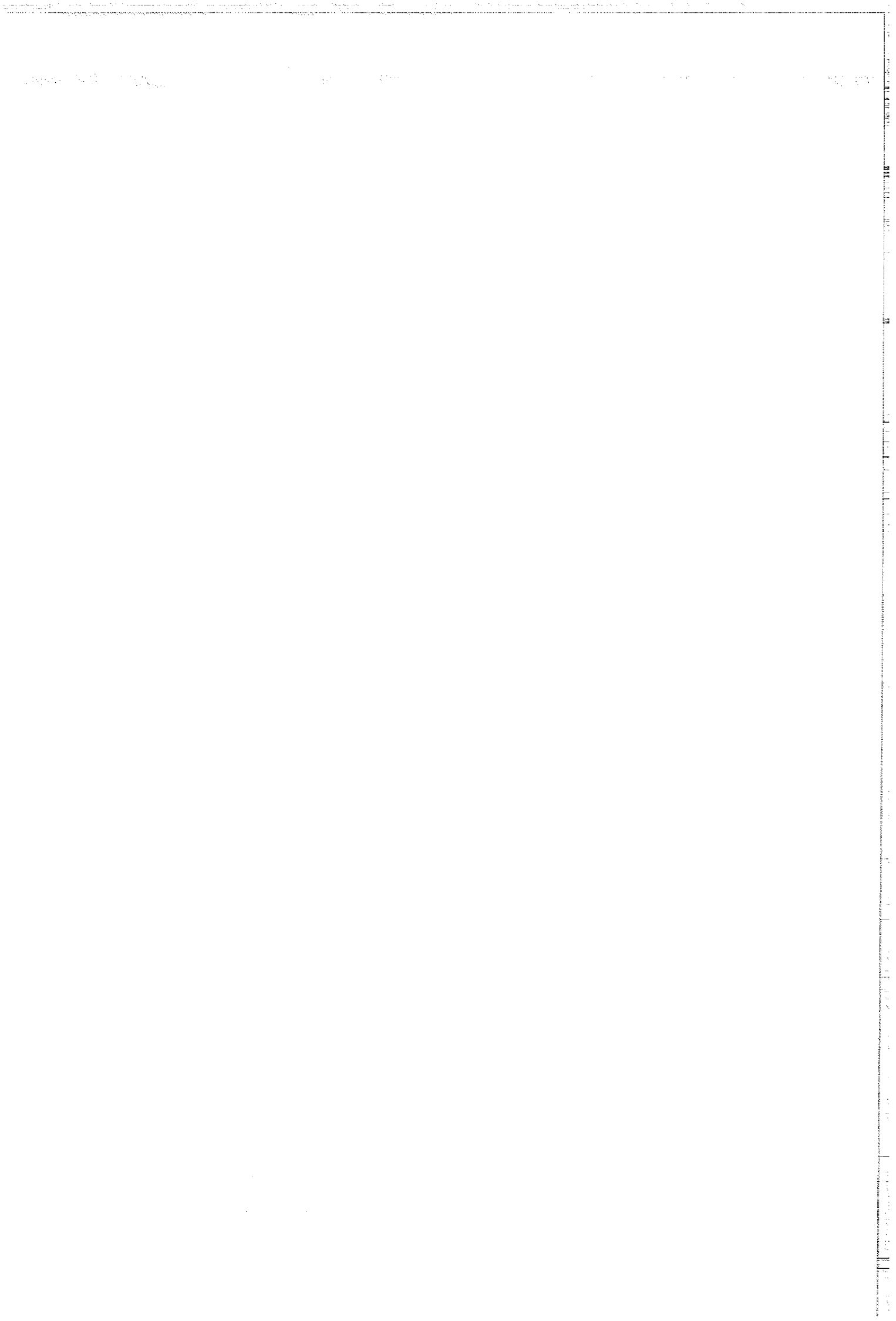


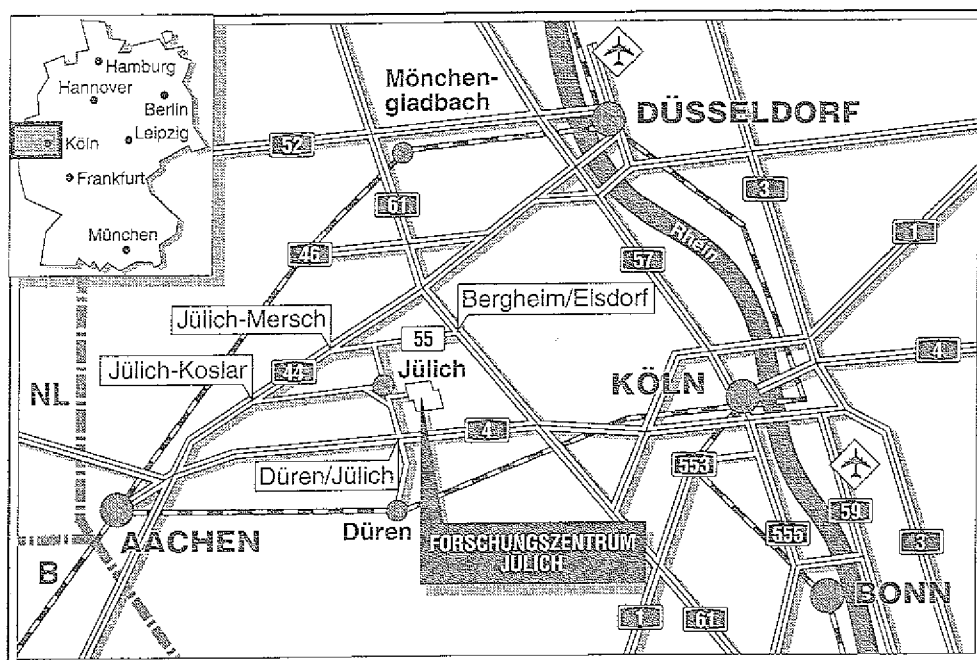
Institut für Angewandte Werkstofforschung

**Diffusionsschweißen
von ODS-Legierungen mit
Hilfe der HIP-Technik**

Teil III

K.H. Hammelmann H.P. Buchkremer D. Stöver





Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2685

ISSN 0366-0885

Institut für Angewandte Werkstofforschung Jül-2685

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

Postfach 1913 · D-5170 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

Diffusionsschweißen von ODS-Legierungen mit Hilfe der HIP-Technik

Teil II

K.H. Hammelmann H.P. Buchkremer D. Stöver

Inhaltsverzeichnis	Seite
1. Einführung	1
2. Versuchsplanung	1
3. Probenvorbereitung	1
3.1 Die Platte/Zapfen Proben	1
3.2 Zylinderische Proben	3
3.2.1 Die Spritzvorrichtung	3
3.2.2 Spritzvorgang	6
4. Versuchsauswertung	9
4.1 Festigkeitsuntersuchung des MA 760 und IN 939	9
4.1.1 Härtemessungen	9
4.1.2 Ermittlung der Streckgrenze	9
4.1.3 Rohrgekapselte Proben	9
4.1.4 Proben mit der LPPS Versiegelung	10
4.2 Festigkeitsuntersuchung des MA 6000, MA 754, MA 956 u. In 800 H	12
4.2.1 Zugversuche	14
4.3 Festigkeitsuntersuchung der Platte/Zapfen Probe	15
5. US Prüfung der Diffusionsschweißung	17
6. Metallographische Nachuntersuchung	21
6.1 Diffusionsprofile	21
6.2 Metallographische Untersuchung der Fügezone	22
7. Zusammenfassung	29
8. Literaturverzeichnis	30
9. Nachtrag	31

1. Einführung

Der 1. Teil der Versuche zum HIP-Diffusionsfügen /1/ diente der Bestimmung der geeigneten HIP Parameter für die verschiedenen Werkstoffpaarungen. Weiterhin wurde der Einfluß der Rauigkeit der Fügeflächen auf die Verbindungsfestigkeit untersucht. Bei korrekter Wahl der HIP-Parameter ist der Einfluß der Oberflächenrauigkeit vernachlässigbar gering /1/. Für diese Untersuchung standen LPPS versiegelte Proben zur Verfügung. Bei der Auswahl der HIP-Parameter war man, bei dem zuletzt genannten Versuch, auf einen HIP-Druck von 200 MPa beschränkt, da die HIP II Einheit nicht zur Verfügung stand. Um den Oberflächeneinfluß zu minimieren, ist insbesondere für die Werkstoffe, welche bei hoher Temperatur noch eine hohe Festigkeit besitzen, ein HIP-Druck von maximal $p_{HIP} = 400$ MPa erforderlich. Neben den schon erwähnten Werkstoffen /1/ wurden in der 2. Versuchsreihe noch zwei weitere auf ihre Diffusionsschweißbarkeit untersucht, nämlich die ODS Legierung Inconel MA 760 und die Nickelbasislegierung IN 939. Der MA 760 wird im Rahmen von COST 501/II, W.P.1 im Hinblick auf eine Anwendung für Leitschaufeln moderner Hochtemperatur-Gasturbinen untersucht /2/. Er wurde aus dem MA 6000 weiterentwickelt, wobei die Korrosionsbeständigkeit zwecks der zuvor genannten Verwendung verbessert wurde.

Der IN 939 wird von der Fa. Siemens KWU in Mülheim häufig für feingegossene Leitschaufeln eingesetzt.

2. Versuchsplanung

Das Versuchsprogramm ist in Tabelle 1 und 2, sowie in der Abb. 1 zu sehen. Tabelle 1 und Abb. 1 beinhalten die Proben aus den Werkstoffen MA 760 und IN 939. Das Programm ist zwischen der Fa. Siemens-KWU und der KFA-IAW, im Hinblick auf eine Herstellung von Leitschaufeln aus MA 760 (Blatt) und IN 939 (Deckplatte) im Rahmen der COST 501/II W.P.1, abgestimmt worden /2/.

Die Paarungen unter Nr. 1 der Tabelle 1 wurden aus Zeitgründen in einer Edelstahlkapsel versiegelt, da die neue Plasmaspritzanlage der Fa. Plasma-Technik zu diesem Zeitpunkt noch nicht zur Verfügung stand. So war es schon möglich, die Verbindungsfestigkeit der Werkstoffpaarung MA 760/IN 939 zu ermitteln.

Die in der Tabelle 2 aufgetragenen Paarungen sind eine Ergänzung der ersten Versuchsreihe mit den LPPS versiegelten Proben.

Die Festigkeitsuntersuchung wurde um den Warmzugversuch bei $T = 1050^{\circ}\text{C}$ erweitert.

3. Probenvorbereitung

3.1 Die Platte-Zapfen Proben

Die Versiegelung erfolgte in der neuen Plasmaspritzanlage von der Firma Plasma-Technik. Es werden die Proben aus Tabelle 1 unter Nr. 5 - 7 betrachtet. Die Passung von Welle und Bohrung war unterschiedlich,

Tabelle 1

Versuchsprogramm zum HIP Diffusionsfügen der Werkstoffe MA 760 u. IN 939

Nr.	Werkstoffpaarung	Probenform	Anzahl	HIP Parameter °C/MPa/h	Kapselung
-	-	-	-	-	-
1	MA 760/IN 939	s.Abb.1 Spalte 1	10	1050/250/2.5	Stahlrohr
2	"	"	3	"	LPPS 100Cr6
3	MA 760/MA 760	"	3	"	"
4	IN 939/IN 939	"	3	"	"
5	MA 760/IN 939(H7/f7) ¹	s.Abb.1 Spalte 2	1	1150/200/2.5	LPPS U700
6	MA 760/IN 939(H7/h6) ¹	"	1	"	"
7	MA 760/IN 939(H7/h6) ¹	"	1	"	"

¹Passung von Welle und Bohrung

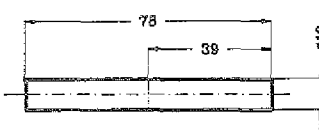
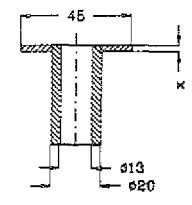
	Rohling für Zugprobe	Zapfen mit Platte
		
Werkstoffpaarung	IN 939/MA 760, IN 939/IN 939, MA 760/MA 760	IN 939/MA 760
Anzahl der Proben	16	3
Probenvorbereitung	Siemens-KWU	Siemens-KWU
Reinigen und Versiegeln	KFA-IAW	KFA-IAW
Dichtigkeitsprüfung	"	"
HIP Diffusionsfügen	"	"
US-Prüfung	"	"
Mechanische Prüfung	Siemens-KWU + KFA-IAW	KFA-IAW
Metallographische Nachuntersuchg.	"	"
Termin (Ergebnisse)	Januar 1992	November 1991

Abb.1: Versuchsprogramm zum HIP-Diffusionsfügen

Tabelle 2

Programm zum HIP-Diffusionsfügen der Werkstoffe MA 6000, MA 754, MA 956, In 800H

Alle Proben mit 100 Cr6 LPPS versiegelt. US Prüfung der Fugestelle.

