Kurvenanpassungen erfolgt mittels Levenberg-Marquardt-Optimierung, basierend auf der Summe der kleinsten Fehlerquadrate zwischen der gemessenen und der berechneten Dehnung [40], [41], [48]. Hierzu wird eine am Lehrstuhl für Gesteinshüttenkunde entwickelte Matlab-Routine verwendet. Die ausgewerteten Kriechparameter können anschließend in die Simulation des Keilspalttests integriert werden [35].

### 3 Durchführung der Untersuchungen und Ergebnisse

Die nachfolgend publizierten Versuche wurden allesamt an der Montanuniversität im Technikum des Lehrstuhls für Gesteinshüttenkunde im Zeitraum zwischen September 2023 und April 2024 durchgeführt. Die Benennung der Proben erfolgt nach einem Muster, das Rückschlüsse auf die Versuchsbedingungen zulässt. Für die Benennung gilt „Versuchsart-Temperatur-Druck-Anmerkungen“. So ist der Versuch „DKV-1500-5-2“ der zweite Versuch der Druckkriechversuchsreihe bei 1500 °C und 5 MPa, und der Versuch „KST-1400-2-F“ der zweite Keilspaltversuch bei 1400 °C. das „F“ kennzeichnet ihn als Fehlversuch, der in die Auswertung der Kennzahlen nicht einfließt. Der zweite gültige Keilspaltversuch bei 1400 °C wird folglich mit „KST-1400-2“ benannt.

#### 3.1 Probenbeschreibung

Bei der Probe handelt es sich um ein am Markt erhältliches isostatisch gepresstes, durch Phenolharz kohlenstoffgebundenes Alumina-Carbon-Material. Schmelzkorund, kalzinierte Tonerde und Graphit wurden als Rohmaterialien eingesetzt. Die Oxidanalyse, bestimmt an gegläuhter Substanz (1025 °C) gemäß ISO 12677 [51], zeigt für das Produkt 98,0 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und 1,0%  $\text{SiO}_2$ .

An physikalischen Eigenschaften, die gemäß ISO 5017 [52] bestimmt wurden, zeigt das Material eine Rohdichte von 2,55  $\text{g/cm}^3$  und eine offenen Porosität von 17,0 %, die Kaltbiegezugfestigkeit ist 7,5  $\text{N/mm}^2$ .

Die nachfolgende Abbildung 15 zeigt einen der isostatisch gepressten und getemperten Probekörper, wie sie bei Anlieferung vorlagen. Die in der vorliegenden Arbeit getesteten Prüfkörper wurden in der entsprechenden Größe daraus geschnitten.



**Abbildung 15: Isostatisch gepresste Alumina-Carbon Probe**

Für die Druckkriechversuche wurden Vollzylinder mit einem Durchmesser von 35 und einer Höhe von 70 mm aus dem Material gebohrt. Für die RFDA-Messung zur Bestimmung des E-Moduls wurden Quader unterschiedlicher Größe zugeschnitten. Die exakte Probengröße ist in der rechnerischen Auswertung berücksichtigt.

Durch den kreisförmigen Querschnitt der isostatisch gepressten Probe war beim Keilspalttest eine Abweichung von der üblichen kubischen Gestalt der Prüfkörper nötig, da ein Ausschnitt der gewohnten Geometrie mit den zur Verfügung stehenden technischen Mitteln nicht realisiert werden konnte. Deshalb wurde die durch das isostatische Pressen gegebene zylindrische Form weitestgehend beibehalten. Dies ist dadurch gerechtfertigt, da sich gemäß Tschegg, dem Urheber des Keilspalttests, zylindrische Prüfkörper, wie etwa Kernbohrungen aus Betonteilen, gleichermaßen für den Keilspalttest eignen [34]. Um die Funktion des Laser Speckle Extensometers zu gewährleisten wurde an den Zylindern an zwei gegenüberliegenden Seiten ein Längsschnitt durchgeführt um zwei ebene Flächen im Abstand von 75 mm für die Messpunkte des Lasers herzustellen.

Die nachfolgende Abbildung 16 zeigt einen zugeschnittenen Prüfkörper für den Keilspalttest.

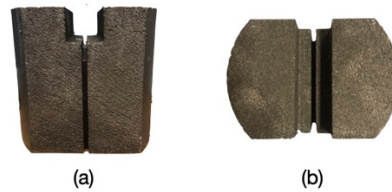


Abbildung 16: Prüfkörper für den Keilspalttest. (a) Ansicht von vorne; (b) Ansicht von oben

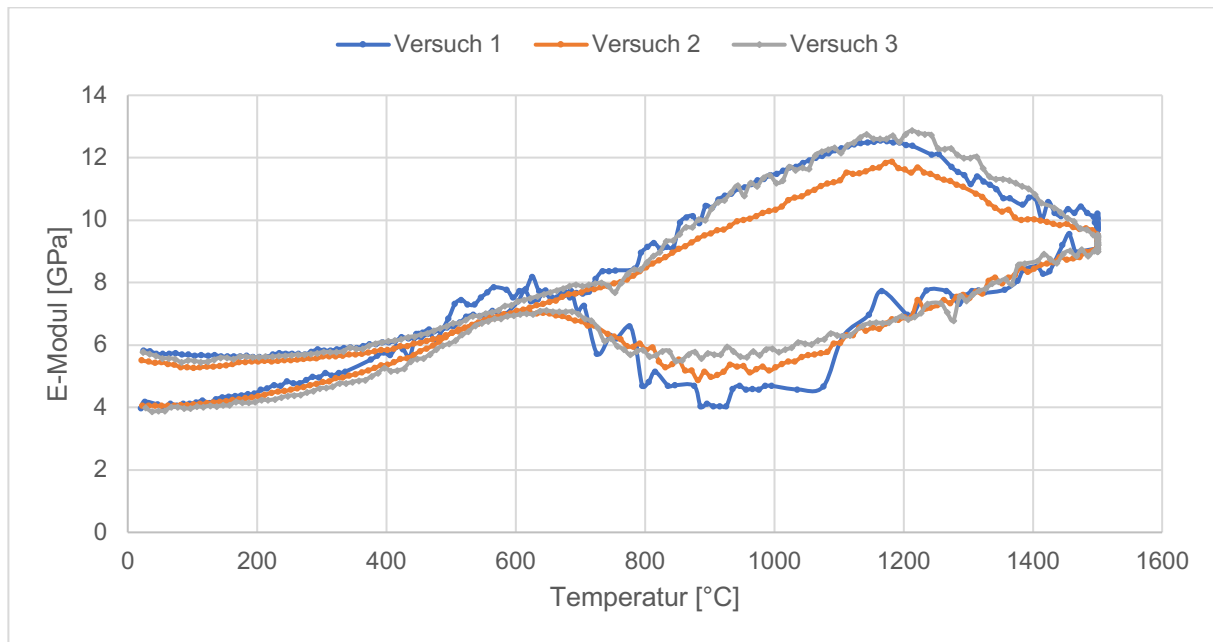
### 3.2 RFDA-Messung des E-Moduls

Um die gemäß Glg. 23 erforderlichen Daten zu ermitteln wurden die Proben abgemessen und gewogen. Tabelle 2 gibt einen Überblick über die Ergebnisse.

Größe	Probe 1	Probe 2	Probe 3
L [mm]	138,6	138,3	139,1
B [mm]	25,8	23,9	23,7
H [mm]	15,0	15,1	12,3
V [cm <sup>3</sup> ]	53,64	49,91	40,55
m <sub>0</sub> [g]	136,8	128,5	105,3
Rohdichte [g/cm <sup>3</sup> ]	2,55	2,57	2,60
E <sub>0</sub> [GPa]	5,82	5,50	5,77
m <sub>1</sub> [g]	127,3	120,6	98,0
GLV [%]	6,94	6,15	6,93

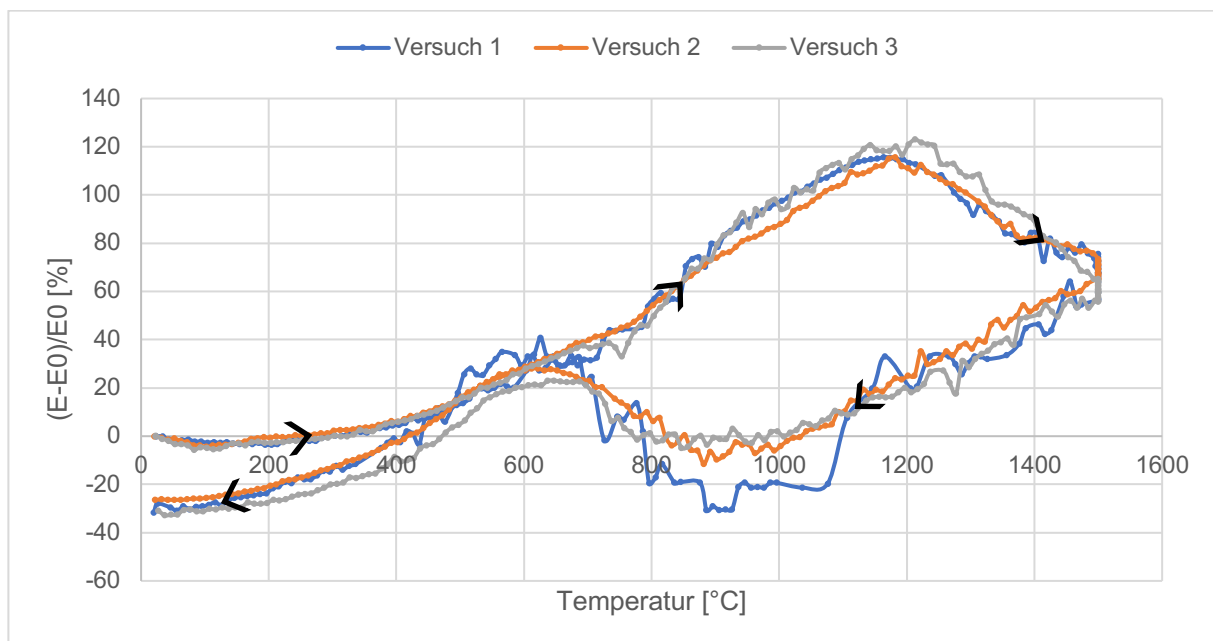
Tabelle 2: Abmessungen und Ergebnisse der Prüfkörper für die RFDA

Anschließend wurde der E-Modul über den Temperaturverlauf bis 1500 °C in Argonatmosphäre gemessen. Die Haltezeit bei 1500 °C betrug eine Stunde. Die nachfolgende Abbildung 17 zeigt die über den Temperaturbereich der Messung ermittelten E-Moduln. Dabei wurde in Temperaturschritten von 5 K die Frequenz der Biegeschwingung gemessen und daraus über Glg. 23 der E-Modul rechnerisch ermittelt.



**Abbildung 17: Über die RFDA ermittelter absoluter E-Modul über den Temperaturbereich**

Da bereits der E-Modul bei Raumtemperatur  $E_0$  bei grobkeramischen Materialien, aufgrund deren inhomogener Struktur üblicher Weise Schwankungen unterliegt wurde zusätzlich die relative Veränderung bezogen auf den bei Raumtemperatur gemessenen E-Modul betrachtet.



**Abbildung 18: Über die RFDA ermittelte relative Veränderung des E-Moduls. Die schwarzen Pfeile zeigen den Verlauf der Hysterese an**

Aus den Kurven von Versuch 2 und 3 zeigt sich, dass sich das Material erwartungsgemäß trotz den geringfügigen Abweichungen beim E-Modul bei Raumtemperatur ähnlich über den Temperaturverlauf verhält. Bei der Abkühlkurve von Versuch 1 ist ersichtlich, dass Störungen beim Signal zu Sprüngen in der Kurve führen. Deshalb wurde für die nachfolgenden Auswertungen ein Mittelwert aus Versuch 2 und 3 gebildet.

Die Kurve startet beim mittleren E-Modul von 5,7 [GPa]. Die Heizkurve zeigt ein Maximum bei einer Temperatur von 1182 °C mit einem E-Modul von 12,41 GPa. Die Abkühlkurve zeigt ein lokales Minimum bei 882 °C mit einem E-Modul von 6,56 GPa, sowie ein lokales Maximum bei 642 °C mit einem E-Modul von 7,15 GPa. Den tiefsten Wert, von 4,02 GPa, zeigt der E-Modul am Ende des Temperaturzykluses. Die nachfolgende Tabelle 3 zeigt für die weiteren Auswertungen bedeutende Werte des temperaturabhängigen E-Moduls.

Temperatur [° C]	E-Modul [GPa] Heizkurve	E-Modul [GPa] Abkühlkurve
1270	11,90	7,26
1300	11,61	7,59
1370	10,78	8,28
1400	10,57	8,64
1470	9,88	8,97
1500	9,33	9,16

Tabelle 3: Wichtige Werte des absoluten E-Moduls.

### 3.3 Keilspalttest

Für die durchgeführten Keilspalttests wurde der in 2.4 erläuterte Versuchsaufbau verwendet. Insgesamt wurden neun Hochtemperaturversuche, jeweils drei bei 1300, 1400 und 1500 °C, sowie drei Versuche bei Raumtemperatur, durchgeführt. Sowohl die Hochtemperaturversuche, als auch jene bei Raumtemperatur wurden in derselben Ofenkammer durchgeführt um die Verschiebung bei allen Versuchen mit demselben Laser-Speckle-Extensometer aufzuzeichnen. Darüber hinaus wurde bei den Hochtemperaturversuchen, wie auch bei den Raumtemperaturversuchen, Keile, Rollen und Kontaktelemente aus Korund verwendet. Die nachfolgende Abbildung 19 zeigt den Versuchsaufbau in der verwendeten Ofenkammer.

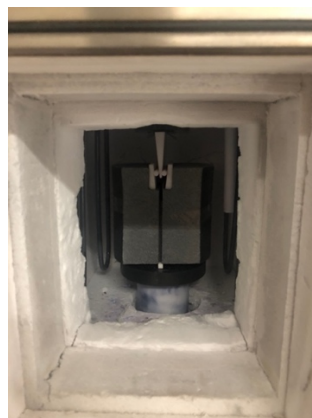


Abbildung 19: Versuchsaufbau in der Ofenkammer

Beim Versuchsaufbau ist zu beachten, dass der Prüfkörper zentriert ist. Dies ist der Fall, wenn Keil, Prüfkörper und Auflager auf einer Achse, und die beiden Rollen auf einer Höhe links und

rechts vom Keil, liegen. Es ist zu gewährleisten, dass der Prüfkörper im richtigen Abstand vom Laser-Speckle-Extensometer positioniert ist (Abbildung 20).



**Abbildung 20: Positionierung des Versuchskörpers in der Ofenkammer**

Nach Herstellung des Versuchsaufbaus wurden die Proben mit einer Kraft im Bereich von 20 bis 40 N vorgespannt, um einen Kollaps des Versuchsaufbaus während des Aufheizens, das mit einer Heizrate von 10 °C/min erfolgte, zu vermeiden. Nach Erreichen der Prüftemperatur wurde diese für eine Stunde gehalten um thermische Homogenität innerhalb der Probe sicherzustellen. Nach dem Ende der Haltezeit wurde die Kraft durch Bewegung des Stempels mit 0,5 mm/min beaufschlagt und gegen die mit dem Laser-Speckle-Extensometer ermittelten Verschiebung aufgetragen.

Der Ofen wurde mit 70 l/h Argon gespült um die Oxidation des Bindekohlenstoffes zu vermeiden.

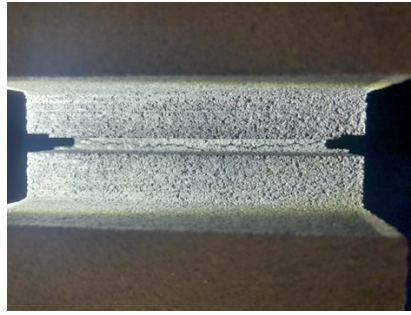
Die Proben wurden vor dem Versuch gewogen und vermessen. Nach dem Abkühlen wurden die Proben erneut gewogen und der Glühverlust bestimmt. Tabelle 4 zeigt den Glühverlust der einzelnen Versuche, wie auch den Mittelwert pro Versuchsreihe (1300, 1400, 1500 °C).

**Tabelle 4: Glühverlust bei den KST [%]**

Versuch	25 °C	1300 °C	1400 °C	1500 °C
1	0	0,867	1,089	1,288
2	0	0,743	0,807	0,752
3	0	0,598		
Mittelwert	0	0,736	0,948	1,02
St.Abw.	0	0,110	0,141	0,268
Rel. St.Abw.	0	14,91	14,87	26,27

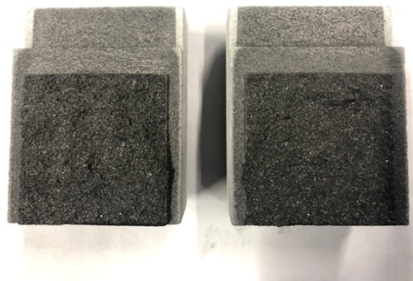
Nach einer augenscheinlichen Begutachtung der Proben, wobei bei allen Proben makroskopisch ein deutlicher Riss in der Kerbe erkennbar war, wurden diese gebrochen und die Bruchfläche begutachtet und vermessen. Abbildung 21 zeigt den mit freiem Auge erkennbaren Riss in der Starterkerbe nach durchgeführtem Keilspalttest.





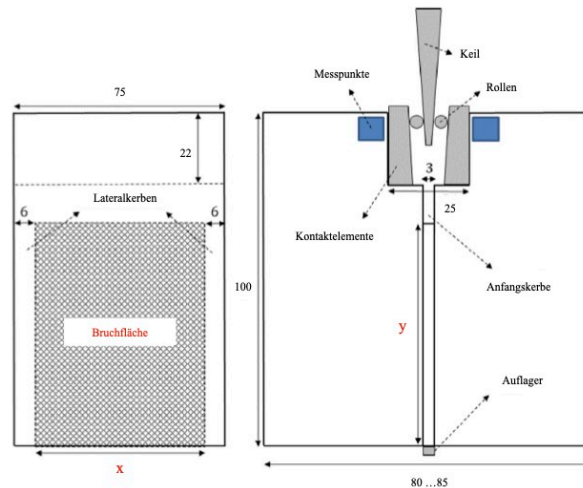
**Abbildung 21: Makroskopisch erkennbarer Riss in der Starterkerbe eines Versuchskörpers nach Durchführung des Keilspalttests**

Die Bruchfläche zeigte bei keinem Test eine farbliche Veränderung als Hinweis auf Oxidation. Abbildung 22 zeigt die Bruchoberfläche an einem nach dem Test gespaltenen Versuchskörper.



