

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

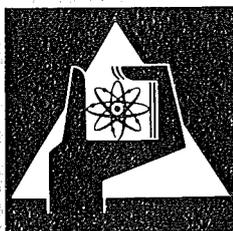
Februar 1974

KFK 1925

Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

**Das Zeitstand- und Kriechverhalten der Legierung Inconel 625
in drei verschiedenen Vorbehandlungszuständen**

M. Schirra



**GESELLSCHAFT
FÜR
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M.B.H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK-1925

Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

Das Zeitstand- und Kriechverhalten der Legierung Inconel 625 in drei
verschiedenen Vorbehandlungszuständen

von

Manfred Schirra

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

Übersicht

Die matrixverfestigende Nickelbasislegierung Inconel 625 wurde in den folgenden drei Vorbehandlungszuständen im Temperaturbereich von 650-800°C auf ihr Zeitstand- und Kriechverhalten untersucht:

- I = warm-fertiggewalzt
- II = 870°C geglüht
- III = Lösungsgeglüht.

Für die Zustände I und II bedeutet dies die Ermittlung des Zeitstand- und Kriechverhaltens für Temperaturen, die erheblich über den normalen Anwendungstemperaturen liegen. Die Versuchsergebnisse zeigen, daß bei 750°C teilweise eine anomale Abhängigkeit der Zeitstand- und Kriechgeschichten von der Spannung besteht. Die Ursache liegt in den sehr komplexen Ausscheidungsvorgängen, die während der Kriechbeanspruchung ablaufen. Die Ergebnisse werden anhand neuer Untersuchungen über das Ausscheidungsverhalten dieses Legierungstyps erklärt.

Abstract

The creep-rupture behaviour of Inconel 625 in three different pretreatments

The creep and time-to-rupture behaviour of the matrix hardening Nickel base alloy Inconel 625 was investigated in the temperature range 650-800°C. Three different thermo-mechanical pretreatment were employed:

- I = Hot rolled finish
- II = 870°C anneal
- III = Solution treatment.

The temperature range of this study is for samples which have undergone treatment I and II well above the temperatures normally employed. The results show an anomalous stress dependence of creep and time-to-rupture at around 750°C. The reason is to be found in the very complex precipitation processes occurring while the stress is applied. The results are explained according to newer findings about precipitation in this type of alloy.

Gliederung

1. Einleitung
2. Versuchsmaterial
3. Versuchsdurchführung
4. Versuchsergebnisse
 - 4.1 Zeitstandverhalten
 - 4.1.1 Zeitstandfestigkeit
 - 4.1.2 Zeit-Dehngrenzen
 - 4.1.3 Extrapolation nach Larson-Miller
 - 4.1.4 Bruchdehnung und -einschnürung
 - 4.2 Kriechverhalten
5. Metallografische Untersuchungen
 - 5.1 Bruchverhalten
 - 5.2 Ausscheidungsverhalten
 - 5.3 Härtemessungen
6. Diskussion der Versuchsergebnisse
7. Literatur

1. Einleitung

Bei der Legierung Inconel 625 handelt es sich um eine durch Molybdän und Niob matrix-gehärtete Nickel-Legierung¹⁾. Wegen ihrer guten Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit²⁾ findet sie Anwendung in der chemischen Industrie, als Konstruktionswerkstoff für Bauteile, die mit Meerwasser in Berührung stehen und als Hülle für Heizleiter. Ihre ausgezeichneten Festigkeitseigenschaften in Verbindung mit guter Zähigkeit erlauben die Verwendung in einem weiten Temperaturbereich; so in der Tieftemperaturtechnik und bis zu hohen Temperaturen im Turbinen- und Triebwerksbau. In der Reaktortechnik wurde Inconel 625 als möglicher Hüllwerkstoff für Brennelemente in heißdampfgekühlten Reaktoren, für Absorberstäbe und für konstruktive Details im Bereich der Strukturmaterialien in Betracht gezogen.

Die mechanischen Eigenschaften sind stark abhängig von der Wärmebehandlung, die sich wiederum nach den Einsatzbedingungen richtet. So wird von Huntington für Betriebstemperaturen $< 650^{\circ}\text{C}$ der warm-fertiggewalzte bzw. kalt-fertiggewalzte Zustand empfohlen. (hot-finished, cold-finished). Für Übergangstemperaturen, mit der primären Forderung nach guter Duktilität, wird eine Glühung bei $\approx 900-1040^{\circ}\text{C}$ (mill-annealed) angegeben. Zur Erzielung eines optimalen Zeitstand- und Kriechverhaltens bei Einsatztemperaturen $> 650^{\circ}\text{C}$ soll ein bei $1090-1220^{\circ}\text{C}$ lösungsgeglühter Zustand verwendet werden.

2. Versuchsmaterial

Das Versuchsmaterial lag grob überschliffen in der Abmessung $\varnothing 13$ mm im warm-fertiggewalzten Zustand vor. Das Gefüge (Bild 1a+b) ist sehr feinkörnig ($5-10 \mu\text{m}$), die Härte beträgt $290-310 \text{ kp/mm}^2$. Die Glühung bei 870° 1h/Luft bewirkt eine leichte Entfestigung, jedoch keine lichtmikroskopisch sichtbare Gefügeänderung (Bild 1c). Das Lösungsglühen bei 1150° 1h/Luft führt zu vollständiger Rekrystallisation (Bild 1d). Die Korngröße liegt danach bei $100-200 \mu\text{m}$ und die Härte bei $170-180 \text{ kp/mm}^2$.

Die chemische Zusammensetzung der untersuchten Charge ist in Tabelle I angegeben. Der Richtanalyse sind die Angaben der Lieferfirma und die im IMF ermittelten Werte gegenübergestellt. Alle Werte liegen innerhalb der Richtanalyse.

3. Versuchsdurchführung

Die Versuchstemperaturen lagen zwischen 650-800°C. Die Versuche wurden in Einprobenprüfständen in Normalatmosphäre und aus Kapazitätsgründen auch z. T. im Vakuum ($\sim 1 \cdot 10^{-5}$ Torr) durchgeführt. Ein Einfluß der Prüf-atmosphäre auf das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten war im Rahmen dieses Versuchsprogrammes nicht erkennbar. Dies deckt sich auch mit den Ergebnissen einer größeren Zahl von Versuchen an austenitischen Stählen und Nickellegierungen. Verwendet wurden Gewindekopfproben der Abmessung $\emptyset 8 \times 50$ mm ($d_0 \times l_0$) in Normalatmosphäre und $\emptyset 5 \times 25$ mm im Vakuum. Die Prüftemperatur wird durch drei über die Probenlänge verteilte Pt/Rh-Pt-Thermoelemente kontrolliert. Durch drei separat regelbare Heizzonen ist die Temperatur über die Probenlänge konstant. Die Schwankung über die Versuchszeit beträgt $\pm 2^\circ\text{C}$. Die Dehnung wird bei Versuchen in Normalatmosphäre durch induktive Wegaufnehmer (2/1000 mm) gemessen und registriert und bei den Versuchen im Vakuum durch Meßbuhren (1/100 mm) über die Einspannbolzen erfaßt.

4. Versuchsergebnisse

4.1 Zeitstandverhalten

4.1.1 Zeitstandfestigkeit

Im Bild 2 sind die Standzeiten in Abhängigkeit von der jeweiligen Spannung für den warm-fertiggewalzten und den bei 870°C geglühten Zustand eingezeichnet. Aufgrund der Tatsache, daß Inconel 625 in diesen beiden Zuständen hauptsächlich für niedrigere Anwendungstemperaturen in Frage kommt, ist für den geglühten Zustand die Anzahl der Versuche bewußt etwas beschränkt worden, nachdem der warm-fertiggewalzte Zustand in stärkerem Umfang untersucht worden war. Das vorliegende Diagramm zeigt klar den Einfluß der Glühbehandlung bei 870°C. Allgemein ist festzustellen, daß bei 650° und 700°C die Zeitstandfestigkeitswerte der bei 870°C geglühten Proben durchweg um 10-15% höher liegen und bei 750° und 800°C um 10% höher als die der Proben im warmgewalzten Zustand.

Die Zeitstandfestigkeit des lösungsgeglühten Zustandes geht aus Bild 3 hervor. Entsprechend unseren Prüftemperaturen sind für 650-800°C auch die Zeitstandfestigkeitskurven von Huntington¹⁾ angegeben. Diese Werte

wurden von °F-Prüftemperaturen umgerechnet und auf unsere Prüftemperaturen interpoliert. Diese Gegenüberstellung zeigt, daß die von uns untersuchte Charge im lösungsgeglühten Zustand etwas höhere Zeitstandfestigkeitswerte aufweist, als von Huntington angegeben.

Die vom normalen Verlauf etwas abweichende Darstellung der 750°-Kurve ist gerechtfertigt, denn wie die weiteren Ergebnisse noch zeigen werden, ergibt sich in diesem Bereich bei fast allen Befunden eine Abweichung vom normalerweise zu erwartenden Verlauf. Die metallografischen Untersuchungen, auf die noch eingegangen wird, weisen darauf hin, daß in diesem Temperaturbereich in starkem Maße Ausscheidungsvorgänge ablaufen, die sich in einem anomalen Verlauf der Kriechkurven bei 750°C bemerkbar machen.

Wie schon eingangs erwähnt, wird für optimales Zeitstandverhalten bei Temperaturen > 650°C der lösungsgeglühte Zustand eingesetzt. Bei dem Vergleich der Bilder 2 + 3 erkennt man, daß bei 650°C für Zeiten >10³ und bei 700°C schon für Zeiten >10² Stunden höhere Zeitstandfestigkeitswerte erreicht werden als im warm-fertiggewalzten bzw. geglühten Zustand. So liegt z.B. für 650°C die Zeitstandfestigkeit für 10.000 Stunden Standzeit bei 29 kp/mm² gegenüber 18-23 kp/mm² und bei 700°C liegen die $\sigma_{B/10000}$ Std.-Werte bei 19 kp/mm² für den lösungsgeglühten und 10-12 kp/mm² für die beiden anderen Zustände.

4.1.2 Zeit-Dehngrenzen

Neben der Zeitstandfestigkeit ist für den Konstrukteur die Kenntnis der Zeit-Dehngrenzen für die Auslegung von Bauteilen von besonderem Interesse. Im Bild 4 sind für den Zustand warm-fertiggewalzt und im Bild 5 für den bei 870°C geglühten Zustand die Zeiten für 0,2%-1% und z.T. bis 2% Dehnung in Abhängigkeit von der Spannung aufgetragen. Für den lösungsgeglühten Zustand sind die Zeit-Dehngrenzen im Bild 6 angegeben. Auch hier zeigt sich bei 750°C, analog den Zeitstandfestigkeitswerten, eine Anomalie in der Spannungsabhängigkeit.

Die Dehnbeträge verstehen sich als reine Kriechdehnung, ohne Belastungsdehnung bei Versuchsbeginn. Die Belastungsdehnung ϵ_{Bel} ist abhängig vom E-Modul und elastisch, sofern die Versuchsspannung nicht größer als die Warmstreckgrenze ist. Nach Herstellerangaben¹⁾ liegt die Warmstreckgrenze für den warm-fertiggewalzten und den geglühten Zustand zwischen 35 und 45 kp/mm² für Temperaturen bis 750°C und für den lösungsgeglühten Zustand zwischen 25-35 kp/mm².

Tatsächlich entsprachen die gemessenen Dehnwerte bei Versuchsbeginn (ϵ_{Bel}) bis zu Spannungen von 60 kp/mm² in etwa den Werten, wie sie rechnerisch unter Verwendung des E-Moduls ermittelt wurden. ERT = 20800 kp/mm², E 750° = 16200 kp/mm²) (Bild 7).

Aus den Zeitstandfestigkeitskurven (Bild 2+3) und den Zeit-Dehngrenzkurven (Bild 4-6), kann man das Verhältnis der Zeit-Dehngrenze zu Zeitstandfestigkeit bilden. Als Beispiel sind in Bild 8 die Werte für $\sigma_{1\%}/\sigma_B$ mit der Standzeit als Parameter in Abhängigkeit von der Prüftemperatur zusammengestellt. Klar ersichtlich ist, daß für den warm-fertiggewalzten Zustand (1) lediglich bei 650°C und für den homogenisierten Zustand (b) bei 650° und 700°C sich günstige Zeitdehngrenzen-Verhältnisse ergeben. Der lösungsgeglühte Zustand weist dagegen bis 750° sehr gute Verhältnismerte auf.

4.1.3 Extrapolation nach Larson-Miller

Um von kürzeren Standzeiten bei höheren Temperaturen auf längere Standzeiten bei tieferen Temperaturen extrapolieren zu können, hat sich das Verfahren nach Larson-Miller³⁾ u.a. für viele Legierungen als geeignet erwiesen. Nach Larson-Miller wird die Versuchsspannung gegen einen Parameter der Form

$$P = T^{\circ}\text{K} (c + \log t_B)$$

aufgetragen. Dabei ist T die Prüftemperatur, t_B die Standzeit und c eine legierungsabhängige Konstante. Die Konstante c wird allgemein mit 20 eingesetzt, jedoch hat sich gezeigt, daß eine Optimierung von c mit Hilfe der verfügbaren Standzeiten die Streubreite der Parameterwerte erheblich einengt. Einschränkend ist zu diesem u. a. Extrapolationsverfahren zu bemerken, daß die im Werkstoff ablaufenden Vorgänge über den

zu extrapolierenden Temperatur- und Zeitbereich grundsätzlich gleich sein sollen. Dies ist bei der Legierung Inconel 625 nicht ganz gegeben, wie insbesondere die Ergebnisse der Versuche am lösungsgeglühten Material bei 750°C zeigen.

So bildet sich auch in der Zeitstand-Hauptkurve (Bild 9) bei dem lösungsgeglühten Zustand im Bereich von $P = 23 - 23,5$ ein Knick. Dieser Bereich entspricht für eine Extrapolation von 750°C aus etwa 10^4 Std. bei 700°C und 10^5 Std. bei 650°C.

Dagegen zeigen die Kurven der beiden übrigen Zustände den üblichen Verlauf. Bei $P = 21,5$ kommt es zum Schnittpunkt mit der Kurve für den lösungsgeglühten Zustand, d.h. bei Langzeitbeanspruchung ($>10^3$ Std.) werden bei Prüftemperaturen unter 650°C im warm-fertiggewalzten bzw. homogenisierten Zustand höhere Zeitstandfestigkeitswerte erzielt.

Wenn man nun mit Hilfe der Zeitstand-Hauptkurve für den lösungsgeglühten Zustand auf z.B. 30.000 Std. Einsatzzeit bei 650°C extrapoliert, so kommt man auf eine Spannung von rund 25 kp/mm^2 für die Zeitstandfestigkeit. Besteht die Forderung, daß für diese Zeit und Temperatur ein bestimmter Dehnbetrag, z.B. 1%, nicht überschritten werden darf, so kommt man unter Verwendung des Zeit-Dehngrenzen-Verhältnisses (Bild 8) von $\approx 0,96$ auf eine Spannung von 24 kp/mm^2 .

4.1.4 Bruchdehnung und -einschnürung

Bruchdehnung und -einschnürung sind die wesentlichen Kennwerte für das Verformungsvermögen eines Werkstoffes. Die nach dem Versuch an den Proben gemessene Gesamtdehnung ist in Bild 10a und b in Abhängigkeit von der Standzeit für jede Prüftemperatur und jeden Zustand eingezeichnet. Im Teilbild 10a sind die Werte für den bei 870°C geglühten Zustand den Werten des warm-fertiggewalzten Zustandes gegenübergestellt. Bei 650°C und 700°C liegen die Werte des warm-fertiggewalzten Zustandes etwas über den Werten des bei 870°C ausgelagerten Zustandes, jedoch bei Zeiten $>10^3$ Std. ist ein Abfall erkennbar, was auf einen Überalterungseffekt hindeutet. Während bei 750°C wegen der Streuungen kein Unterschied zwischen den Zuständen besteht, liegen im warm-fertiggewalzten Zustand bei 800°C die Werte bei 90% für kurze Zeiten und Werte um 130% für längere Zeiten.

Bei dem lösungsgeglühten Zustand liegen die Werte niedriger (Bild 10b). Bei 650° und 700°C ist die Duktilität gering. Während bei 700°C die Werte ziemlich standzeitunabhängig zwischen 6-10% liegen, nehmen sie bei 650° mit zunehmender Standzeit ab auf ca. 1,5% bei 7000 Std. Bei 750° steigen die Werte von 18% auf 40% bei 600 Std. Standzeit, um dann auf Werte <10% abzufallen bei 15000 Stunden. Auch hier zeigt sich bei 750° ein Wechsel im Verlauf der Kurve in guter zeitlicher Übereinstimmung mit dem Wechsel im Verlauf der Zeitstandfestigkeitskurve (Bild 3). Bei 800° fallen die Werte ^{von} rd. 50% bei kurzen Standzeiten auf rd. 30% bei 3000 Std.

Die Werte für die Brucheinschnürung ψ sind in den Bildern 11a und b wiedergegeben. Im Teilbild a sind die Werte des warm-fertiggewalzten Zustandes denen des bei 870° geglühten Zustandes gegenübergestellt. Auch bei der Brucheinschnürung deutet sich bei längeren Standzeiten (>10²-10³ Std) für Prüftemperaturen >650°C eine Abnahme der Werte an. Für den lösungsgeglühten Zustand (Teilbild b) ergibt sich für 800° und 750°C zunächst ein Anstieg der Brucheinschnürung, jedoch nimmt zu längeren Standzeiten die Brucheinschnürung wieder deutlich ab.

4.2 Kriechverhalten

Die Spannungsabhängigkeit der sekundären Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ ist für Auslegungsrechnungen neben den Zeit-Dehngrenzen von besonderem Interesse. Die während der Zeitstandversuche gemessenen Werte für die sekundäre Kriechgeschwindigkeit sind im Bild 12 für den warm-fertiggewalzten und den bei 870° geglühten Zustand und im Bild 13 für den lösungsgeglühten Zustand jeweils in Abhängigkeit von der angelegten Spannung aufgetragen. Die Neigung der sich aus dieser doppellogarithmischen Darstellung ergebenden Geraden ergibt den Spannungsexponenten n nach der Nortonschen Kriechbeziehung

$$\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^n.$$

Die Temperaturabhängigkeit der Konstanten n und k geht aus der folgenden Tabelle für die drei untersuchten Zustände hervor.

| Zustand | 650° | | 700° | | 750° | | 800° | |
|---------|------|----------------------|------|----------------------|------|---------------------|------|----------------------|
| | n | k | n | k | n | k | n | k |
| w.f.g. | 5,6 | $8 \cdot 10^{-14}$ | 4,7 | $4 \cdot 10^{-11}$ | 4,3 | $2,6 \cdot 10^{-9}$ | 3,2 | $7,2 \cdot 10^{-7}$ |
| 870°1h | 5,0 | $2 \cdot 10^{-13}$ | 4,6 | $2,2 \cdot 10^{-11}$ | 3,7 | $8,7 \cdot 10^{-9}$ | 3,5 | $5,2 \cdot 10^{-7}$ |
| 1150°1h | 10,1 | $2,4 \cdot 10^{-21}$ | 9,2 | $4,4 \cdot 10^{-18}$ | - | - | 8,0 | $1,8 \cdot 10^{-12}$ |

Der warm-fertiggewalzte Zustand zeigt eine nur geringfügig stärkere Spannungsabhängigkeit bis 750°C. Der lösungsgeglühte Zustand dagegen weist erheblich größere n-Werte und kleinere k-Werte über den gesamten Temperaturbereich auf. Auf die Angabe von n und k für 750° wurde verzichtet, weil der Verlauf der Kriechkurven im Spannungsbereich von 16-20 kp/mm² keine exakte Bestimmung des sekundären Kriechbereiches zuläßt. Es sei hier schon auf die Darstellung der Kriechkurven in den Bildern 26+27 verwiesen, die den Kriechverlauf in diesem Bereich deutlich veranschaulichen. In dem Bild 13 sind für 16 und 18 kp/mm² mehrere Werte angegeben, die sich allerdings nicht mit den übrigen Werten von 750° auf einer Geraden einordnen. Für 649° sind von Huntington¹⁾ noch Werte eingezeichnet, die sich mit den von uns bei 650° gemessenen gut decken.