Folgende Technolog. Untersuchung: R_m , $R_{p0.2}$, u.A% bei RT, 800°C u.1050°C u.HV01 bei RT

Nr.	Werkstoffpaarung	Anzahl	HIP Konditionen °C/MPa/h	Bemerkung
1	MA 6000/MA 6000	3	1150/390/2.5	-
2	MA 6000/In 800H	3	1150/150/2.5	-
3	MA 754/MA 754	3	1150/350/2.5	-
4	MA 754/In 800H	3	1150/150/2.5	-
5	MA 956/MA 956	3	1150/150/2.5	-
6	MA 956/In 800H	3	1150/150/2.5	-
7	In 800H/In 800H	3	1150/150/2.5	-

um einen evtl. Einfluß der Toleranz auf die Verbindungsfestigkeit festzustellen. Auch die Plattendicke wurde variiert mit dem Ziel, hier Anhaltspunkte für die Dimensionierung der Platte zu bekommen.

Die vorher im Ultraschallbad gereinigten Bauteile wurden in einer Drehvorrichtung in der Vakuumspritzkammer befestigt. Der Versuch in der Spritzkammer lief wie folgt ab:

- Evakuieren der Kammer bis 10^{-2} mbar
- Fluten mit Argon bis etwa 60 mbar
- Sputtern der Probenoberfläche bei einer Temperatur von ca. 650°C
- Heizen der Probe bis 750°C
- Spritzen in einem Temperaturintervall von $700 - 850^{\circ}\text{C}$. In sieben Spritzzyklen wurde eine mittlere Schichtdicke von $600\text{ }\mu\text{m}$ erreicht. Die Probendrehzahl beim Sputtern, Heizen und Spritzen betrug konstant 30 min^{-1} .
- Fluten mit Argon bis 300 mbar und Abkühlen bis etwa 300°C .
- Fluten mit Luft bis zum Druckausgleich.

Die Einstellung der Spritzparameter erfolgte zuvor mit VA/VA Dummy Proben. Zu erwähnen ist noch, daß die Proben beidseitig versiegelt werden mußten. Beim Erkalten war bei einigen Proben ein Ablösen der U700 Schicht zu beobachten. Danach folgte die Dichtigkeitsmessung, der HIP-Vorgang und die mechanische Bearbeitung. Eine US-Prüfung war bei dieser Probenform noch nicht möglich.

3.2 Zylindrische Proben

Die Vorbereitung der im Edelstahlrohr gekapselten Proben (Tabelle 1 Nr. 1) geschah wie in /1/ beschrieben. Für die übrigen zylindrischen Proben war eigens eine Spritzvorrichtung entwickelt worden, mit welcher man in der Lage war, acht Proben gleichzeitig in einem Arbeitsgang zu spritzen.

Die Probenpräparation - mechanische Bearbeitung und Reinigung - sowie der Einbau in die Spritzkammer, Evakuieren, Fluten, Sputtern und Heizen ist ähnlich wie unter 3.1 beschrieben. Beim Spritzen ergab sich ein Unterschied. Im Gegensatz zur Platte/Zapfen Probe konnte in einem Zyklus - ohne den Plasmabrenner von der Vorrichtung zu bewegen - gespritzt werden. Die Spritzzeit lag im Bereich von 5 - 7 min. Die Temperatur am Werkstück pendelte sich bis $T_{\text{max}} = 900^{\circ}\text{C}$ ein. Dies war möglich, da sich infolge der Drehbewegung immer wieder eine andere Probe unter der Plasmaflamme befand. Die Drehzahl der Hauptwelle betrug $n_{\text{W}} = 15\text{ min}^{-1}$, der kleinen Antriebswellen $n_{\text{a}} = 64\text{ min}^{-1}$.

3.2.1 Die Spritzvorrichtung

Die Spritzvorrichtung ist in den Abb. 2a - 2c zu sehen. Die wesentlichen Merkmale sollen hier kurz beschrieben werden.

Die Probleme bei einer solchen Konstruktion liegen in den ungewöhnlichen Betriebsbedingungen, d.h. der hohen Betriebstemperatur und der Erhaltung der reinen Atmosphäre in der Spritzkammer. Kugellager, Gleitlager, Federn etc. müssen bei einer Betriebstemperatur bis 500°C voll funktionsfähig bleiben. Handelsübliche Öle und Fette scheiden hier schon wegen der Ausgasung aus. Die hochbelasteten Kugellager und Druckfedern mußten als Sonderanfertigung bestellt werden. Die bei dieser hohen Temperatur auftretenden Längenausdehnungen der Bauteile - die z.T. im Millimeterbereich lagen - mußten unter anderem von den Lagern kompensiert werden.

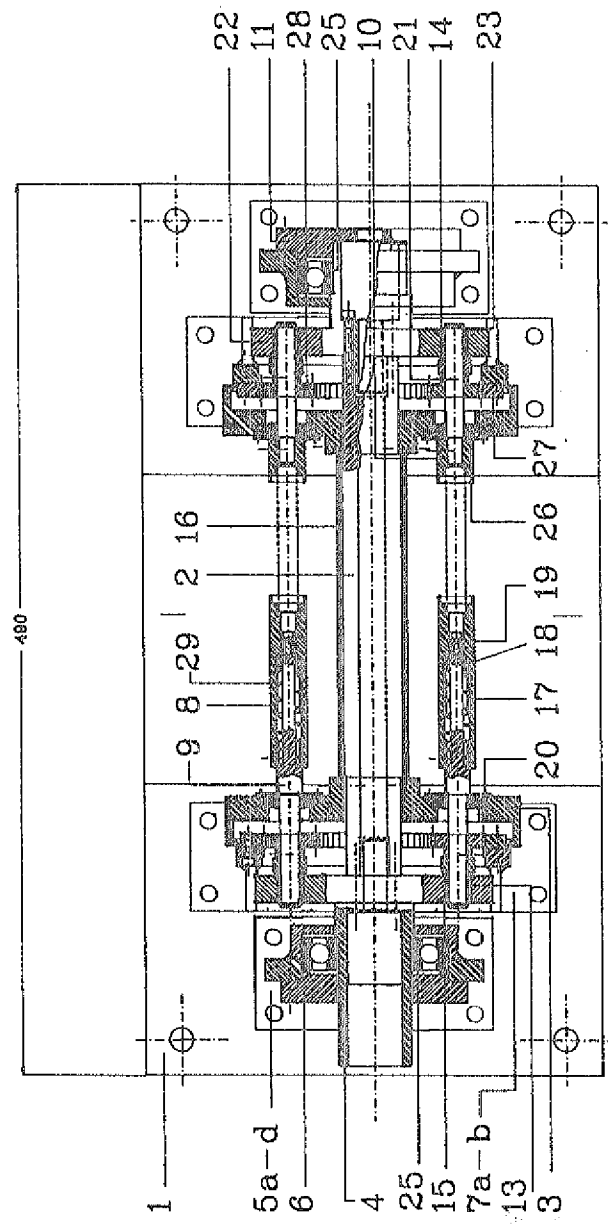
Hier nun die Wirkungsweise (s. Abb. 2a). Der Antrieb erfolgt von einem Getriebemotor, der sich in der Vaku-

umkammer befindet, auf die Hauptwelle (Pos.2) der Vorrichtung (s. Abb. 2c in der Vakuumkammer). Die zwei Lagerscheiben (Pos. 3) sind mit der Welle verbunden und drehen sich auch mit dieser. In den Lagerscheiben sind die kleinen Antriebswellen (Pos. 9 und 21) für die Proben beidseitig gelagert. Da die Proben aus zwei Hälften bestehen, erfolgt der Antrieb synchron für jede Probehälfte - somit werden 16 Wellen angetrieben. Dies ist möglich, da jede kleine Antriebswelle mit einem Zahnrad (Pos. 28) verbunden ist. Es ergeben sich 16 Zahnräder, welche - ähnlich einem Planetengetriebe - in festen Innenzahnradern (Pos. 27) laufen.

Die zwei Hauptlager (Pos. 25) für die Antriebswelle (Pos. 2) sind handelsübliche Rillenkugellager und für eine Temperatur bis max. 400°C geeignet. Die Lager müssen Radial- und Axialverschiebungen aufnehmen können und werden vor dem Einbau nicht eingefettet, sondern beschichtet. Die hochbelasteten Kugellager (Pos. 26) für die kleinen Antriebswellen sind nicht handelsüblich und mußten als Sonderanfertigung /3/ bestellt werden.

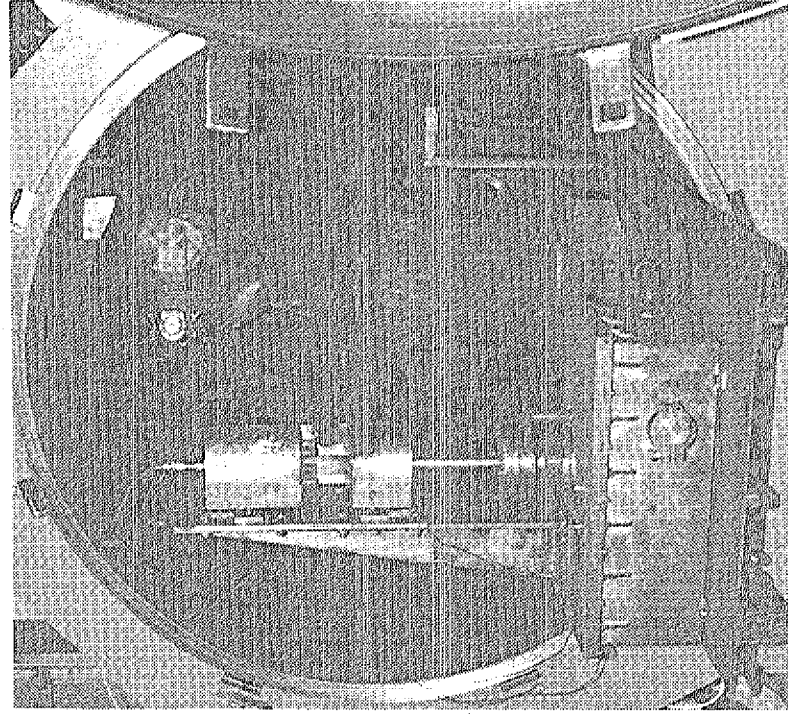
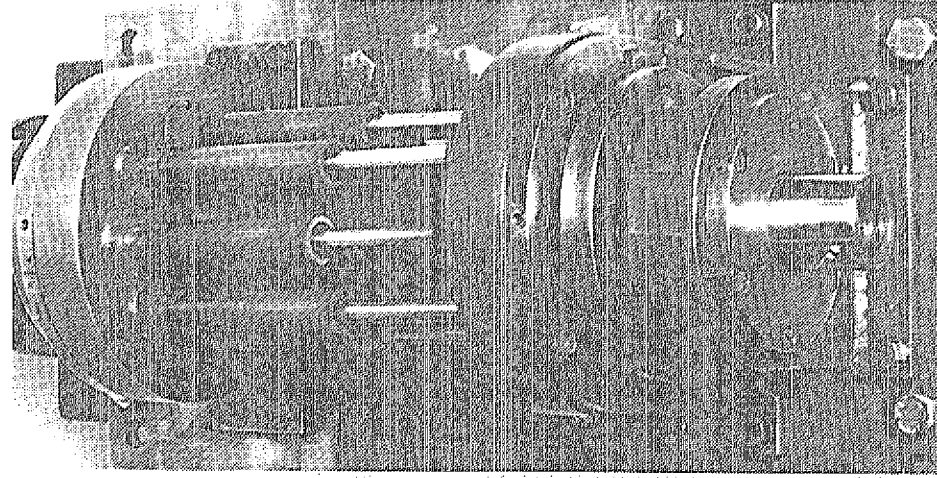
Entsprechend hoch ist der Preis für ein solches Lager, so daß man aus Kostengründen die weniger belastete Lagerstelle am Ende der Antriebswelle als Gleitlager (Pos. 13) ausführte. Die Kugellager wurden ebenfalls vor dem Einbau beschichtet. Die Gleitlager - aus dem Material Vespel - laufen trocken.

Die Halter für die Probenaufnahme (Pos. 8 + 10) sind in axialer Richtung beweglich und werden von einer Druckfeder gespannt. Es können Proben im Durchmesserbereich von 4 - 11 mm und 20 - 90 mm Länge aufgenommen werden. Zum Schutz vor der direkten Einwirkung der heißen Plasmaflamme bei einer Fehlbedienung oder Fehlfunktion war die Hauptwelle durch ein Keramikrohr (Pos.16) und der Antrieb durch eine Schutzhaube (nicht sichtbar) gesichert.