**Abbildung 22: Bruchfläche eines gespaltenen Versuchskörpers (post mortem).**

Die Vermessung der Rissoberfläche erwies sich als notwendig zur Auswertung, da es hier bedingt durch die Herstellung der Prüfkörper zu geringen Abweichungen kam, die allerdings einen signifikanten Einfluss auf die berechnete spezifische Bruchenergie bei  $0,15 F_{\max}$  zeigten. Zur Vermessung der Bruchfläche wurde sowohl für deren Höhe  $y$ , als auch für deren Breite  $x$  an 3 verschiedenen Stellen Maß genommen und anschließend der Mittelwert ermittelt. Die nachfolgende Abbildung 23 zeigt die Bemaßungen auf einer Skizze des Versuchskörpers. Die Längen  $x$  und  $y$ , die die Bruchfläche definieren, sind in Rot eingezeichnet. Im Gegensatz zur Bruchfläche hatten die Abweichungen in der Gesamtbreite und -höhe keinen relevanten Einfluss auf die Ergebnisse, weshalb für die Modellbildung zur Simulation hierfür die Durchschnittswerte herangezogen wurden. Sie sind in der Skizze Abbildung 24, wie auch alle anderen Abmessungen, die jenen der üblichen Geometrie entsprachen, in Schwarz eingezeichnet.



**Abbildung 23: Geometrie der verwendeten Probekörper**

Die nachfolgende Tabellen 5 und 6 zeigen die Abmessungen der Höhen und der Breiten der Ligamentflächen der einzelnen Versuchskörper und einen Mittelwert pro Versuchsreihe.

**Tabelle 5: Ligamenthöhe [mm]**

Versuch	25 °C	1300 °C	1400 °C	1500 °C
1	64,32	67,63	65,53	62,83
2	64,15	66,23	64,87	66,87
3	64,67	65,17		
Mittelwert	64,38	66,34	65,2	64,85
St.Abw.	0,217	1,01	0,333	2,02
Rel. St.Abw. [%]	0,34	1,52	0,51	3,11

**Tabelle 6: Ligamentbreite [mm]**

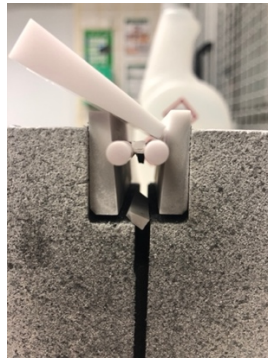
Versuch	25 °C	1300 °C	1400 °C	1500 °C
1	62,28	65,67	65,83	60,27
2	62,45	65,83	61,57	61,95
3	61,93	65,90		
Mittelwert	62,22	65,80	63,7	61,11
St.Abw.	0,217	0,098	2,133	0,840
Rel. St.Abw. [%]	0,35	0,15	3,35	1,37

### 3.3.1 Verschleißerscheinungen der Belastungsteile

Während die Keilspaltversuche bei 1300 °C problemlos verliefen, kam es bei den Versuchen bei 1400 und 1500 °C zu verstärkten Verschleißerscheinungen an den aus Korund gefertigten Aufbauteilen (Keil, Rollen und Kontaktelemente). Nicht bekannte und nicht weiter untersuchte Phasenreaktionen zwischen der Glasur mit den Aufbauteilen führten zu deren Verkleben und zum Teil weiter hin zum Bruch. Das Resultat waren unübliche Sprünge in der Last-

Verschiebungskurve, wie sie in der Kurve des Versuches 1400-2-F zu sehen sind. Als Gegenmaßnahme wurde vor allen späteren Versuchen die Glasur durch vorsichtiges Abschleifen entfernt. Dies hatte keinen Effekt auf das thermomechanische Verhalten, was dadurch belegt ist, dass die Last-Verschiebungskurven der weiteren Versuche abgesehen von den durch das Verkleben hervorgerufenen Fehlstellen, mit den vorherigen übereinstimmten. Darüber hinaus wurde im Ofen eine Reinigungsfahrt mit Luftspülung bei 1500 °C durchgeführt.

Die nachfolgende Abbildung 24 zeigt den Versuchskörper mit gebrochenen Keil nach dem Versuch 1400-2-F. Hierbei kam es zum Bruch des Keils, nachdem dieser mit den Rollen verklebte.

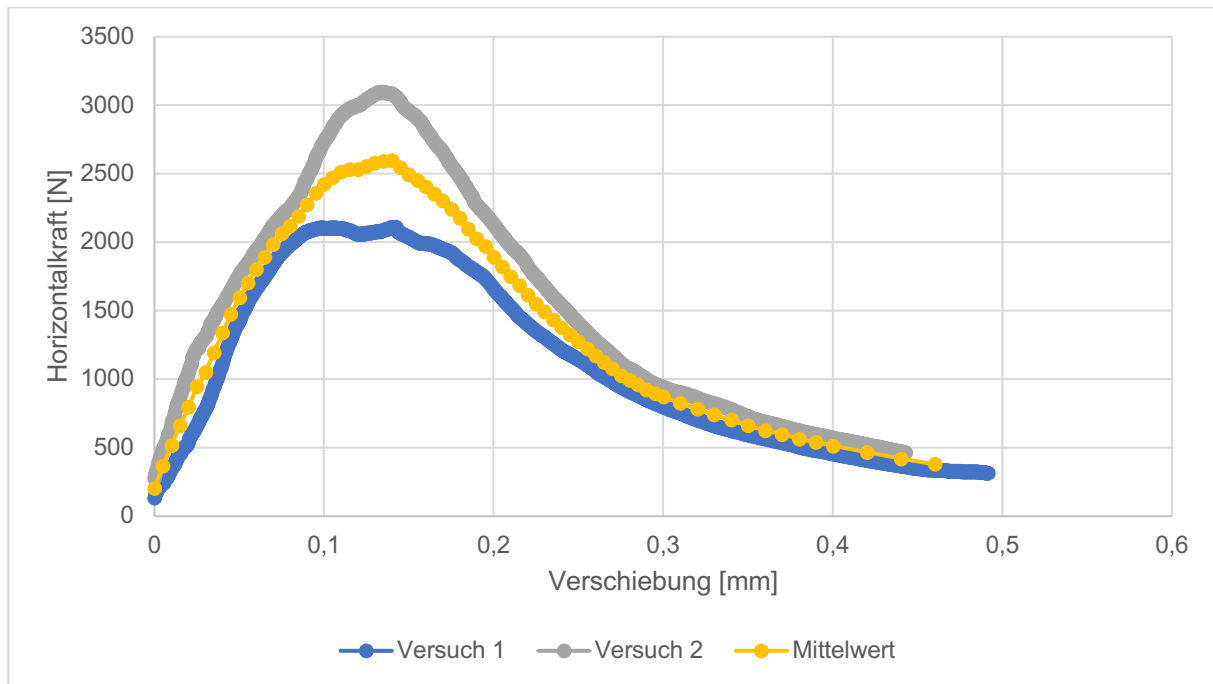


**Abbildung 24: Versuchskörper mit gebrochenen Aufbauteilen**

### **3.3.2 Analytische Auswertung der Versuchsdaten**

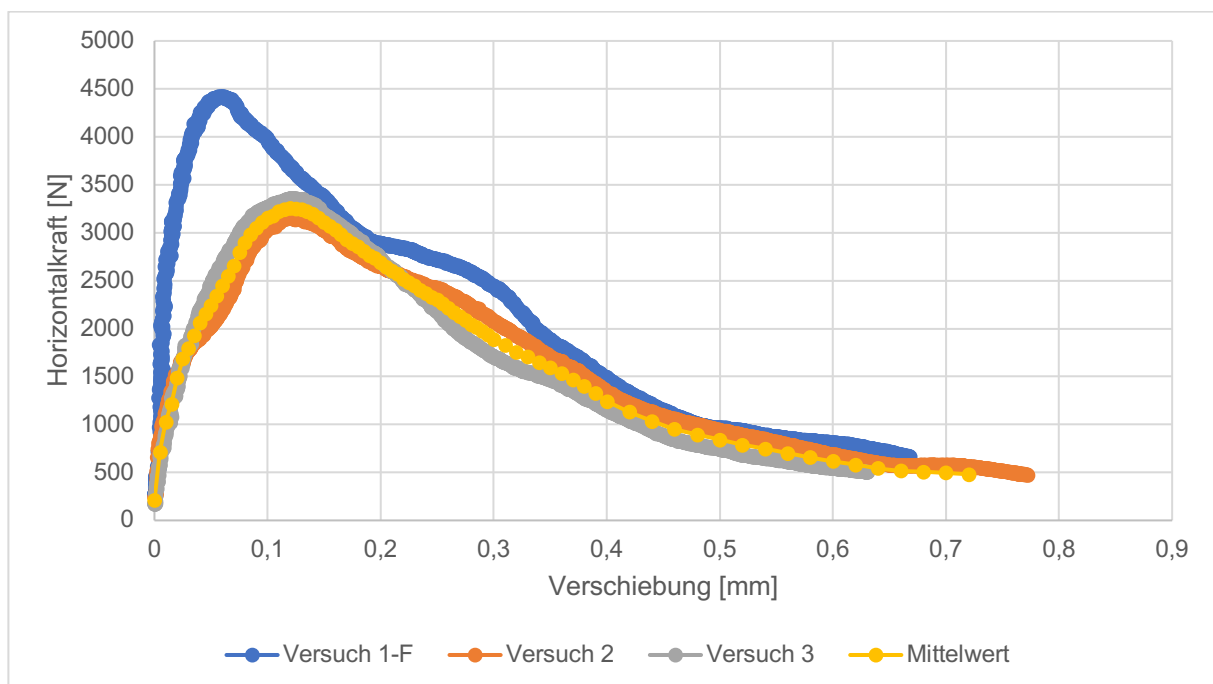
#### **3.3.2.1 Last-Verschiebungskurven**

Die aufgezeichnete Kraft und Verschiebung wurde für die jeweiligen Versuche in einem Diagramm aufgetragen. Um eine Mittelwertkurve mit jenen der einzelnen Versuche einer Temperatur vergleichen zu können wurden die Versuchsdaten interpoliert. Die nachfolgenden Abbildungen 25, 26, 27 und 28 zeigen die Last-Verschiebungskurven der Keilspaltversuche bei 25, 1300, 1400 und 1500 °C.



**Abbildung 25: Last-Verschiebungskurven der Keilspaltversuche bei 25 °C**

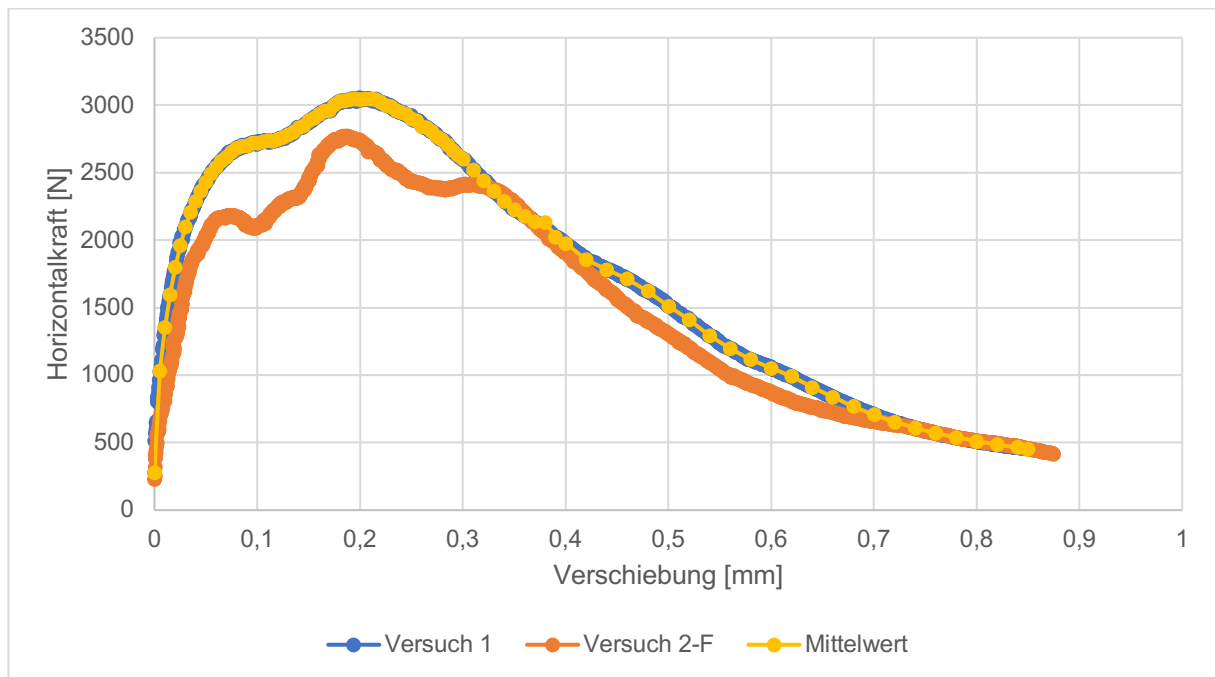
Bemerkenswert ist, dass die maximal erreichte horizontale Kraft bei Raumtemperatur stärker als bei Hochtemperatur schwankte.



**Abbildung 26: Last-Verschiebungs-Kurven der Keilspaltversuche bei 1300 °C**

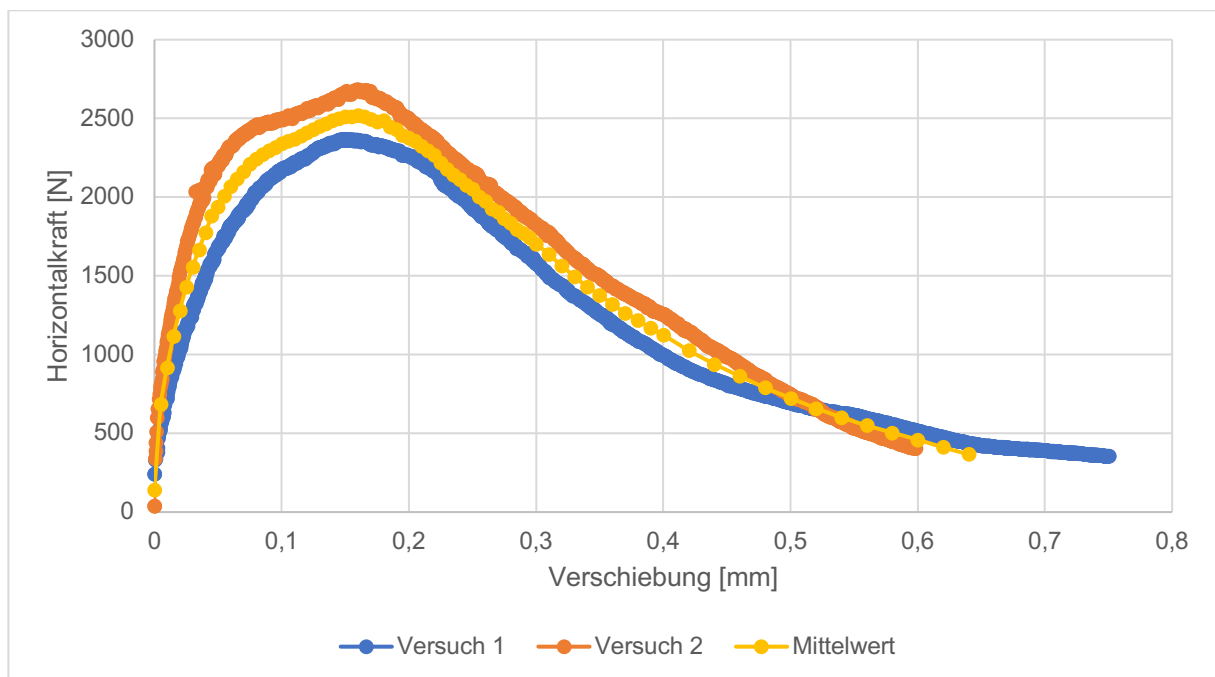
Im Vergleich mit den Ergebnissen bei Raumtemperatur wurden bei 1300°C höhere maximale Kräfte erreicht. Zudem fällt die Last-Verschiebungskurve nach Rissinitiiierung deutlich langsamer ab, was bedeutet, dass mit dem Fortschreiten des Risses mehr Energie konsumiert wird. und Das resultiert in einer höheren spezifischen Bruchenergie.

Bei dem Versuch KST-1300-1-F hatte vor dem aufgezeichneten Versuch bereits einen Temperaturzyklus hinter sich, die Auswirkungen sind klar ersichtlich. Der Anstieg der Kraft ist steiler und er wurde eine deutlich höhere Maximalkraft erreicht. Dies zeigt in Übereinstimmung mit den RFDA-Messungen eine Erhöhung des E-Moduls an.



**Abbildung 27: Last-Verschiebungs-Kurven der Keilspaltversuche bei 1400 °C**

Die erreichte Maximalkraft lag bei den Versuchen bei 1400 °C zwischen jener bei 25 und 1300 °C. Bei dem Versuch KST-1400-2-F sieht man die Auswirkungen des Verklebens der Lastübertragungsteile.



**Abbildung 28: Last-Verschiebungs-Kurven der Keilspaltversuche bei 1500 °C**

Bei 1500 °C wurde die niedrigste Maximalkraft erreicht. Darüberhinaus wurde eine deutlich niedrigere spezifische Bruchenergie aufgezeichnet als bei 1400 °C.

Abschließend zeigt Abbildung 29 die Mittelwertkurven für die Temperaturen im Vergleich.