Von Monkman und Grant⁴⁾ wurde rein empirisch ein Zusammenhang zwischen sekundärer Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ und der Standzeit t_B folgender Form gefunden:

$$\log t_B + m \cdot \log \dot{\epsilon} = k.$$

Dabei sind m und k Konstanten, die legierungs- und zum Teil auch temperaturabhängig sind. Eine Auftragung der $\dot{\epsilon}$ -Werte in Abhängigkeit von der Standzeit ergibt im doppellogarithmischen Papier in der Regel eine Gerade, aus deren Neigung sich der Wert für m errechnet. Für den warm-fertiggewalzten Zustand sind die Werte im Bild 14 und für die beiden Zustände 870° 1h/L und 1150° 1h/L im Bild 15 eingezeichnet. Die sich aus dieser Darstellung ergebenden m-Werte sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

| Zustand | 650° | 700° | 750° | 800° |
|-------------|------|------|------|------|
| w. f. g. | 0,95 | 0,92 | 0,88 | 0,82 |
| 870° 1h m = | 1,07 | 1,06 | 0,81 | 0,75 |
| 1150° 1h | 1,10 | 0,97 | - | 0,78 |

5. Metallografische Untersuchungen

5.1. Bruchverhalten

Im untersuchten Temperaturbereich von 650-800°C brechen die Proben des warm-fertiggewalzten Zustandes interkristallin und bis 700°C ohne weitere interkristalline Anrisse in der Bruchzone. Erst ab 750°C und längeren Standzeiten treten in der Meßlänge weitere Anrisse auf (Bild 16). Der bei 870° geglühte Zustand verhält sich wie der warm-fertiggewalzte Zustand. Der Bruch erfolgt interkristallin, jedoch treten schon ab 700° interkristalline Anrisse in der Bruchzone auf, die mit steigender Temperatur und Standzeit zunehmen (Bild 17).

Die Proben des lösungsgeglühten Zustandes brechen über den gesamten untersuchten Temperaturbereich ebenfalls interkristallin. Dabei treten schon bei 650° ab mittleren Standzeiten (>10² Std.) interkristalline Anrisse auch in der Bruchzone auf. Als Beispiel sind im Bild 18 die Bruchzonen der Proben mit den maximalen Standzeiten bei den verschiedenen Prüftemperaturen im ungeätzten Zustand dargestellt. Wie aus Bild 19a+b hervorgeht, gehen die Anrisse überwiegend von den Tripelpunkten der Korngrenzen aus.

5.2. Ausscheidungsverhalten

Die ausgezeichneten Warmfestigkeitseigenschaften von Inconel 625 werden überwiegend auf die Mischkristallhärtung durch Molybdän und Niob zurückgeführt. Frühere Arbeiten haben gezeigt, daß im Temperaturbereich um 700° komplexe Ausscheidungsvorgänge ablaufen, unter Beteiligung der mischkristallhärtenden Elemente. Daraus ergibt sich, daß die Langzeiteigenschaften stark vom Ausscheidungszustand und den bei den Einsatz-temperaturen ablaufenden Entmischungsvorgängen abhängig sind. Von Garzarolli et al.⁹⁾, Böhm et al.¹⁰⁾ und Schnabel et al.¹¹⁾ sind in letz-

ter Zeit Arbeiten zum Ausscheidungs- und Rekrystallisationsverhalten von Inconel 625 publiziert worden, die dazu beigetragen haben, daß die im Temperaturbereich von 600-1100° ablaufenden Vorgänge als weitgehend geklärt angesehen werden können. Unabhängig von den etwas unterschiedlichen Versuchsbedingungen zeigen die Ergebnisse dieser Arbeiten eine sehr gute Übereinstimmung.

Die im Zeitstandversuch gefahrenen Proben wurden z.T. metallografisch untersucht. Die im Lichtmikroskop beobachteten Gefügeänderungen, ergänzt durch Untersuchungen mit der Mikrosonde, lassen sich anhand der unter ⁹⁻¹¹⁾ angegebenen Arbeiten gut beschreiben.

Unabhängig von der Vorbehandlung liegen in Inconel 625 aus der Schmelze ausgeschiedene Primärkarbide bzw. Primärkarbonitride Nb (CN) vor, die auch Titan enthalten und durch Auslagerung im Bereich von 650-850° nicht beeinflußt werden. Bei den im Zeitstandversuch angewandten Prüftemperaturen kommt es zunächst bevorzugt auf den Korngrenzen und, wie H. Böhm et al. ¹⁰⁾ bei elektronenmikroskopischen Untersuchungen gefunden haben, an Versetzungen und Zwillingen zur Bildung von $M_{23}C_6$ und zu etwas längeren Zeiten auch zu M_6C . Im Korninneren kommt es bei Temperaturen von 600-750°C je nach Beanspruchungszeit zur Bildung einer metastabilen Phase der Form $Ni_3(NbAlTi)$ ⁹⁾ bzw. $Ni_3(NbX)$ ¹⁰⁾. Das Auftreten dieser Phase bewirkt einen Härteanstieg. Zu sehr langen Zeiten bzw. bei Temperaturen $\geq 750^\circ$ geht diese Phase in die Gleichgewichtsphase $Ni_3(NbMo)$ über. Verbunden damit ist eine Überalterung und ein Härteabfall ^{9,10)}. Die Bildung und Ausbreitung dieser Phasen läßt sich lichtmikroskopisch deutlich verfolgen. Plattenförmig, von den Korngrenzen ausgehend, ist der Beginn ^{bei} den Zeitstandproben bei 650° nach einigen hundert Stunden Standzeit erkennbar und nach ≈ 7000 Std. sehr deutlich (Bild 20a+b). Dabei im Probenkopf etwas schwächer als in der Bruchzone, wo die angelegte Spannung wirksam ist.

Mit steigender Prüftemperatur setzt die Bildung früher ein und erstreckt sich mit zunehmender Standzeit in Widmanstättenscher Anordnung über das ganze Gefüge (Bild 21 und 22). Diese Aufnahmen von Proben, die über verschieden lange Zeiten bei 750° und 800° eingesetzt waren, zeigen außerdem sowohl an den Korngrenzen als auch im Korn grobflächige Ausscheidungen. Diese erscheinen im Lichtmikroskop hellgrau mit einem gelblich

bis orangefarbenen Kern ("Spiegeleier"). Konzentrationsprofile mit der Mikrosonde ergeben für den Kern eine Ti- und Nb-Anreicherung. Der Hof um diesen Kern ist eine starke Mo-Anreicherung.

5.3 Härtemessungen

An einem großen Teil der Zeitstandproben wurde nach dem Zeitstandversuch die Härte gemessen und zwar im Probenkopf und in der Meßlänge. Die Härtewerte sind ein gutes Spiegelbild der im Werkstoff ablaufenden Verfestigungs- und Entfestigungsvorgänge durch Temperatur- und Zeiteinfluß.

In den Bildern 23-25 sind für die drei untersuchten Zustände die Härtewerte der Zeitstandproben in Abhängigkeit von der jeweiligen Standzeit eingezeichnet. Bild 23 umfaßt die Werte für den warm-fertiggewalzten Zustand. Ausgehend von einer Vickershärte von $\sim 300 \text{ kp/mm}^2$ steigt bei 650° Prüftemperatur die Härte auf $\sim 440\text{-}450 \text{ kp/mm}^2$ bei Standzeiten >10 Stunden im Probenkopf. Mit steigender Prüftemperatur ist der Härteanstieg nicht mehr so ausgeprägt, sodaß bei 800° die Härte auf max. 360 kp/mm^2 steigt. Die Ursache der Härtesteigerung liegt in den im vorangegangenen Kapitel beschriebenen temperatur- und zeitabhängigen Ausscheidungen. Mit zunehmender Standzeit kommt es wieder zu einer leichten Abnahme der Härte (bei $650^\circ > 10^4$) infolge Überalterung.

In der Meßlänge kommt es zusätzlich durch die Kriechverformung zu einer bei kurzen Standzeiten sehr wirksamen Verfestigung, wie der Verlauf der gestrichelten Kurven zeigt. Allerdings wird diese Verfestigung durch Einwirkung der Prüftemperatur schon z.T. nach kurzen Zeiten wieder abgebaut. Bei 750° und 800° fallen die in der Meßlänge gemessenen Werte nach Standzeiten von 600 Std. bzw. 100 Std. unter die Werte des Probenkopfes. Der Grund ist, daß es in der Meßlänge einmal mit steigender Temperatur und Standzeit zu erheblichen interkristallinen Anrissen kommt und die Ausscheidungen in stärkerem Maße koagulieren.

Die starke Härtesteigerung in der Meßlänge dürfte allerdings nicht allein auf Verfestigung durch Deformation zurückzuführen sein, sondern z.T. auch auf eine Beschleunigung der Ausscheidungsvorgänge durch die Verformung. Demzufolge tritt auch dann in der Meßlänge ein Härteabfall durch Überalterung früher auf als im Probenkopf.

Ähnlich wie in Bild 23 liegen die Härtewerte für den bei 870° homogenisierten Zustand (Bild 24). Zwar steigen auch hier die Härtewerte im Probenkopf in Abhängigkeit von der Prüftemperatur an, allerdings als Folge der vorangegangenen 870° -Glühung nicht ganz so stark wie im warm-fertig-gewalzten Zustand. Sehr ausgeprägt ist auch hier der Härteanstieg in der Meßlänge.

Für den lösungsgeglühten Zustand sind die Werte im Bild 25 eingetragen. Ausgehend von einer für den lösungsgeglühten Zustand normalen Härte von $170-180 \text{ kp/mm}^2$ steigt die Härte bei 650° Prüftemperatur im Probenkopf auf $\approx 345 \text{ kp/mm}^2$ und in der Meßlänge auf $\approx 360 \text{ kp/mm}^2$. Bei 700° liegen die Werte bei $\approx 320 \text{ kp/mm}^2$ für den Probenkopf und $\approx 340 \text{ kp/mm}^2$ für die Meßlänge. Der Anteil der Verfestigung durch Deformation bzw. durch die Spannung beschleunigter Ausscheidungen ist also nicht sehr groß. Dagegen bei 750° bildet sich bis zu 700 h-Versuchszeit ein Plateau bei $280-290 \text{ kp/mm}^2$ für die Härte im Probenkopf, sodann erhöht sich mit zunehmender Standzeit die Härte auf $\approx 330 \text{ kp/mm}^2$ bei 2500 Std und fällt dann auf 315 kp/mm^2 bei 14500 Std. Die Härtesteigerungen in den Meßlängen übertreffen die der anderen Prüftemperaturen. Die Werte steigen auf $\approx 380 \text{ kp/mm}^2$ bei 10^2-10^3 Std. und fallen dann allerdings stärker ab und erreichen bei $>10^4$ Std. nahezu die im Probenkopf gemessenen Werte. Bei 800° steigt die Härte im Probenkopf gleichmäßig an und erreicht bei ≈ 10 Std. $300-310 \text{ kp/mm}^2$. Zu längeren Zeiten deutet sich, wie auch bei den anderen Prüftemperaturen, ein Abfall der Härte als Folge von Überalterung an.

6. Diskussion der Versuchsergebnisse

Die im Rahmen dieses Versuchsprogrammes ermittelten Ergebnisse geben ein klares Bild über das Langzeitverhalten der Legierung Inconel 625 in drei verschiedenen Vorbehandlungszuständen für den Temperaturbereich von $650-800^{\circ}\text{C}$. Technisch interessant für diesen Temperaturbereich sind die Werte des lösungsgeglühten Zustandes, wohingegen der warm-fertig-gewalzte Zustand und auch der homogenisierte Zustand für Einsatztemperaturen von max. $650-700^{\circ}$ in Frage kommen. Die für Temperaturen $>700^{\circ}$ bei diesen beiden Zuständen gefundene stärkere Abnahme der Festigkeitskennwerte bzw. entsprechende stärkere Zunahme der Kriech- und Duktilitätswerte ist also

hauptsächlich unter dem Gesichtspunkt zu sehen, daß die Einsatzmöglichkeiten zu höheren Temperaturen abgegrenzt wurden und ein Vergleich zu dem lösungsgeglühten Zustand gegeben ist. Auf die Ermittlung von Zugfestigkeitswerte wurde verzichtet, da von Huntington¹⁾ für verschiedene Zustände umfangreiche Ergebnisse vorliegen.

Bei der Wiedergabe der Zeitstandfestigkeitskurven für den lösungsgeglühten Zustand in Bild 3 fällt auf, daß bei 750° Prüftemperatur die Spannungsabhängigkeit der Standzeit für Spannungen $< 18 \text{ kp/mm}^2$ größer ist als bei $\sigma > 18 \text{ kp/mm}^2$, d.h., daß die Zeitstandfestigkeitskurve in der doppellogarithmischen Darstellung nicht gleichmäßig gekrümmt ist wie bei 650°, 700° und 800°C und auch sonst allgemein üblich. Die durchgeführten metallografischen Untersuchungen und die in diesem Bericht dargestellten Bilder veranschaulichen sehr deutlich die komplexen und auch mengenmäßig erheblichen Ausscheidungen, die bei diesen Temperaturen auftreten. Daß dies nicht ohne Einfluß auf die im Zeitstandversuch gemessenen Kenngrößen bleibt, ist verständlich. Die von verschiedenen Autoren⁹⁻¹¹⁾ durchgeführten Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten zeigen, daß um 750°C die Vorgänge am stärksten ablaufen. Im Zeitstandversuch kommt hinzu, daß durch die ablaufende Kriechverformung sowohl die Ausscheidungsvorgänge als auch die nachfolgende Überalterung beschleunigt werden. Dies geht aus Bild 20 hervor, wo der Beginn der plattenförmigen Ausscheidungen in der Meßlänge stärker erkennbar ist als im Kopf.

Schon bei der kontinuierlichen Registrierung der Kriechdehnung mit induktiven Aufnehmern konnte bei 750° ein anomales Verhalten beobachtet werden. Die Kriechkurven bei 650° und 700° lassen sich wie folgt beschreiben:

- schwach ausgeprägter Primärbereich,
- relativ kurzer Sekundärbereich,
- großer Tertiarbereich.

Lediglich bei 800° ist der Primärbereich stärker ausgeprägt.

Für den Versuch 750° 12 kp/mm² ist im Bild 26 der Verlauf der Kriechkurve dargestellt. Nach schwachem Anfangskriechen kommt es nach 200 Stunden Versuchszeit zu einer Erhöhung der Kriechgeschwindigkeit bis ≈ 900 Stunden. Bis ≈ 3500 Stunden ist die Kriechkurve gekennzeichnet

durch abnehmende Kriechgeschwindigkeit und bis 8500 Stunden durch stationäres Kriechen. Nach 8500 h bildet sich der übliche 'tertiäre' Kriechabschnitt mit zunehmender Kriechgeschwindigkeit. Erhöht man die Spannung auf 16 kp/mm^2 , so tritt in der Kriechkurve in gleicher Weise, jedoch zu kürzeren Zeiten verschoben, diese Phase der Kriechgeschwindigkeitserhöhung auf (Bild 27), Kurve II). Die Erhöhung der Prüftemperatur um 50° auf 800°C verschiebt diesen Bereich zu noch kürzeren Zeiten, sodaß die 800° -Kriechkurven durchweg einen stärker ausgeprägten Primärbereich aufweisen (Bild 27, Kurve III). Wenn man nun das zeitliche Auftreten dieser Kurven-Anomalien mit den Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagrammen (Bild 28a+b) vergleicht, so erkennt man eine gute Übereinstimmung mit dem Auftreten der Phase $\text{Ni}_3(\text{NbX})$ bzw. $\text{Ni}_3(\text{NbMo})$.

Der von Monkman und Grant⁴⁾ rein empirisch gefundene Zusammenhang zwischen sekundärer Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ und der Standzeit t_B kann bestätigt werden, allerdings zeigt sich eine Abhängigkeit der m- und k-Werte sowohl von der Prüftemperatur als auch von der Vorbehandlung. Monkman und Grant dagegen geben in Ihrer Arbeit für verschiedene Metalle und Legierungen als Ergebnis umfangreicher Versuchsreihen m-Werte an, die sich nur von Werkstoff zu Werkstoff unterscheiden. So wird einheitlich für Ni-Basis-Legierungen ein m-Wert von 0,77 und für austenitische Stähle $m = 0,93$ angegeben. Ein Einfluß von Prüftemperatur, Prüfatmosfera oder Gefügeänderung wurde nicht beobachtet. Allerdings zeigen Diskussionsbeiträge sowie verschiedene eigene Arbeiten sehr wohl einen Einfluß sowohl der Prüftemperatur als auch der Zusammensetzung. So zeigt die aushärtbare Ni-Basis-Legierung Inconel 718 im ausgehärteten Zustand für Prüftemperaturen von $650-800^\circ$ einen m-Wert von 0,75, dagegen im thermisch nicht so stabilen homogenisierten Zustand m-Werte von 1,21-0,77 für den gleichen Temperaturbereich⁵⁾. Bei Vanadin-Basis-Legierungen ergeben sich unterschiedliche Werte als Einfluß verschiedener Legierungszusätze⁶⁾. Bei den austenitischen Stählen der W-Nr. 4988 und 4981 werden als Einfluß der Prüftemperatur und der Vorbehandlung unterschiedliche Werte gefunden^{7,8)}. Der Einfluß der Gefügeänderungen geht auch klar aus Bild 13 für die 750° -Werte des lösungsgeglühten Zustandes hervor. Analog den bisher beschriebenen Ergebnissen liegen auch bei dieser Auftragung die Werte nicht mehr auf einer Geraden, d.h., die Kriechgeschwindigkeit wird stärker erniedrigt, als die Standzeit erhöht wird.