Spritzvorrichtung zur Plasmaspritzanlage Fa. Plasma-Technik

K. Harnischmann IAT, 66a 20.03.91



In der Plasma-Spritzkammer

Abb. 2a-c: Spritzvorrichtung

3.2.2. Spritzvorgang

Bei der ersten Inbetriebnahme traten Schwierigkeiten am hinteren Gleitlager der kleinen Antriebswelle auf. Die Vespellager wurden durch Messinglager ersetzt. Diese liefen bis zum Schluß störungsfrei. Weiterhin kam es bei der Temperaturdehnung zu einer Berührung der Lagerringe (Pos. 3) mit den Lagerbock (Pos. 7a). Durch Nachdrehen des Lagerringes konnte auch dieses Problem beseitigt werden.

Da die Probenrohlinge im Durchmesserbereich von 10 - 11,5 mm variierten, ergab sich zwischen Probe und Probenaufnahme ein Radialspiel, wodurch es bei einigen Probenhälften - als Folge des starken Plasmagasstromes - zu einer Versetzung kam. Durch Andrehen einer Zentrierung wurden diese an den Kontaktflächen justiert.

Für weitere Versuche ist eine präzisere Führung der Probe im Probenhalter vorgesehen.

Auch die Einstellung der richtigen Spritzparameter und das Aufbringen der Spritzschicht bereitete im Anfang Schwierigkeiten. Die Extremfälle waren, daß die Plasmaleistung zu gering, somit die Probe zu kalt war und die Spritzschicht sich ablöste. Im anderen Fall war die Leistung zu hoch, als Folge ergab sich eine unzulässige Probentemperatur bis zum teilweise Aufschmelzen einiger Proben.

Auch Fehlfunktionen der Spritzanlage waren zu verzeichnen, die dazu führten, daß die Schutzhaube verschmort und das Keramikschutzrohr zerstört wurde.

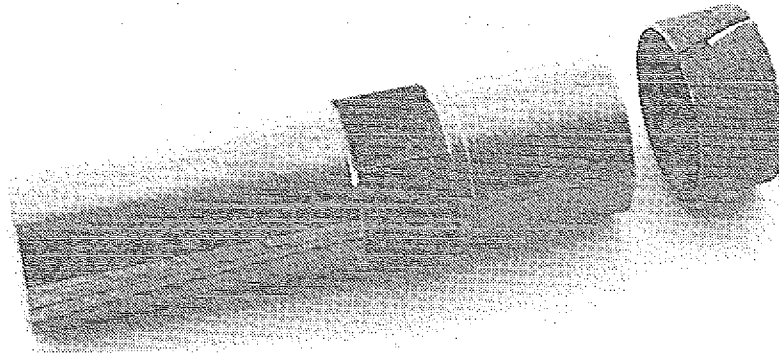
Das Auseinanderdriften von Plasmaflamme und Spritzpulver wirkte sich nachteilig aus. Abhängig von der Pulversorte kam es an der Probenoberfläche zu einer Diskrepanz von 50 mm, was dazu führte, daß der Hauptteil des Spritzgutes im oberen Teil der Probe und nicht wie gewünscht, in der Mitte aufgetragen wurde. Auch dieser Nachteil konnte durch wiederholtes Nachjustieren der Pulverzugabe beseitigt werden.

Die Spritzparameter mußten immer wieder neu eingestellt werden, wenn z.B. infolge Verschleiß, eine neue Spritzdüse erforderlich war. Dasselbe gilt auch beim Wechsel auf eine andere Pulversorte. Bei den ersten orientierenden Versuchen mit den Dummy Elementen wurde Udimet 700 als Spritzpulver verwendet. Hier zeigt es sich, daß die Verbindung von Substrat und Spritzschicht nicht so gut war, wodurch sich die Spritzschicht teilweise ablöste (s. Abb. 3a).

Bei der Verwendung von 100 Cr6 war dies nicht zu beobachten. Allerdings machte die U700 Spritzschicht - unter dem Lichtmikroskop betrachtet - einen homogenen, porenfreieren Eindruck, als die 100 Cr6 Schicht. Eine dichte Spritzschicht wird mit 100 Cr6 erzielt, wenn die Schichtdicke in der Probenmitte nicht unter 600 µm liegt (s. Abb. 3b-d).

Bei allen Proben wurde 100 Cr6 als Spritzmittel benutzt. Nach Beseitigung aller zuvor genannter Mängel konnten, bei störungsfreiem Betrieb an einem Tag insgesamt 64 zylindrische Proben (einschließlich Dummy Elementen) gespritzt werden.

Die Zeit zwischen Einbau - (8 Stück) und Ausbau der beschichteten Charge lag im Mittel bei 45 min, d.h. für eine Probe ca. 5,6 min. Neben dem Zeitgewinn ist auch der Gewinn an Betriebsmitteln (Argongas, el. Strom, Pulver etc.) nicht zu vernachlässigen.



Abgelöste Spritzschicht (U700)

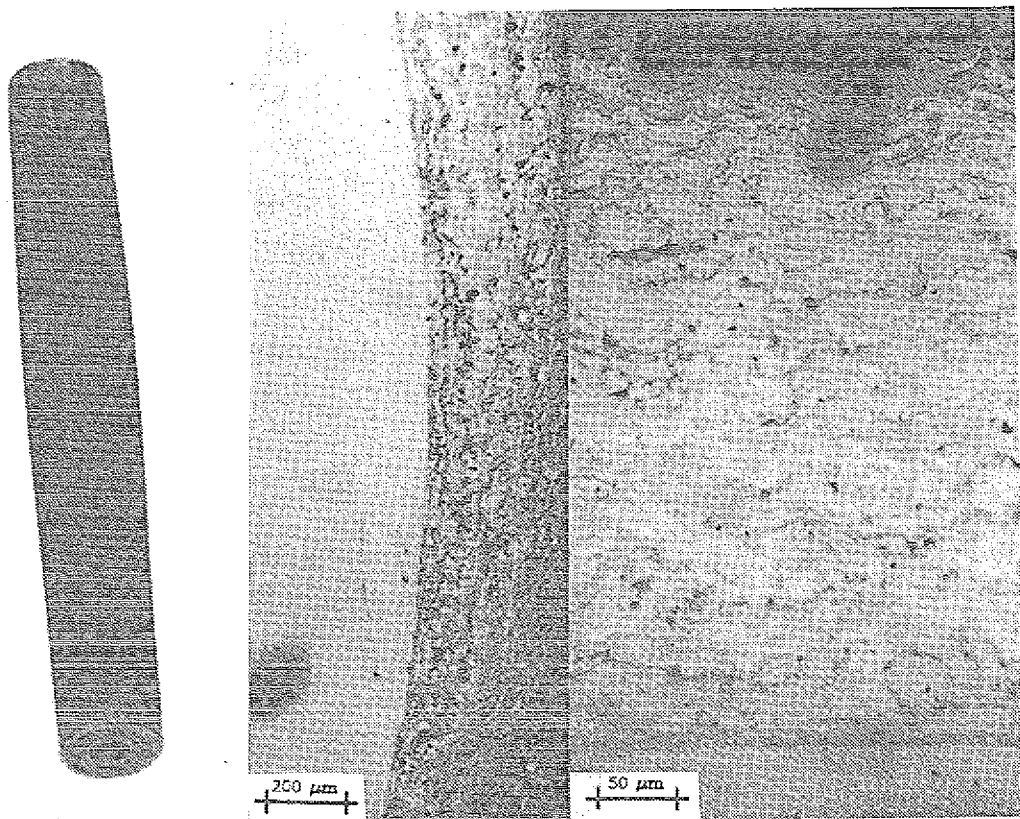


Abb. 3a—d: Spritzschicht 100 Cr6 auf Probe MA 6000/MA 6000

Die Spritzvorrichtung lief bis zum Schluß störungsfrei. Die höchste Belastung war bei ununterbrochener Spritzzeit von 12 min. zu verzeichnen. Die mittels 2TE gemessene Temperatur betrug am vorderen Lagerbock ca. 300°C und an der Grundplatte ca. 250°C.

Im Schliffbild Abb. 3c + d ist die Spritzschicht nach dem Versiegeln zu erkennen. Die Dicke der Schicht, in Umfangsrichtung betrachtet, ist sehr gleichmäßig, allerdings sind auch einzelne Poren zu erkennen, und die Außenhaut ist noch sehr zerklüftet. Aus diesem Grunde sollte die Dicke der Schicht im Bereich der

Fügezone nicht unter 600 μm liegen. Im Hinblick auf die Dichtigkeit ist eine Schichtdicke bis 800 μm ausreichend.

Begleitend zu den Versiegelungsarbeiten sollten die Dichtigkeitsmessungen stattfinden. Um den Druckausgleich während des HIP Vorganges zu verhindern, war für die Spritzschicht eine Leckrate von $L < 10^{-7}$ mbar liter/sec erforderlich. Die sicherste Bestimmung der Schichtdichtigkeit kann nur über eine, im Zentrum einer Probenhälfte angebrachte, Schnüffelbohrung erfolgen. Wie die Versuche gezeigt haben, genügt es, wenn bei einer Charge von acht Stück drei Proben mit einer Prüfbohrung versehen sind. Bei der Gleichmäßigkeit der Spritzschichten waren auch die nicht geprüften 5 Proben dicht - wie nach dem HIP'en zu bemerken war. Dies ist bisher an nur zwei Chargen ermittelt worden. Zur Absicherung dieser Ergebnisse sind noch weitere Versuche empfehlenswert.

Die Prüfproben sollten Dummys sein und nur für die Dichtigkeitsmessung benutzt werden. Obwohl die Schnüffelbohrungen vor dem HIP'en in der Vakuumkammer zugeschweißt wurden, waren vier der sechs Bohrungen (hier ausgeführt 2,5 mm) nach dem HIP'en undicht, während die restlichen zwei Proben beim Zugversuch im unteren Lastbereich versagten.

4. Versuchsauswertung

4.1 Festigkeitsuntersuchung des MA 760 und IN 939

In der Tabelle 3 sind die Festigkeitswerte, Prüfbedingungen und HIP-Konditionen eingetragen.

4.1.1 Härtemessungen

Härtemessungen (2,5) wurden an einigen Proben durchgeführt. Starke Abweichungen von den Normalwerten wurden jedoch nicht gemessen, so daß Anzeichen einer Gefügeveränderung - als Folge der Temperatureinwirkung - nicht zu erkennen waren.

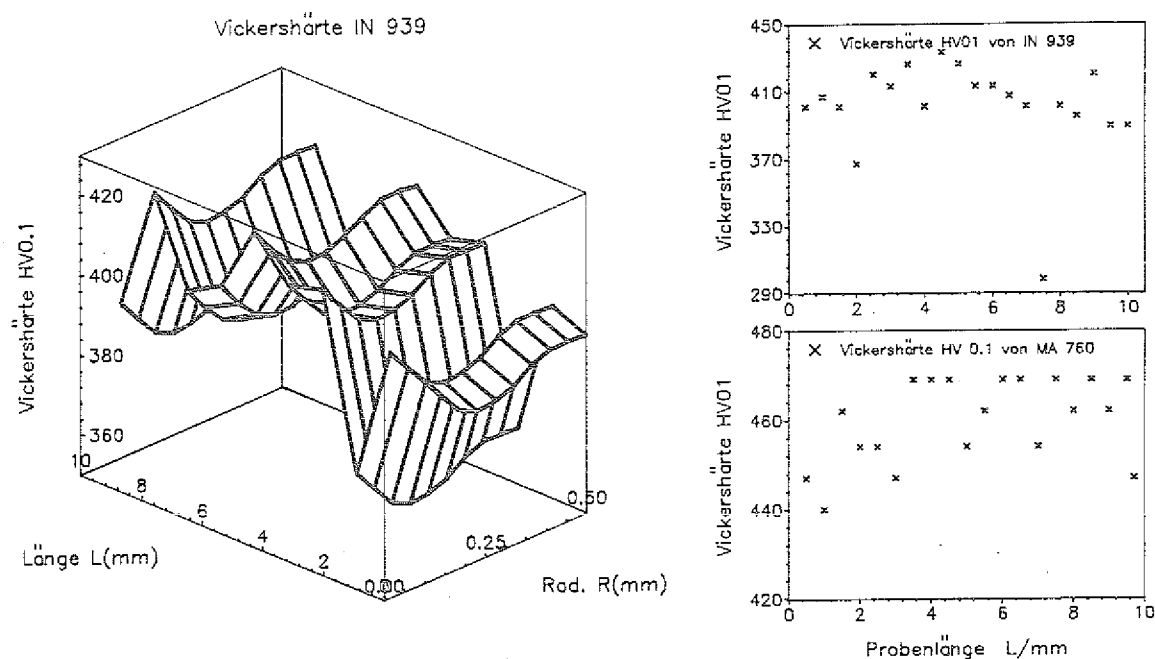


Abb.4a-c: Vickershärte HV01 der Probe Nr. 76/39-1c

4.1.2 Ermittlung der Streckgrenze

Bei der Ermittlung der $R_{p0.2}$ -Streckgrenze war folgendes zu beachten:

Da die meisten Proben aus zwei Werkstoffen mit unterschiedlichen Festigkeiten bestanden, mußte die Feinmeßdose einseitig, entweder auf der MA 760- oder auf der IN 939 Hälfte angebracht sein. Bei stark voneinander abweichenden Festigkeitswerten, ist die Anbringung auf dem weicheren Werkstoff zu empfehlen, da hier der Bruch schon eintreten kann, wenn bei dem härteren Werkstoff die $R_{p0.2}$ - Grenze noch nicht erreicht ist.