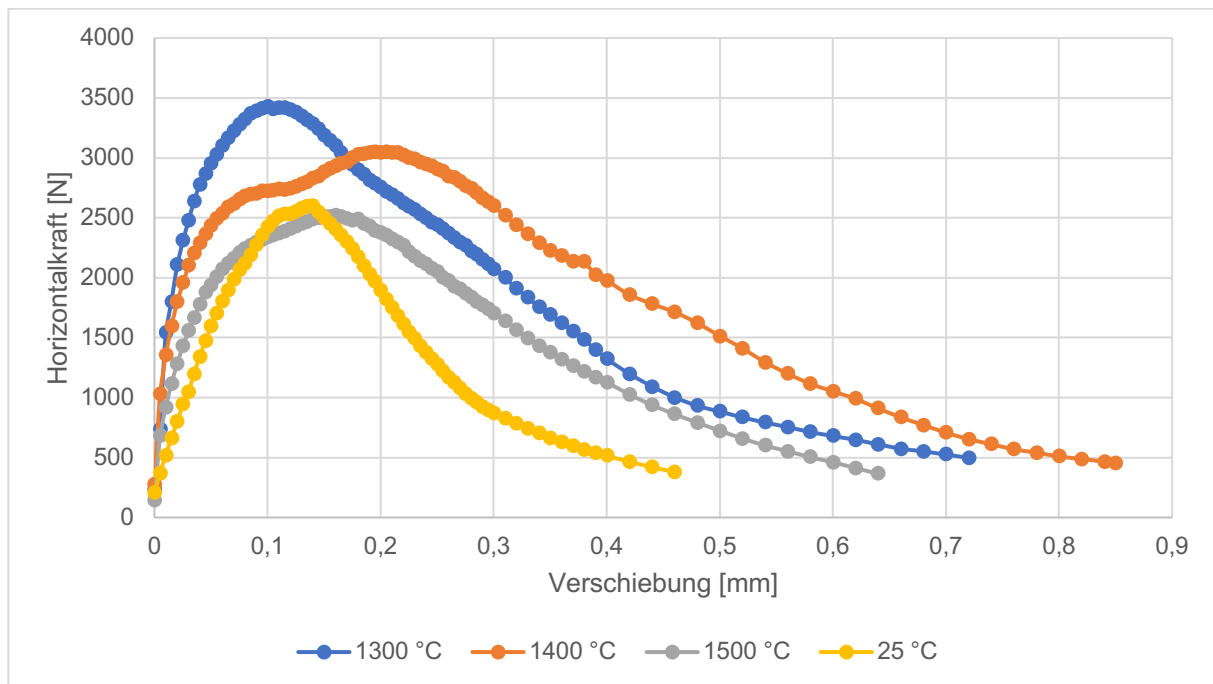


Abbildung 29: Gemittelte Last-Verschiebungs-Kurven bei den verschiedenen Temperaturen

### 3.3.2.2 Spezifische Bruchenergie bis 0,15 $F_{max}$

Die spezifische Bruchenergie bis 0,15  $F_{H,max}$   $G_f'$  wurde numerisch mit der Trapezregel bestimmt. Die nachfolgende Tabelle 7 zeigt die Ergebnisse für die spezifische Bruchenergie bis 0,15  $F_{H,max}$   $\sigma'$ .

Tabelle 7: Spezifische Bruchenergie bis 0,15  $F_{max}$   $G_f'$  [N/m]

Versuch	25 °C	1300 °C	1400 °C	1500 °C
1	135	-	347	240
2	-	276	333	236
3	171	250	-	-
Mittelwert	153	263	340	238

Die spezifische Bruchenergie steigt von 1300 auf 1400 °C stark an und fällt dann auf 1500 °C wieder ab.

### 3.3.2.3 Kennzahlen zur Charakterisierung des thermo-mechanischen Verhaltens

Für die Berechnung des  $R$ -Parameters nach Kingery wurde als Festigkeitsparameter die nominelle Kerbzugfestigkeit verwendet. Die Kennzahl wurde gemäß Formel (25) berechnet.

$$R = \frac{\sigma_{NT} \cdot (1-\nu)}{\alpha \cdot E(T)} \quad (25)$$

Die nachfolgende Tabelle 8 gibt einen Überblick über die berechneten  $R$ -Parameter.

**Tabelle 8: R-Parameter [K] berechnet aus  $\sigma_{NT}$  und dem dynamischen E-Modul**

Versuch	25 °C	1300 °C	1400 °C	1500 °C
1	208	-	69,7	71,2
2	-	66,2	69,1	68,0
3	302	73,0	-	-
Mittelwert	255	69,6	69,4	69,6

Eine weitere Größe zur Beschreibung des Widerstandes gegenüber Rissinitiierung ist der  $R_{st}$ -Parameter nach Hasselmann, gemäß (7) abhängig von der spezifischen Bruchenergie bzw. der spezifischen Bruchoberflächenenergie. Zu dem kritischen Spannungsintensitätsfaktor für einen Mode I Bruch besteht der in (8) gezeigte Zusammenhang. Die nachfolgende Tabelle 9 zeigt die direkt aus den Keilspaltversuchen ausgewerteten  $R_{st}$ -Parameter, deren Berechnung  $G_f'$  (die spezifische Bruchenergie bis 0,15  $F_{max}$ ) zu Grunde liegt.

**Tabelle 9:  $R_{st}$ -Parameter [ $K \cdot \sqrt{m}$ ] berechnet aus  $G_f'$**

Versuch	25 °C	1300 °C	1400 °C	1500 °C
1	44,4	-	24,8	21,3
2	-	21,9	24,3	21,1
3	50,1	20,8	-	-
Mittelwert	47,3	21,4	24,6	21,2

Die nachfolgende Tabelle 10 zeigt die gemäß (8) berechneten kritischen Spannungsintensitätsfaktoren.

**Tabelle 10: Kritische Spannungsintensitätsfaktoren [ $MPa \cdot \sqrt{m}$ ] berechnet aus  $G_f'$**

Versuch	25 °C	1300 °C	1400 °C	1500 °C
1	27,7	-	60,5	47,4
2	-	56,6	59,3	46,9
3	31,2	53,8	-	-
Mittelwert	29,5	55,2	59,9	47,2

Das Thermoschockbeständigkeitsparameter  $R''''$  quantifiziert den Widerstand eines Materials gegenüber Rissausbreitung.  $R''''$  entspricht der charakteristischen Länge  $l_{ch}$ , geteilt durch den Faktor 2, wie (12) zeigt. Die nachfolgende Tabelle 11 zeigt die gemäß (12) berechneten  $R''''$ -Parameter.

**Tabelle 11:  $R''''$ -Parameter [mm] berechnet aus  $G_f'$**

Versuch	25 °C	1300 °C	1400 °C	1500 °C
1	29,3	-	81,3	57,3
2	-	70,0	79,3	61,7
3	17,6	52,1	-	-
Mittelwert	23,4	61,0	80,3	59,5

Die dimensionslose Sprödigkeitszahl  $B$  gibt eine Aussage über die Stabilität der Rissbildung. Für  $B$  kleiner als 2 wird im Zugversuch stabile Rissbildung erwartet, für  $B$  größer als 2 instabile. Die nachfolgende Tabelle 12 zeigt die aus  $G_f'$  ermittelten Sprödigkeitszahlen.

**Tabelle 12: Sprödigkeitszahl  $B$  [-] berechnet aus  $G_f'$**

Versuch	25 °C	1300 °C	1400 °C	1500 °C
1	1,10	-	0,403	0,548
2	-	0,473	0,409	0,542
3	1,84	0,626	-	-
Mittelwert	1,47	0,550	0,406	0,545

Abschließend gibt die nachfolgende Tabelle 13 einen Überblick über Mittelwerte der ausgewerteten Kennzahlen zu den jeweiligen Temperaturschritten.

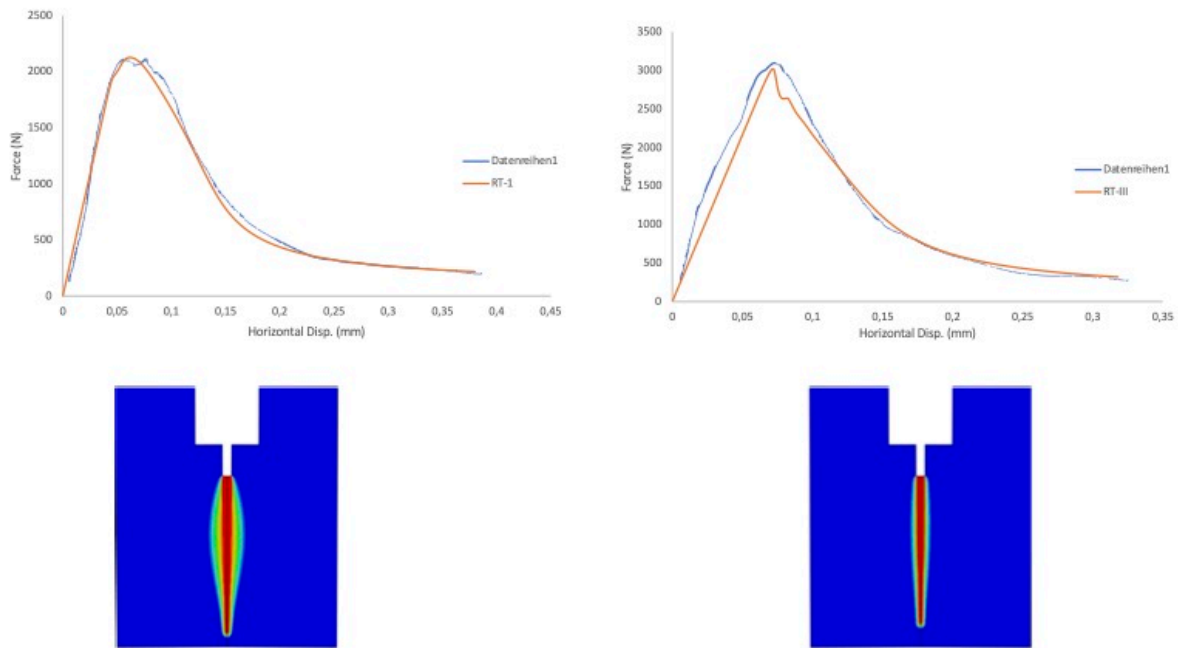
**Tabelle 13: Mittelwerte der Kennzahlen zu den jeweiligen Temperaturen, ausgehend von  $G_f'$**

Größe [Einheit]	$R$ [K]	$R_{st}$ [K $\sqrt{m}$ ]	$K_{IC}$ [MPa $\sqrt{m}$ ]	$R''''$ [mm]	$B$ [-]
25 °C	255	23,4	29,5	23,4	1,47
1300 °C	69,6	21,4	55,2	61,0	0,550
1400 °C	69,4	24,6	59,9	80,3	0,406
1500 °C	69,6	21,2	47,2	59,5	0,545

### 3.3.2.4 Inversensimulation basierend auf dem GED-Modell

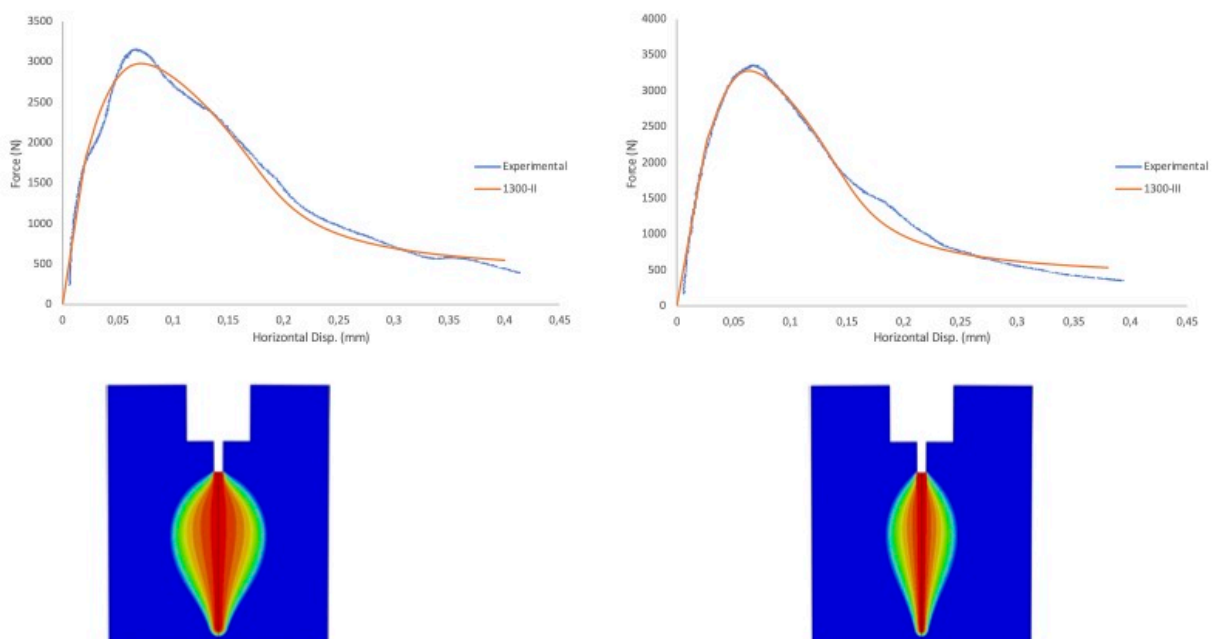
Über eine inverse Kurvenanpassung mit dem GED-Modell konnten die Last-Verschiebungs-Kurven aus den Laborversuchen im Wesentlichen reproduziert werden. Die nachfolgenden Abbildungen (30 – 33) zeigen jeweils die Versuchskurven mit den korrespondierenden simulierten Kurven eines Temperaturschrittes.





**Abbildung 30: Last-Verschiebungs-Kurven und Prozesszone der GED-Modelle bei Raumtemperatur**

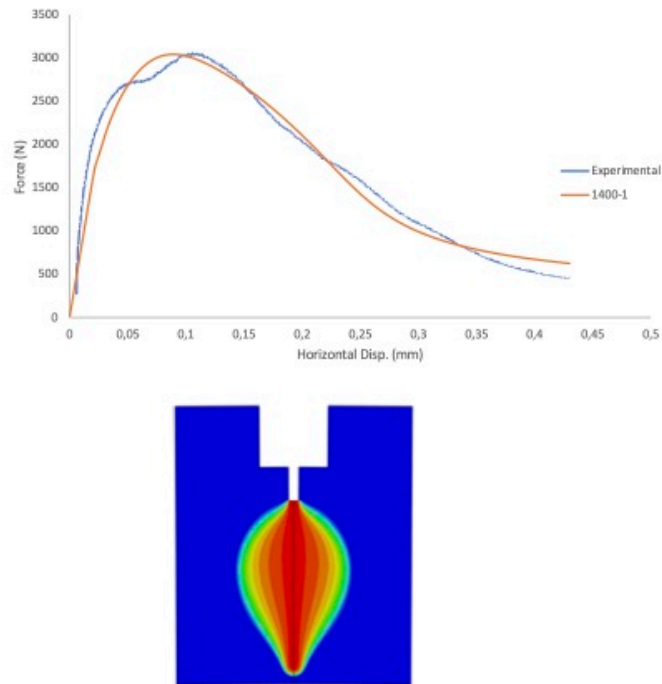
Schon bei den Simulationen bei Raumtemperatur zeigt sich, dass die Qualität der Kurvenanpassung sehr stark mit der Güte der Daten aus den Experimenten variiert. Sofern Ungenauigkeiten durch Kontakteffekte zwischen Keil, Rollen und den sonstigen Aufbauteilen minimiert werden können, liefert das GED-Modell einen guten Fit.



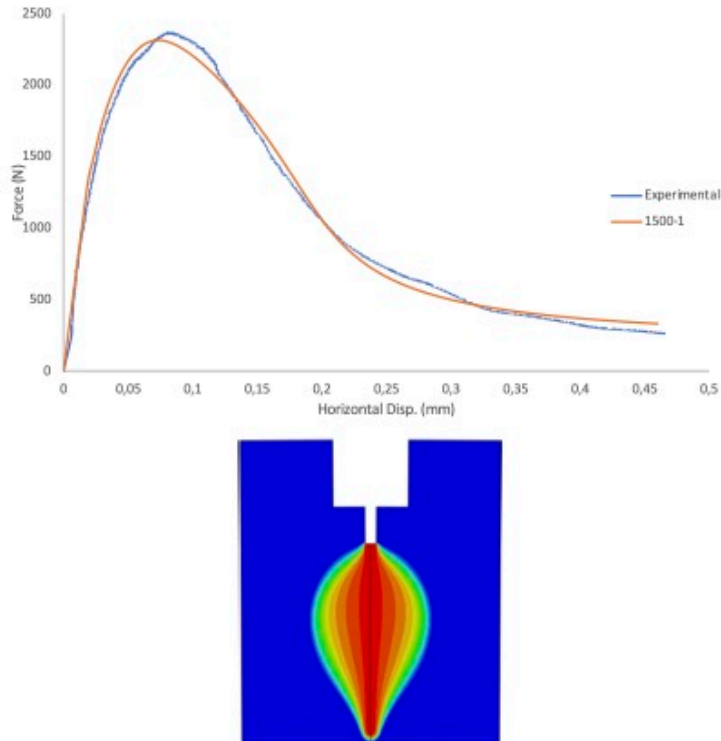
**Abbildung 31: Last-Verschiebungs-Kurven und Prozesszone der GED-Modelle bei 1300 °C**

Bei den Versuchen bei Hochtemperatur zeigten die natürlichen Inhomogenitäten im Material einen geringeren Einfluss. Das zeigte sich in den Ergebnissen der berechneten R-Parameter – die näher beisammen lagen – ebenso wie in der Qualität der Kurvenanpassung durch das

Modell. Bei den Versuchen bei 1300 °C kann der typische Effekt, des Überschätzens der Prozesszone bereits beobachtet werden.



**Abbildung 32: Last-Verschiebungs-Kurven und Prozesszone der GED-Modelle bei 1400 °C**



**Abbildung 33: Last-Verschiebungs-Kurven und Prozesszone der GED-Modelle bei 1500 °C**

## 3.4 Untersuchung des Druckkriechverhaltens

### 3.4.1 Durchführung der Druckkriechversuche

Die Druckkriechversuche wurden gemäß dem in 2.5.2 gezeigten Aufbau durchgeführt. Vor und nach jedem Versuch wurden die Proben vermessen und gewogen. Die Höhe der zylindrischen Probekörper betrug 70 mm und der Durchmesser 35 mm mit einer Toleranz von -0,5 mm. Nach jedem Versuch wurden die Proben erneut gewogen um den Glühverlust zu bestimmen. Der mittlere Glühverlust betrug bei 1300 °C 1,82 %, bei 1400 °C 2,61 % und bei 1500 °C 3,53 %. Abbildung 34 veranschaulicht den Glühverlust bildlich anhand von bei verschiedenen Temperaturen getesteten Probekörper.