7. Literatur

- 1) Huntington Technical Bulletin T 42
"Engineering properties of Inconel Alloy 625"
- 2) W.L. Pearl, E.G. Brush, G.G. Gaul, S. Leistikow
Nuclear Applications, Vol. 3, July 67, S. 418-432
"General Corrosion of Inconel Alloy 625 in simulated
superheat reactor environment"
- 3) F. R. Larson, J. Miller; Trans. ASME 74 (1952) S. 765
"A Time Temperature-Relationship for Rupture and Creep Stresses"
- 4) F. C. Monkman, N.J. Grant; Proc. ASTM Vol. 56 (1956)
"An Empirical Relationship between Rupture Life and Minimum
Creep Rate in Creep-Rupture Tests"
- 5) M. Schirra, H. Scholz; unveröffentlichte Ergebnisse
"Zeitstand- und Kriechverhalten der Legierung Inconel 718"
- 6) H. Scholz, M. Schirra; KFK-1193
"Zeitstand- und Kriechverhalten von Vanadin-Titan- und Vanadin-
Titan-Niob-Legierungen mit Zusätzen von Silizium und Germanium"
- 7) M. Schirra, H. Scholz; unveröffentlichte Ergebnisse
"Zeitstand- und Kriechverhalten der Legierung X8CrNiMoVNb 1613"

- 8) H. Böhm, M. Schirra; KFK-1512
R. Solano, R. Garcia
"Das Zeitstand- und Kriechverhalten der Legierung X8CrNiMoNb 1616
in verschiedenen Vorbehandlungszuständen"
- 9) F. Garzaroli, A. Gerscha, P. Franke;
Zeitschr. f. Metallkunde 60 (1969) Heft 8, S. 643-652
"Untersuchungen über das Ausscheidungsverhalten und die mechanischen Eigenschaften von Inconel 625"
- 10) H. Böhm, K. Ehrlich, K. Kramer; Metall, Heft 2 (1970) S. 139-144
"Das Ausscheidungsverhalten der Ni-Legierung Inconel 625"
- 11) E. Schnabel, H. Schüller, P. Schwab
Prakt. Metallografie, Heft 9/71, S. 521-527
"Das Ausscheidungs- und Rekristallisationsverhalten der
Ni-Basis-Legierung Inconel 625"

An dieser Stelle sei Herrn Prof. Böhm gedankt für seine wertvollen Anregungen und Hinweise. Für die Durchführung der umfangreichen metallografischen Untersuchungen danke ich Frau Schlenker und den Herren Seith, Dindorf und Wels für sachgerechte Betreuung und Durchführung der Versuche.

Tabelle I

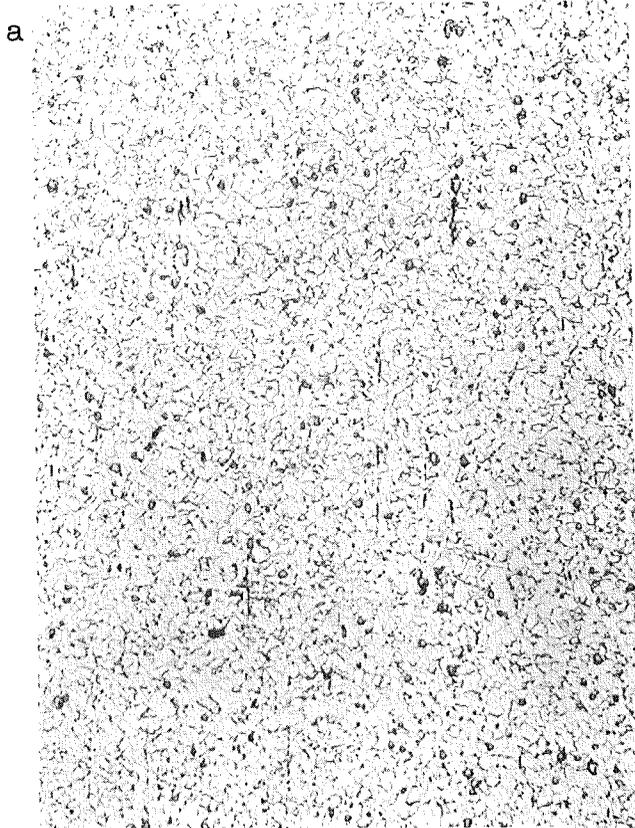
Chemische Analyse Inconel 625

Chg. NX 9012 A

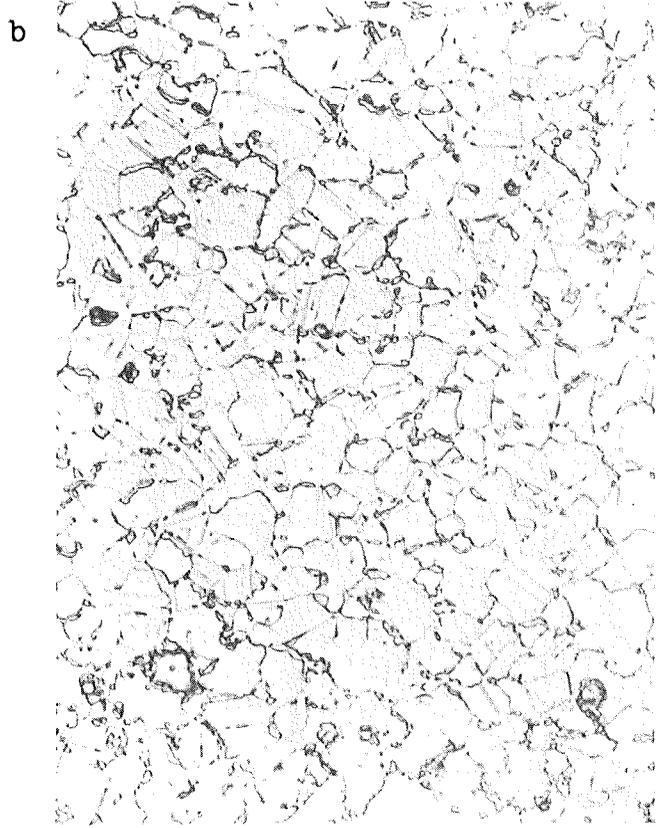
| | C | Si | Mn | P | S | Cr | Ni |
|-----------------|-------------|-------------|-------------|---|--------------|-------|------|
| A: Richtanalyse | max 0,10 | max 0,50 | max 0,50 | | max 0,015 | 20-23 | Rest |
| B: Huntington | 0,03 | 0,27 | 0,15 | | 0,007 | 21,41 | " |
| C: Eigene Werte | 0,03 | 0,21 | 0,19 | | 0,003 | 21,4 | " |

| | Al | Ti | Mo | Ta/Nb | Co | Cu | B | Fe |
|---|-------------|-------------|------|---------------|------------|------|--------|------------|
| A | max 0,40 | max 0,40 | 8-10 | 3,15- 4,15 | max 1,0 | - | - | max 5,0 |
| B | 0,30 | 0,31 | 8,64 | 4,15 | - | - | - | 2,73 |
| C | 0,24 | 0,40 | 8,30 | 4,13 | 0,048 | 0,04 | 0,0013 | 2,85 |

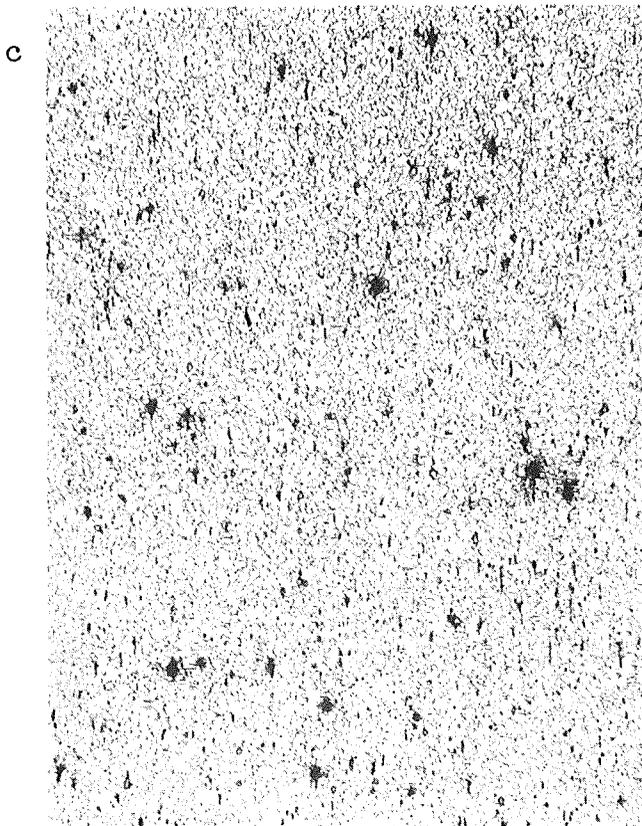
Anlieferzustand=warmfertiggewalzt



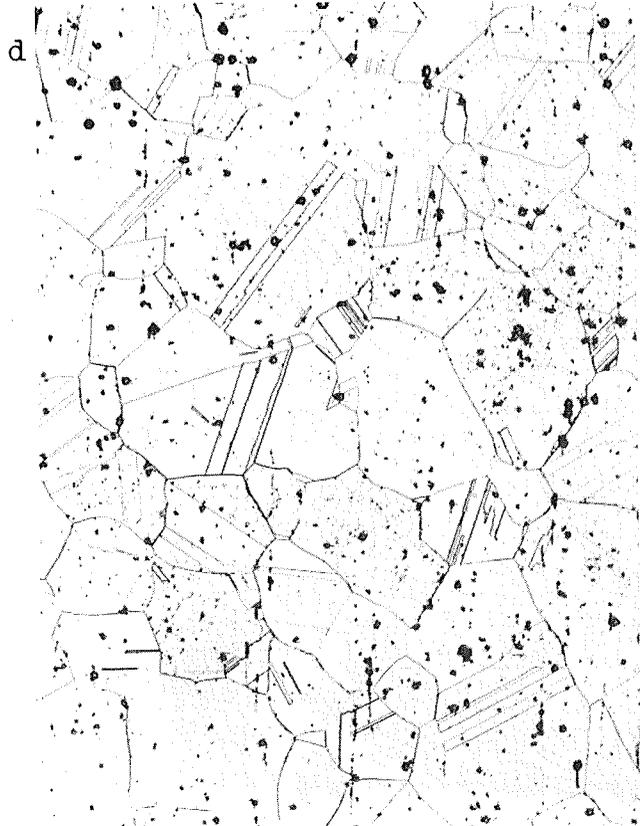
1877 $HV_{30} = 305$ x 200
870° 1 Std/L



1961 x1000
1150° 1 Std/L



27o4 $HV_{30} = 286-287$ x100



27o3 $HV_{30} = 169-177$ x100

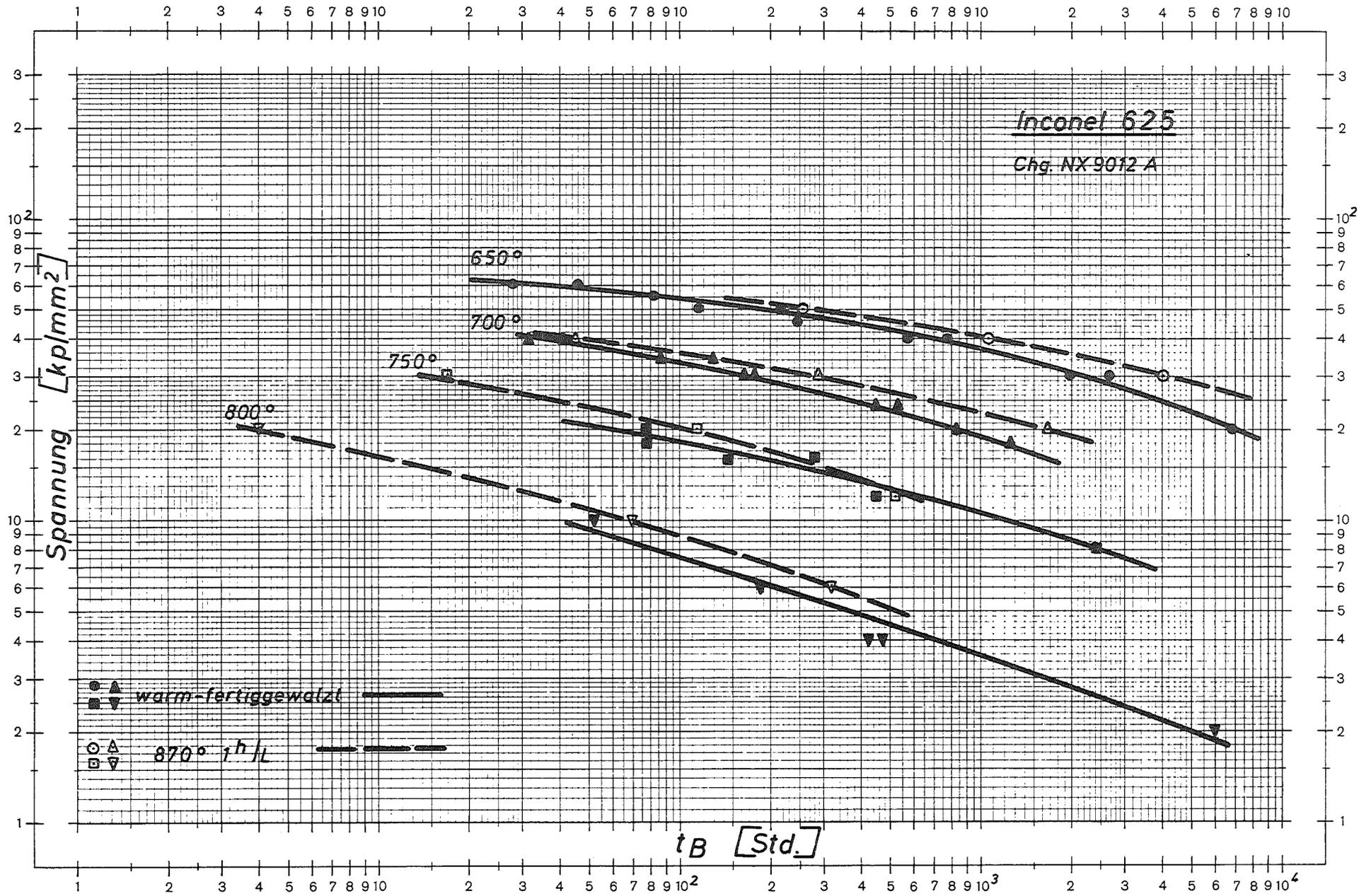


Bild 2: Zeitstandfestigkeitskurven

Beide Achsen logar. geteilt von 1 bis 10000 und 1 bis 300 Einheit 62,5 mm

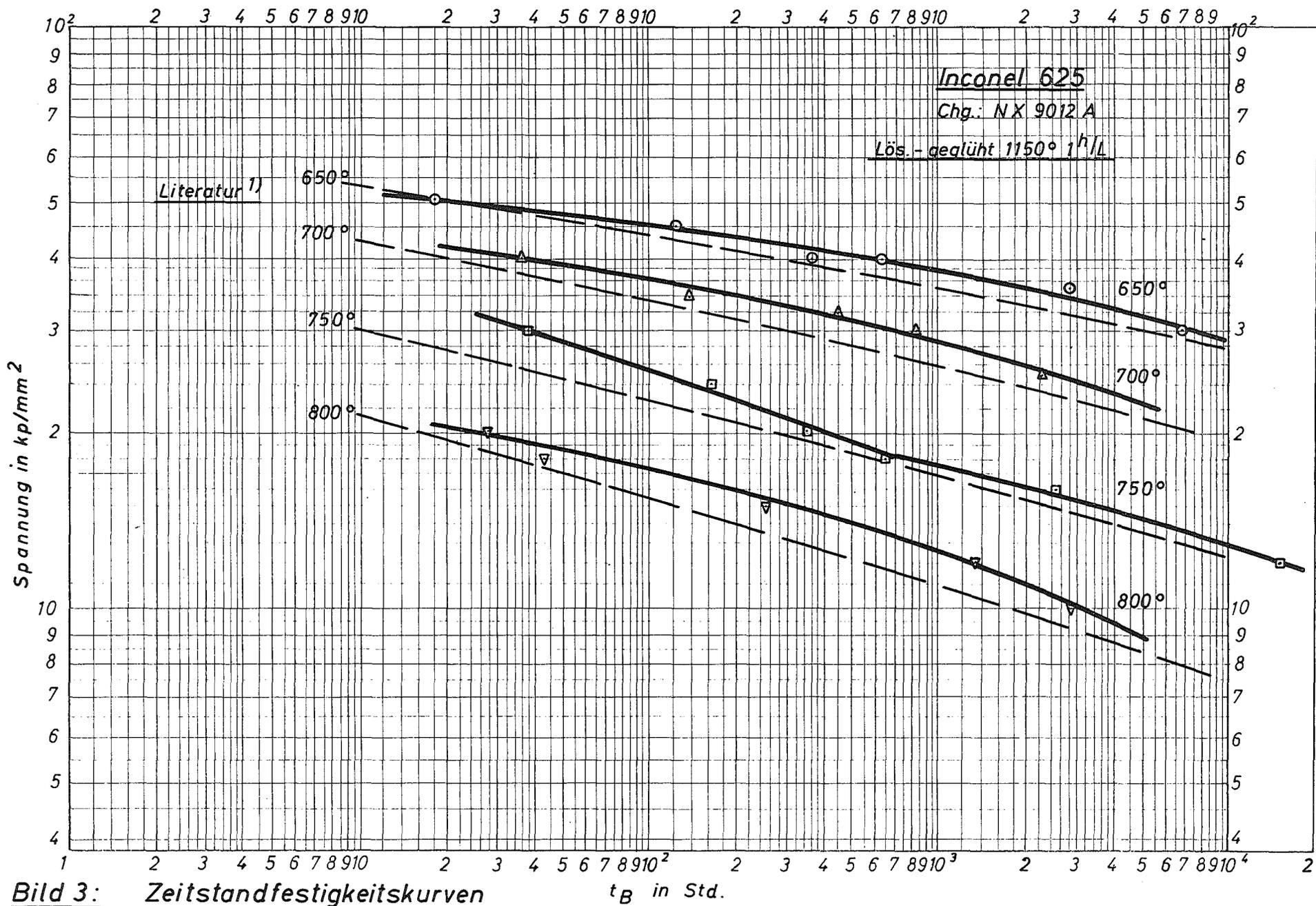


Bild 3: Zeitstandfestigkeitskurven

t_B in Std.