4.1.3 Rohrgekapselte Proben

Von den zehn Proben Nr. 1a-1j ist die Probe Nr. 1i beim Abdrehen der Edelstahlkapsel auseinandergebrochen, diese wurde noch einmal versiegelt und nachgehippt. Beim Zugversuch ist keine Probe außerhalb der Fügestelle gerissen. Daraufhin wurden zwei weitere Proben (Nr. 1k und 1l) unter anderen HIP Bedingungen (Höhere HIP Temperatur) gefügt. Eine Verbesserung der Verbindungsfestigkeit konnte jedoch nicht erzielt werden. Die Festigkeit aller 10 Proben lag im Bereich von 80 - 97% des IN 939 Referenzwertes. Die Proben Nr. 1d + 1e sind nicht zu Zugproben verarbeitet worden, sondern wurden metallographisch untersucht /4, 10/.

4.1.4 Proben mit der LPPS-Versiegelung

Aufgrund des vorhandenen Rohmaterials war es nicht möglich, die Zugproben in der Normlänge von 76 mm zu fertigen. Die Ausfallquote, infolge Undichtigkeit, war bei den 60 mm langen Rohlingen sehr hoch. Da diese Proben 18 mm kürzer waren, mußte eine Distanzbüchse in die Halter der Spritzvorrichtung gelegt werden. Nach Tabelle 3 erscheint die Ausfallrate (3 von 9) recht hoch, wenn man jedoch berücksichtigt, daß darunter zwei 60 mm lange Proben waren, welche aus den zuvor genannten Gründen undicht wurden, dann bleibt noch eine Probe übrig, die erst kurz vor der Fertigstellung der Zugprobe versagte. Bei den Zugversuchen /2/ war kein Bruch außerhalb der Fügestelle zu verzeichnen. Von den MA 760/IN 939 Pärchen (Nr. 2a-c) blieb eine Probe für den Zugversuch bei 1050°C übrig. Der erreichte Festigkeitswert ist recht gut, insbesondere wenn man auch die Bruchdehnung betrachtet.

Unbefriedigend sind die Festigkeitswerte der MA 760/MA 760 (Nr. 3a-c) Verbindungen. Die niedrige Verbindungsfestigkeit bei der Probe 3a ist sicherlich auf eine unvollkommene Verschweißung zurückzuführen, welches schon bei der US Prüfung zu bemerken war. Bei den Proben 3 b + 3c hingegen

Tabelle 3

Festigkeitsuntersuchung der HIP-diffusionsgefügtten Proben aus den Werkstoffen Ma 760 u. IN 939

Werkstoffpaarung: MA 760/IN 939 für Nr.1a-2c, MA 760/MA 760 für Nr.3a-c, IN 939/IN 939 für Nr.4a-c

Nr.	Versiegelung	HIP Konditionen Temp./Druck/Zeit	Prüftemp.	Verbindungsfestigk. R _m R _m /R _{max} ¹		Streckgr. R _{p0.2}	Bruchdehng. ² A ₅	Härte Vickers	Bemerkung
-	-	°C / MPa / h	°C	MPa	%	MPa	%	HV0.1	-
1a	Edelstahlkapsel	1050/ 200 / 2.5	RT	809	91	-	3.0 ²	431/565 ¹	Auf MA 760 gemessen
1b	"	"	"	848	95	722	4.0	-	Auf IN 939 gemessen
1c	"	"	"	853	97	707	4.5	447/540	"
1d	"	"	-	-	-	-	-	407/546	Kein Zugversuch
1e	"	"	-	-	-	-	-	426/516	"
1f	"	"	RT	720	81	711	1.0	-	Auf Probennitte gem.
1g	"	"	"	715	80	689	0.77	418/564	"
1h	"	"	"	758	85	-	2.5	-	Auf MA 760 gemessen
1i	"	"	"	776	87	-	1.5	-	"
1j	"	"	"	762	85	673	2.5	-	Auf IN 939 gemessen
1k	"	1150/ 200 / 2.5	"	766	86	-	2.0	-	Auf MA 760 gemessen
1l	"	1150/ 200 / 2.5	"	787	88	751	1.0	-	Auf IN 939 gemessen
2a	LPPS 100 Cr6	1150/ 250 / 2.5	RT	-	-	-	-	-	Bruch beim Bearbeiten
2b	"	"	800	-	-	-	-	-	"
2c	"	"	1050	113	74	100	5.6	-	"
3a	"	"	800	33	4	-	-	-	60 mm lange Probe
3b	"	"	800	92	12	-	-	489	
3c	"	"	1050	26	15	-	-	495	
4a	"	"	RT	-	-	-	-	-	Bruch beim Bearbeiten
4b	"	"	800	648	93	625	0.4	385	
4c	"	"	1050	106	70	103	4.0	388	

¹ Erster Wert gilt für IN 939 , zweiter für MA 760

² Auf IN 939 bezogen

³ R_{max} = Festigkeit des Grundwerkst. aus Siemens-KWU Vorprüfzeugnis vom 11.02.91

zeigt, das US-Bild (s. Seite 20 Abb. 8) eine fehlerfreie Diffusionsschweißung an. Warum diese Proben bei etwa 15% des Referenzwertes versagten, bedarf noch der Klärung.

Die erzielten Festigkeitswerte bei den gleichartigen Paarungen IN 939/IN 939 (Nr. 4b+4c) sind recht gut, insbesondere gilt dies für die Probe Nr. 4b, welche dem Referenzwert sehr nahe kam.

Bei der Bruchdehnung (A%) ist zu beachten, daß derart niedrige Werte (bei 800°C) durchaus üblich sind.

4.2 Festigkeitsuntersuchung des MA 6000, MA754, MA956 u. Inc 800H

Wie unter 4.1.2 waren von jeder Werkstoffpaarung 3 Zugversuche bei RT, 800°C u. 1050°C vorgesehen. Dies ist auch aus der Tabelle 4 ersichtlich. Neben der Zugfestigkeit wurde auch hier an einigen Proben die Vickers Härte bestimmt. Von den insgesamt 21 Proben wurden sechs aus den folgenden Gründen nicht zu Zugproben weiterverarbeitet:

- Probe 6c wurde als Anschauungsobjekt (s. Abb. 5) benutzt.
- Probe 5 a Beschädigung des Spritzmantels kurz vor dem Einbau in die HIP Anlage
- Proben 7a, 8a und 10b+c waren mit einer Schnüffelbohrung versehen. Infolge Undichtigkeit der zugeschweißten Bohrung zerbrachen diese beim Abdrehen des Spritzmantels.

Von den verbliebenen 15 Zugproben sind bei dem Zugversuch 6 außerhalb der Fügestelle gerissen. Bemerkenswert bei Betrachtung der Festigkeitswerte Tabelle 4 ist folgendes:

Alle Pärchen mit einem - oder beiden Partnern aus dem Eisenbasis-Werkstoff Inc 800 H bzw. MA 956 zeigen gute bis sehr gute Festigkeitswerte (Ausnahme Probe 10a)

Wie im ersten Teil der Versuchsreihe /1/ liegt der Festigkeitswert des MA 956 bei RT über dem Referenzwert. Im Gegensatz dazu die Warmzugfestigkeit bei 800 °C , diese war in etwa in Höhe des Referenzwertes und somit um mehr als 100% über dem, aus dem 1. Teil. Ein rapider Abfall der Festigkeit des Grundmaterials ist bei der Versuchstemperatur von 1050°C zu verzeichnen. Bei dieser Temperatur ist es offensichtlich zu Gefügeveränderungen gekommen. Der Bruch erfolgte im Grundmaterial.

Die Werte der Verbindungsfestigkeit der hochwarmfesten Werkstoffe MA 754 und MA 6000 waren niedriger als erwartet. Die Anhebung des HIP Druckes hat jedoch eine Verbesserung der Warmzugfestigkeit R_v/R_{max} von 20% auf 45% gebracht, wenn man nur die LPPS Proben berücksichtigt.

Eine Verbesserung der Ergebnisse über eine Veränderung der HIP Bedingungen zu erreichen, ist schwierig. Druck und Temperatur beim HIP lassen sich kaum noch erhöhen, allenfalls die Preßzeit könnte noch einmal verlängert werden.

Bevor man jedoch eine neue Versuchsreihe startet, ist eine intensive Untersuchung des Gefüges im Fügebereich erforderlich.

Tabelle 4

Technologische Untersuchung der HIP-diffusionsgefügtten Proben.
Alle Proben mit 100Cr6 LPPS versiegelt.

Hr.	Werkstoffpaarung	HIP Konditionen Temp./Druck/Zeit	Prüftemp. °C	Verbindungsfestigk. R _m , R _m /R _{m02}	Streckgr. R _{p0.2}	Bruchdehnung. A ₅	Härte Vickers	Bemerkung
-	-	°C/MPa/h	°C	MPa, %	MPa	%	HV0.1	-
5a	MA 6000/MA 6000	1150/385/2.5	RT	-	-	-	-	Spritzmantel be- schädigt vor HIP
5b	"	"	800	216.2, 24.8	-	<0.2	-	Fügestellenbruch
5c	"	"	1050	172.1, 58.5	-	<0.2	552	Bruch Nähe Fügest
6a	MA 6000/In 800H	1150/150/2.5	RT	500.2, >100 ¹	148.-	39.4	-	Bruch in In 800H
6b	"	"	800	156.4, >100 ¹	95.1	49.7	-	wie 6a
6c	"	"	1050	-	-	-	-	Anschauungsobjekt
7a	MA 754/MA 754	1150/350/2.5	RT	-	-	-	-	Bohrung undicht
7b	"	"	800	214.9, 69.3	202.6	1.78	-	Fügestellenbruch
7c	"	"	1050	46.3, 28.1	-	<0.2	-	"
8a	MA 754/In 800H	1150/150/2.5	RT	-	-	-	-	Bohrung undicht
8b	"	"	800	145.5, 69.3	84.9	11.3	308/184	Fügestellenbruch
8c	"	"	1050	37.5, 92.7	37.0	1.48	274/168	"
9a	MA 956/MA 956	1150/150/2.5	RT	787.6, 122.1	770.0	1.09	-	Bruch in MA 956
9b	"	"	800	126.5, 91.0	108.8	1.37	-	Nähe Fügestelle
9c	"	"	1050	15.0, >100 ¹	12.6	41.0	-	Bruch in MA 956
10a	MA 956/In 800H	1150/150/2.5	RT	277.0, 52.0	auf MA956	2.73	296/178	Bruch Nähe Fügest
10b	"	"	800	-	-	-	-	Bohrung undicht
10c	"	"	1050	-	-	-	-	wie 10b
11a	In 800H/In 800H	1150/150/2.5	RT	498.0, >100 ¹	273.0	45.4	-	Bruch in In 800H
11b	"	"	800	149.6, 71.3	95.0	1.6	262	Fügestellenbruch
11c	"	"	1050	31.3, 78.3	25.2	24.3	-	"

¹ Die Verbindungsfestigkeit ist höher als die Festigkeit des Grundwerkstoffes

MA 8000

In 800H

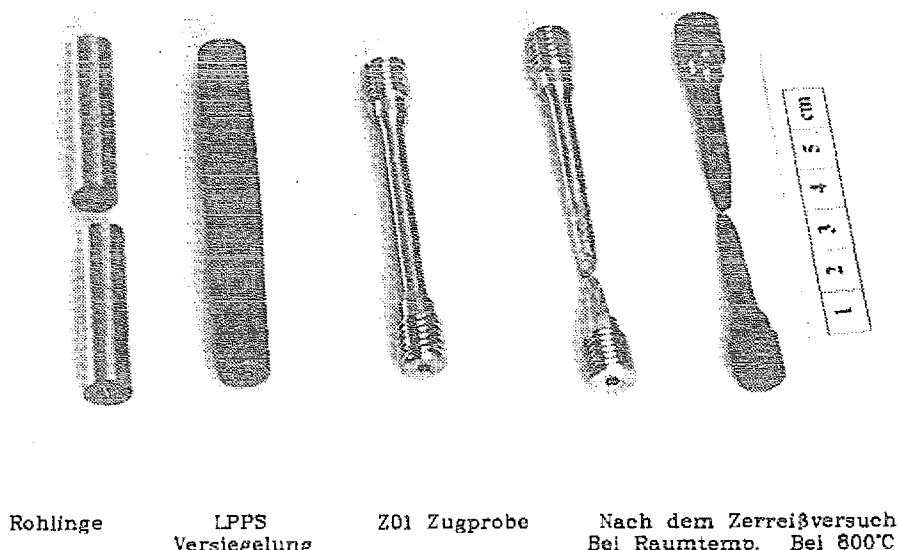


Abb. 5a: Zugproben MA6000/Inc.800H

4.2.1 Zugversuche

An Hand einiger ausgewählter Zugdiagramme soll das Bruchverhalten näher betrachtet werden.