**Abbildung 34: Glühverlust bei den DKV, v.l.n.r.: ungetestet, 1300 °C, 1400 °C, 1500 °C**

Der Versuchsaufbau wurde in der Prüfmaschine zentriert. Um die ordnungsgemäße Positionierung der Probe, mit dem Schwerpunkt des Aufbaus innerhalb der Wirkungslinie der durch den Stempel aufgebrachtten Kraft zu gewährleisten, wurde ein Vorversuch an der kalten Probe mit einem Druck von 0,3 MPa durchgeführt. Als Kriterium für eine ausreichend gute Zentrierung des Aufbaus galt, dass beide mechanische Extensometer eine mit einer Druckspannung korrespondierende positive Verschiebung aufzeichnen und die Werte nicht mehr als 40 Mikrometer voneinander abweichen. Die nachfolgende Abbildung 35 zeigt den Versuchsaufbau, Abbildung 36 die Prüfmaschine.



**Abbildung 35: A.) Versuchsaufbau vor dem Test; B.) Verwendete Versuchsaufbauteile; vergleich hierzu Abbildung 11 - den schematischen Versuchsaufbau**



**Abbildung 36: Druckkriechprüfmaschine während der Aufheizphase**

Der Ofen wurde mit einer Heizrate von 5 – 10 °C pro Minute auf die Prüftemperatur erhitzt, die dann für eine Stunde zur thermischen Homogenisierung innerhalb der Probe gehalten wurde. Während des Aufheizens wurden die Öffnungen des Ofens mit einer hochtemperaturbeständigen mineralischen Dämmwolle gefüllt um den Ofen zu dämmen.

Nach dem Ende der Haltezeit wurden die mechanischen Extensometer angelegt und die Belastung aufgebracht. Der gewünschte Druck wurde durch Bewegung des Stempels mit maximal 0,3 mm/min aufgebracht. Grundsätzlich sollten die Druckkriechversuche bis zum Versagen im tertiären Kriechstadium durchgeführt werden, allerdings wirkt sich der Glühverlust limitierend auf die Versuchsdauer aus. Ein Glühverlust von 3 % bei einem Kohlenstoffgehalt der Probe von 30% würde bedeuten, dass bereits 10 % des Bindekohlenstoffes oxidiert sind, deshalb wurde für die Versuche eine maximale Prüfdauer von 5 Stunden vorgesehen, um den Glühverlust in Grenzen zu halten. Für jeden der betrachteten Druck-Temperatur-Zustände wurden zwei bis drei Versuche durchgeführt. Versuche bei denen die Extensometer blockiert hatten, wurden verworfen und in den nachfolgenden Auswertungen nicht berücksichtigt.

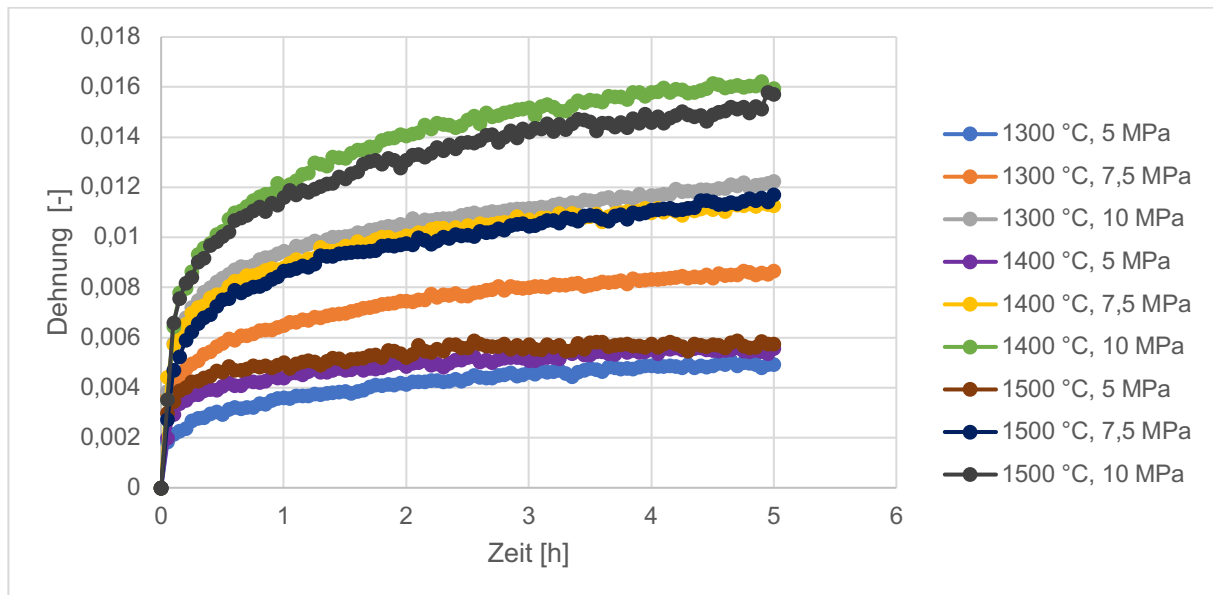
### **3.4.2 Bearbeitung der Messergebnisse**

Vor der Auswertung der Dehnungs-Zeit-Diagramme wurden die Messergebnisse bearbeitet. Zu Beginn der Messungen wurden durch die Software negative Werte für die Verschiebung – korrespondierend mit einer Zugdehnung – aufgezeichnet. Als Ursache hierfür wird das Anlegen der Extensometer vermutet. Die Korrektur erfolgte, indem der Nullpunkt für die Aufzeichnung der Verschiebung an die Stelle des größten negativen Wertes gelegt wurde. Dies ist darüber hinaus dadurch gerechtfertigt, dass der für die Korrektur gewählte Nullpunkt im Wesentlichen dem Kriechbeginn entsprach, der durch die Software detektiert wird. Der beobachtete Effekt ist stark temperaturabhängig, insofern steigt der Bedarf die Versuchsdaten zu korrigieren stark mit der Temperatur an. Während die Korrektur bei den Versuchen bei 1300 °C kaum einen signifikanten Einfluss hatte, lieferten die Versuche bei 1500 °C ohne Korrektur abweichende Ergebnisse.

### 3.4.3 Gesamte Dehnung – Zeit Diagramme

Aus der mit den mechanischen Extensometern gemessenen Verschiebung wurde die gesamte Dehnung – Kriechdehnung und elastische Dehnung – ermittelt und über die Zeit aufgetragen.

Die nachfolgende Abbildung 37 gibt einen Überblick über die gemittelte Dehnung aller Versuche einer Spannungs-Temperatur Kombination über die Zeit.



**Abbildung 37: Übersicht über die Dehnungs-Zeit-Diagramme aller untersuchten Druck-Temperatur-Kombinationen**

Wie aus den Diagrammen ersichtlich, konnte das dritte Kriechstadium in keinem Fall vor Ablauf der Versuchsdauer von 5 Stunden beobachtet werden.

Die Druck- beziehungsweise Temperaturabhängigkeit des Kriechverhaltens wird besser veranschaulicht durch die Betrachtung der Druckkriechversuche unter verschiedenen Drücken bei der gleichen Temperatur, beziehungsweise durch die Betrachtung der Versuche bei gleichem Druck mit unterschiedlicher Temperatur.

Die nachfolgenden Abbildungen 38-40 zeigen die für die jeweilige Temperatur Spannungs-kombination gemittelten Ergebnisse der Druckkriechversuche bei 1300, 1400 und 1500 °C.

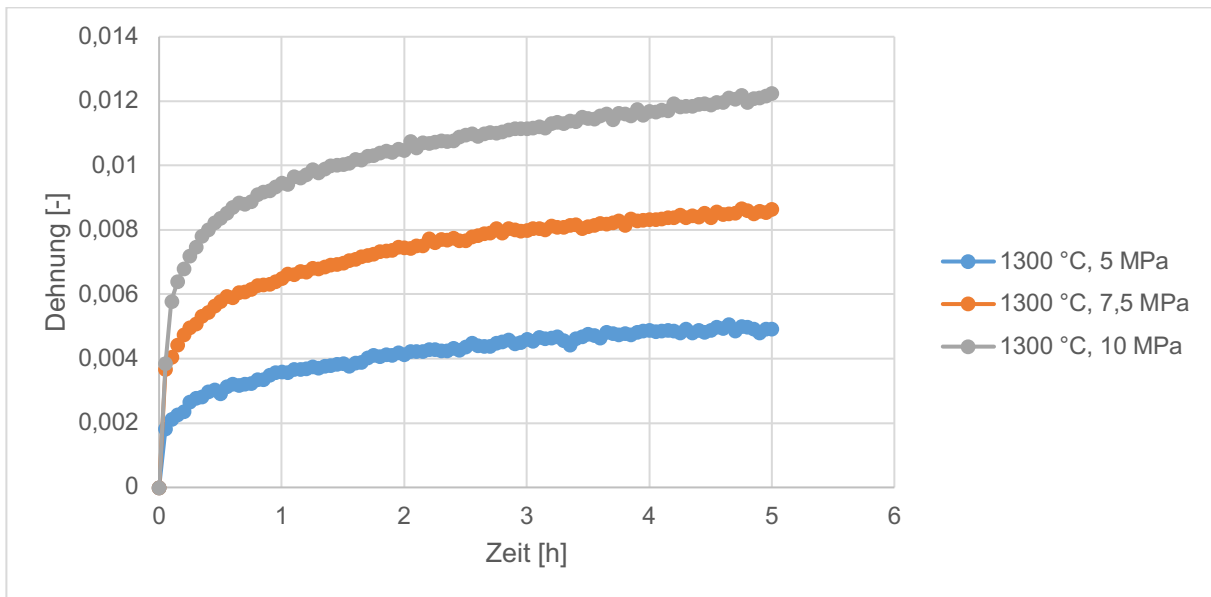


Abbildung 38: Dehnungs-Zeit-Diagramme der Druckkriechversuche bei 1300 °C

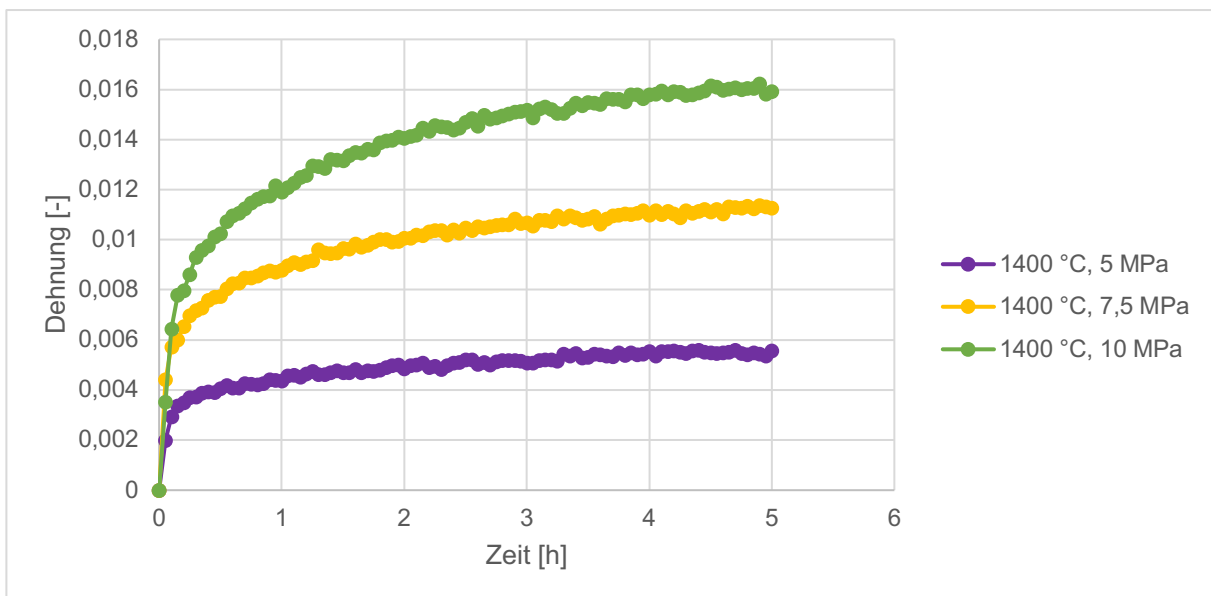
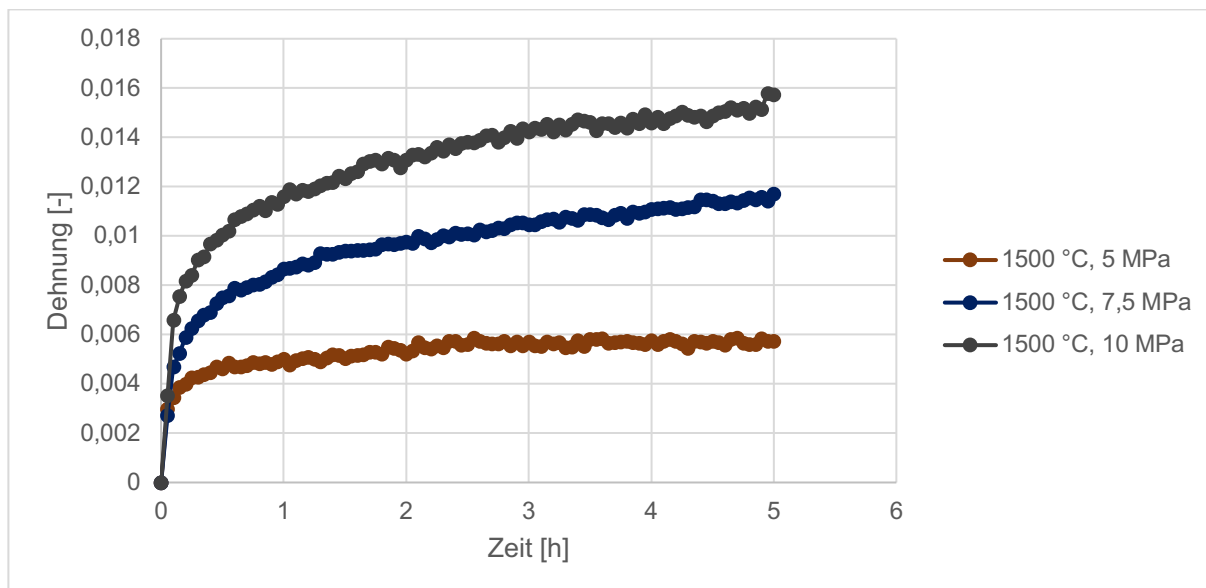


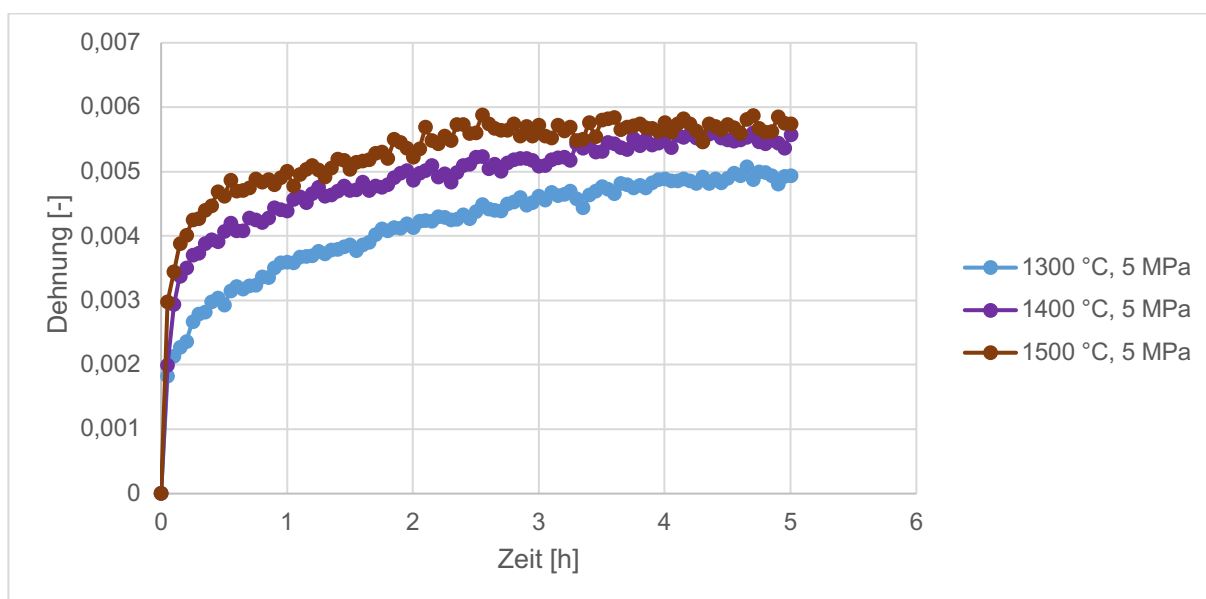
Abbildung 39: Dehnungs-Zeit-Diagramme der Druckkriechversuche bei 1400 °C



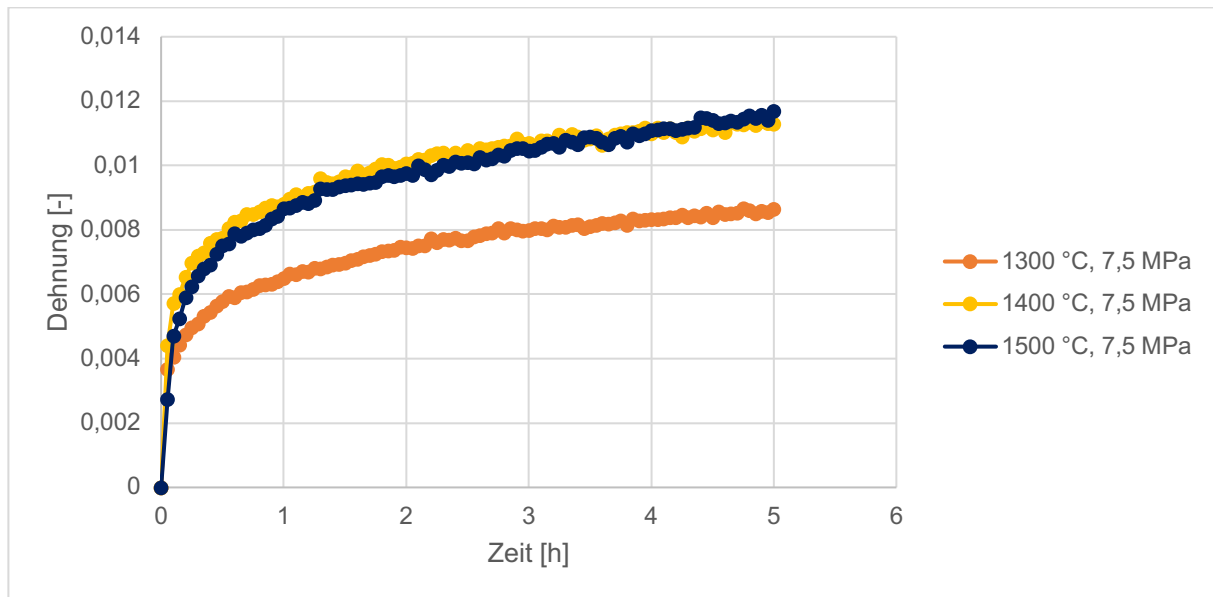
**Abbildung 40: Dehnungs-Zeit-Diagramme der Druckkriechversuche bei 1500 °C**

Die Abbildungen zeigen, dass ein höherer Druck erwartungsgemäß immer zu einer höheren Dehnung führt. Die Zunahme der Dehnungen mit den Drucksteigerungen ist in einer ähnlichen Größenordnung, dies ist am Abstand der einzelnen Kurven zueinander ersichtlich.