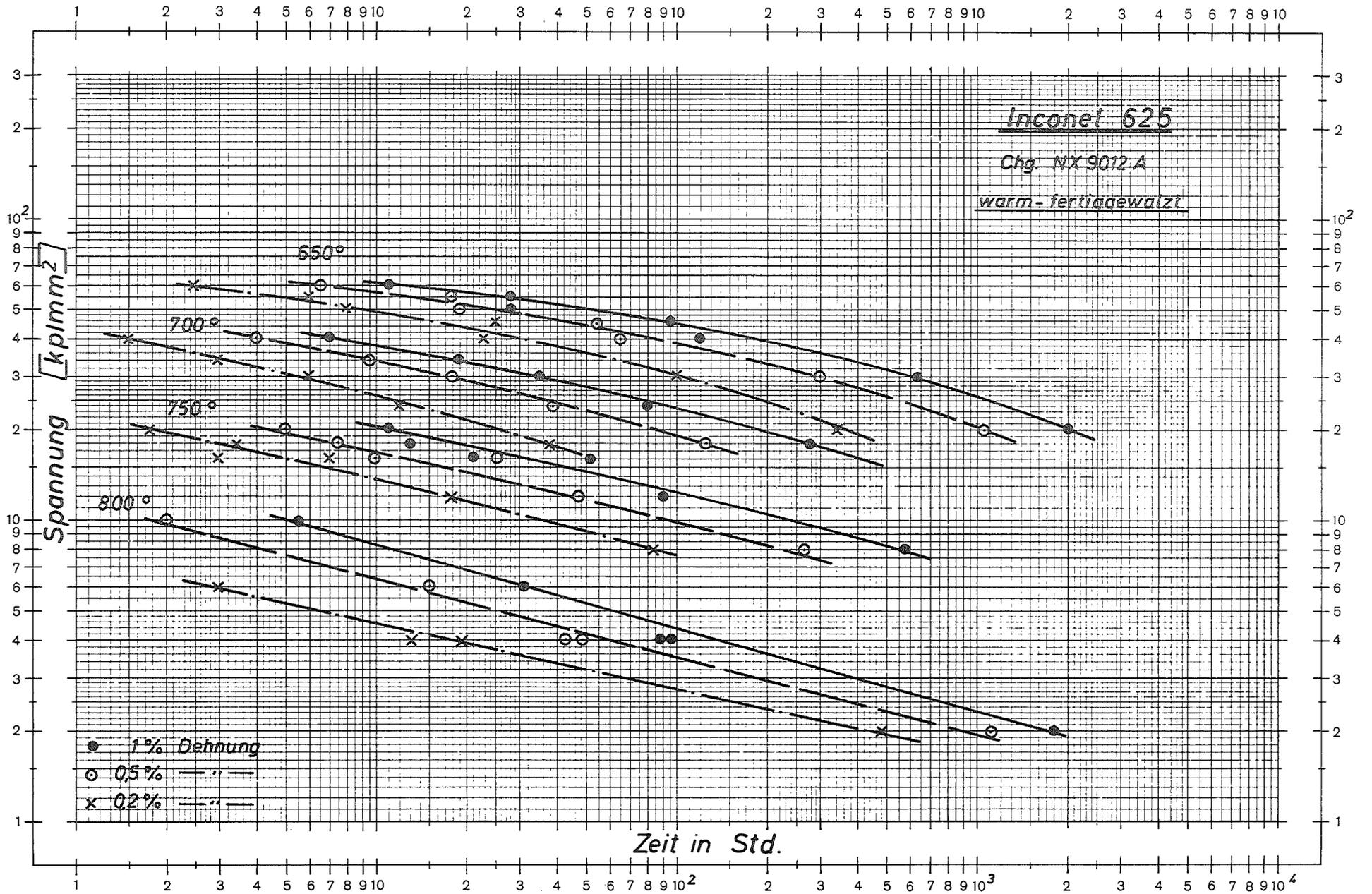
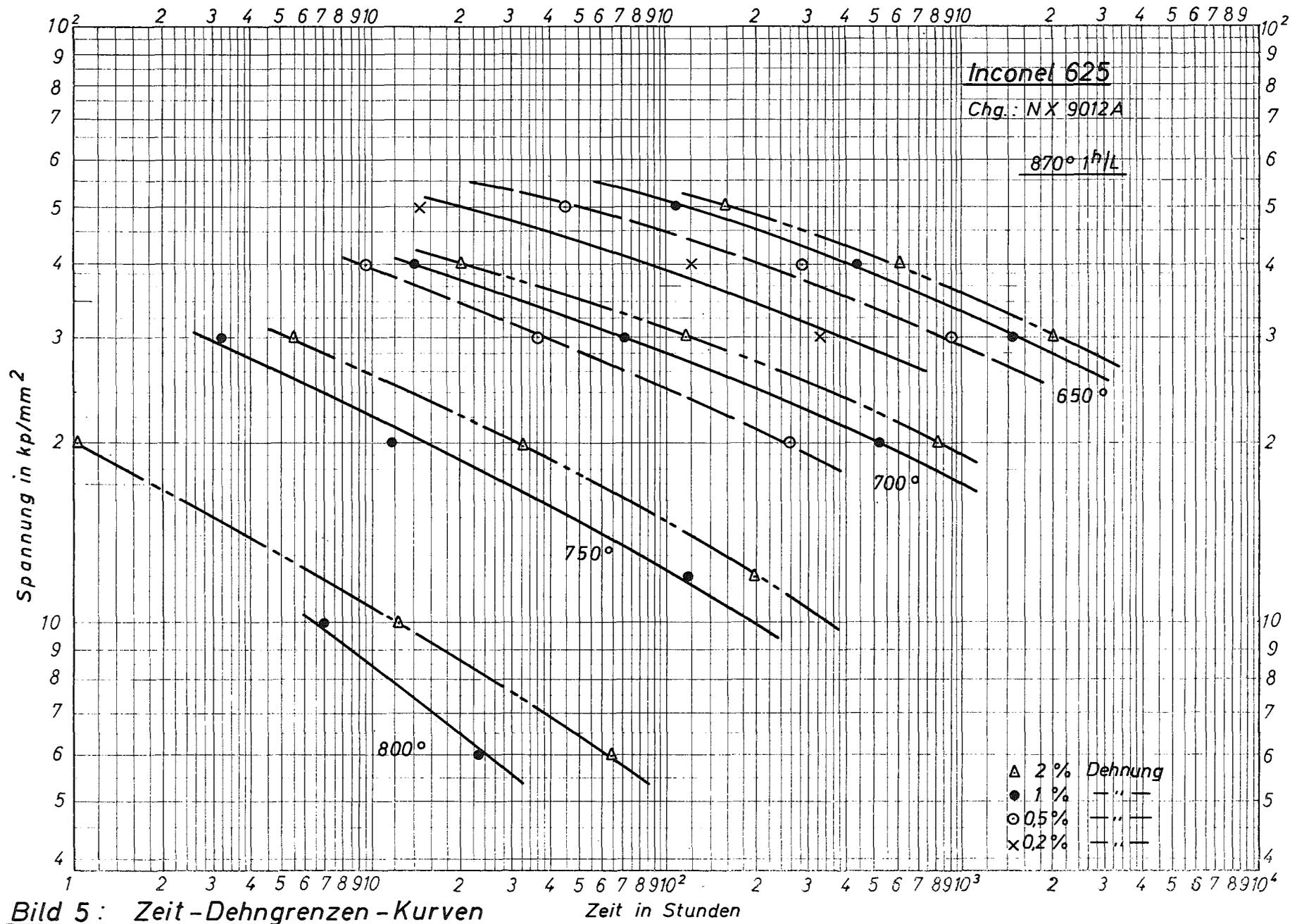


Bild 4: Zeit-Dehngrenzen-Kurven

Beide Achsen logar. geteilt von 1 bis 10000 und 1 bis 300 Einheit 62,5 mm



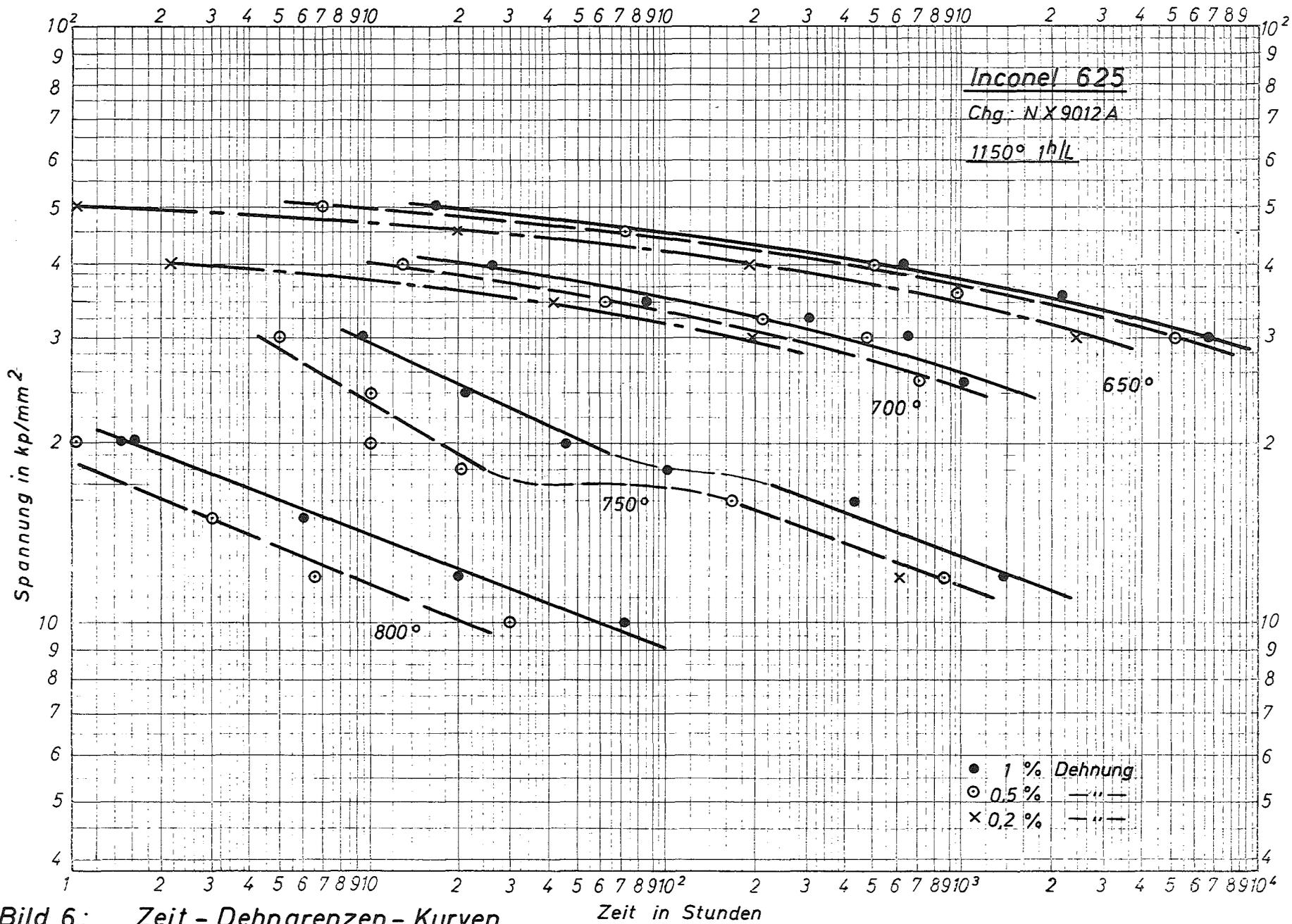


Bild 6: Zeit - Dehngrenzen - Kurven

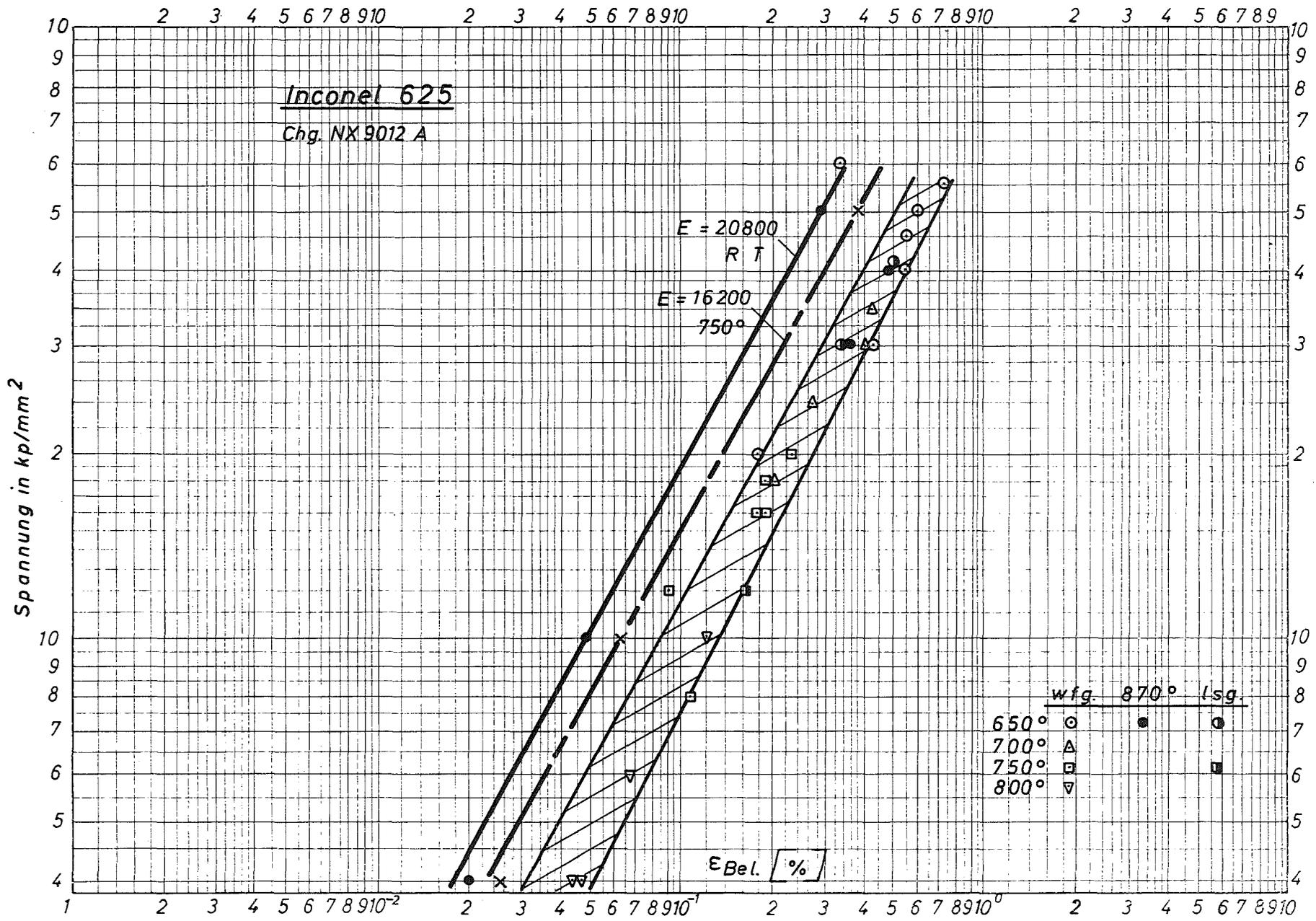


Bild 7: Belastungsdehnung in Abhängigkeit von der Spannung

Inconel 625 Chg. NX 9012 A

Zustand: warm-fertiggewalzt
(Anlieferung)

870 ° 1h/L (geglüht)

1150 ° 1h/L (Lösungsgeglüht)

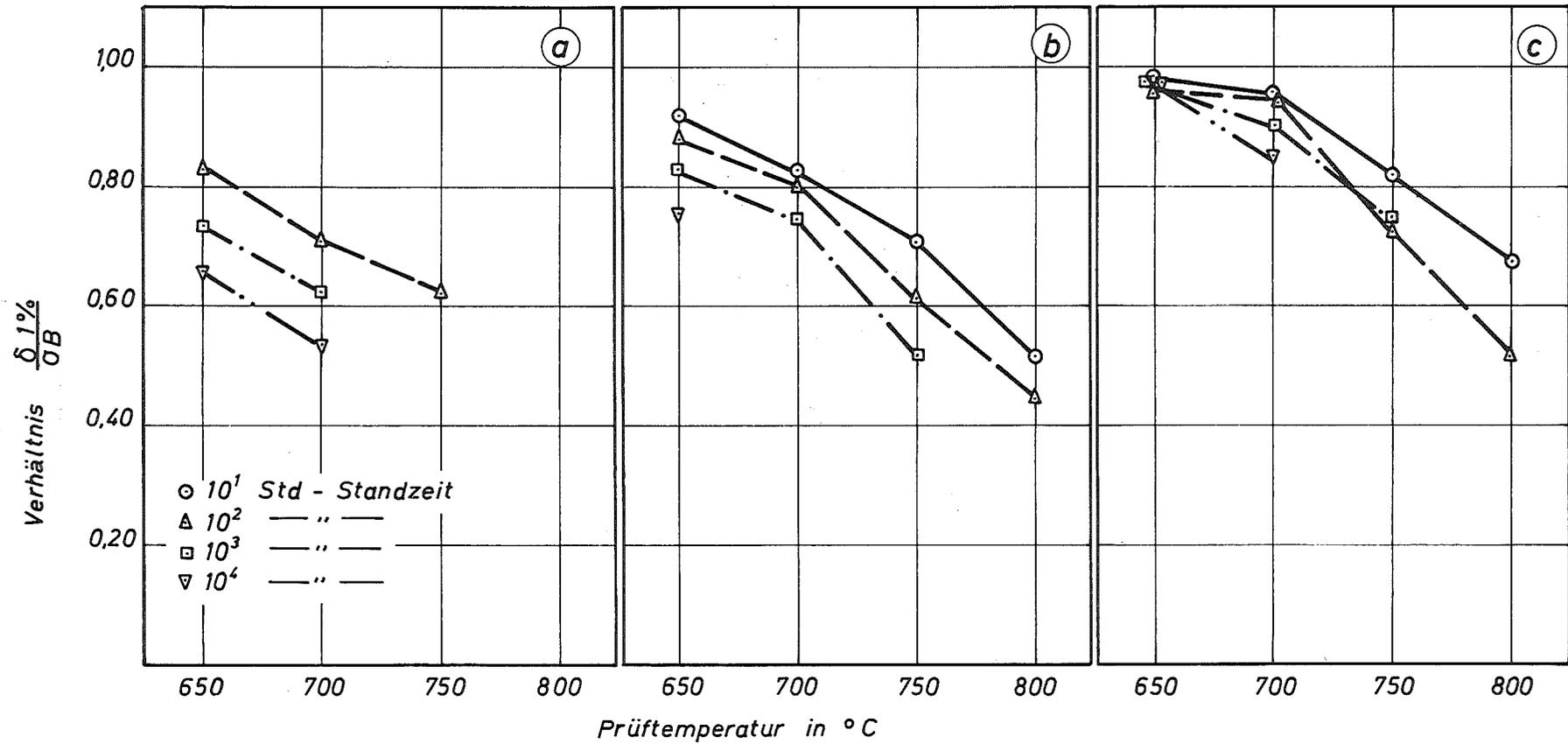


Bild 8: Verhältnis Zeit-Dehngrenze zu Zeitstandfestigkeit in Abhängigkeit von der Prüftemperatur