Es bieten sich hier Proben an, wo der Versagenswert oberhalb der Streckgrenze $R_{P0,2}$ lag. Außerdem mußte die Prüfeinheit mit einer schnellen Datenerfassung versehen sein, um die kurzzeitigen Spannungsspitzen zu erfassen. Hierfür kamen nur die im IRW durchgeführten Warmzugversuche /5/ (800 + 1050°C) in Betracht.

Es wurden Zugdiagramme ausgewählt, welche die 4 untersuchten Werkstoffe beinhalten.

Die 4 Zugproben in Abb. 5b-e haben eines gemeinsam, daß bei Überschreiten der Streckgrenze $R_{P0,2}$ der Kurvenverlauf unruhig wird. Blendet man einen Teil der Kurve im vergrößerten Maßstab aus, so erkennt man Spannungsschwankungen mit Amplituden, die bis 10% des max. Spannungswertes betragen. Die Frequenz der Spannungsschwingung ist bei den feinkörnigeren Werkstoffen höher.

Bevor die Probe versagt, tritt eine Beruhigung im Spannungsverlauf ein.

Diese Diagramme sind typisch für einen Werkstoff mit grobkörniger Struktur. Es ist vorstellbar, daß zuerst einzelne hochbelastete Körner reißen - vergleichbar den Litzen im Drahtseil -, bevor die Probe schlagartig versagt.

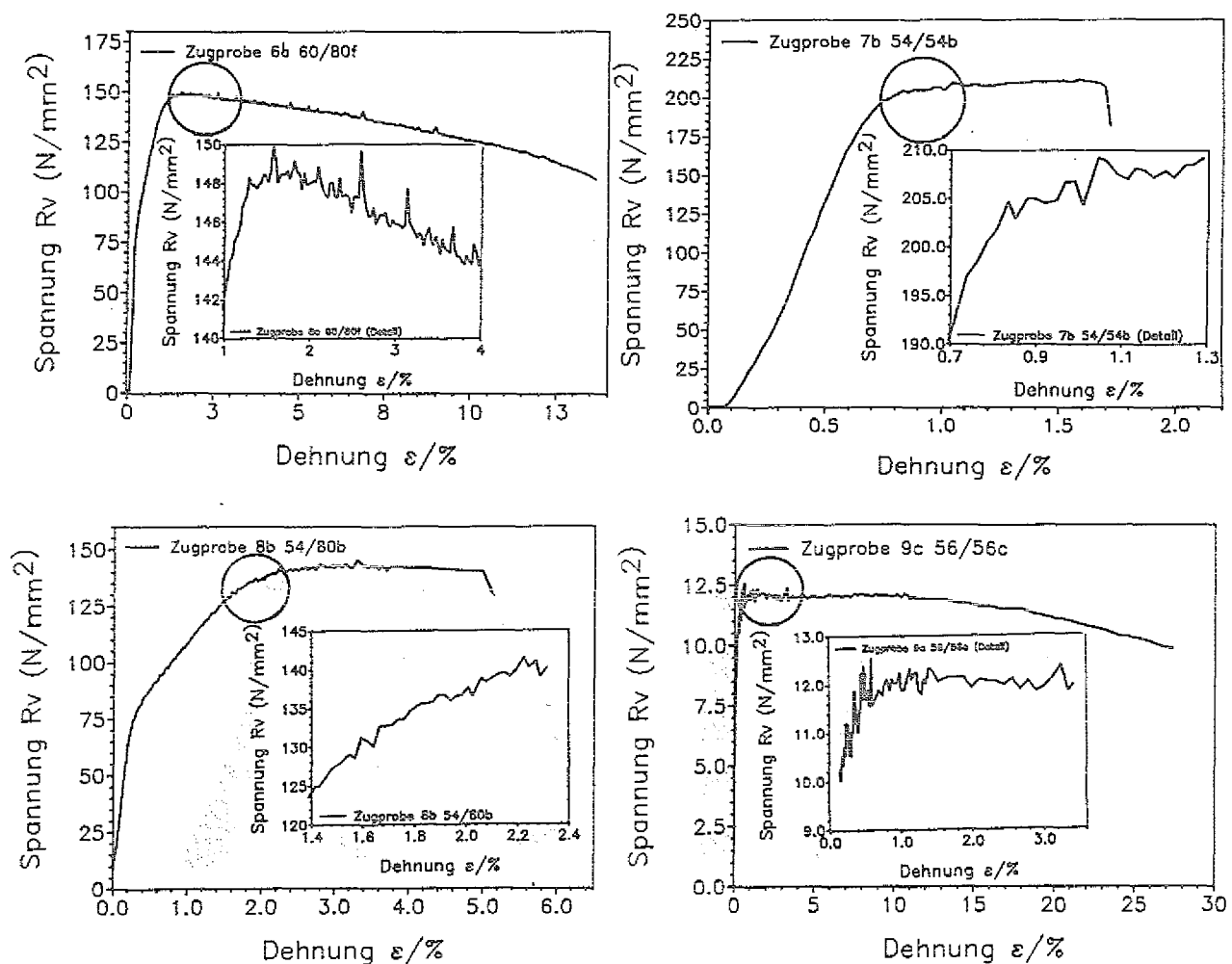


Abb. 5b-e: Spannungs-Dehnungsdiagramme

4.3 Festigkeitsuntersuchung der Platte-Zapfen Probe

Die Probenform nebst Versuchsanordnung und die Festigkeitswerte sind in der Tabelle 5 und Abb. 6 zu sehen. Für die Probenform 1 (Nr. 1 bis 10) ergibt sich die Scherfläche zu:

$$d_{\text{Nocken}} \cdot \pi \cdot s_{\text{platte}} = A_s$$

Für die Probenform 2 (Nr. 11 und 12) zu

$$d_{\text{Nocken}}^2 \cdot \pi \cdot \frac{1}{4} = A_s$$

Die Platte bestand aus dem Material IN 939 der Zapfen aus MA 760. Die Proben unterschieden sich durch die Passung und die Plattendicke. Die Festigkeiten der Paarungen mit der dünnen Platte liegen im Bereich von etwa 30% des Referenzwertes der Zugfestigkeit des IN 939. Ein Vergleich mit den Listenwerten ist nicht möglich, da für diese Materialien keine Scherfestigkeitswerte vorliegen.

Bei Betrachtung der Bruchfläche war kein ganz glatter Scherbruch zu verzeichnen, sondern das Material (IN 939) ist teilweise aus dem Vollen herausgerissen worden (s. Abb 7). Der Unterschied zwischen den Proben (Nr. 1 und 3) ist nicht gravierend, so daß man einer engeren und präziseren Passung nicht unbedingt den Vorrang geben sollte. Für eine gezielte Bewertung ist die Probenanzahl jedoch zu gering.

Die Probe mit der dicken Platte (Nr. 2) zeigt hingegen deutlich schlechtere Werte. Auch hier ist eine Beurteilung wegen der geringeren Probenanzahl nicht gerechtfertigt.

Eines kann jedoch gesagt werden, daß das HIP Diffusionsfügen auch für eine solche Anordnung bei der vorliegenden Materialpaarung keine Schwierigkeiten bereitet.

Das Fügen von Zapfen und Platte ist auch nach Probenform 2 möglich. Es wurden Edelstahlproben (W.Nr. 1.4541) nach Form 1 und 2 HIP-diffusionsgefügt, wobei zu beachten ist, daß die Probenform 2 wesentlich einfacher in der Vorbereitung und in der Versiegelung (eine Dichtnaht) war. Auch bei Betrachtung der Verbindungsfestigkeit schneiden die Proben nach Form 2 beträchtlich besser ab. Warum die Werte der Verbindungsfestigkeit der Proben Nr. 4 - 10 nach Form 1 so niedrig lagen, ist noch nicht geklärt. Diese sind zusammen (Ausnahme Nr.8) mit den IN 939/MA 760-Proben versiegelt worden. Auch eine Erhöhung des HIP-Druckes brachte für die Proben Nr. 9 und 10 keine wesentliche Verbesserung.

Tabelle 5

Festigkeitsuntersuchung der Zapfen/Platte Proben (siehe Abb.6)
Versiegelung mit Udimet 700; Prüftemp.= RT

Nr.	Werkstoffpaarung	HIP Konditionen Temp./Druck/Zeit	Verbindungsfestg. F_{ver}	Scherfläche A_s	Scherspannung	Bemerkung
-	-	°C / MPa / h	kN	mm ²	MPa	-
1	MA 760/IN 939 (H7/H6)	1150 / 200 / 2.5	35.0	138.2	265.3	Probenform 1 (s. Abb. 6)
2	MA 760/IN 939 (H7/H6)	"	30.5	552.9	55.2	"
3	MA 760/IN 939 (H7/H7)	"	27.5	113.1	243.2	"
4	1.4541/1.4541	"	6.0	157.1	38.2	"
5	"	"	1.44	144.5	9.96	"
6	"	"	-	-	-	Bruch beim Bearbeiten
7	"	"	3.25	157.1	20.7	Probenform 1
8	"	"	105.0	1058.0	99.2	" Große Probe
9	"	1150 / 330 / 2.5	4.0	145.0	27.5	Probenform 1
10	"	"	3.2	145.0	22.1	"
11	"	1150 / 200 / 2.5	43.0	168.0	256.4	Probenform 2 (s. Abb. 6)
12	"	"	38.0	175.0	217.0	"