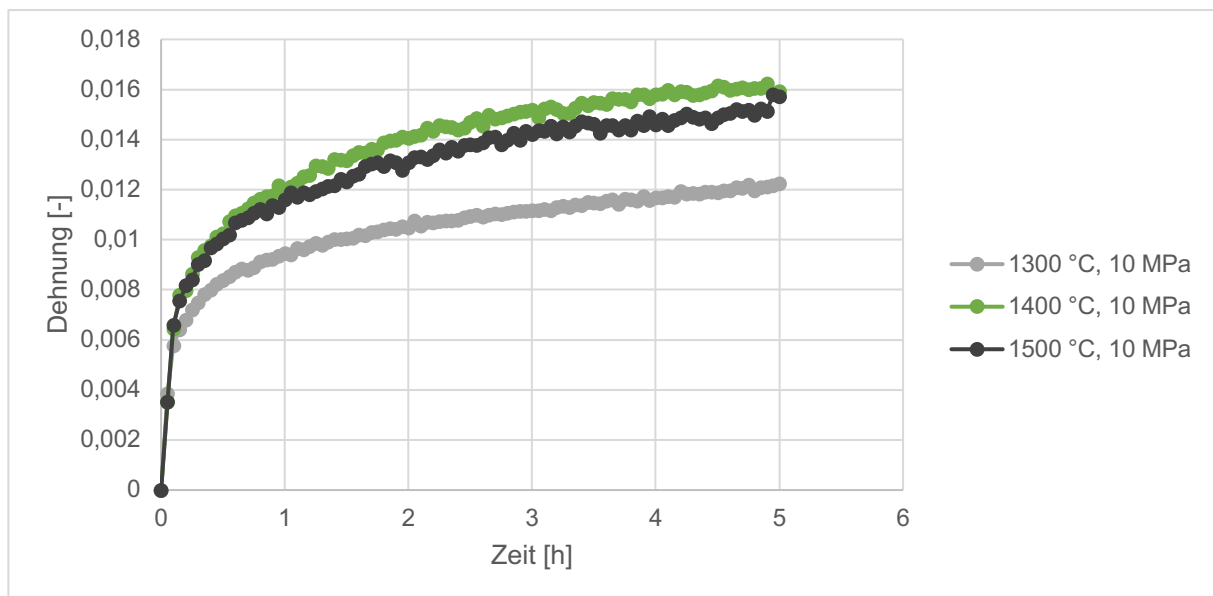
Hingegen liegen die Dehnungen gemessen für gleiche Drücke und unterschiedlichen Temperaturen oft nahe beieinander, wie die nachfolgenden Abbildungen zeigen.



**Abbildung 41: Dehnungs-Zeit-Diagramme der Druckkriechversuche bei 5 MPa**



**Abbildung 42: Dehnungs-Zeit-Diagramme der Druckkriechversuche bei 7,5 MPa**



**Abbildung 43: Dehnungs-Zeit-Diagramme der Druckkriechversuche bei 10 MPa**

Während bei 1300 °C bei allen Drücken erwartungsgemäß die geringste Dehnung gemessen wird, ist bei 1400 °C und 1500 °C entgegen der Erwartung in etwa die selbe Dehnung zu beobachten. Die kleine Differenz der Dehnung zwischen 1400 und 1500 °C ist auf Reaktionen im Probenmaterial zurückzuführen. Daraus kann gefolgert werden, dass der Einfluss der Temperatur nicht konstant ist, beziehungsweise, dass es zwischen 1400 und 1500 °C zu einer temperaturabhängigen Veränderung im Druckkriechverhalten kommt.

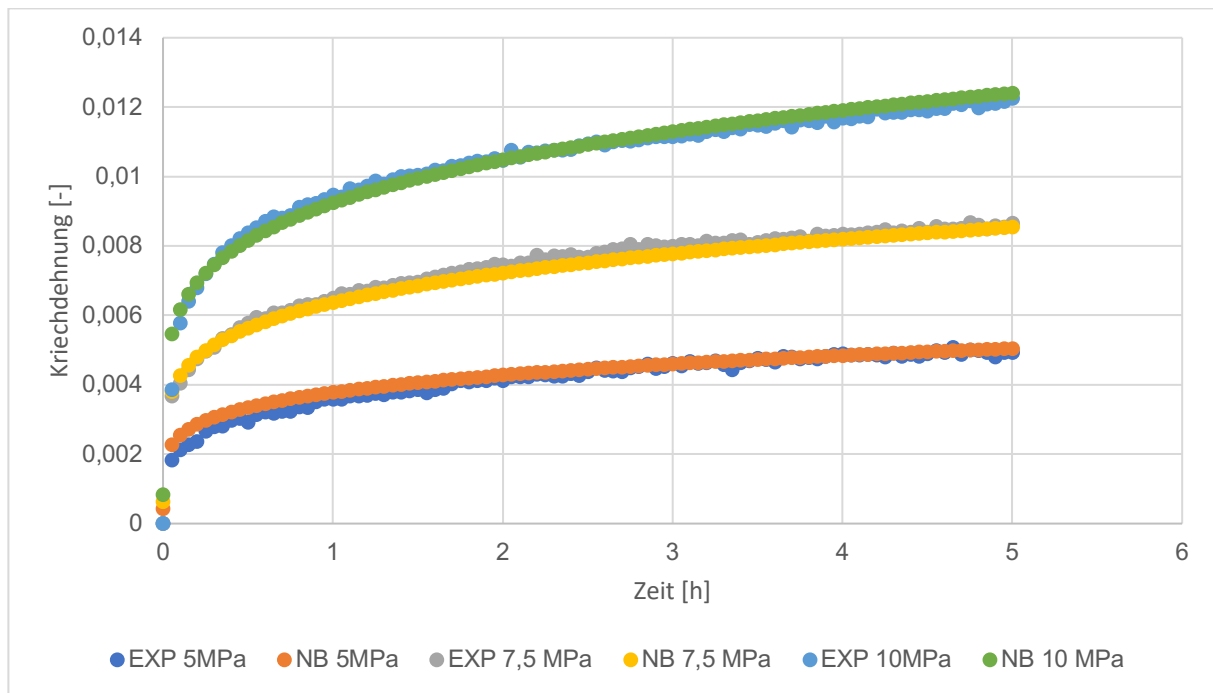
### 3.4.4 Auswertung der Norton-Bailey-Kriechparameter

Die Norton-Bailey-Kriechparameter für das erste Kriechstadium wurden über ein Minimierungsverfahren – auf Basis der Methode der generalisierten reduzierten Gradienten (GRG) – jeweils für 1270, 1370 und 1470 °C ausgewertet. Hierzu wurde die Kriechdehnung mit dem Norton-Bailey (NB) Gesetz (24) berechnet und mit der im Experiment (EXP)



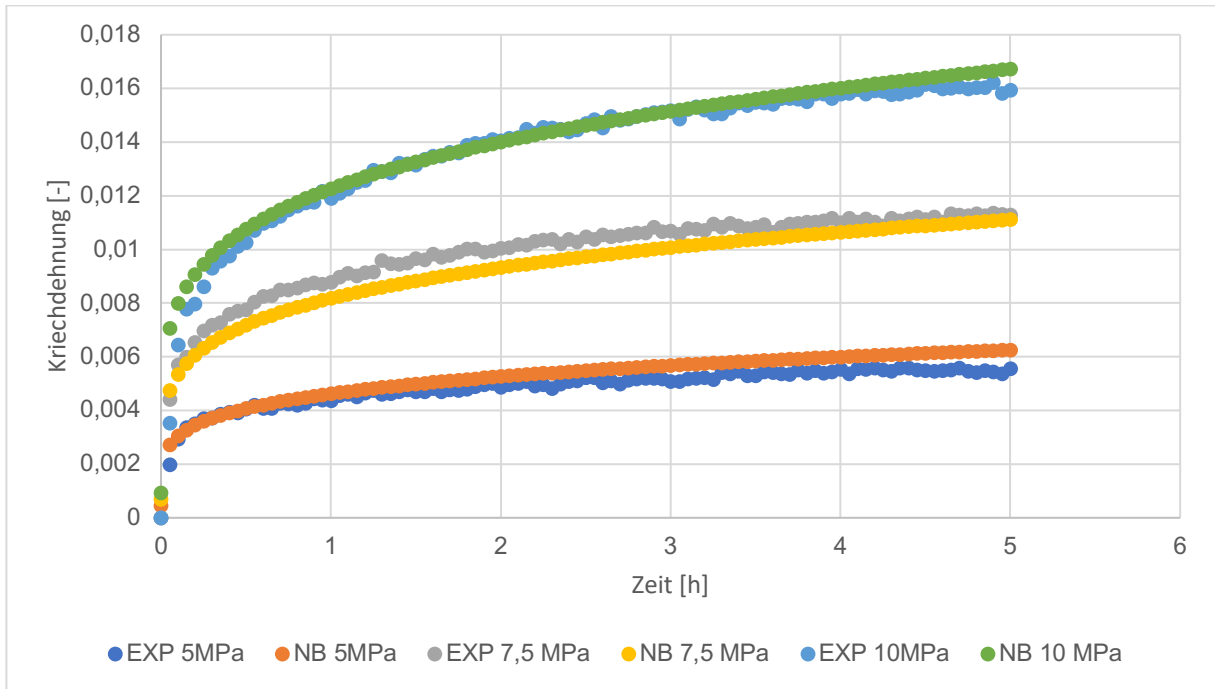
gemessenen Kriechdehnung verglichen. Die NB-Kriechparameter wurden initial geschätzt und dann über die Minimierung der Summe der Fehlerquadrate angepasst. Zur Lösung wurde das Solver-Add-In der Software Microsoft Excel verwendet. Zusätzlich wurde die Differenz zwischen Ofen- und Proben temperatur – die bedingt durch den Aufbau mit der Kohlegriesschüttung im Mittel 30 °C beträgt – berücksichtigt.

Die nachfolgenden Abbildungen 44, 45 und 46 zeigen jeweils für eine Temperatur den Vergleich der Kriechdehnungen aus den Experimenten (EXP) mit den angepassten Kurven, berechnet mittels NB-Kriechgesetz (NB).



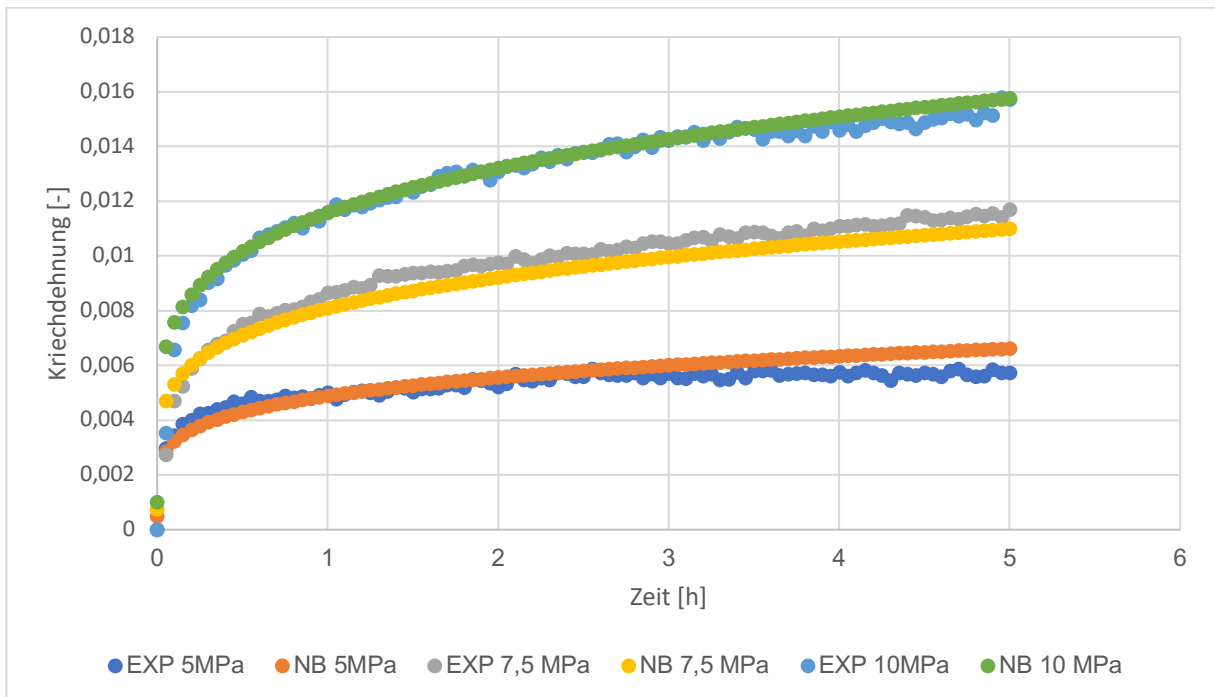
**Abbildung 44: Kurvenanpassung zur Auswertung der NB-Kriechparameter bei 1270 °C**

Die Summe der Fehlerquadrate über alle Drücke beträgt für die Kurvenanpassungen mit jeweils 101 Datenpunkten bei 1270 °C  $1,35 \cdot 10^{-5}$ .



**Abbildung 45: Kurvenanpassung zur Auswertung der NB-Kriechparameter bei 1370 °C**

Die Summe der Fehlerquadrate über alle Drücke beträgt für die Kurvenanpassungen mit jeweils 101 Datenpunkten bei 1370 °C  $8,35 \cdot 10^{-5}$ .



**Abbildung 46: Kurvenanpassung zur Auswertung der NB-Kriechparameter bei 1470 °C**

Die Summe der Fehlerquadrate über alle Drücke beträgt für die Kurvenanpassungen mit jeweils 101 Datenpunkten bei 1470 °C  $7,27 \cdot 10^{-5}$ .

Neben den NB-Kriechparameter wurden auch die Parameter für das NB-Kriechgesetz in Abaqus in der strain-hardening Formulierung ermittelt. Es gelten die nachfolgend gezeigten formelmäßigen Zusammenhänge:

Das NB-Kriechgesetz allgemein sei:

$$\dot{\varepsilon}_{cr}' = K \cdot q^N \cdot \varepsilon_{cr}^a \quad (26)$$

Hierbei ist N der Spannungsexponent, a der Kriechdehnungsexponent und K die temperaturabhängige Formel.

Das NB-Kriechgesetz in Abaqus (strain-hardening) sei:

$$\dot{\varepsilon}_{cr}' = (Aq^n)^{\frac{1}{1+m}} \cdot [(1+m)\varepsilon_{cr}]^{\frac{m}{m+1}} \quad (27)$$

q bezeichnet sowohl in (26), als auch in (27) eine Spannung.

Zwischen den Parametern K, N, a aus (26) und m, n, A aus (27) bestehen folgende Zusammenhänge:

$$m = \frac{a}{1-a} \quad (28)$$

$$n = \frac{N}{1-a} \quad (29)$$

$$A = \left[ \frac{K}{\left(\frac{1}{1-a}\right)^a} \right]^{\frac{1}{1-a}} \quad (30)$$

Die nachfolgende Tabelle 14 gibt einen Überblick über die ausgewerteten Parameter:

**Tabelle 14: Kriechparameter**

T [°C]	NB-Kriechparameter			Für Abaqus (strain hardening)		
	N [-]	a [-]	K [MPa <sup>-n</sup> s <sup>-1</sup> ]	n [-]	m [-]	A [MPa <sup>-n</sup> s <sup>-1</sup> ]
1270	6,656	- 4,033	4,363E-22	1,323	- 0,8013	1,5606E-5
1370	7,035	- 3,865	1,814E-21	1,446	- 0,7945	1,5527E-5
1470	6,138	- 3,835	1,173E-20	1,270	- 0,7932	2,1611E-5

Zusätzlich veranschaulichen die folgenden Abbildungen 47 bis 49 die Ergebnisse grafisch.