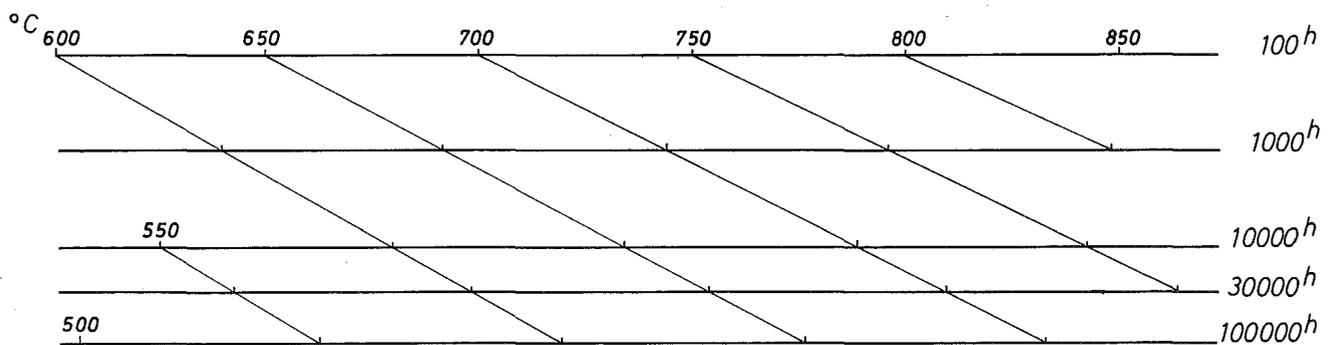
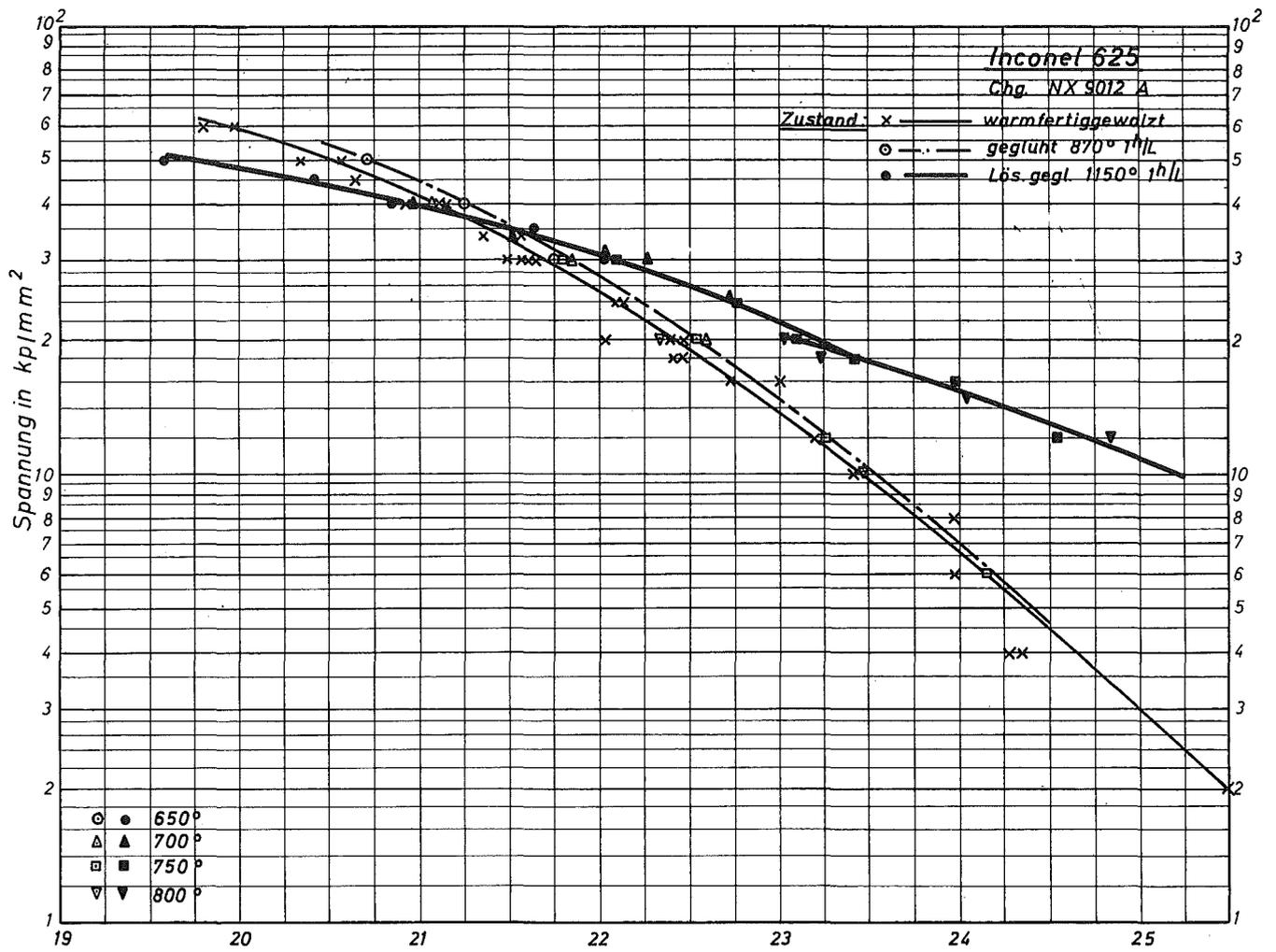


Bild 9: Zeitstand - Hauptkurve
(Larson - Miller - Parameter)