Versuchsanordnung zur Festigkeitsprüfung der Nocken-Platte Probe

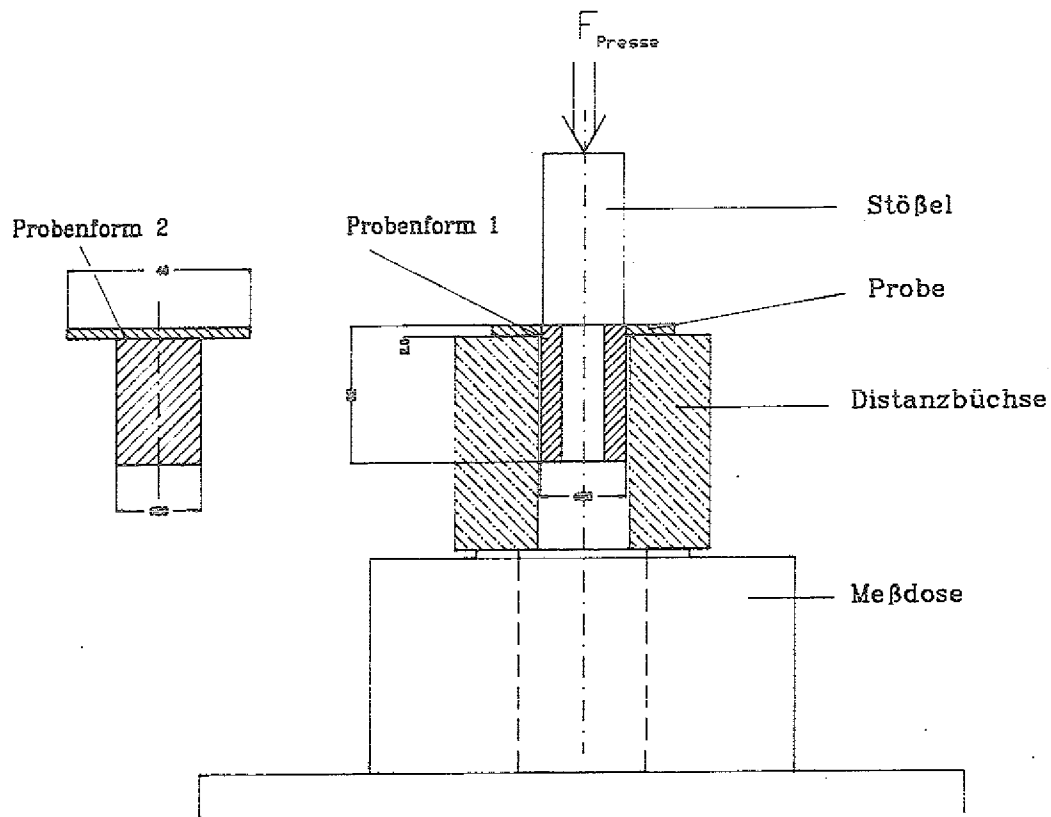


Abb. 6: Festigkeitsprüfung der Zapfen/Platte Probe

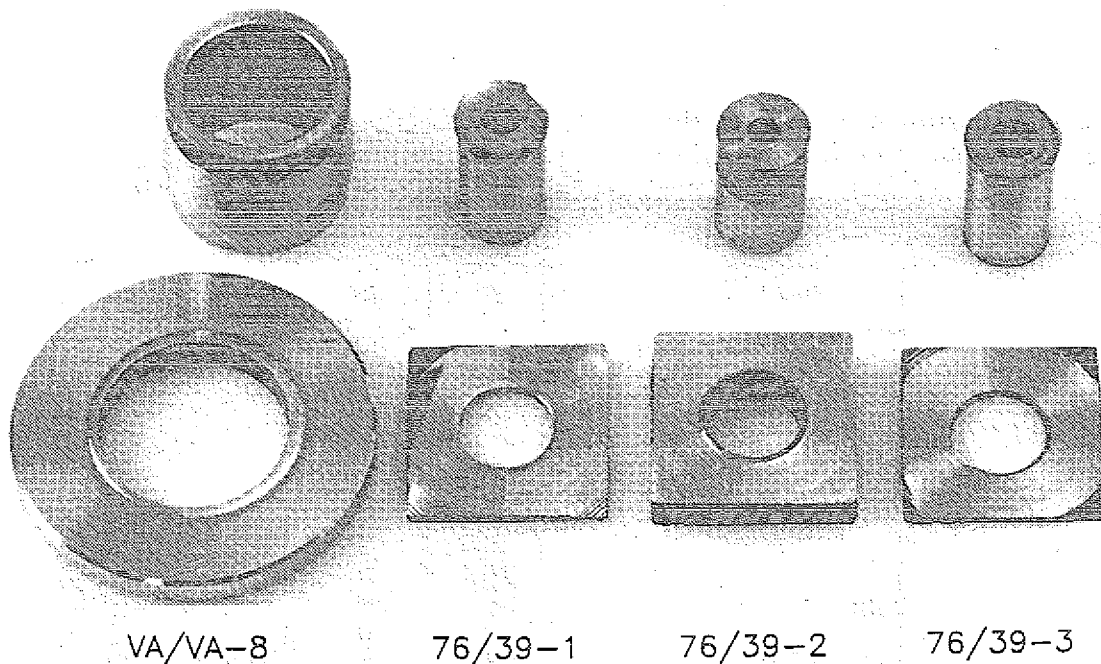


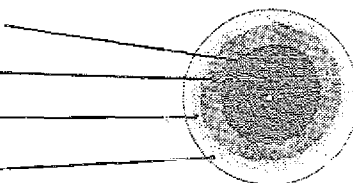
Abb. 7: Zapfen/Platte Proben nach der Festigkeitsprüfung

5. US-Prüfung der Diffusionsschweißung

Die Qualität einer HIP-Diffusionsverbindung kann unter bestimmten Voraussetzungen schon vor der Festigkeitsuntersuchung zerstörungsfrei auch mit Hilfe der Ultra-Schall Methode bestimmt werden /6, 7, 8/.

An einer Reihe von diffusionsgefügtten Proben sollte die Zuverlässigkeit der US Prüfung im Vergleich zu der Verbindungsfestigkeit ermittelt werden. Zum Einsatz kam die Durchschalltechnik /9/. Hierbei waren 2 Schallköpfe in einem Scanner montiert, wobei der obere Kopf beweglich, während der untere mit der Probe fest verbunden war. Die Proben aus allen Versuchsreihen sind in der Tabelle 6 zusammengefaßt. Die Bewertung nicht schallbar 10 MHz gilt für die 10 MHz Schallköpfe. Die Proben Nr. 11 a und 11c waren jedoch mit einem 2,5 MHz Prüfkopf durchaus prüfbar, da die Schallschwächung geringer war. Die 2,5 MHz Köpfe konnten aus konstruktiven Gründen nicht in die Vorrichtung des Scanners eingebaut werden. Wie bereits ausgeführt /9/, sind die feinkörnigeren Werkstoffe besser mit den niederfrequenten Köpfen schallbar. Allerdings ist wegen der größeren Wellenlänge des niederfrequenten Kopfes auch die Fehleraussage schlechter. Bei der Beurteilung der US Bilder ist auch die Empfindlichkeit des Meßverstärkers - die im Bereich von 1 - 100 dB einstellbar war - zu beachten. Die Schwärzung ist in 4 Graustufen wie folgt unterteilt:

- Volle	Schwärzung	Abschwächung	0	dB
- 3/4	"	"	-6	"
- 1/2	"	"	-9	"
- 1/4	"	"	-12	"



Bei Betrachtung der Rasteraufnahmen (Abb 8a + b) kann man grundsätzlich folgendes konstatieren:

- Ein fehlerfreies US-Bild - wie z.B. bei den Proben 3c, 5b, 5c, 9b, 9e, u. 10a ist auch immer ein Hinweis auf eine gute Diffusionsschweißung, welches jedoch nicht immer durch eine hohe Verbindungsfestigkeit gekennzeichnet war, da hier nichts über die Eindringtiefe der Elemente gesagt wird.
- Eine Probe, die mit den 10 MHz-Kopf nicht schallbar ist, bzw. nur mit der höchsten Empfindlichkeit ein diffuses Rasterbild des kreisförmigen Querschnittes widerspiegelt, kann durchaus gut diffusionsgefügt sein, wie die Proben 11a, 11c, 8b, 8c, 4b, u. 4c ergaben. In der Mehrzahl der Untersuchungen war eine unvollkommene Fügeverbindung beim Durchschallen feststellbar. Viele dieser Proben versagten bereits beim Bearbeiten oder im unteren Lastbereich (s. Probe Nr. 7a, 8a, 3a).
- Ist weder mit dem 10 MHz - noch mit dem 2,5 MHz Schallkopf ein Rückwandecho sichtbar, so erfolgte bisher in allen Fällen der Bruch beim mechanischen Bearbeiten der Zugprobe.
- Eine Beurteilung der Güte der Diffusionsschweißung ist nur möglich, wenn man Proben gleicher Paarung - in konstanter Versuchsanordnung und Empfindlichkeit des Meßgerätes - miteinander vergleicht. Bei gleichen Werkstoffen kann man vorher mit einer einteiligen Dummyprobe eichen. Dies ist nicht möglich bei Paarungen aus unterschiedlichen Materialien.

Tabelle 6

Ultra Schall Prüfung der Diffusionsschweißung nach dem HIP
US-Prüfkopf: RTD - 80-259-d6, Frequenz=10 MHz, Rasterabst. (x+y)= 0.1 mm
Probendurchmesser= $\varnothing$ 10 mm, Länge im Bereich von 60-78 mm

Nr.	Materialpaarung	Verbindungsfestigkeit		Empfindlichkeit	Bemerkung
		MPa	%		
1a	MA 760/IN 939	809	91	76	
1b	"	843	95	76	
1c	"	863	97	84	
1d	"	keine Zugprobe		80	Untersuchg. bei KWU
1e	"	"		81	Untersuchg. bei KWU
1f	"	720	81	78	
1g	"	715	80	77	
1h	"	758	85	70	
1i	"	776	87	79	
1j	"	762	85	79	
1k	"	766	86	-	keine US Prüfung
1l	"	782	88	-	"
2a	Ma 760/IN 939	Bruch beim Bearbeiten		-	keine US Prüfung
2b	"	-	-	92	
2c	"	113	74	92	
3a	MA 760/MA 760	33	4	42	
3b	"	92	12	42	
3c	"	26	15	42	
4a	IN 939/IN 939	Bruch beim Bearbeiten		-	
4b	"	648	93	98	
4c	"	106	70	100	
5a	MA6000/MA6000	Bruch vor dem HIP		-	
5b	"	216	25	62	
5c	"	172	59	62	
6a	MA6000/In800H	500	>100	92	
6b	"	156	>100	98	
6c	"	Anschauungsobjekt		-	keine US Prüfung
7a	MA 754/MA 754	Bruch beim Bearbeiten		-	nicht schallbar 10 MHz
7b	"	215	70	-	keine US Prüfung
7c	"	46	28	91	
8a	MA 754/In800H	Bruch beim Bearbeiten		-	nicht schallbar 10 MHz
8b	"	146	70	94	
8c	"	38	93	94	
9a	MA 956/MA 956	788	122	41	
9b	"	127	91	41	
9c	"	15	>100	41	
10a	MA 956/In800H	277	52	91	
10b	"	Bruch beim Bearbeiten		-	
10c	"	"		-	
11a	In800H/In800H	498	>100	-	nicht schallbar 10 MHz
11b	"	150	71	-	keine US Prüfung
11c	"	31	78	-	nicht schallbar 10 MHz

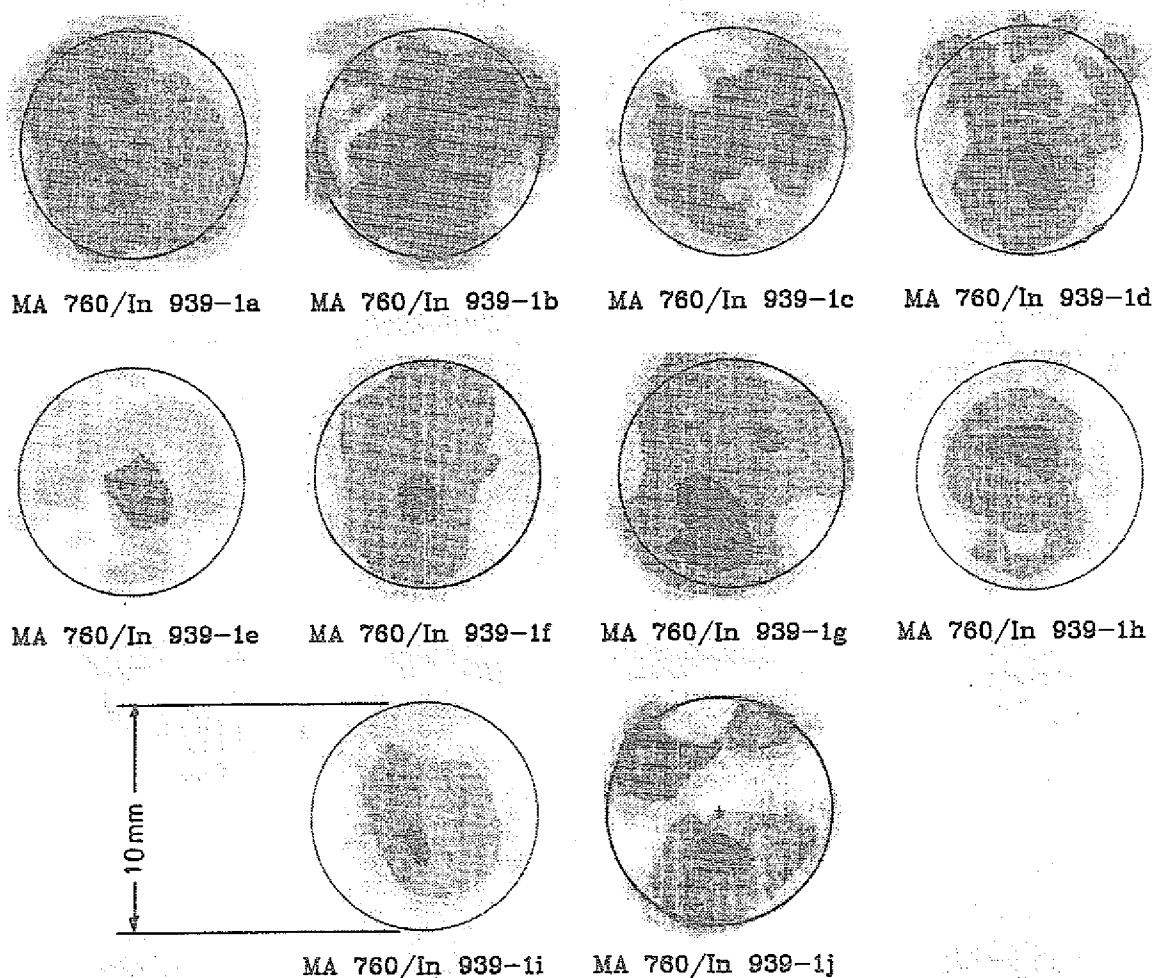


Abb. 8a: US Bilder der Proben 1a - 1j

Die zuvor genannten Bedingungen wurden bei den Proben 3a-c, 5b-c, 9a-c erfüllt. Die Empfindlichkeit war sehr niedrig, welches auf eine gute Schallbarkeit und auch Diffusionsschweißung schließen ließ. Von den 8 Proben zeigt die Nr. 3a das schlechteste Schallbild und auch die niedrigste relative Verbindungsfestigkeit. Eine Korrelation von Schallbild und Festigkeitswert ist bei den 10 gleichen Proben 1a - 1j nicht zu erkennen. Dies liegt sicherlich daran, daß die Schwankung der Festigkeitswerte untereinander nicht sehr groß war, aber auch an der schlechten Schallbarkeit des IN 939 mit dem 10 MHz Kopf. Das zuletzt Gesagte gilt auch für den Incoloy 800 H.