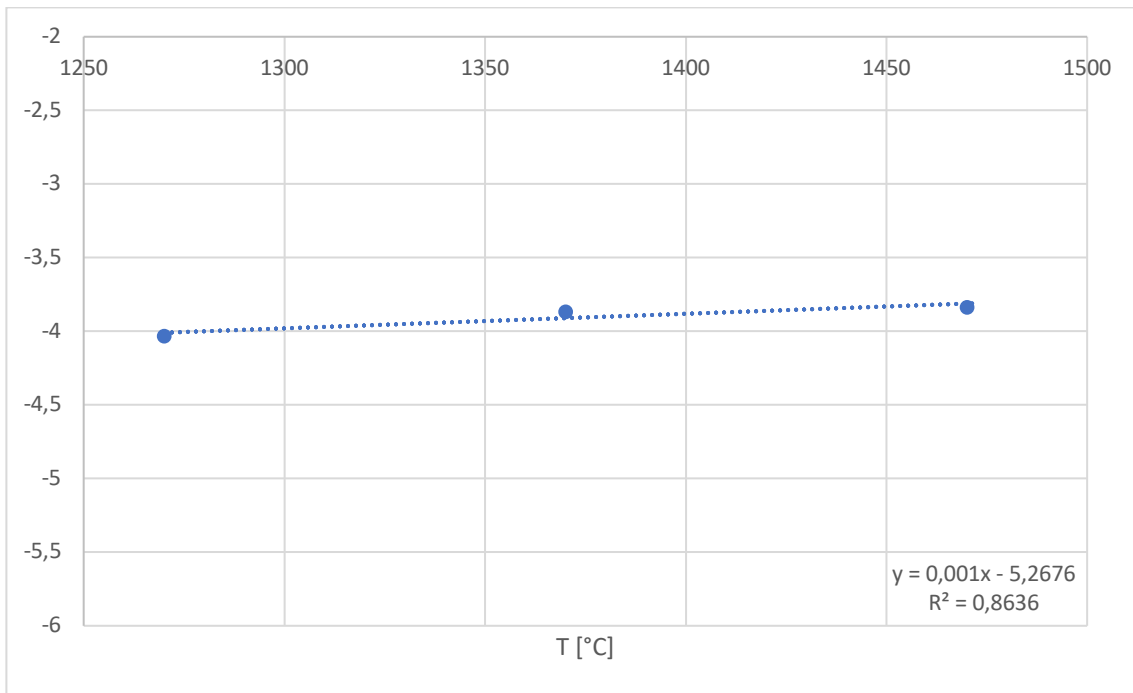


Abbildung 47: Ergebnisse für den Kriechdehnungsexponenten a

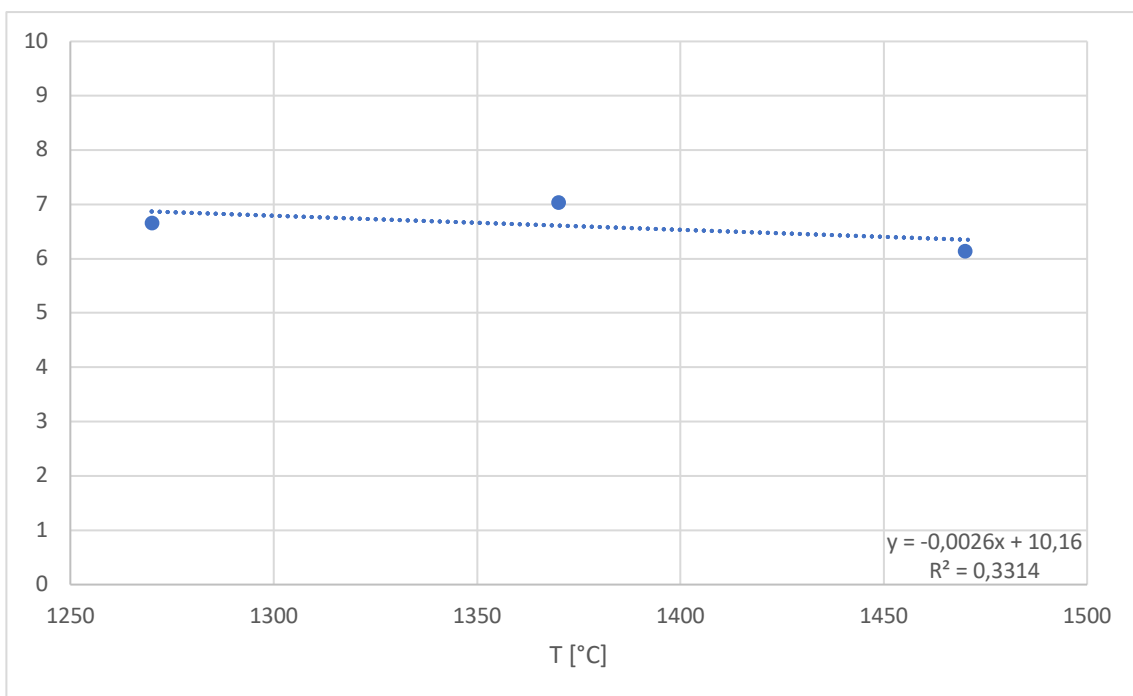
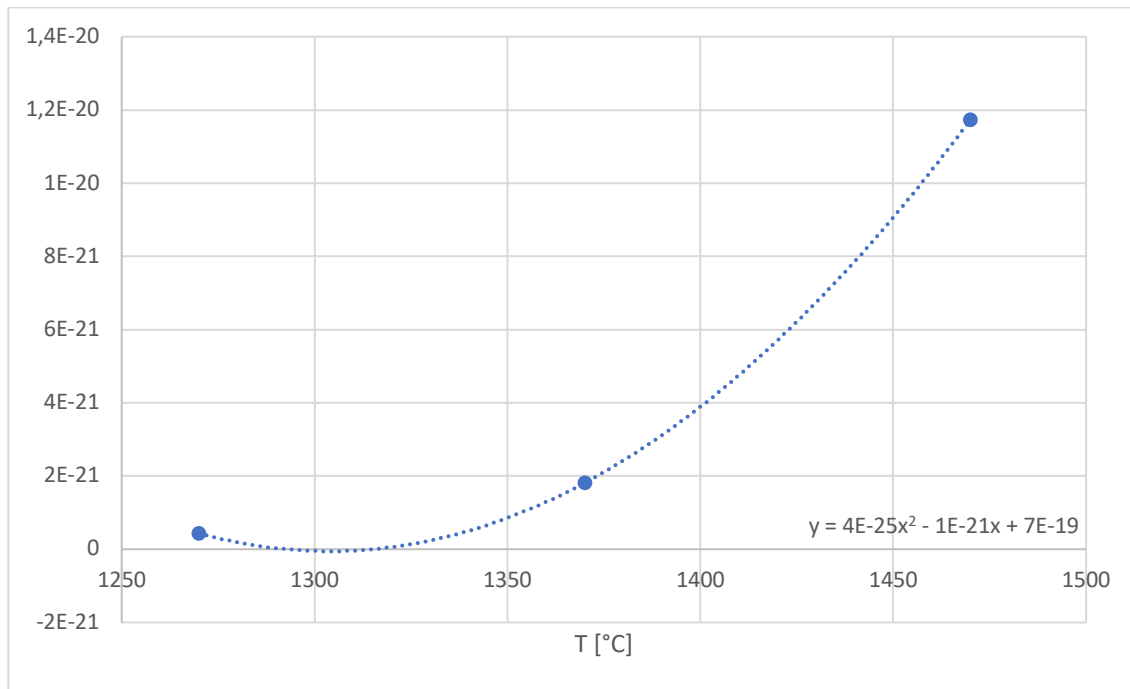


Abbildung 48: Ergebnisse für den Spannungsexponenten N

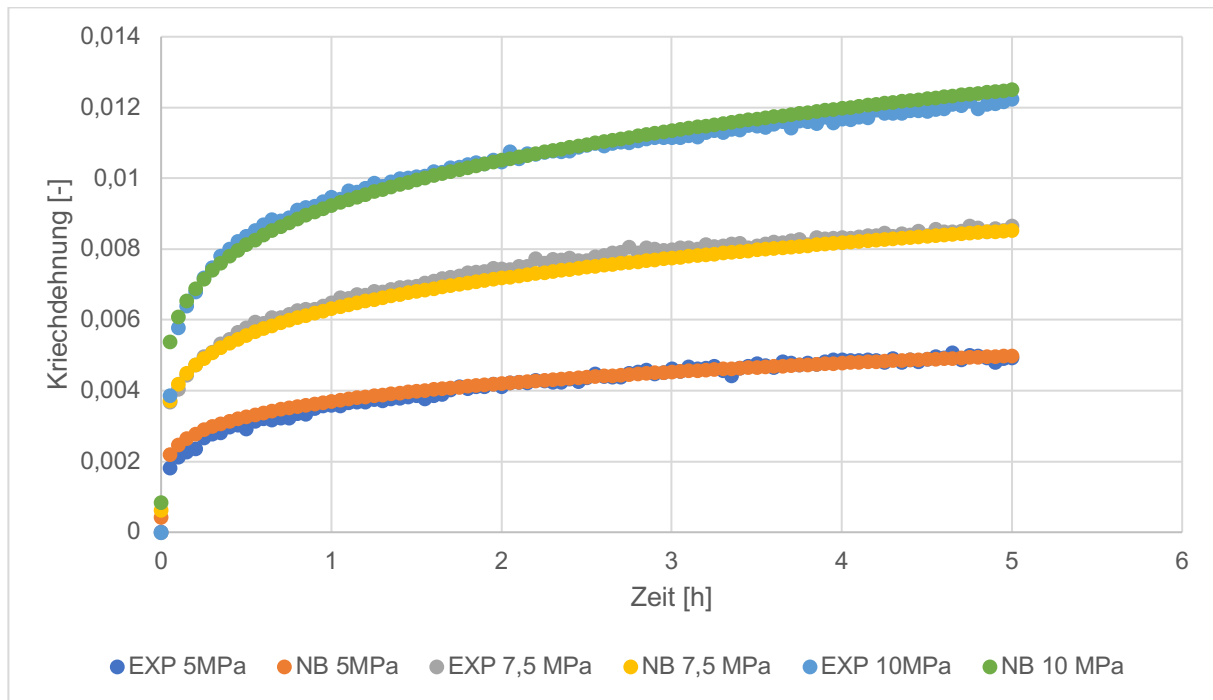


**Abbildung 49: Ergebnisse für die temperaturabhängige Größe K(T)**

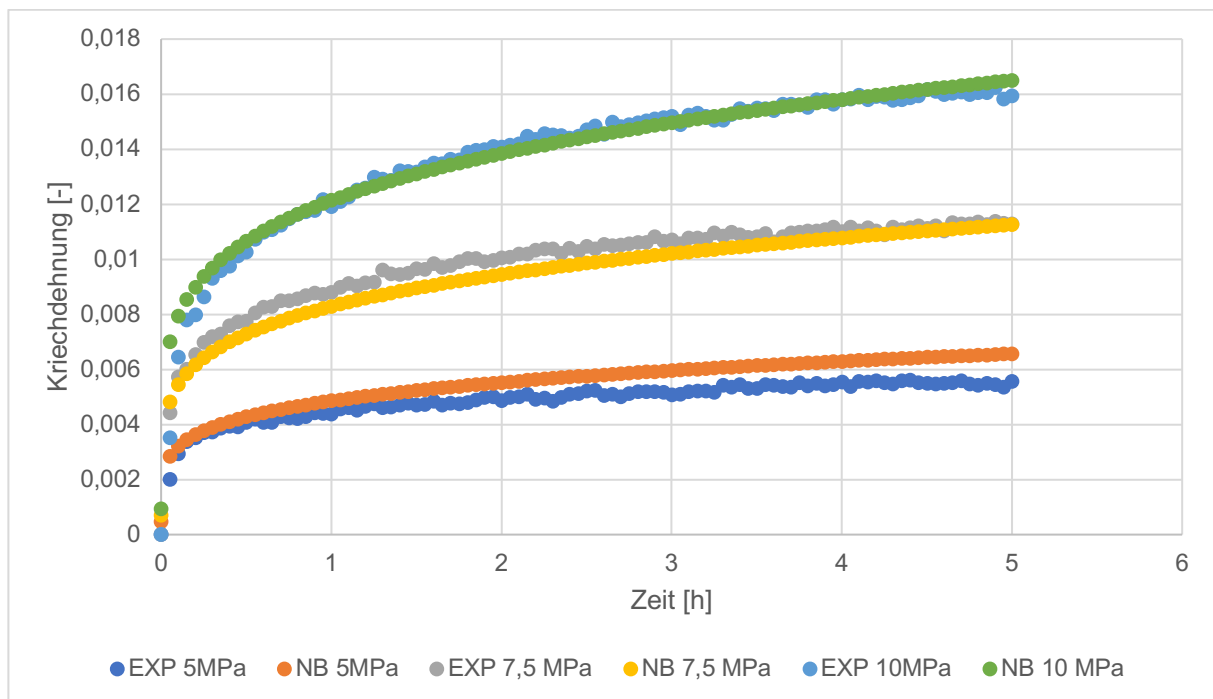
Die Auswertungen zeigen, dass sowohl der Spannungsexponent  $N$ , als auch der Kriechdehnungsexponent  $a$  im betrachteten Bereich nur geringfügig temperaturabhängig sind, während die temperaturabhängige Größe  $K(T)$  über zwei Größenordnungen ansteigt.

#### 3.4.4.1 Auswertung von $K(T)$ bei konstantem $N$ , $a$

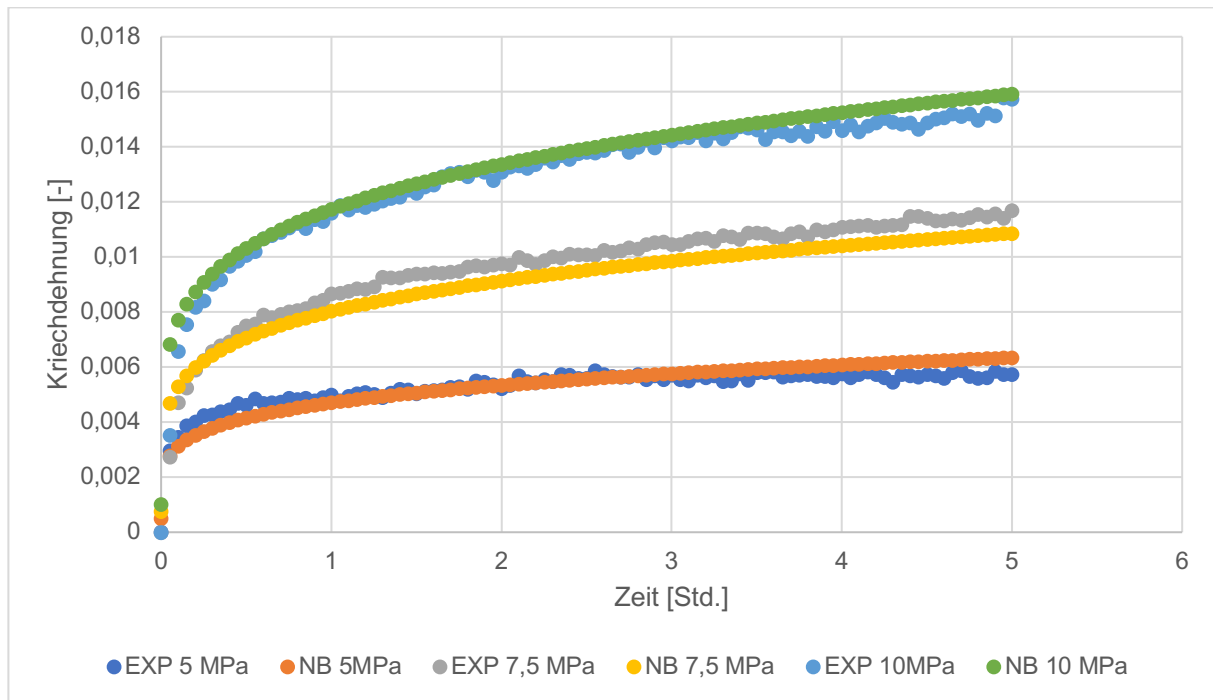
Aufgrund der geringfügigen Temperaturabhängigkeit von  $N$  und  $a$  wurde eine weitere Kurvenanpassung durchgeführt.  $K(T)$  wurde dabei als temperaturabhängige Größe ausgewertet, während  $a$  und  $N$  als temperaturabhängige Größen angenommen wurden. Zur Minimierung des Fehlers wurde die Summe der kleinsten Fehlerquadrate über alle Druck-Temperatur-Kombinationen verwendet – sie belief sich auf 0,00019. Die Berechnung wurde abermals auf Basis der GRG-Methode durchgeführt. Zur Lösung wurde wieder das Solver-Add-In der Software Microsoft Excel verwendet. Die nachfolgenden Abbildungen (50 – 52) zeigen temperaturweise den Vergleich der Kurven aus den Experimenten – bezeichnet mit „EXP“ – und den invers angepassten Kurven – bezeichnet mit „NB“.



**Abbildung 50: Kurvenanpassung zur Auswertung von  $K(T)$  und sowohl  $a$ , als auch  $N$  als temperaturunabhängige Größen, 1270 °C**



**Abbildung 51: Kurvenanpassung zur Auswertung von  $K(T)$  und sowohl  $a$ , als auch  $N$  als temperaturunabhängige Größen, 1370 °C**



**Abbildung 52: Kurvenanpassung zur Auswertung von  $K(T)$  und sowohl  $a$ , als auch  $N$  als temperaturunabhängige Größen, 1470 °C**

Obwohl nur  $K(T)$  als temperaturabhängige Größe ausgewertet wurde, ließen sich die Kurven ähnlich gut anpassen wie in der vorherigen Auswertung. Die Differenz zwischen den mittleren Versuchskurven und den auf diese angepassten Kurven liegt im Schwankungsbereich der einzelnen Experimente. Die Parameter  $N$ ,  $a$ ,  $n$  und  $m$  sind nicht temperaturabhängig und gelten für alle 3 Temperaturen.

Die nachfolgende Tabelle 15 gibt einen Überblick über die ausgewerteten Parameter.