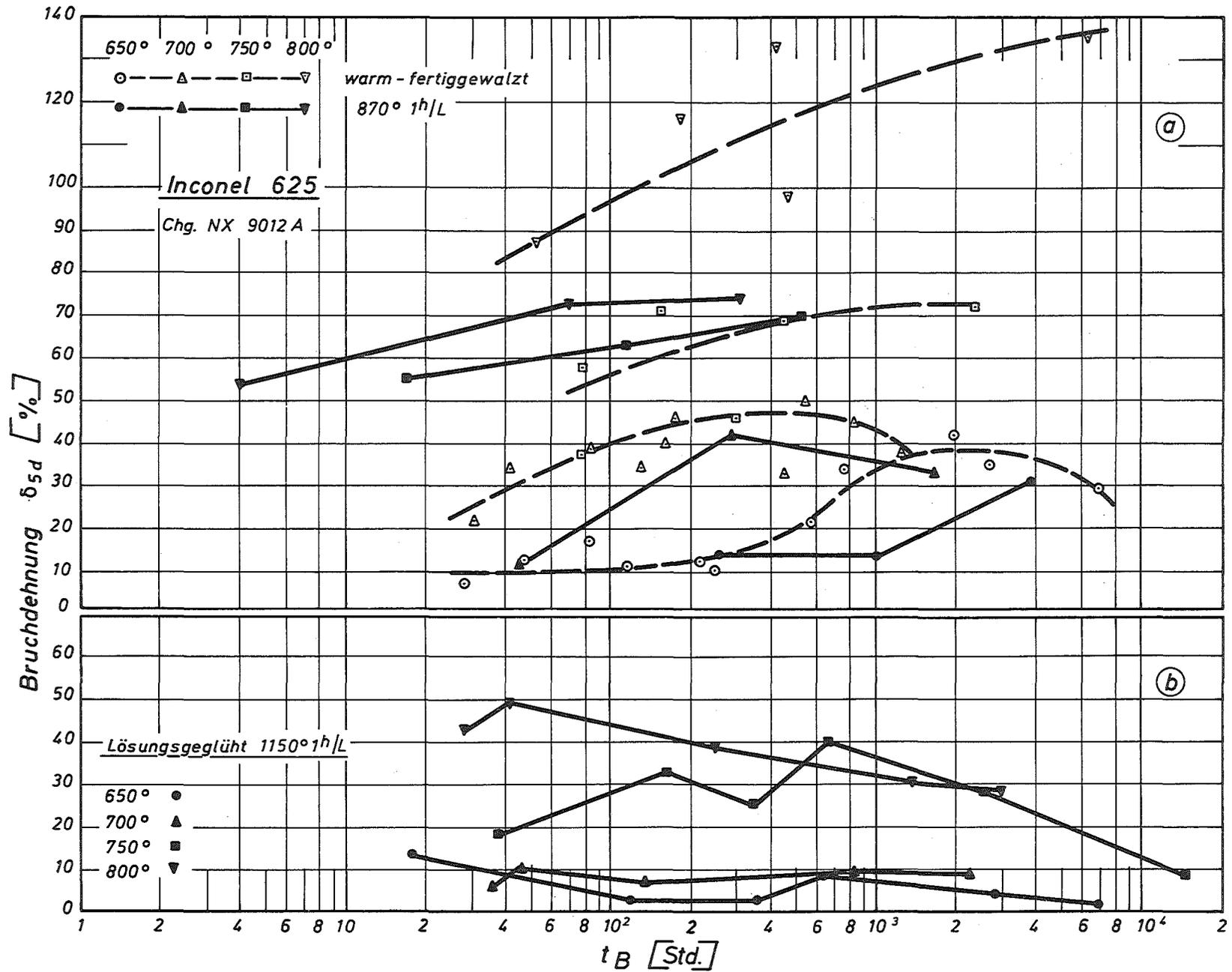


Bild 10: Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit

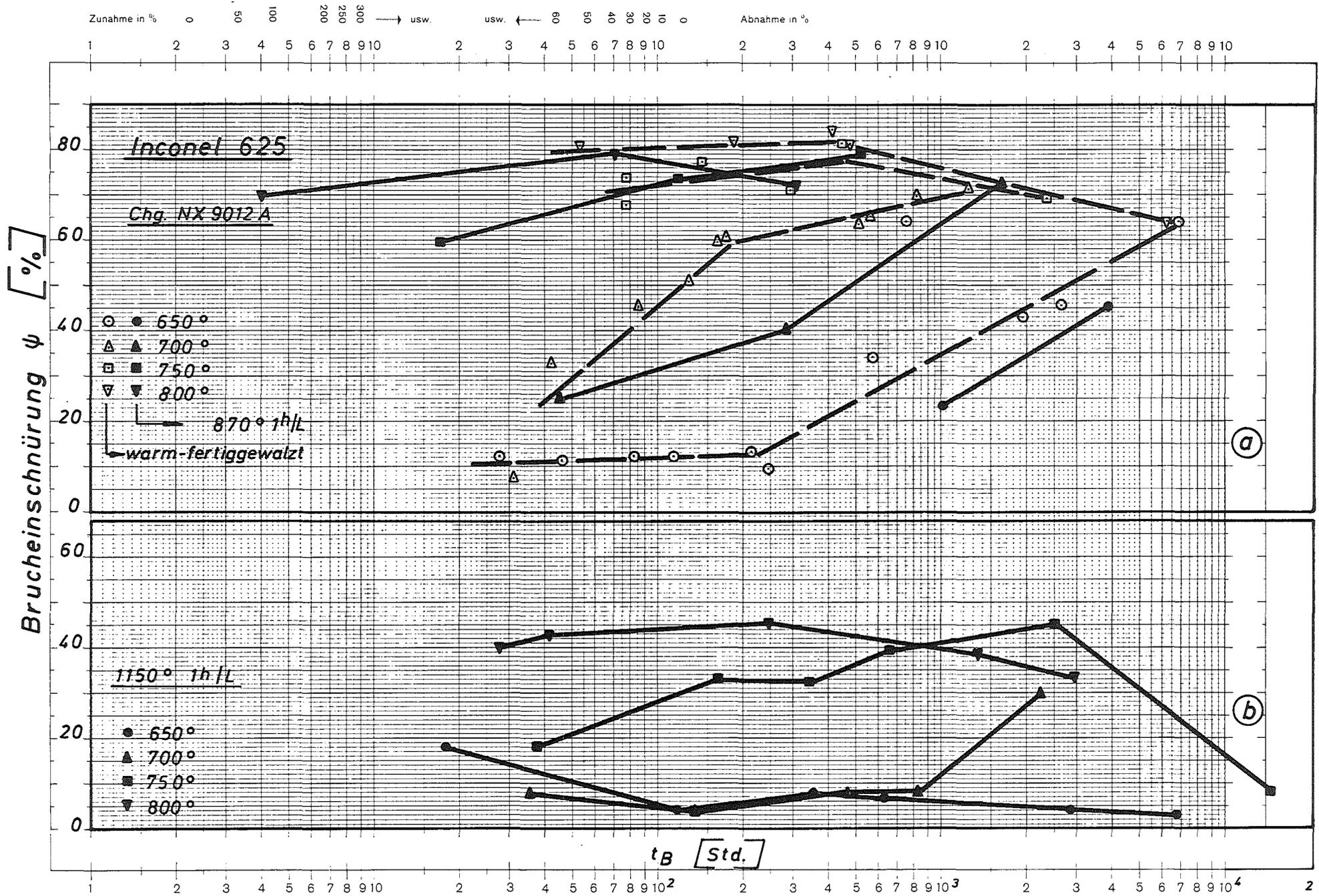


Bild 11: Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit

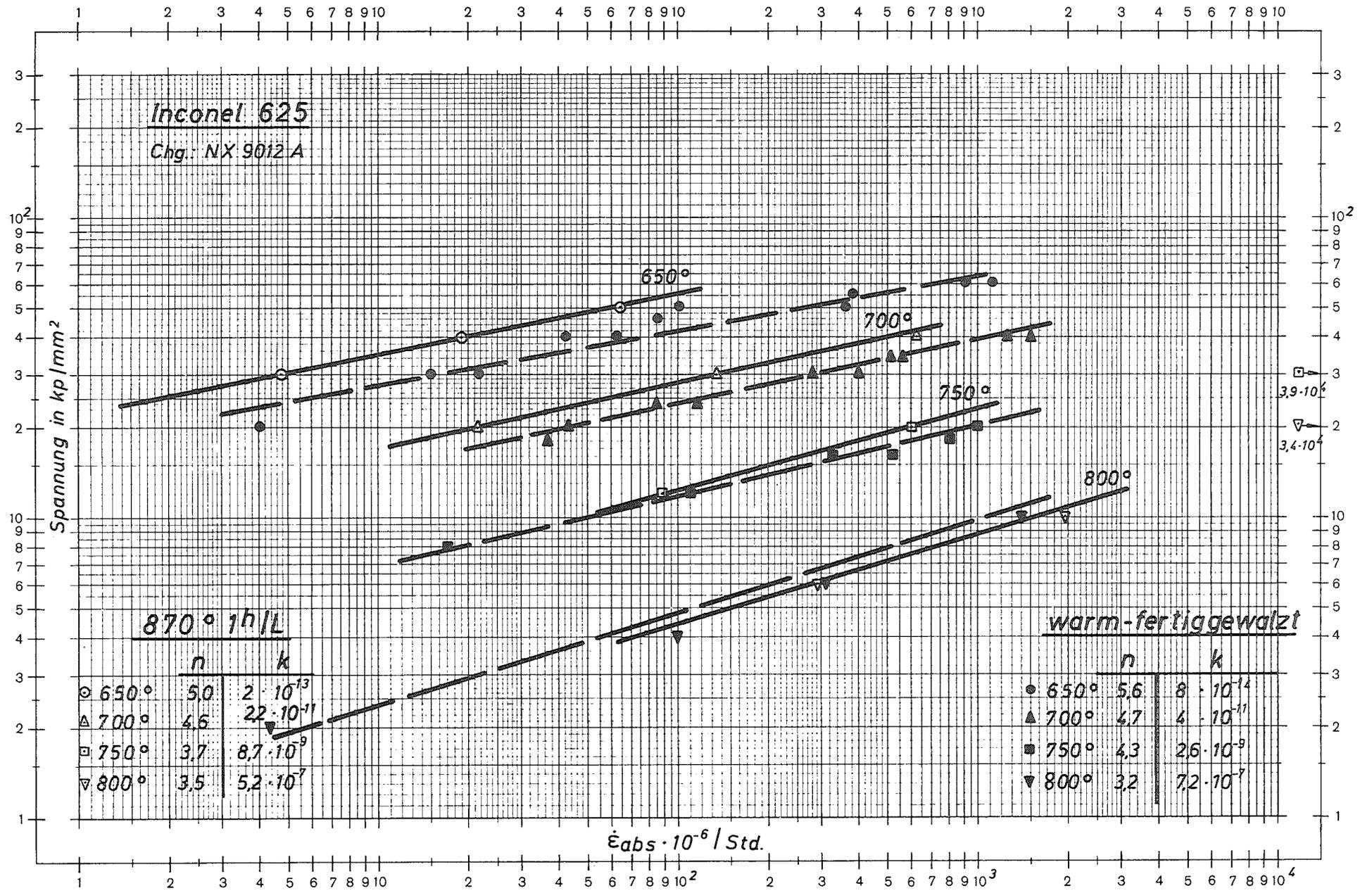


Bild 12: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Spannung

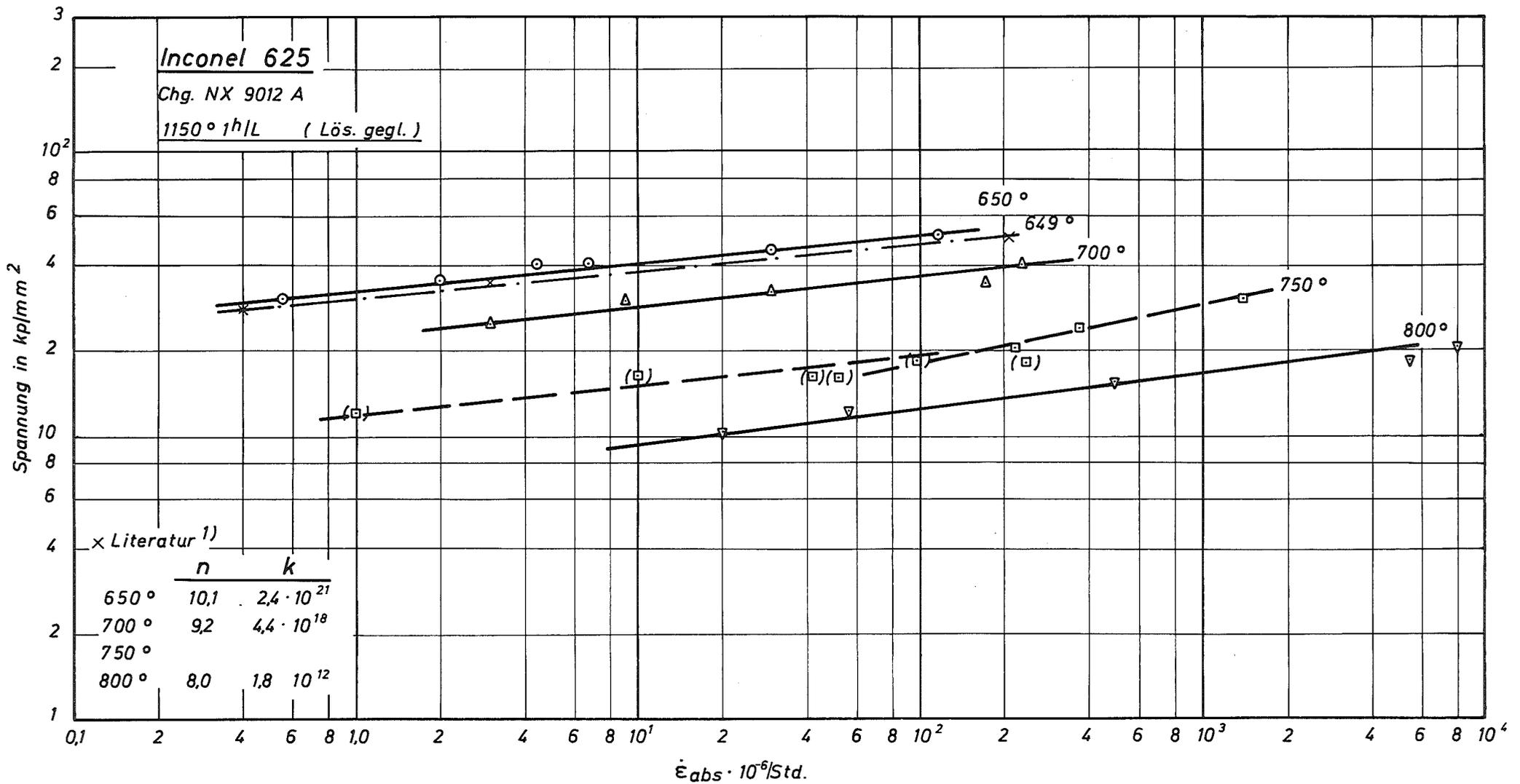


Bild 13: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Spannung

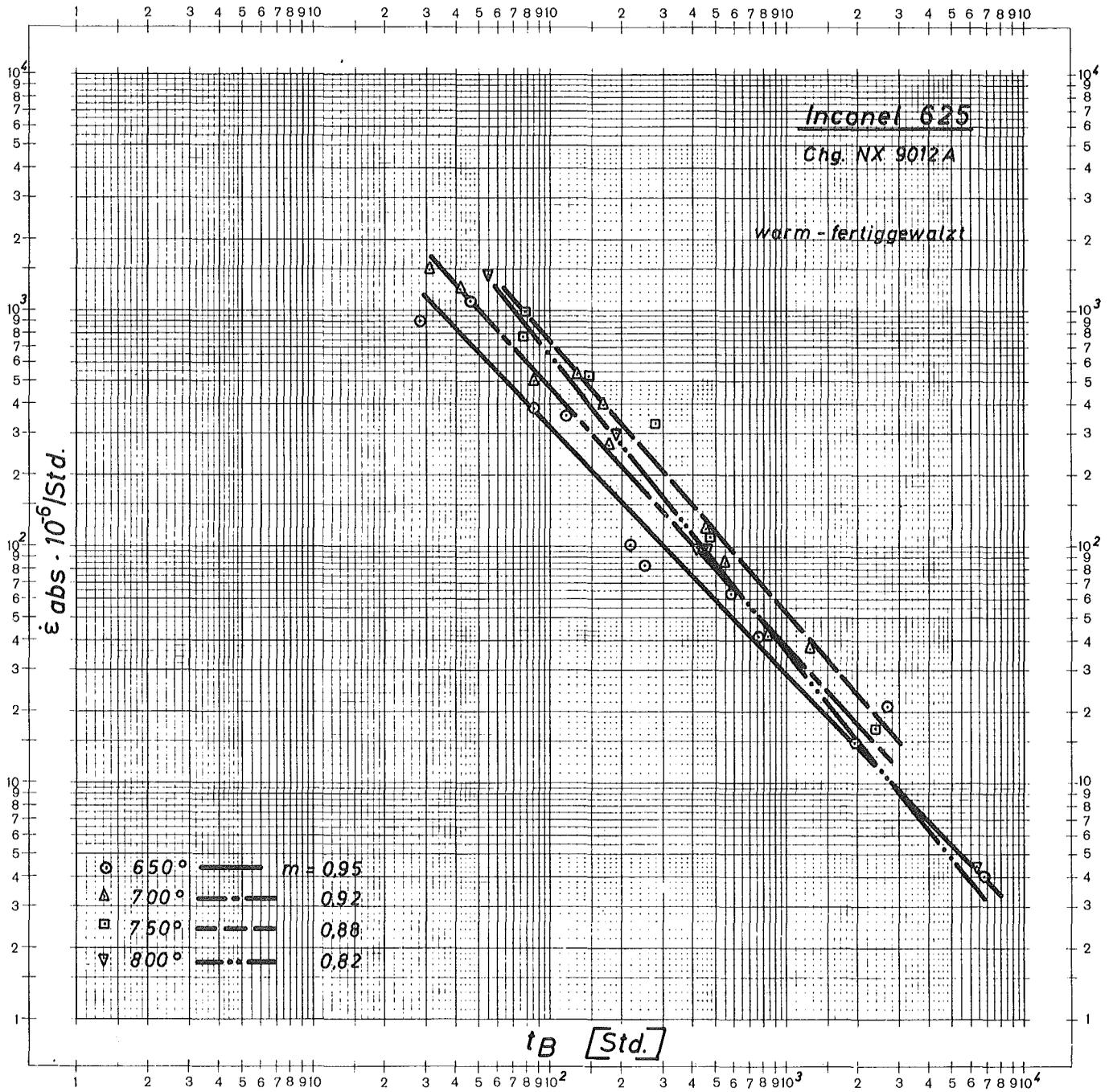


Bild 14: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Standzeit

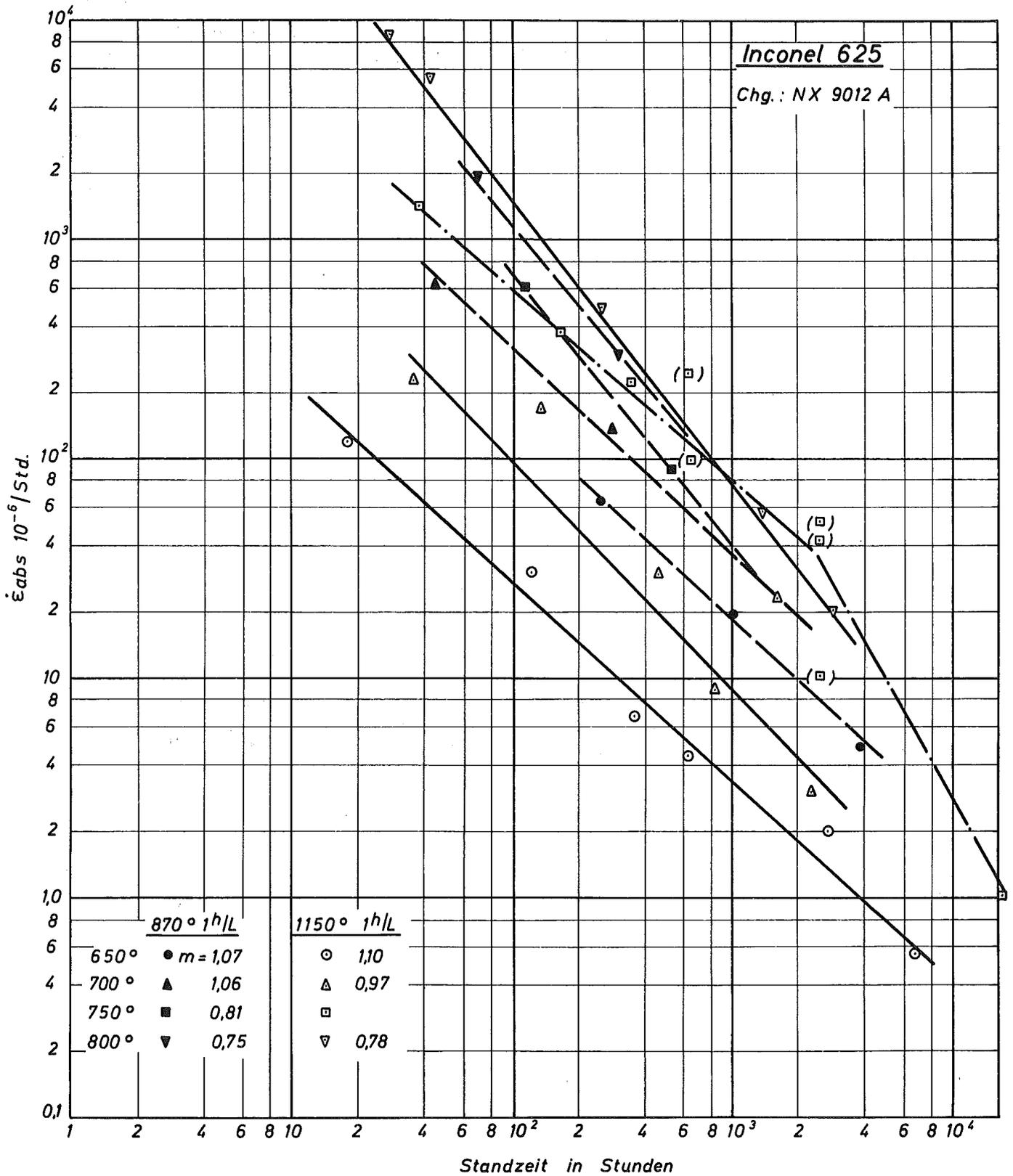
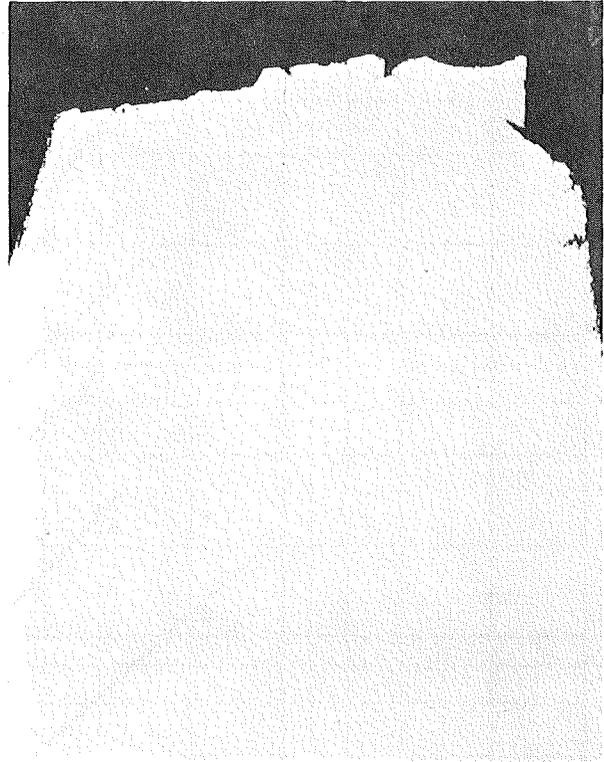
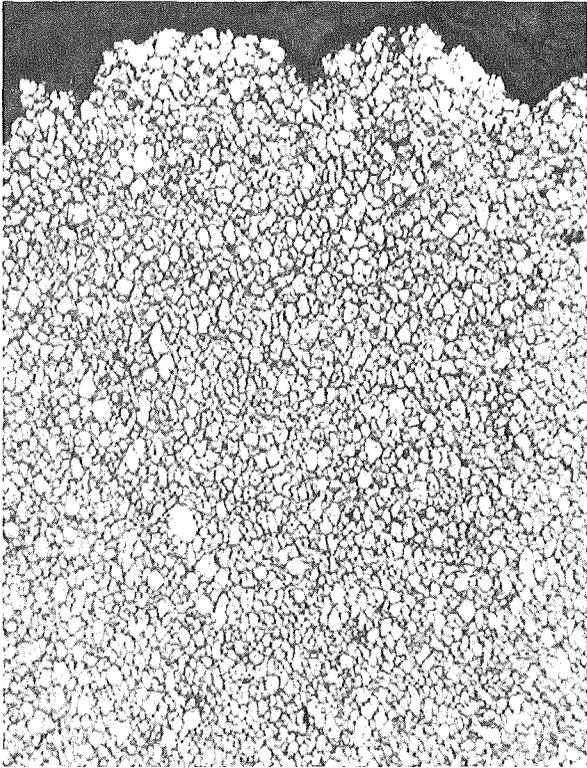


Bild 15: Sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Standzeit

Zustand:warm-fertiggewalzt

700° 40 kp/mm² 31 Std

700° 18 kp/mm² 1256 Std



1124

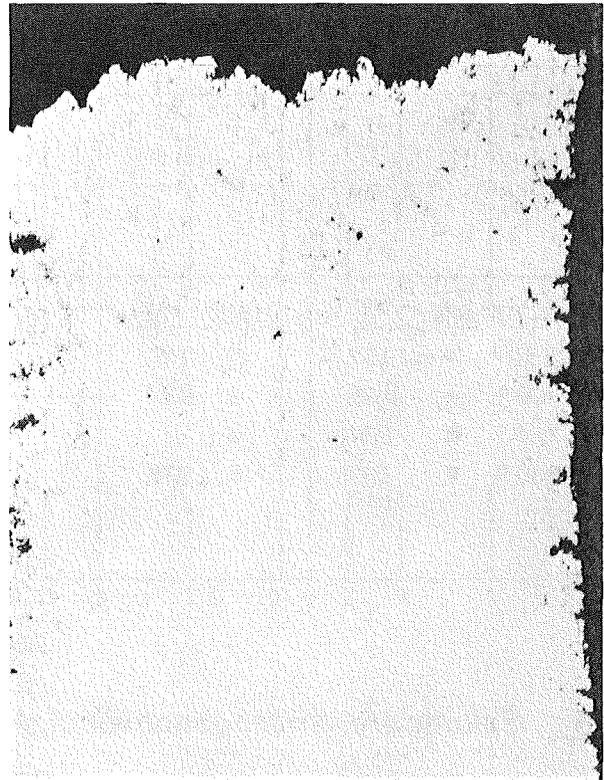
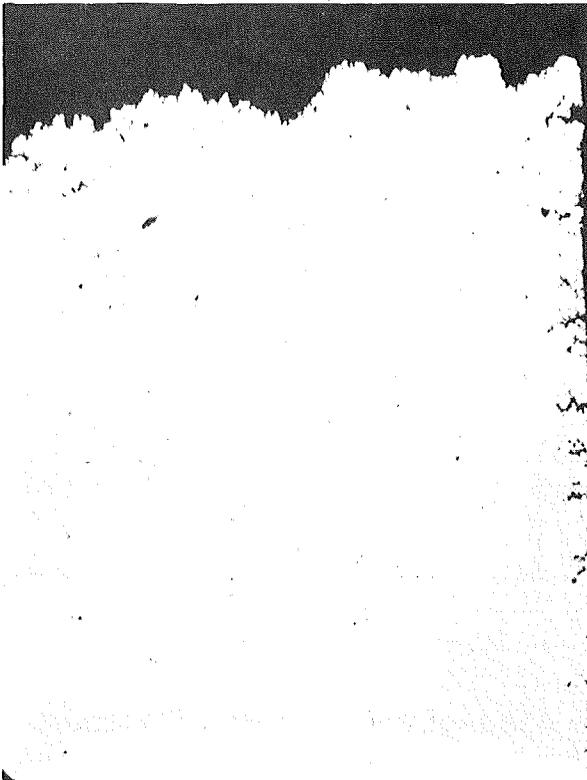
x400