Die US Untersuchung wurde in Zusammenarbeit mit dem Zentralinstitut für Angewandte Technologie der KFA /6/ durchgeführt.

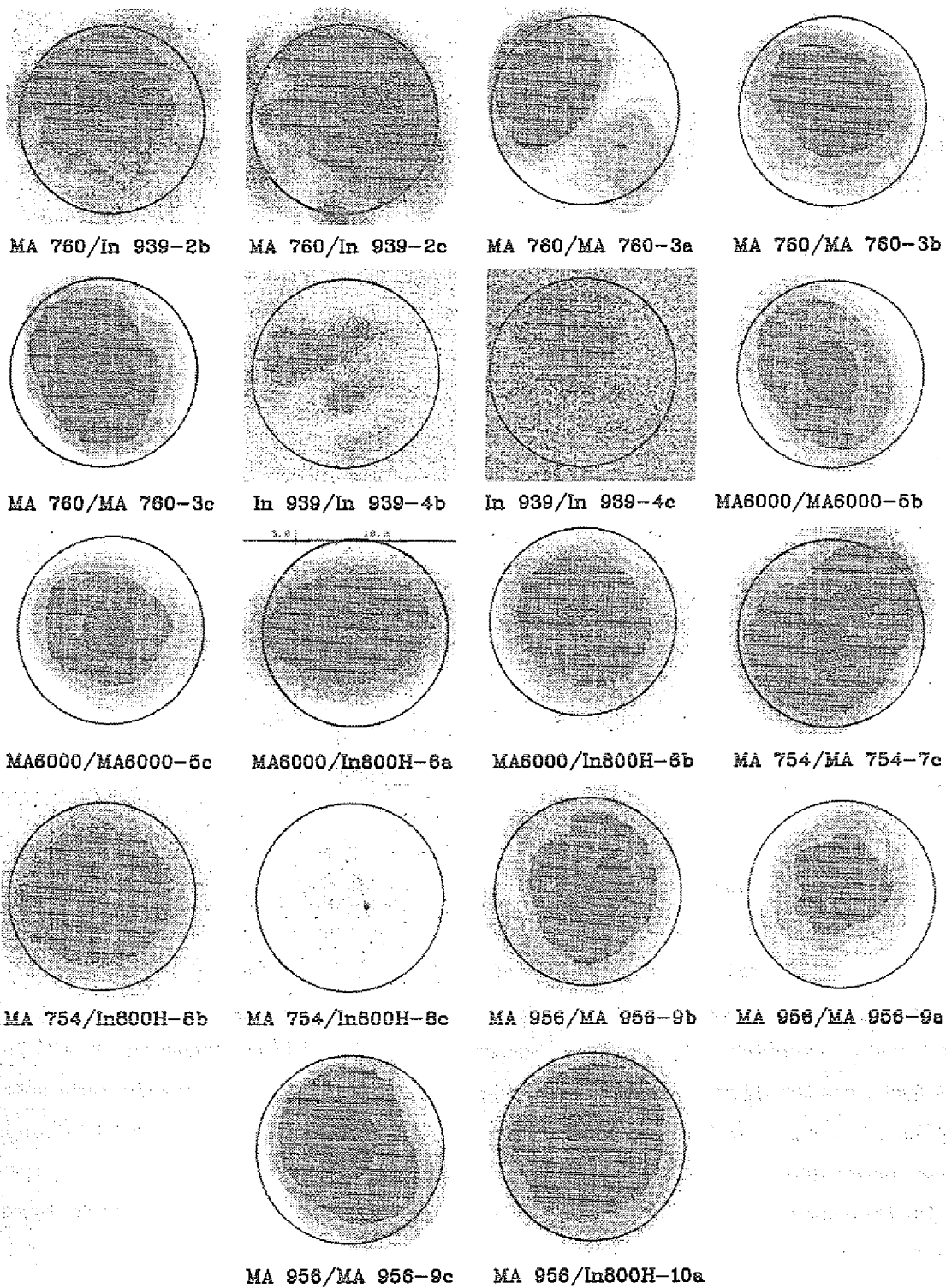


Abb. 8b: US Bilder der Proben Nr. 2b-10a

6. Metallographische Nachuntersuchung

6.1 Diffusionsprofile

In den Abb. 9a und b sind die Diffusionsprofile von Nickel und Kobalt für die Proben 1a, 1c, 1g sowie 1d + 1e (siehe Tabelle 3) aufgetragen. Obwohl hier die Proben mit den Extremwerten der Verbindungsfestigkeit ausgewählt wurden, ist ein gravierender Unterschied in der max. Eindringtiefe für Ni + Co nicht erkennbar. Die Eindringtiefe beträgt für die 5 Proben ca. 20 μm .

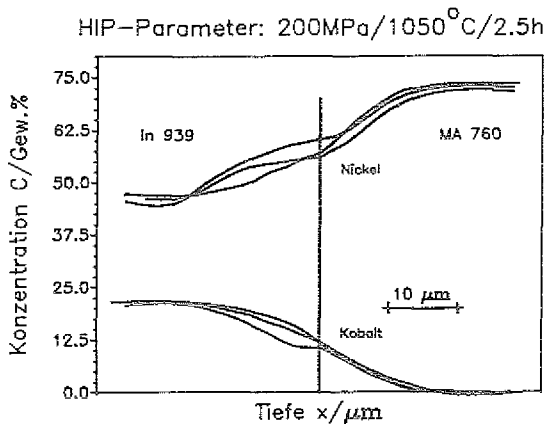


Abb. 9a: Diffusionsprofil Proben Nr. 1a,1c u.1g

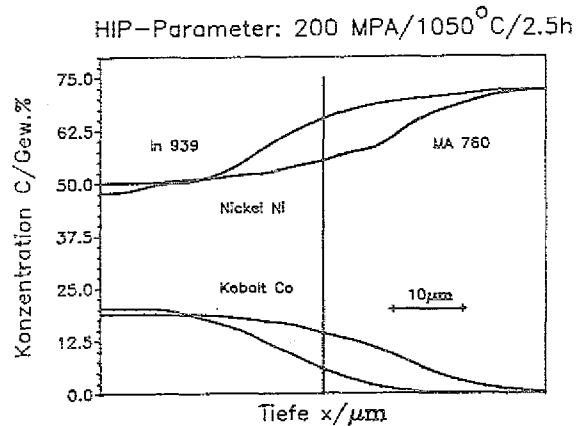


Abb. 9b: Diffusionsprofil Proben Nr.1d+1e

Die Erhöhung der HIP-Temperatur von 1050°C auf 1150°C für die Proben 1k + 1l brachte zwar keine Verbesserung der Verbindungsfestigkeit, aber eine Erhöhung der Eindringtiefe für Ni + Co, wie aus Abb. 9c leicht erkennbar ist.. Dies ist verständlich, da der Diffusionsablauf wegen der höheren Temperatur nach der Beziehung

$$D = D_0 \cdot \exp(-Q/RT) \text{ intensiviert wird.}$$

Die Diffusionsprofile für die Proben Nr. 8b+c sind in der Abb. 10a gezeichnet. Der max. Diffusionsweg für Ni + Fe beträgt hier ca. 40 μm , also etwa so tief wie in Abb. 9c.

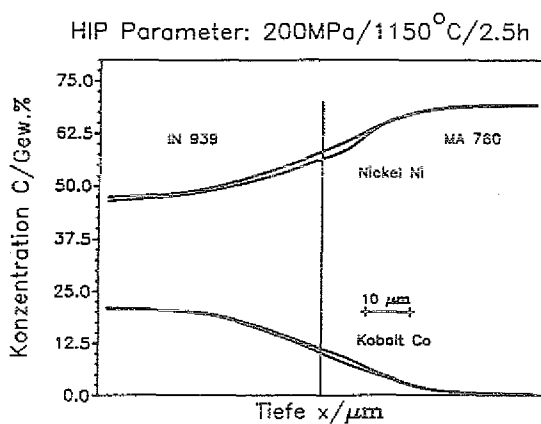


Abb. 9c: Diffusionsprofil Proben Nr. 1k+1l

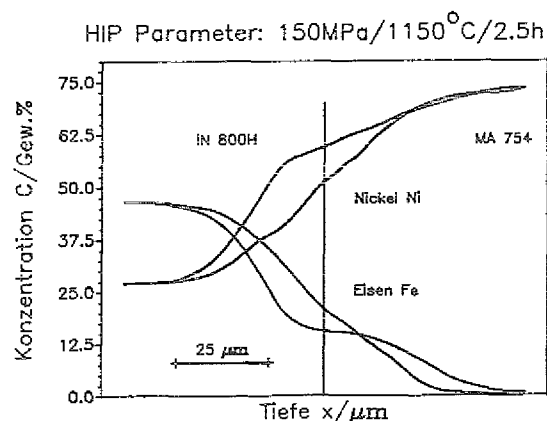


Abb. 10a: Diffusionsprofil Proben Nr. 8b+c

Das Diffusionsprofil der Probe 10a (Abb. 10b) wurde aufgenommen, weil sich hier einige Abnormitäten zeigten. Die Probe ist nicht wie zuerst angenommen in der Fügestelle gebrochen, sondern ca. 30 μm außerhalb im Ma 956 (siehe Foto 14a+b), bei nur 43% des Basiswertes von MA 956 und 52% von IN 800 H.

Auch die Bruchdehnung von 2,73% ist bei dieser Bruchlast ungewöhnlich hoch. Weiterhin bemerkenswert ist die große Eindringtiefe von 275 μm (Ni) im MA956. Der Wert ist auch im 1. Teil der Versuchsreihe (s. Abb. 18) gemessen worden. Die Diffusionskoeffizienten für die Materialpaarung MA956/In 800 H aus dem 1. + 2. Teil stimmen überein. Für eine Eindringtiefe von 10 μm beträgt der $DK = 4,63 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{sek}$. Für die Paarung MA 754/In 800 H ist der $DK = 3,93 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{sek}$ (bei 10 μm Tiefe). Der DK für Fe in Ni aus Abb. 10b liegt mit $DK = 4,25 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{sek}$ um den Faktor 10 niedriger. In Abb. 11 ist das Diffusionsprofil der Zapfen/Platte Probe Nr. 3 (s. Tab. 5) zu sehen. Die Eindringtiefe von Co + Ni ist beträchtlich größer als bei den gleichartigen zylindrischen Proben.

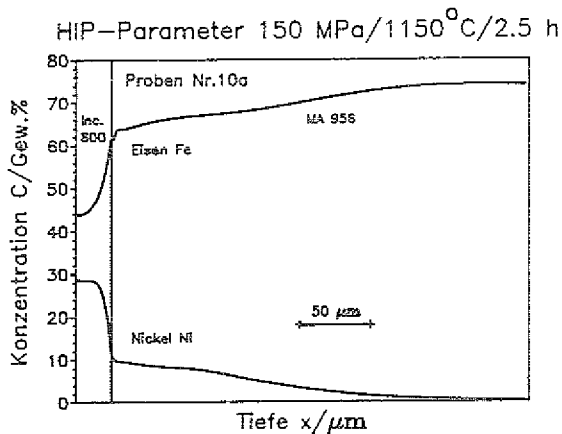


Abb. 10b: Diffusionsprofil Probe Nr. 10a

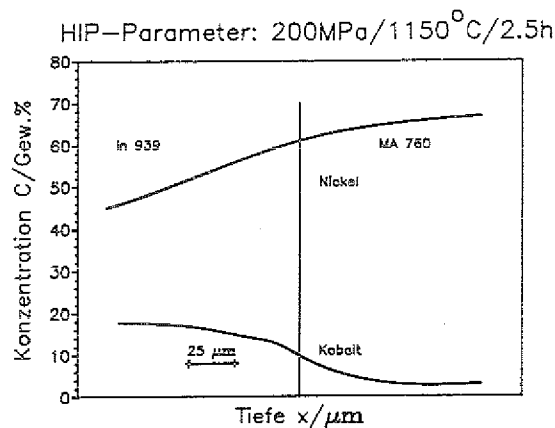


Abb. 11: Diffusionsprofil der Zapfen/Platte Probe Nr.3

6.2 Metallographische Untersuchung der Fügezone

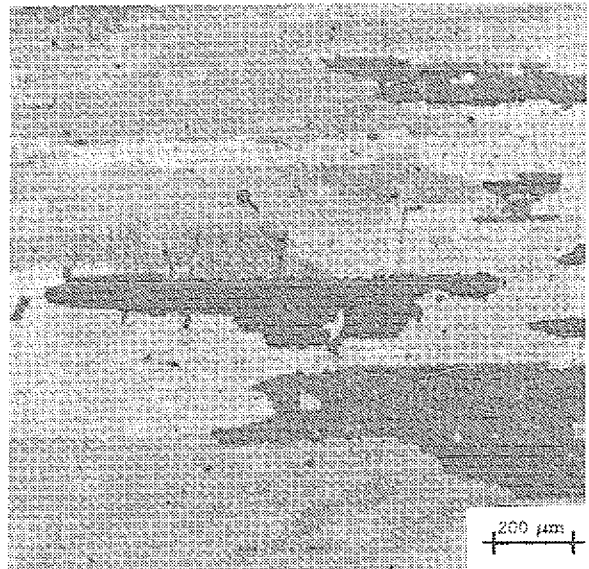
An Hand einiger ausgewählter Proben wird versucht, die im Fügestellenbereich abgelaufenen Diffusionsvorgänge - und damit verbundenen Änderungen der Kornstruktur sowie chemischen Zusammensetzung - zu klären.