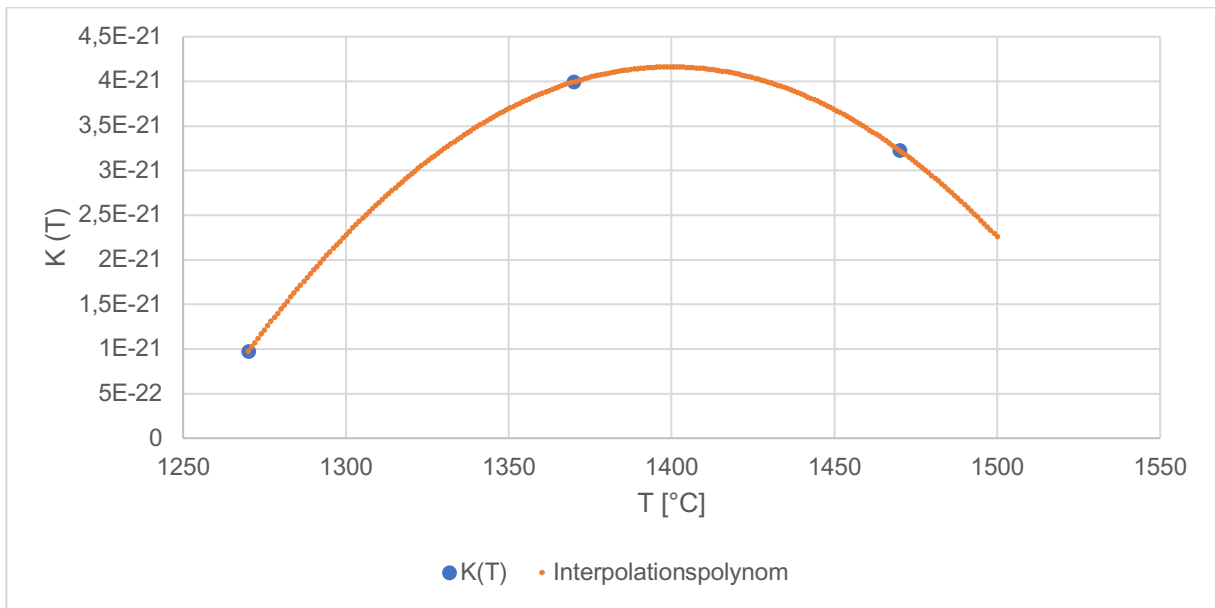
**Tabelle 15: Kriechparameter, unter der Annahme, dass nur  $K(T)$  temperaturabhängig ist**

T [°C]	NB-Kriechparameter			Für Abaqus (strain-hardening)		
	N [-]	A [-]	K [MPa <sup>-n</sup> s <sup>-1</sup> ]	n [-]	M [-]	A [MPa <sup>-n</sup> s <sup>-1</sup> ]
1270			9,721E-22			1,4300E-5
1370	6,613	- 3,891	3,994E-21	1,3521	- 0,7955	1,9091E-5
1470			3,226E-21			1,8274E-5

Auf Basis der drei Punkte wurde  $K(T)$  im betrachteten Bereich durch ein Polynom zweiter Ordnung interpoliert und ferner bis 1500 °C extrapoliert.

$$K(T) = -1,89533 \cdot 10^{-25} \cdot T^2 + 5,30586 \cdot 10^{-22} \cdot T - 3,67175 \cdot 10^{-19} \quad (40)$$

Die nachfolgende Abbildung 53 stellt die Polynomfunktion grafisch dar.



**Abbildung 53: Polynom zweiter Ordnung zur Beschreibung von  $K(T)$  im Bereich 1270 bis 1500 °C**



## 4 Interpretation der Ergebnisse und Schlussfolgerungen

Der dynamische E-Modul des geprüften Materials zeigt eine typische Hysteresekurve, ausgehend von einem mittleren E-Modul von 5,7 GPa. Die Heizkurve zeigt ein Maximum bei 1182 °C mit einem E-Modul von 12,41 GPa. Die Abkühlkurve zeigt ein lokales Minimum bei 882 °C mit einem E-Modul von 6,56 GPa, sowie ein lokales Maximum bei 642 °C mit einem E-Modul von 7,15 GPa. Der tiefste Wert von 4,02 GPa, wird am Ende des Temperaturzykluses erreicht.

Die Ergebnisse des Keilspalttests sind hiermit im Wesentlichen im Einklang. So wurde mit absteigenden E-Modul von 1300 bis 1500 °C auch eine geringere Maximalkraft in den Experimenten beobachtet. Entgegen der Erwartung wurde beim Keilspaltversuch 1300-1-F, der vor dem eigentlichen Test einen vollen Aufheiz- und Abkühlzyklus zwischen 25 und 1300 °C durchlaufen hat, eine wesentlich höhere Steifigkeit und Maximalkraft beobachtet. Es ist zu vermuten, dass dieser Effekt im Zusammenhang mit fortschreitender Grafitisierung zu verstehen ist. Während der Glühverlust bei der E-Modul Bestimmung systematisch bedingt zwischen 6 und 7 % betrug, war er bei den Keilspalttests bei 1300 °C durch die Argonspülung vernachlässigbar gering, was die Grafitisierung begünstigt.

Direkt aus den Keilspalttests konnte die spezifische Bruchenergie bis  $0,15 F_{\max}$  bestimmt werden. Sie war bei allen Hochtemperaturversuchen deutlich höher als bei den Raumtemperaturversuchen. Mit ca. 340 N/m wurde das höchste  $G_f'$  bei 1400 °C gemessen, somit ist die spezifische Bruchenergie bei 1400 °C mehr als doppelt so hoch wie bei Raumtemperatur und auch 30 bis 40 % höher als bei den anderen Hochtemperaturversuchen. Die da herrührende Annahme, dass sich die Flexibilität des Materials zwischen 1300 und 1400 °C erhöht um bei höheren Temperaturen wieder abzufallen, wird durch die ausgewerteten Kennzahlen bestätigt. Erwartungsgemäß verhielt sich das Material bei Raumtemperatur am sprödesten, was sich in einer Sprödigkeitszahl B von 1,47 manifestiert, während die Sprödigkeitszahl bei 1300 und 1500 °C rund 0,55 und bei 1400 °C gar nur 0,4 betrug. Obwohl das Material bei allen Hochtemperaturversuchen einen nahezu identen Kingery Parameter R von 69 K zeigt, lässt der äquivalente  $R_{st}$  Parameter nach Hasselmann vermuten, dass auch der Widerstand gegen Rissinitiierung bei 1400 °C am höchsten ist. Der Widerstand gegenüber Rissfortschritt lässt sich am  $R''''$ -Parameter ablesen. Dieser war erwartungsgemäß für 1400 °C mit rund 80 mm am höchsten, bei 1300 und 1500 °C mit jeweils rund 60 mm geringer und bei Raumtemperatur mit nur rund 24 mm deutlich am geringsten, was im Einklang mit den Sprödigkeitszahlen steht.

Durch flach auslaufende Last-Verschiebungs-Kurven können die Parameter bei einer Betrachtung nur bis  $0,15 F_{\max}$  bei sehr thermoschockbeständigen Materialien mitunter deutlich unterschätzt werden. Es ist daher anzunehmen, dass sich das Material bei 1400 °C noch thermoschockbeständiger erweist, als durch die Ergebnisse gezeigt. Darüber hinaus zeigt sich eine ähnliche Thermoschockbeständigkeit bei 1300 und 1500 °C, dennoch ist anzunehmen, dass diese sich durch die flacher auslaufende Kurve bei 1300 °C in der Praxis höher erweist.

Das Localizing-GED-Modell hat sich an den Versuchsdaten bewährt. Die durchgeführten Experimente konnten – sofern die Labordaten eine akzeptable Güte aufweisen – durch Simulation mit dem Modell reproduziert werden.

Die Druckkriechversuche bestätigten die Erkenntnis, dass ein gesteigerter Druck bei derselben Temperatur in jedem Fall zu einer höheren Kriechdehnung führt, während dies bei einer gesteigerten Temperatur nicht der Fall ist. Bei den Versuchen bei 1400 und 1500 °C wurden bei allen Drücken nahezu idente Dehnungen gemessen, deren Differenz ohne weiteres auch auf Inhomogenitäten im Material zurückgeführt werden könnte. Da der Einfluss der mechanischen Dehnung gegenüber der Kriechdehnung marginal ist, kann daraus auf eine materialtypische Änderung im Druckkriechverhalten zwischen 1400 und 1500 °C rückgefolgert

werden. Die Auswertung der NB-Kriechparameter für das erste Kriechstadium zeigt, dass der Einfluss der Spannung von 1400 auf 1500 °C abnimmt, charakterisiert dadurch, dass der Spannungsexponent  $N$  von 7,035 auf 6,138 sinkt. Demgegenüber ändert sich der temperaturabhängige Parameter  $K(T)$  im Bereich von 3 Größenordnungen.

In einer weiteren Auswertung wurden die Exponenten  $a$  und  $N$  als konstant über alle drei betrachteten Temperaturen angenommen und  $K(T)$  als temperaturabhängige Größe ausgewertet. Mit dem Ergebnis eines  $K(T)$ , das durch ein Polynom zweiter Ordnung beschrieben werden kann, bei 1400 °C sein Maximum hat und abschließend wieder fällt.

## 5 Resumee

Mit der gegenständlichen Arbeit ist es gelungen das vorliegende Alumina Carbon Material thermomechanisch zu charakterisieren. Über die spezifischen Bruchenergie bis  $0,15 F_{\max}$ , konnten die R-Parameter abgeschätzt und somit eine Aussage über die Thermoschockbeständigkeit des Materials abgegeben werden.

Die Ergebnisse der durchgeführten Keilspaltversuche konnten mit dem GED-Modell reproduziert werden, somit ist es gelungen Inputdaten für weitere, komplexere Simulationen für die Entwicklung von Produkten bestehend aus dem Basismaterial zu generieren.

Nichtsdestotrotz, verlief die Arbeit nicht ohne Rückschläge, allen voran bedingt durch den Verschleiß während der Hochtemperaturversuche. Die Aufbauteile aus Korund erwiesen sich sowohl bei den Keilspalttests, als auch bei den Druckkriechversuchen als anfällig gegenüber Korrosion unter den reduzierenden Bedingungen. Eine Betrachtung von chemischen Wechselwirkungen und Phasenreaktionen zwischen den Aufbauteilen aus Edelkorund, der Glasur und dem Alumina-Carbon Material unter reduzierenden Bedingungen können sich als aufschlussreich für folgende Arbeiten erweisen.

Bei den Druckkriechversuchen konnte bedingt durch den Glühverlust nur das erste Kriechstadium beobachtet werden. Für eine genauere Untersuchung des Druckkriechverhaltens ist es essentiell die Probe bis zum Eintritt des tertiären Kriechstadiums zu belasten. Dazu ist es unabdingbar die Prüfdauer zu verlängern, ergo den Glühverlust zu minimieren. Um dies zu erreichen bedarf es eines Versuchsaufbau rund um eine gasgespülte Ofenkammer. Ein weiterer Vorteil eines solchen Aufbaus wäre es allgemein die Komplexität des Versuchsaufbaus, und damit das Potential für systematische Fehler zu verringern.

Als aufschlussreicher Irrtum erwies sich der Fehlversuch KST 1300-1-F. Durch einen zusätzlichen Aufheizzyklus unter Argonspülung konnte eine signifikante Versteifung des Materials, wie auch eine Steigerung der Thermoschockbeständigkeit beobachtet werden, als deren Ursache eine Erhöhung des Grads an Grafitisierung im Material vermutet wird. Durch die durchgeführten E-Modul Messungen die systematisch bedingt mit einem hohen Glühverlust – von 6 bis 7 % – durchgeführt wurden, ist diese Beobachtung nicht erklärbar, da der Verlauf der Hysteresekurve gegenteiliges vermuten lässt. Der Einfluss der Grafitisierung, sowie der Einfluss des Sauerstoffpartialdrucks während der Aufheizphase scheinen einen nicht zu unterschätzenden Einfluss auf das Materialverhalten zu haben. Dies könnte in folgenden Untersuchungen näher betrachtet werden.

## 6 Literatur

- [1] S. Louhenkilpi, „Chapter 1.8 - Continuous Casting of Steel“, in *Treatise on Process Metallurgy*, S. Seetharaman, Hrsg., Boston: Elsevier, 2014, S. 373–434. doi: 10.1016/B978-0-08-096988-6.00007-9.
- [2] M. Javurek, M. Brummayer, und R. Wincor, „Turbulent flow measurements in continuous steel casting mold water model“, *Materials Today: Proceedings*, Bd. 62, S. 2581–2586, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.matpr.2022.03.605.
- [3] G. Routschka, *Taschenbuch Feuerfeste Werkstoffe*, 2. Auflage. Essen: Vulkan-Verlag, 1997.
- [4] G. Routschka, *Handbook of Refractory Materials*, 4th Edition. Essen: Vulkan-Verlag, 2012.
- [5] A. Mertke und C. G. Aneziris, „The influence of nanoparticles and functional metallic additions on the thermal shock resistance of carbon bonded alumina refractories“, *Ceramics International*, Bd. 41, Nr. 1, Part B, S. 1541–1552, Jan. 2015, doi: 10.1016/j.ceramint.2014.09.090.
- [6] H. Fan, Y. Li, und S. Sang, „Microstructures and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–C refractories with silicon additive using different carbon sources“, *Materials Science and Engineering: A*, Bd. 528, Nr. 7, S. 3177–3185, März 2011, doi: 10.1016/j.msea.2010.12.066.
- [7] S. Darban, M. G. Kakroudi, M. B. Vandchali, N. P. Vafa, F. Rezaei, und V. Charkhesht, „Characterization of Ni-doped pyrolyzed phenolic resin and its addition to the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–C refractories“, *Ceramics International*, Bd. 46, Nr. 13, S. 20954–20962, Sep. 2020, doi: 10.1016/j.ceramint.2020.05.153.
- [8] Kato, Yuichi, „Nippon Steel Technical Report“, Nr. 125, Dez. 2020.
- [9] G. Routschka, *Praxishandbuch Feuerfeste Werkstoffe*, 6. Auflage. Essen: Vulkan-Verlag, 2017.
- [10] W. E. Lee und R. E. Moore, „Evolution of in Situ Refractories in the 20th Century“, *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 81, Nr. 6, S. 1385–1410, Juni 1998, doi: 10.1111/j.1151-2916.1998.tb02497.x.
- [11] A. Yamaguchi, „Self-Repairing Function in the Carbon-Containing Refractory“, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, Bd. 4, Nr. 6, S. 490–495, Dez. 2007, doi: 10.1111/j.1744-7402.2007.02176.x.
- [12] V. Stein und C. G. Aneziris, „Low-Carbon Carbon-Bonded Alumina Refractories for Functional Components in Steel Technology“, *Journal of Ceramic Science and Technology*, Bd. 5, S. 115–124, Juni 2014, doi: 10.4416/JCST2013-00036.
- [13] I. C. Lewis, „Chemistry of carbonization“, *Carbon*, Bd. 20, Nr. 6, S. 519–529, Jan. 1982, doi: 10.1016/0008-6223(82)90089-6.
- [14] É. Cavalheiro, C. Brett, A. Oliveira-Brett, und O. Fatibello-Filho, „Bioelectroanalysis of pharmaceutical compounds“, *Bioanalytical Reviews*, Bd. 4, März 2012, doi: 10.1007/s12566-012-0027-8.
- [15] DIN EN 933-7:1998-12, „Prüfverfahren für dichte geformte feuerfeste Erzeugnisse - Teil 7: Bestimmung der Biegefestigkeit bei erhöhten Temperaturen; Deutsche Fassung EN 993-7:1998“, *DIN - Deutsches Institut für Normung*, doi: 10.31030/7543893.
- [16] H. Harmuth, K. Rieder, M. Krobath, und E. Tschegg, „Investigation of the nonlinear fracture behaviour of ordinary ceramic refractory materials“, *Materials Science and Engineering: A*, Bd. 214,

Nr. 1, S. 53–61, Aug. 1996, doi: 10.1016/0921-5093(96)10221-5.

- [17] J. Werner, J. Fruhstorfer, A. Mertke, C. Ode, und C. G. Aneziris, „The influence of nano scaled additions on the Young’s modulus of carbon-bonded alumina at temperatures up to 1450°C“, *Ceramics International*, Bd. 42, Nr. 14, S. 15718–15724, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.ceramint.2016.07.031.
- [18] Scheel, R., Knoche, C., Kutschmann, W., und Pluschkell, W., „Wiederaufkohlung von kohlenstoffarmen Stahlschmelzen durch Feuerfeststoffe sowie Gießschlacken“, Kommission der Europäischen Gemeinschaften, Dortmund, EUR 14485 DE, 1993.
- [19] M. Luo, Y. Li, S. Sang, L. Zhao, S. Jin, und Y. Li, „In situ formation of carbon nanotubes and ceramic whiskers in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–C refractories with addition of Ni-catalyzed phenolic resin“, *Materials Science and Engineering: A*, Bd. 558, S. 533–542, Dez. 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.08.044.
- [20] Z. Chen, W. Yan, S. Schafföner, Y. Li, und N. Li, „Microstructure and mechanical properties of lightweight Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–C refractories using different carbon sources“, *Journal of Alloys and Compounds*, Bd. 862, S. 158036, Mai 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.158036.
- [21] N. Liao u. a., „Synergic effects of nano carbon sources on thermal shock resistance of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–C refractories“, *Ceramics International*, Bd. 43, Nr. 16, S. 14380–14388, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.ceramint.2017.07.201.
- [22] A. Ramos-Banderas, R. D. Morales, R. Sánchez-Pérez, L. García-Demedices, und G. Solorio-Diaz, „Dynamics of two-phase downwards flows in submerged entry nozzles and its influence on the two-phase flow in the mold“, *International Journal of Multiphase Flow*, Bd. 31, Nr. 5, S. 643–665, Mai 2005, doi: 10.1016/j.ijmultiphaseflow.2005.01.010.
- [23] H. Barati, M. Wu, A. Kharicha, und A. Ludwig, „A transient model for nozzle clogging“, *Powder Technology*, Bd. 329, S. 181–198, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.powtec.2018.01.053.
- [24] W. V. Gabriel, J. J. M. Peixoto, C. A. Silva, C. A. da Silva, I. A. da Silva, und V. Seshadri, „The influence of the geometry of a three orifice nozzle on the flow field inside a beam blank mold“, *Journal of Materials Processing Technology*, Bd. 245, S. 232–240, Juli 2017, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2017.02.014.
- [25] DIN EN 933-11:2011-05, „Prüfverfahren für geometrische Eigenschaften von Gesteinskörnungen - Teil 11: Einteilung der Bestandteile in grober recyclierter Gesteinskörnung; Deutsche Fassung EN 933-11:2009 + AC:2009“, *DIN - Deutsches Institut für Normung*, doi: 10.31030/1757707.
- [26] T. Volkov-Husović, R. Jančić, M. Cvetković, D. Mitrović, und Z. Popović, „Thermal shock behavior of alumina based refractories: fracture resistance parameters and water quench test“, *Materials Letters*, Bd. 38, Nr. 5, S. 372–378, 1999.
- [27] H. Harmuth und E. K. Tschegg, „A FRACTURE MECHANICS APPROACH FOR THE DEVELOPMENT OF REFRACTORY MATERIALS WITH REDUCED BRITTLENESS“, *Fatigue & fracture of engineering materials & structures*, Bd. 20, Nr. ISSN: 8756-758X, S. 1603, 1997, doi: 10.1111/j.1460-2695.1997.tb01513.x.
- [28] W. D. Kingery, „Factors affecting thermal stress resistance of ceramic materials“, *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 38, Nr. 1, S. 3–15, 1955.
- [29] D. P. H. HASSELMAN, „Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics“, *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 52, Nr. 11, S. 600–604, Nov. 1969, doi: 10.1111/j.1151-2916.1969.tb15848.x.