1757

x30

750° 8 kp/mm² 2374 Std

800° 4 kp/mm² 456 Std

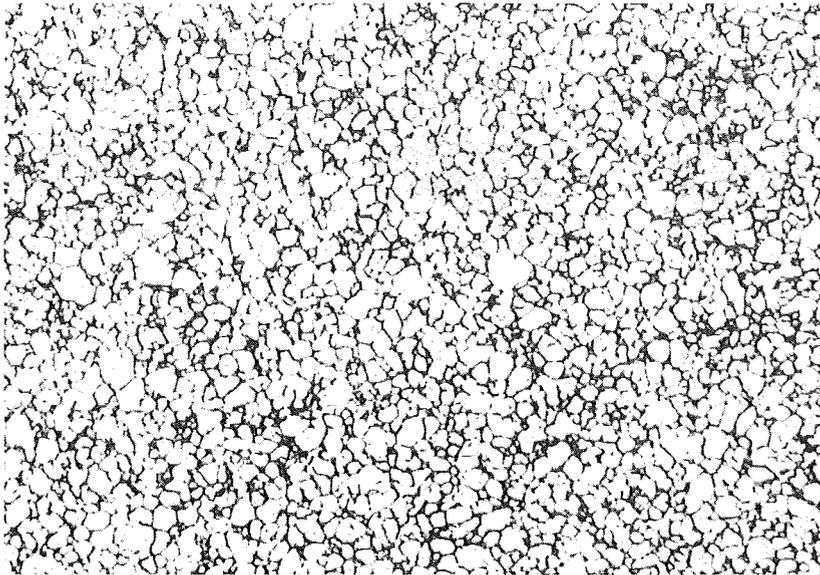


2386

x30

1763

x30



650°
30 kp/mm²
3871 Std

Zustand:
870°1 Std/luft

4144

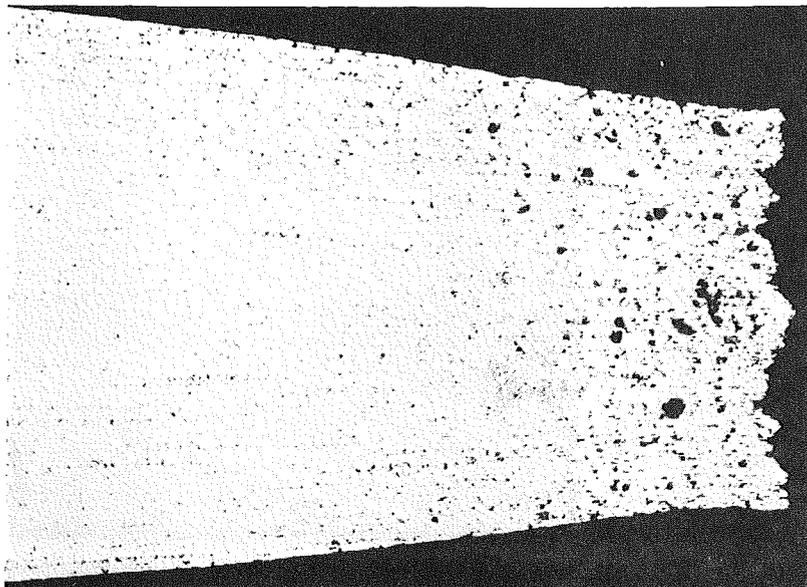
x 400



750°
12 kp/mm²
522 Std

4147

x 30



800°
6 kp/mm²
305 Std

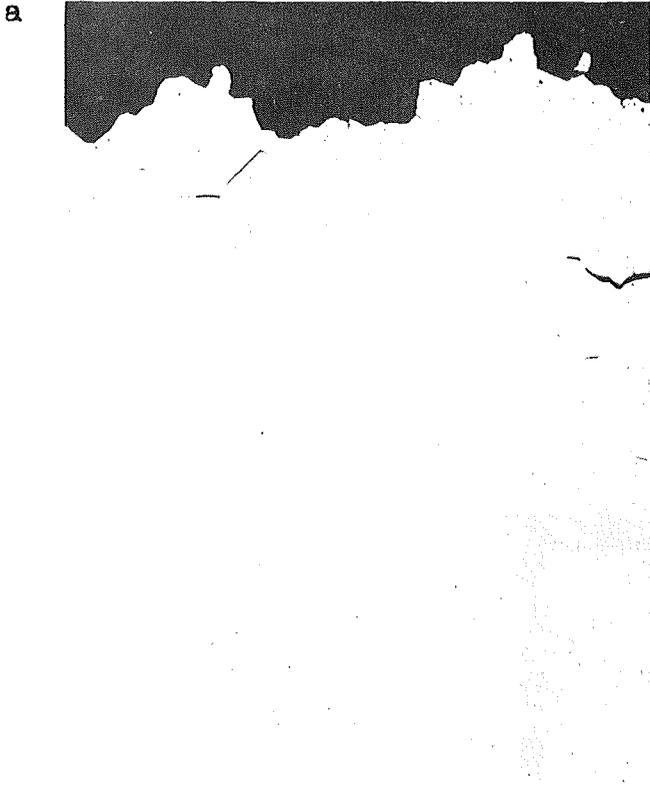
4149

x 30

1150° 1 Std/Luft

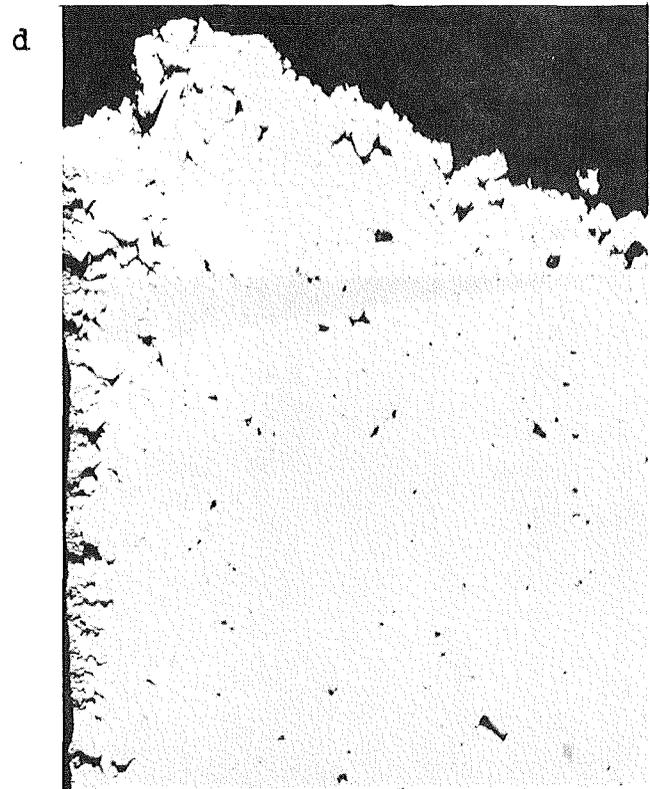
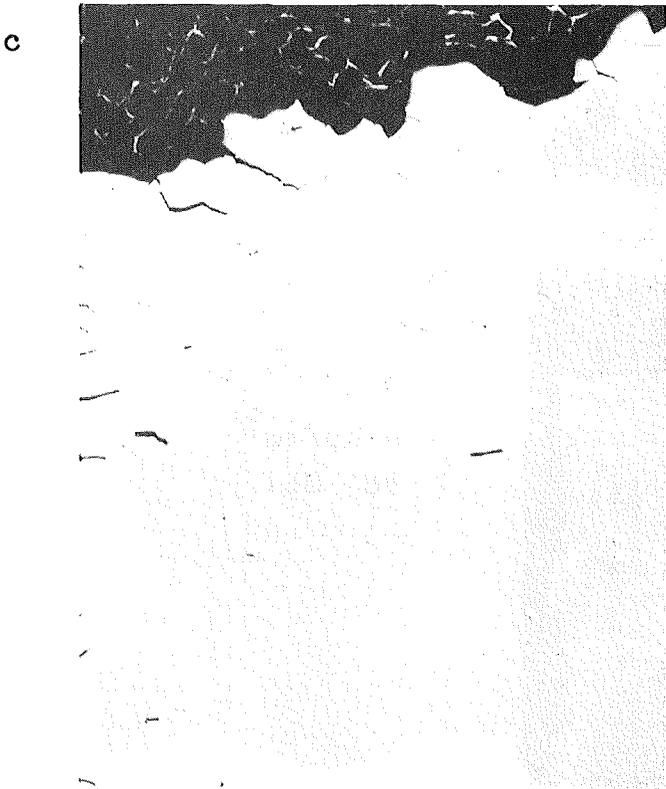
650° 30kp/mm² 6892Std

700° 25kp/mm² 2257 Std



4282
750° 12kp/mm² 14388 Std x30

4160
800° 10kp/mm² 2942 Std x30



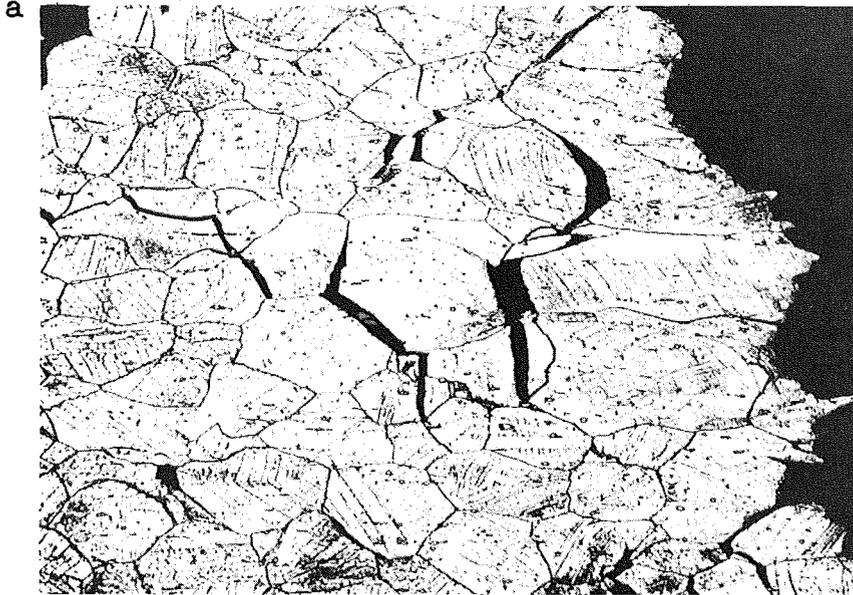
5737

x30

4287

x30

1150° 1 Std/L



700°
40 kp/mm²
36 Std

4161

x100



800°
12 kp/mm²
1361 std

4167

x100

1150° 1 Std/L

a



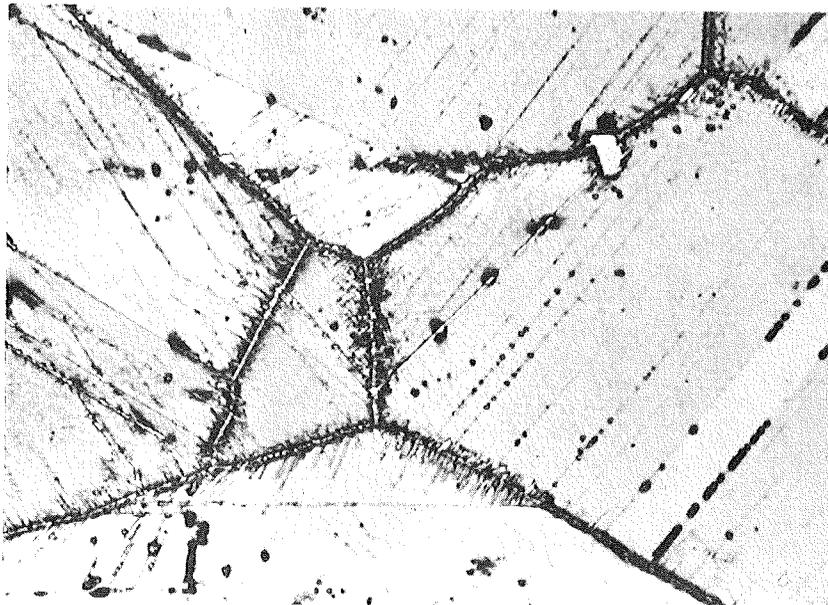
4286

x 1000

650°
30 kp/mm²
6892 Std

Kopf

b



4284

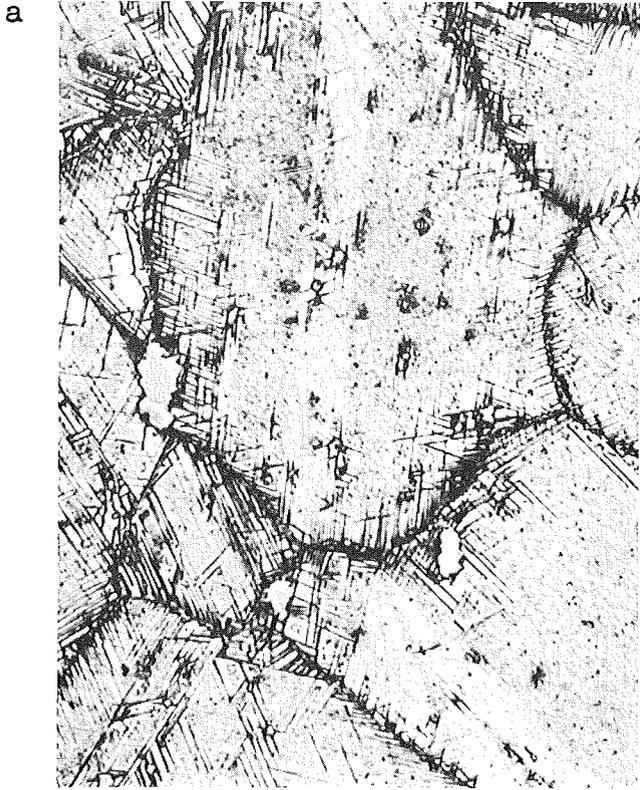
x 1000

Bruch

1150° 1 Std/L

750° 20 kp/mm² 344 Std

750° 16 kp/mm² 2510 Std

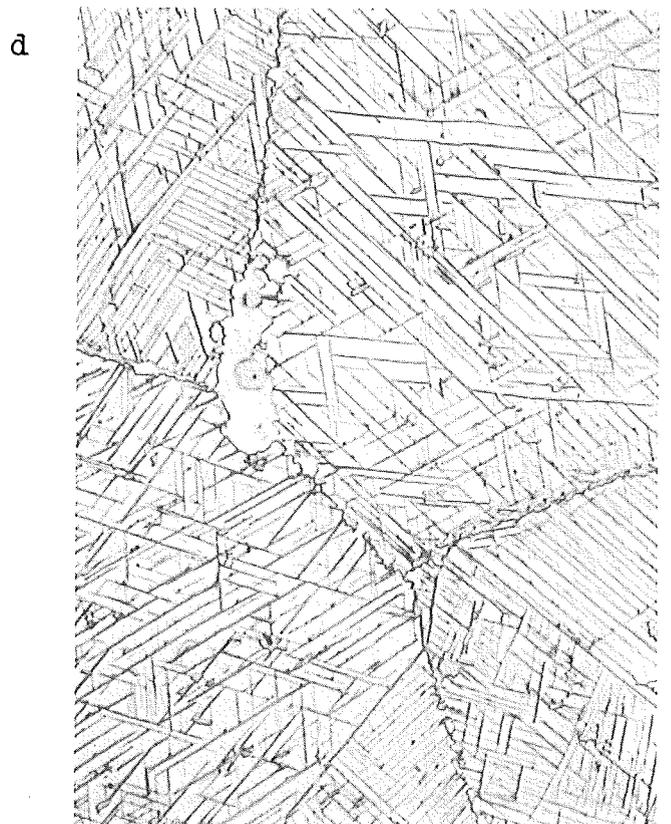


4182 Kopf x1000

4186 Kopf x1000

750° 12 kp/mm²

14388 Std



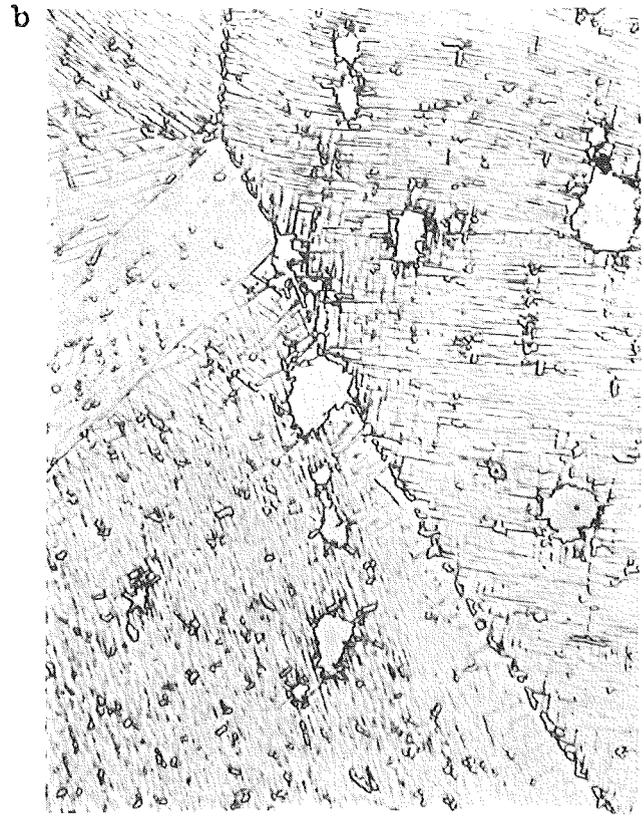
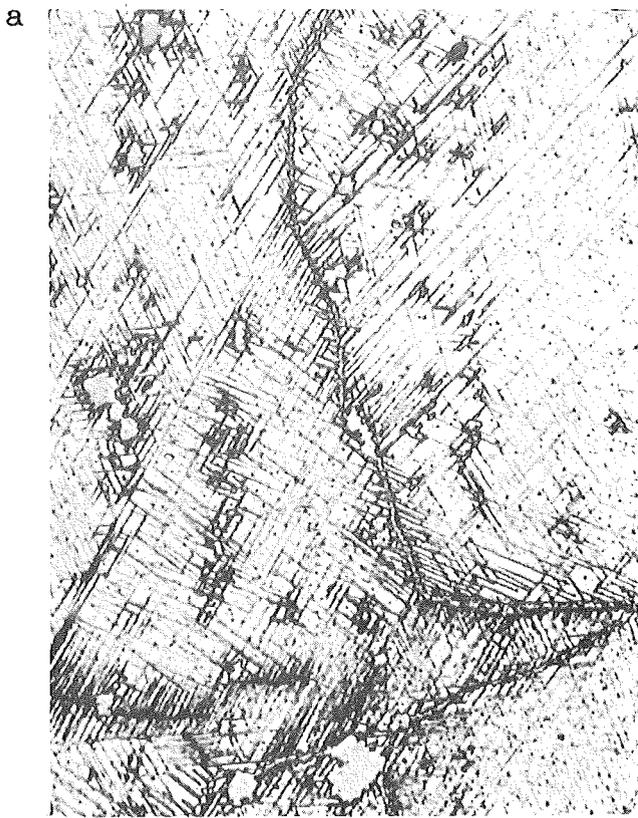
5740 Kopf x1000

5743 Bruch x1000

1150° 1 Std/L

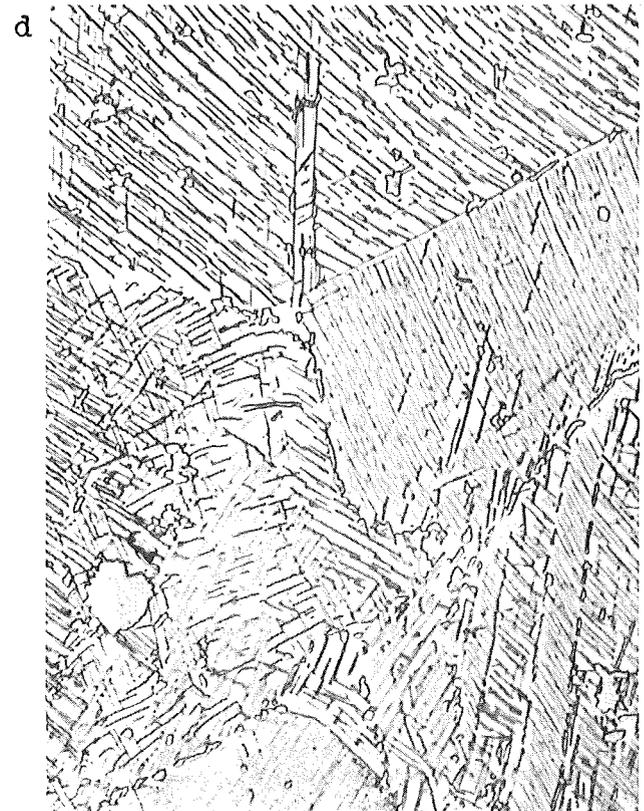
800° 15 Kp/mm² 248 Std

800° 12 kp/mm² 1361 Std



419o Kopf x1000
800° 1o kp/mm² 2942 Std

4169 Kopf x1000



4291 Kopf x1000

4289 Bruch x1000

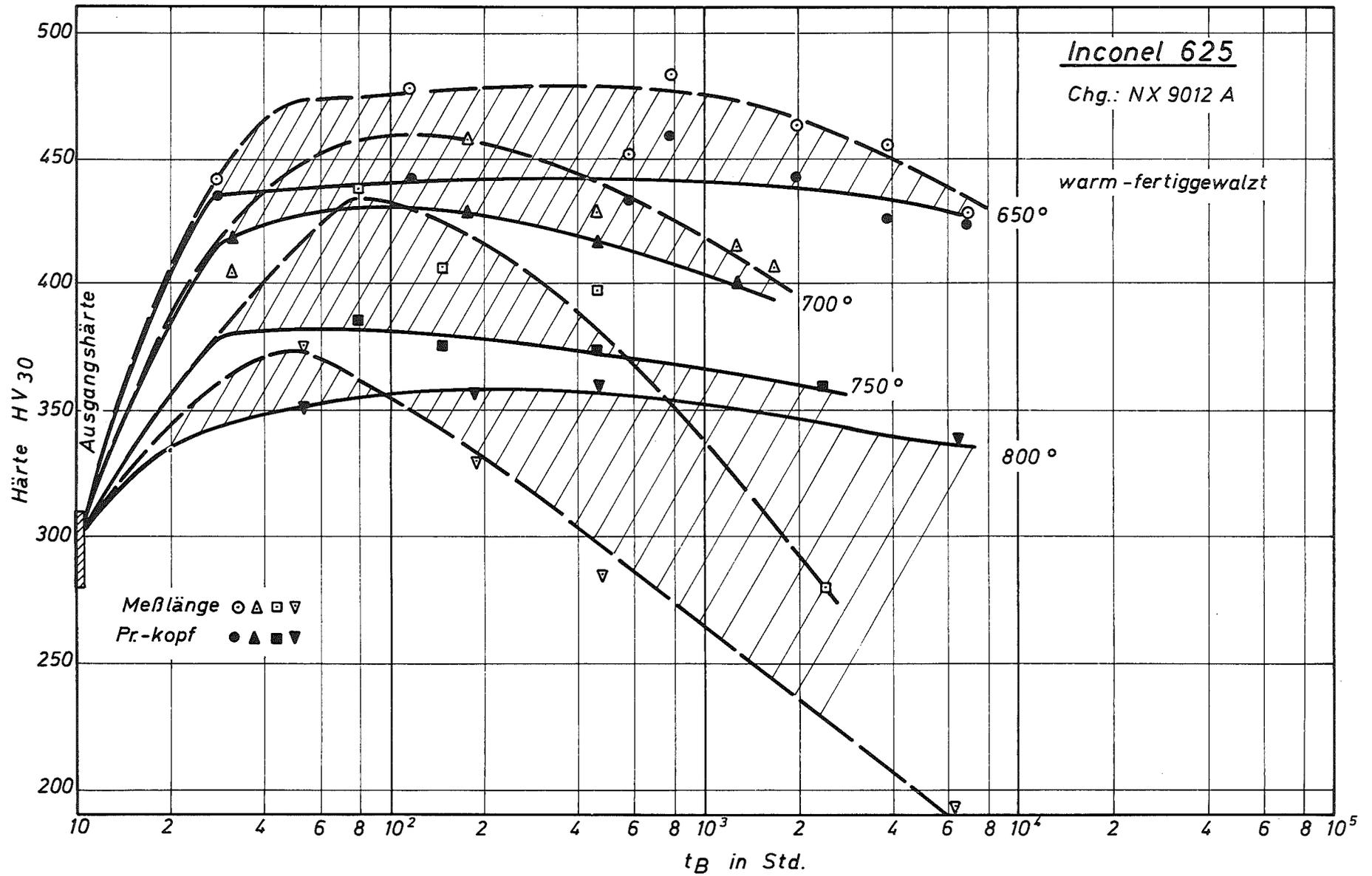


Bild 23: Härte in Abhängigkeit von der Standzeit

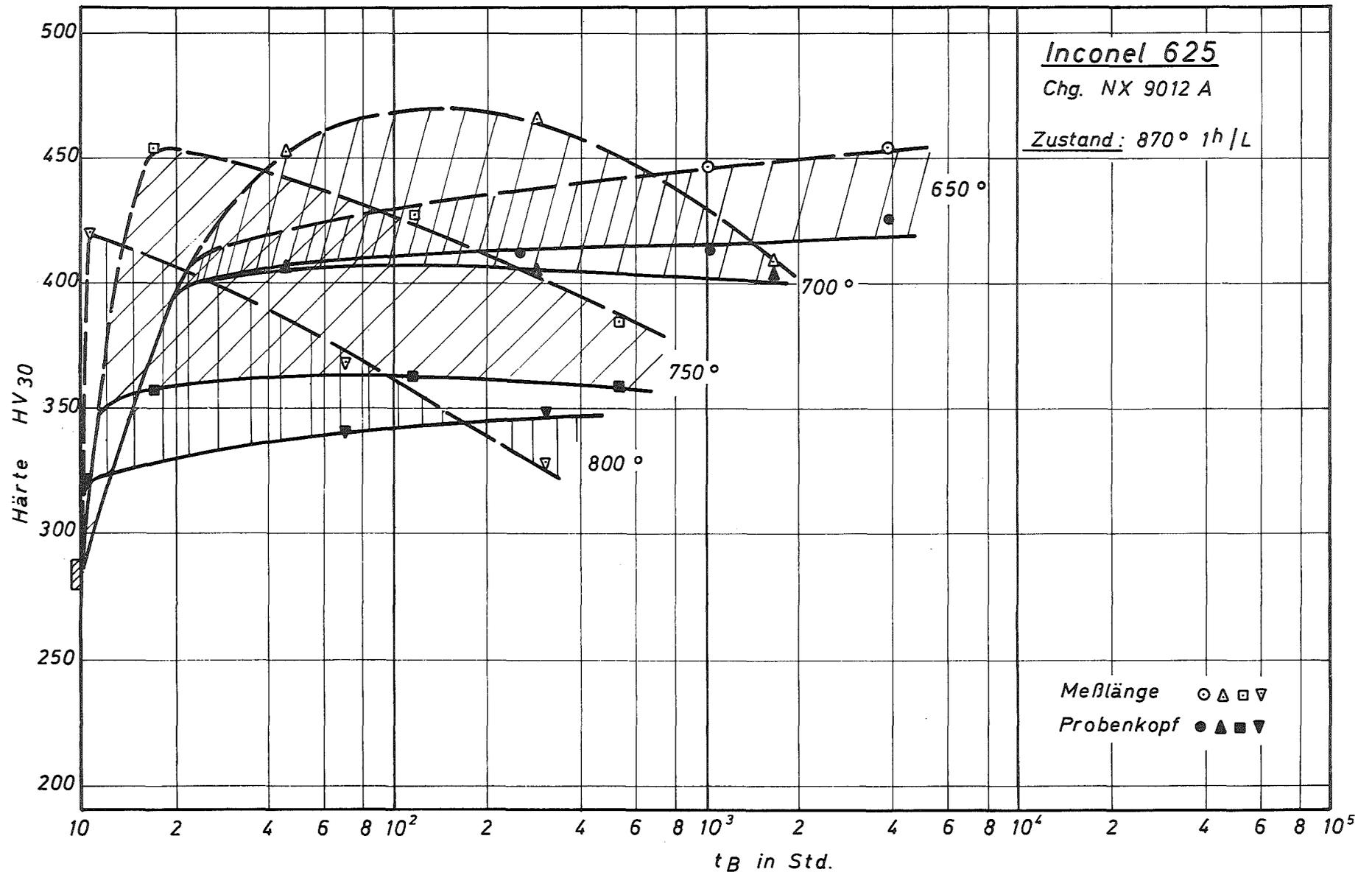


Bild 24: Härte in Abhängigkeit von der Standzeit

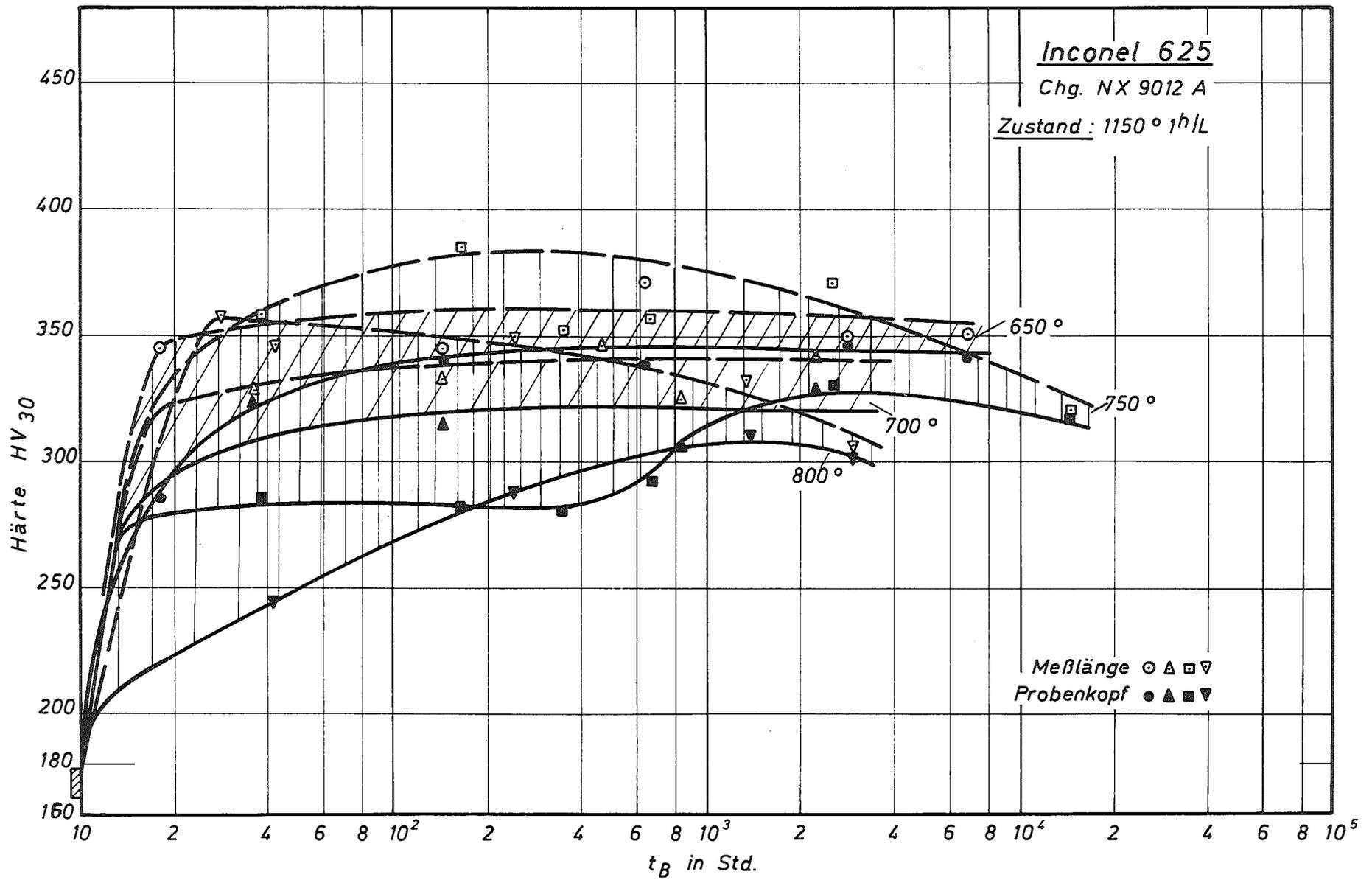


Bild 25: Härte in Abhängigkeit von der Standzeit

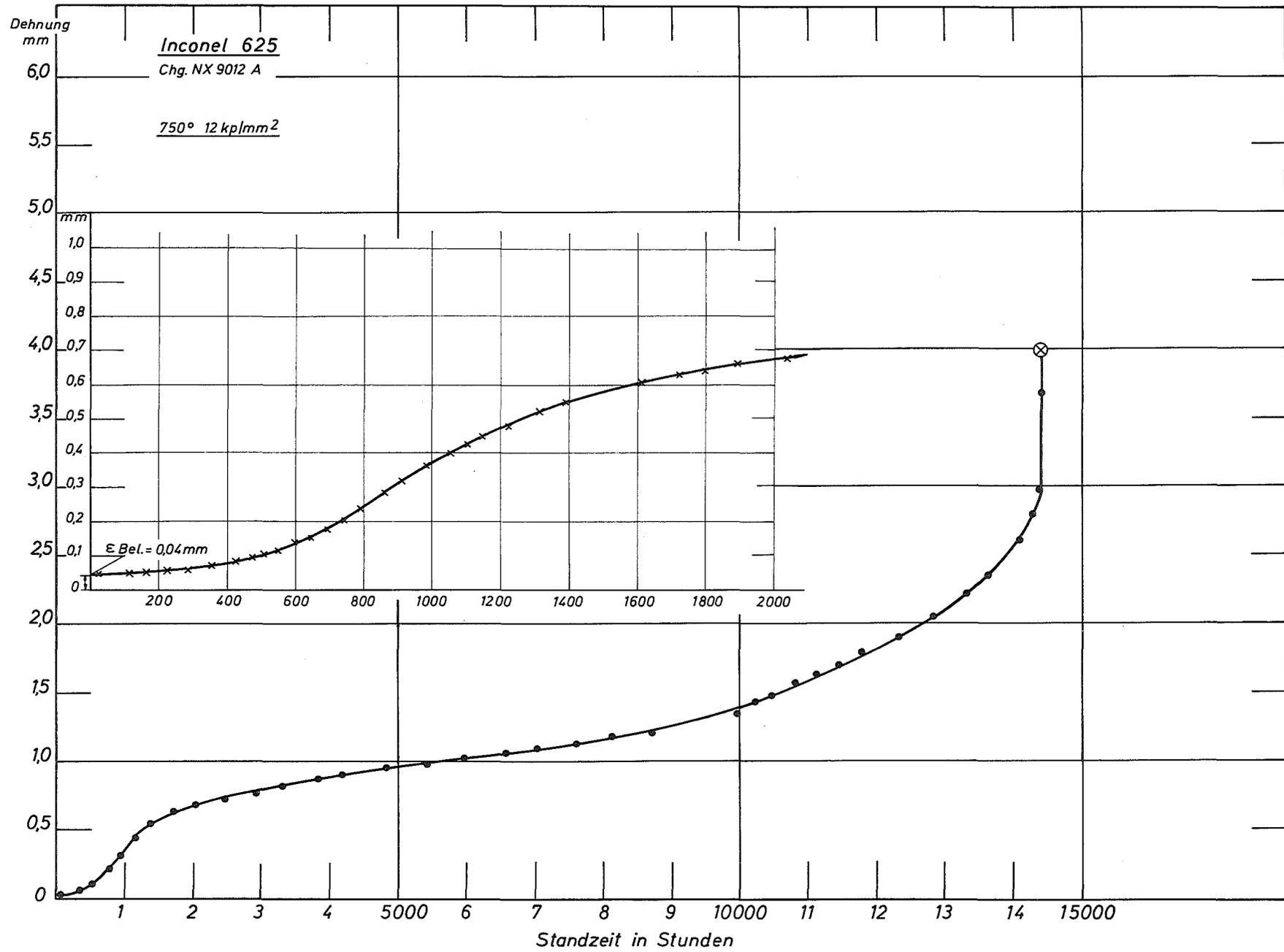


Bild 26: Kriechkurven

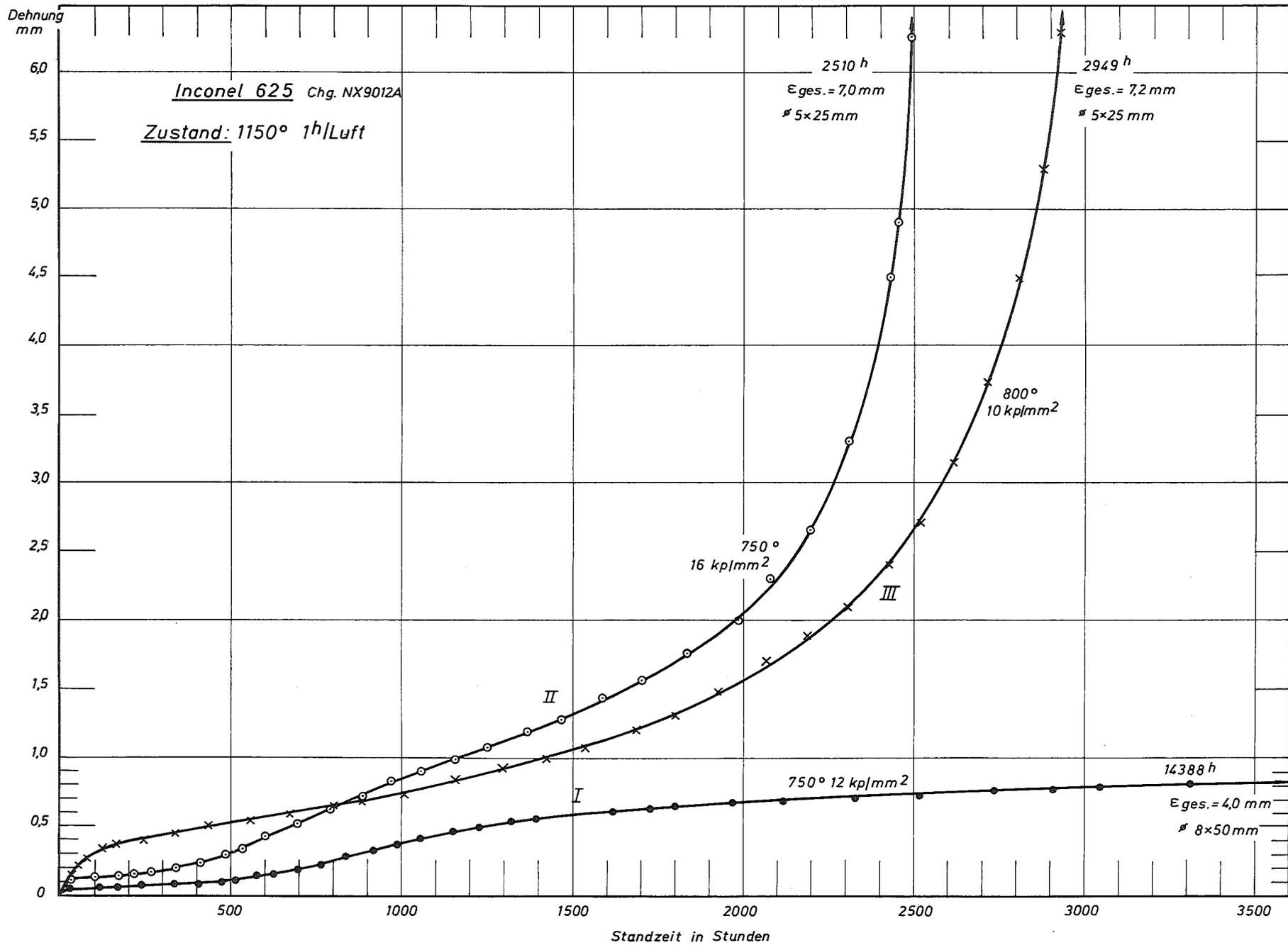
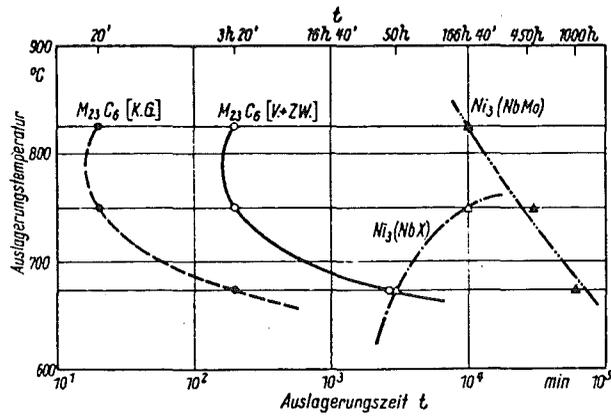


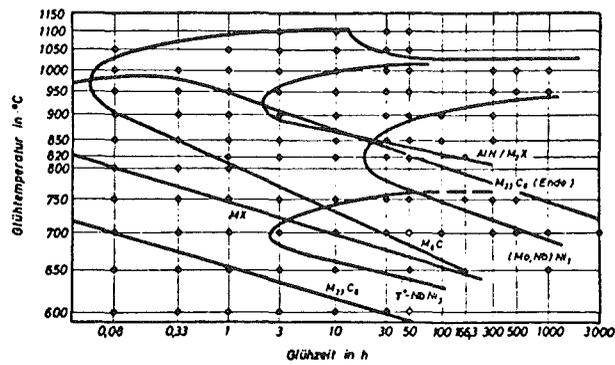
Bild 27: Kriechkurven

Zeit-Temperatur-Ausscheidungsschaubilder

der Legierung INCONEL 625



10)



11)