- [30] D. Hasselman, „Role of fracture toughness in the spalling resistance of refractories“, *Bull. Soc. Fr. Ceram.*, Nr. 117, S. 19, 1977.
- [31] S. Jin, D. Gruber, H. Harmuth, und R. Rössler, „Thermomechanical failure modeling and investigation into lining optimization for a Ruhrstahl Heraeus snorkel“, *Engineering Failure Analysis*, Bd. 62, S. 254–262, Apr. 2016, doi: 10.1016/j.engfailanal.2016.01.014.
- [32] Y. Dai, H. Harmuth, S. Jin, D. Gruber, und Y. Li, „R-curves determination of ordinary refractory ceramics assisted by digital image correlation method“, *Journal of the European Ceramic Society*, Bd. 40, Nr. 13, S. 4655–4663, Okt. 2020, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2020.05.047.
- [33] P. Das, S. Sinhamahapatra, K. Dana, und S. Mukhopadhyay, „Improvement of thermal conductivity of carbonaceous matrix in monolithic Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–C refractory composite by surface-modified graphites“, *Ceramics International*, Bd. 46, Nr. 18, Part A, S. 29173–29181, Dez. 2020, doi: 10.1016/j.ceramint.2020.08.090.
- [34] E. K. Tschegg, „New Equipments for Fracture Tests on Concrete“, *Materialprüfung*, Bd. 33, Nr. 11–12, S. 338–343, 1991, doi: 10.1515/mt-1991-3311-1204.
- [35] M. Stückelschweiger, D. Gruber, S. Jin, und Harmuth, „Wedge-Splitting Test on Carbon-Containing Refractories at High Temperatures“, *Applied Sciences*, Bd. 9, S. 3249, Aug. 2019, doi: 10.3390/app9163249.
- [36] X. Xu, Y. Li, Y. Dai, T. Zhu, L. Pan, und J. Szczerba, „Influence of graphite content on fracture behavior of MgO–C refractories based on wedge splitting test with digital image correlation method and acoustic emission“, *Ceramics International*, Bd. 47, Nr. 9, S. 12742–12752, Mai 2021, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.01.134.
- [37] Y. Dai, D. Gruber, und H. Harmuth, „Determination of the fracture behaviour of MgO-refractories using multi-cycle wedge splitting test and digital image correlation“, *Journal of the European Ceramic Society*, Bd. 37, Nr. 15, S. 5035–5043, Dez. 2017, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2017.07.015.
- [38] H. Harmuth, „Stability of crack propagation associated with fracture energy determined by wedge splitting specimen“, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, Bd. 23, Nr. 1, S. 103–108, Juni 1995, doi: 10.1016/0167-8442(95)00008-3.
- [39] S. Ribeiro und J. A. Rodrigues, „The influence of microstructure on the maximum load and fracture energy of refractory castables“, *Ceramics International*, Bd. 36, Nr. 1, S. 263–274, Jan. 2010, doi: 10.1016/j.ceramint.2009.07.033.
- [40] M. Stueckelschweiger, D. Gruber, S. Jin, und H. Harmuth, „Creep testing of carbon containing refractories under reducing conditions“, *Ceramics International*, Bd. 45, Nr. 8, S. 9776–9781, Juni 2019, doi: 10.1016/j.ceramint.2019.02.013.
- [41] S. Jin, H. Harmuth, und D. Gruber, „Compressive creep testing of refractories at elevated loads—Device, material law and evaluation techniques“, *Journal of the European Ceramic Society*, Bd. 34, Nr. 15, S. 4037–4042, Dez. 2014, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2014.05.034.
- [42] S. Jin, H. Harmuth, D. Gruber, Schachner, Stefan, Meunier, Pierre, und Techer, Romain, „Advanced Creep Testing of Refractories Providing New Insight into Material Behaviour“, *Refractories Worldforum*, Bd. 10, Nr. 2, S. 63–67, Feb. 2018.
- [43] DIN EN 933-9:1997-07, „Prüfverfahren für dichte geformte feuerfeste Erzeugnisse - Teil 9: Bestimmung des Druckfließverhaltens; Deutsche Fassung EN 933-9:1997“, *DIN - Deutsches Institut für Normung*, doi: 10.31030/7369593.

- [44] Cannon, Roger W. und Langdon, Terrence G., „Review Creep of ceramics - Part 1 Mechanical Characteristics“, *Journal of Material Science*, Bd. 18, S. 1–50, 1983.
- [45] DIN EN ISO 12680-1:2007-05, „Verfahren zur Prüfung von feuerfesten Erzeugnissen - Teil 1: Bestimmung des dynamischen E-Moduls durch Schwingungs-Impulsanregung (ISO 12680-1:2005); Deutsche Fassung EN ISO 12680-1:2007“, *DIN - Deutsches Institut für Normung*, doi: 10.31030/9843496.
- [46] O. Bahr, P. Schaumann, B. Bollen, und J. Bracke, „Young’s modulus and Poisson’s ratio of concrete at high temperatures: Experimental investigations“, *Materials & Design*, Bd. 45, S. 421–429, März 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.07.070.
- [47] S. Jin, D. Gruber, und H. Harmuth, „Determination of Young’s modulus, fracture energy and tensile strength of refractories by inverse estimation of a wedge splitting procedure“, *Engineering Fracture Mechanics*, Bd. 116, S. 228–236, Jan. 2014, doi: 10.1016/j.engfracmech.2013.11.010.
- [48] Gavin, H.P., „The Levenberg-Marquardt algorithm for nonlinear least squares curve-fitting problems“. Department of Civil and Environmental Engineering Duke University. Zugegriffen: 18. September 2023. [Online]. Verfügbar unter: <https://people.duke.edu/~hpgavin/ExperimentalSystems/lm.pdf>
- [49] Z. Ali, S. Jin, und D. Gruber, „Finite element modelling of refractories fracture process zone with gradient enhanced damage models“, *Finite Elements in Analysis and Design*, Bd. 234, S. 104151, Juli 2024, doi: 10.1016/j.finel.2024.104151.
- [50] L. H. Poh und G. Sun, „Localizing gradient damage model with decreasing interactions“, *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, Bd. 110, Nr. 6, S. 503–522, Mai 2017, doi: 10.1002/nme.5364.
- [51] ISO 12677:2011, „Chemical analysis of refractory products by X-ray fluorescence (XRF) — Fused cast-bead method“, *ISO - International Organization for Standardization*.
- [52] ISO 5017:2013, „Dense shaped refractory products - Determination of bulk density, apparent porosity and true density“, *ISO - International Organization for Standardization*.

## 7 Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 1: PRINZIP DES STRANGGIEBENS [2] .....	3
ABBILDUNG 2: TAUCHROHR MIT ZrO <sub>2</sub> -C-SCHLACKENBAND UND EINLAUFBEREICH AUS MgO-C [4] .....	4
ABBILDUNG 3: SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PHASENSYSTEM [3].....	5
ABBILDUNG 4: REM-AUFNAHMEN VON (A) TABULARTONERDE, DAS GEFÜGE BIETET GEGENÜBER EDELKORUND VORTEILE HINSICHTLICH RISSAUSBREITUNGSWIDERSTAND UND (B) EDELKORUND, ZU BEACHTEN IST HIER DIE VERGLEICHSWEISE GROÙE KRISTALLGRÖÙE, DIE ZU EINER GERINGEN REAKTIVITÄT UND DAMIT EINER ERHÖHTEN CHEMISCHEN BESTÄNDIGKEIT FÜHRT [10].....	5
ABBILDUNG 5: STRUKTUR VON (A) GLASIGEM KOHLENSTOFF UND (B) GRAFIT [14] .....	7
ABBILDUNG 6: VERSUCHSAUFBAU BEIM KST [21] .....	11
ABBILDUNG 7: STABILE, INSTABILE UND SEMISTABILE RISSAUSBREITUNG IM LAST-VERSCHIEBUNGS-DIAGRAMM .....	12
ABBILDUNG 8: LAST-VERSCHIEBUNGS-KURVE MIT DEN BEREICHEN "A", "B" UND "C" [21] .....	13
ABBILDUNG 9: 3 STADIEN DES KRIECHVERHALTENS [41] .....	14
ABBILDUNG 10: VERSUCHSAUFBAU DES DRUCKKRIECHVERSUCHS FÜR KOHLENSTOFFGEBUNDENE FEUERFESTE WERKSTOFFE [40] .....	15
ABBILDUNG 11: GRUNDPRINZIP DER E-MODUL-MESSUNG MIT DER RESONANZFREQUENZMETHODE [46].....	16
ABBILDUNG 12: VERSUCHSAUFBAU BEIM HOCHTEMPERATURVERSUCH [17].....	16
ABBILDUNG 13: TEMPERATURABHÄNGIGER E-MODUL ZWEIER ALUMINA-CARBON-WERKSTOFFE [17] .....	17
ABBILDUNG 14: FEM-MODELL DES KST (A) UND SCHEMATISCHE DARSTELLUNG ÜBER DEN ABLAUF DER INVERSENSIMULATION (B) [47].....	18
ABBILDUNG 15: ISOSTATISCH GEPRESSTE ALUMINA-CARBON PROBE.....	20
ABBILDUNG 16: PRÜFKÖRPER FÜR DEN KEILSPALTTEST. (A) ANSICHT VON VORNE; (B) ANSICHT VON OBEN.....	21
ABBILDUNG 17: ÜBER DIE RFDA ERMITTELT ABSOLUTER E-MODUL ÜBER DEN TEMPERATURBEREICH.....	22
ABBILDUNG 18: ÜBER DIE RFDA ERMITTELTE RELATIVE VERÄNDERUNG DES E-MODULS. DIE SCHWARZEN PFEILE ZEIGEN DEN VERLAUF DER HYSTERESE AN.....	22
ABBILDUNG 19: VERSUCHSAUFBAU IN DER OFENKAMMER.....	23
ABBILDUNG 20: POSITIONIERUNG DES VERSUCHSKÖRPERS IN DER OFENKAMMER .....	24
ABBILDUNG 21: MAKROSKOPISCH ERKENNBARER RISS IN DER STARTERKERBE EINES VERSUCHSKÖRPERS NACH DURCHFÜHRUNG DES KEILSPALTTESTS .....	25
ABBILDUNG 22: BRUCHFLÄCHE EINES GESPALTENEN VERSUCHSKÖRPERS (POST MORTEM).....	25
ABBILDUNG 23: GEOMETRIE DER VERWENDETEN PROBEKÖRPER .....	26
ABBILDUNG 24: VERSUCHSKÖRPER MIT GEBROCHENEN AUFBAUTEILEN .....	27
ABBILDUNG 25: LAST-VERSCHIEBUNGSKURVEN DER KEILSPALTVERSUCHE BEI 25 °C .....	28
ABBILDUNG 26: LAST-VERSCHIEBUNGS-KURVEN DER KEILSPALTVERSUCHE BEI 1300 °C .....	28
ABBILDUNG 27: LAST-VERSCHIEBUNGS-KURVEN DER KEILSPALTVERSUCHE BEI 1400 °C .....	29
ABBILDUNG 28: LAST-VERSCHIEBUNGS-KURVEN DER KEILSPALTVERSUCHE BEI 1500 °C .....	29
ABBILDUNG 29: GEMITTELTE LAST-VERSCHIEBUNGS-KURVEN BEI DEN VERSCHIEDENEN TEMPERATUREN .....	30
ABBILDUNG 30: LAST-VERSCHIEBUNGS-KURVEN UND PROZESSZONE DER GED-MODELLE BEI RAUMTEMPERATUR .....	33
ABBILDUNG 31: LAST-VERSCHIEBUNGS-KURVEN UND PROZESSZONE DER GED-MODELLE BEI 1300 °C .....	33
ABBILDUNG 32: LAST-VERSCHIEBUNGS-KURVEN UND PROZESSZONE DER GED-MODELLE BEI 1400 °C .....	34
ABBILDUNG 33: LAST-VERSCHIEBUNGS-KURVEN UND PROZESSZONE DER GED-MODELLE BEI 1500 °C .....	34
ABBILDUNG 34: GLÜHVERLUST BEI DEN DKV, V.L.N.R.: UNGETESTET, 1300 °C, 1400 °C, 1500 °C .....	35
ABBILDUNG 35: A.) VERSUCHSAUFBAU VOR DEM TEST; B.) VERWENDETE VERSUCHSAUFBAUTEILE; VERGLEICH HIERZU ABBILDUNG 11 - DEN SCHEMATISCHEN VERSUCHSAUFBAU.....	35
ABBILDUNG 36: DRUCKKRIECHPRÜFMASCHINE WÄHREND DER AUFHEIZPHASE .....	36
ABBILDUNG 37: ÜBERSICHT ÜBER DIE DEHNUNGS-ZEIT-DIAGRAMME ALLER UNTERSUCHTEN DRUCK-TEMPERATUR-KOMBINATIONEN .....	37
ABBILDUNG 38: DEHNUNGS-ZEIT-DIAGRAMME DER DRUCKKRIECHVERSUCHE BEI 1300 °C.....	38
ABBILDUNG 39: DEHNUNGS-ZEIT-DIAGRAMME DER DRUCKKRIECHVERSUCHE BEI 1400 °C.....	38
ABBILDUNG 40: DEHNUNGS-ZEIT-DIAGRAMME DER DRUCKKRIECHVERSUCHE BEI 1500 °C.....	39
ABBILDUNG 41: DEHNUNGS-ZEIT-DIAGRAMME DER DRUCKKRIECHVERSUCHE BEI 5 MPa.....	39
ABBILDUNG 42: DEHNUNGS-ZEIT-DIAGRAMME DER DRUCKKRIECHVERSUCHE BEI 7,5 MPa.....	40
ABBILDUNG 43: DEHNUNGS-ZEIT-DIAGRAMME DER DRUCKKRIECHVERSUCHE BEI 10 MPa.....	40
ABBILDUNG 44: KURVENANPASSUNG ZUR AUSWERTUNG DER NB-KRIECHPARAMETER BEI 1270 °C .....	41
ABBILDUNG 45: KURVENANPASSUNG ZUR AUSWERTUNG DER NB-KRIECHPARAMETER BEI 1370 °C .....	42
ABBILDUNG 46: KURVENANPASSUNG ZUR AUSWERTUNG DER NB-KRIECHPARAMETER BEI 1470 °C .....	42
ABBILDUNG 47: ERGEBNISSE FÜR DEN KRIECHDEHNUNGSEXONENTEN A .....	44



<b>ABBILDUNG 48: ERGEBNISSE FÜR DEN SPANNUNGSEXONENTEN N</b> .....	44
<b>ABBILDUNG 49: ERGEBNISSE FÜR DIE TEMPERATURABHÄNGIGE GRÖÖE K(T)</b> .....	45
<b>ABBILDUNG 50: KURVENANPASSUNG ZUR AUSWERTUNG VON K(T) UND SOWOHL A, ALS AUCH N ALS TEMPERATURUNABHÄNGIGE GRÖÖEN, 1270 °C</b> .....	46
<b>ABBILDUNG 51: KURVENANPASSUNG ZUR AUSWERTUNG VON K(T) UND SOWOHL A, ALS AUCH N ALS TEMPERATURUNABHÄNGIGE GRÖÖEN, 1370 °C</b> .....	46
<b>ABBILDUNG 52: KURVENANPASSUNG ZUR AUSWERTUNG VON K(T) UND SOWOHL A, ALS AUCH N ALS TEMPERATURUNABHÄNGIGE GRÖÖEN, 1470 °C</b> .....	47
<b>ABBILDUNG 53: POLYNOM ZWEITER ORDNUNG ZUR BESCHREIBUNG VON K(T) IM BEREICH 1270 BIS 1500 °C</b> .....	48

## 8 Tabellenverzeichnis

TABELLE 1: ÜBERSICHT ÜBER DIE ROHSTOFFE FÜR FEUERFESTE FUNKTIONALPRODUKTE, INKLUSIVE DEREN HERSTELLUNG UND ANWENDUNG [9].....	5
TABELLE 2: ABMESSUNGEN UND ERGEBNISSE DER PRÜFKÖRPER FÜR DIE RFDA.....	21
TABELLE 3: WICHTIGE WERTE DES ABSOLUTEN E-MODULS.....	23
TABELLE 4: GLÜHVERLUST BEI DEN KST [%].....	24
TABELLE 5: LIGAMENTHÖHE [MM].....	26
TABELLE 6: LIGAMENTBREITE [MM].....	26
TABELLE 7: SPEZIFISCHE BRUCHENERGIE BIS $0,15 F_{MAX} G_F'$ [N/M].....	30
TABELLE 8: R-PARAMETER [K] BERECHNET AUS $\sigma_{NT}$ UND DEM DYNAMISCHEN E-MODUL.....	31
TABELLE 9: $R_{ST}$ -PARAMETER [K·M] BERECHNET AUS $G_F'$ .....	31
TABELLE 10: KRITISCHE SPANNUNGSINTENSITÄTSFAKTOREN [MPA·M] BERECHNET AUS $G_F'$ .....	31
TABELLE 11: $R''''$ -PARAMETER [MM] BERECHNET AUS $G_F'$ .....	32
TABELLE 12: SPRÖDIGKEITSAHL B [-] BERECHNET AUS $G_F'$ .....	32
TABELLE 13: MITTELWERTE DER KENNZAHLEN ZU DEN JEWEILIGEN TEMPERATUREN, AUSGEHEND VON $G_F'$ .....	32
TABELLE 14: KRIECHPARAMETER.....	43
TABELLE 15: KRIECHPARAMETER, UNTER DER ANNAHME, DASS NUR $K(T)$ TEMPERATURABHÄNGIG IST.....	47