Hier bieten sich nur Paarungen aus unterschiedlichen Werkstoffen an. Aus der Tabelle 4 sind dies die Proben Nr. 8b, 8c u. 10a (6a-c als Anschauungsmaterial) und aus der Tabelle 3 die Proben 1a-I u. 2c.

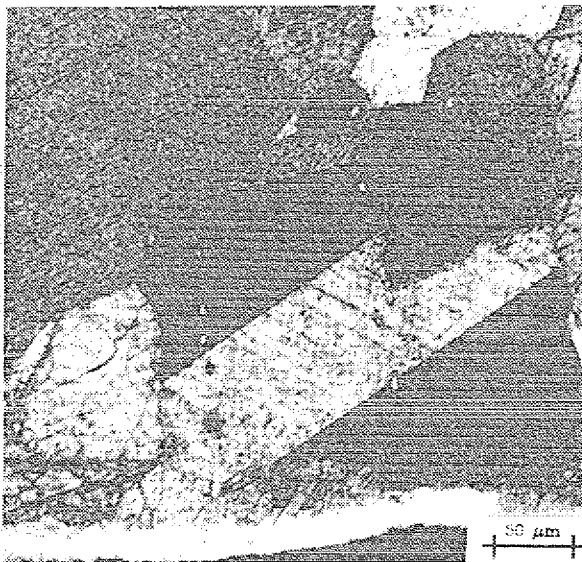
Die folgenden Abb. 12a-d sind lichtmikroskopische Aufnahmen der Probe 8c. Abb. 12a + b zeigt die typische Kornstruktur von Inc. 800 H und MA 754, während in den Abb. 12c+d die Bruchkanten zu sehen sind. Diese sind durch einen hellen bzw. dunklen Rand von etwa 30 μm Dicke gekennzeichnet. Besonders deutlich ist in der Abb. 12c eine Auflösung der Kornstruktur sichtbar. Die chemische Analyse am Energie-Dispersiven-XRay (EDX), ergab in diesem Bereich einen starken Anstieg von Chrom, Aluminium und Titan, welches auf eine Oxidbildung hinweist. Eine solche Oxidbildung ist bekanntlich eine Diffusionsbarriere.



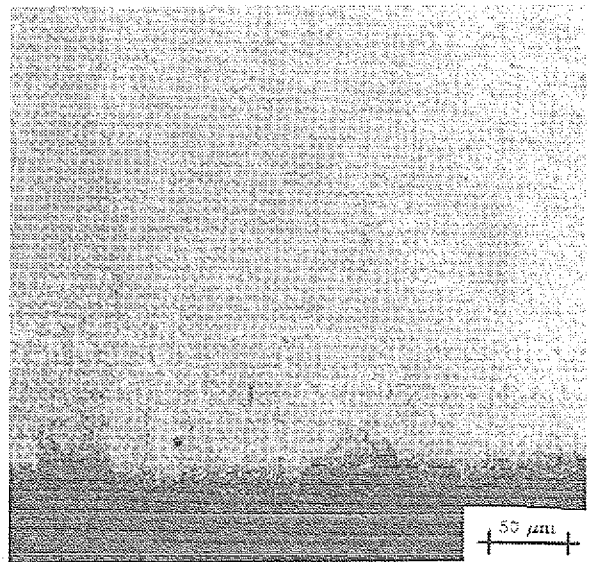
Mikrostruktur des In 800H



Mikrostruktur des MA 754



Fügezone des In 800H



Fügezone des MA 754

Abb. 12a—d: Mikroaufnahmen der Probe 54/80c—8c

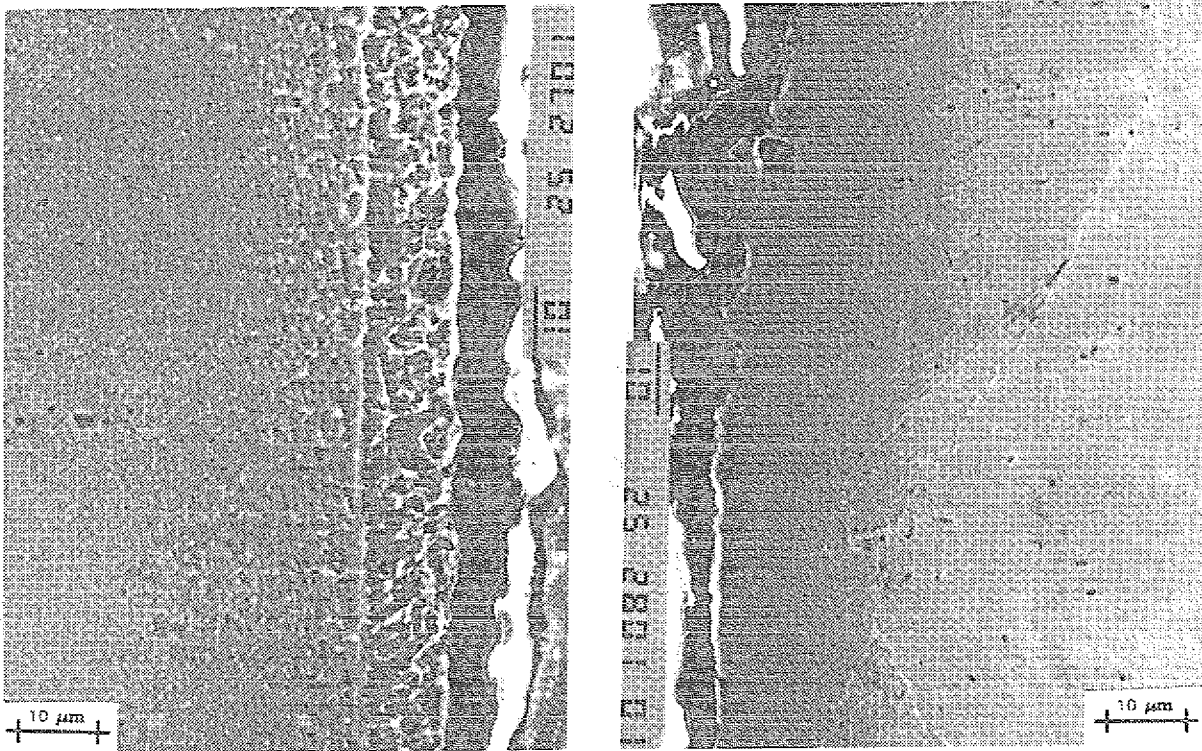


Abb. 13a-b: REM Aufnahmen der Probe 54/80b-8b

Die folgenden Abb. 13a+b zeigen den Fügestellenbereich der Probe 8b. Die Bruchkanten verlaufen nicht an der Verbindungsoberfläche, es handelt sich im Grunde nicht um einen Fügestellenbruch. Dies ist sehr deutlich in der REM Aufnahme, Abb. 13b, zu sehen. Betrachtet man die Abb. 13a, dann fällt auf, daß die Grenze ca. 12 µm oberhalb der Bruchkante verläuft. Der Anstieg der oxidbildenden Elemente ist nicht so groß wie bei der Probe 8c.

Den Fügestellenbereich von Probe 10a erkennt man in der Abb. 14a+b. Obwohl die Bruchlast nur 52% des In 800 H Referenzwertes betrug, war der Bruch doch außerhalb der Verbindungsoberfläche erfolgt. Dies belegen die Abb. 14a-b, wo noch am In 800 H ein Reststückchen von 30 µm Dicke des MA 956 sichtbar ist. Bei der EDX Untersuchung (Line Scan) wurde an der Verbindungsstelle ein starker Anstieg von Chrom und Aluminium gemessen. Dies zeigt wiederum die Oxidbildung und somit die Versprödung im Fügestellenbereich an. Auch die folgenden Proben 9b, 5c und 8b (Abb. 15a-f) sind außerhalb der Fügestelle gebrochen und zeigen Versprödungen als Folge der Oxidbildung. Bei den rohrgekapselten Proben 1a-1f ist sowohl im Line Scan als auch bei der lichtmikroskopischen Untersuchung eine geringe Oxidbildung gemessen worden (siehe Abb. 16a-d).

Wir vermuten, daß bei der Vorbereitung zum LPPS-Versiegeln - nämlich beim Sputtern und Heizen (bis ca. 800°C) - die Oxidation an der Fügefläche stattfand. Die Spritzkammer wurde vor dem Versiegeln bis 10^{-2} mbar evakuiert und mit Argon bis 60 mbar geflutet. Im Argongas sind ca. 2 vpm O_2 enthalten, dies entspricht einem Partialdruck von $12 \cdot 10^{-5}$ mbar. Selbst unter der Annahme, daß das Argongas die Proben schützend umgibt, ist beim Elektronenstrahlschweißen der Kapsel infolge des Unterdruckes von $p < 10^{-4}$ mbar, der O_2 Partialdruck von $2,1 \cdot 10^{-5}$ mbar doch wesentlich geringer als in der Spritzkammer.

Der Unterdruck in der Spritzkammer läßt sich jedoch auf $p < 1 \cdot 10^{-3}$ mbar senken und durch Verwendung von Argon 5.7 kann der O_2 Anteil auf $< 0,3$ vpm verringert werden.

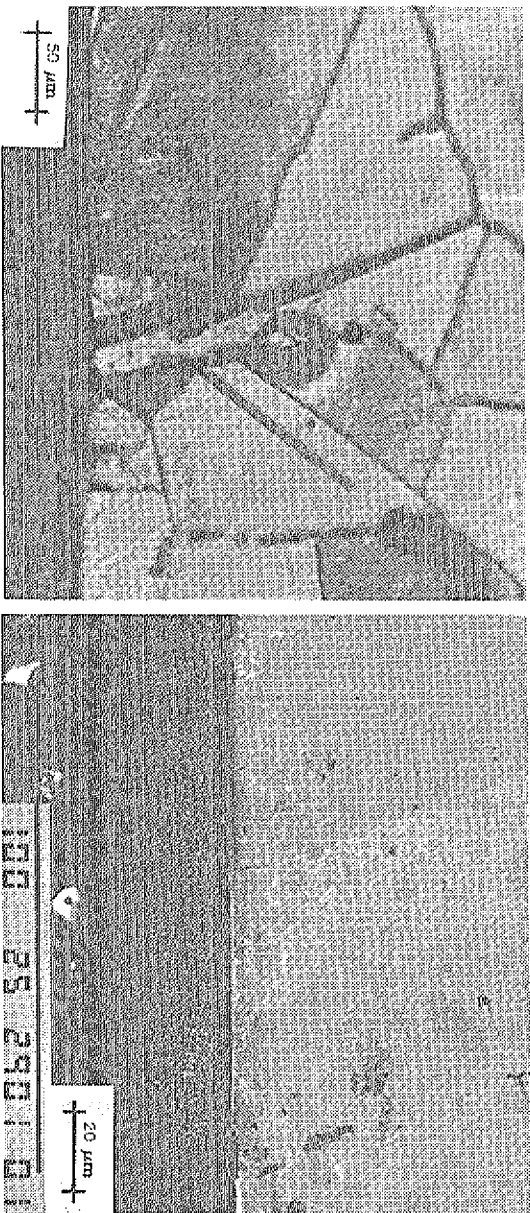


Abb. 14a+b: Probe 56/80b--10a Inc 800H Bruchstelle

Reststückchen am In 800H

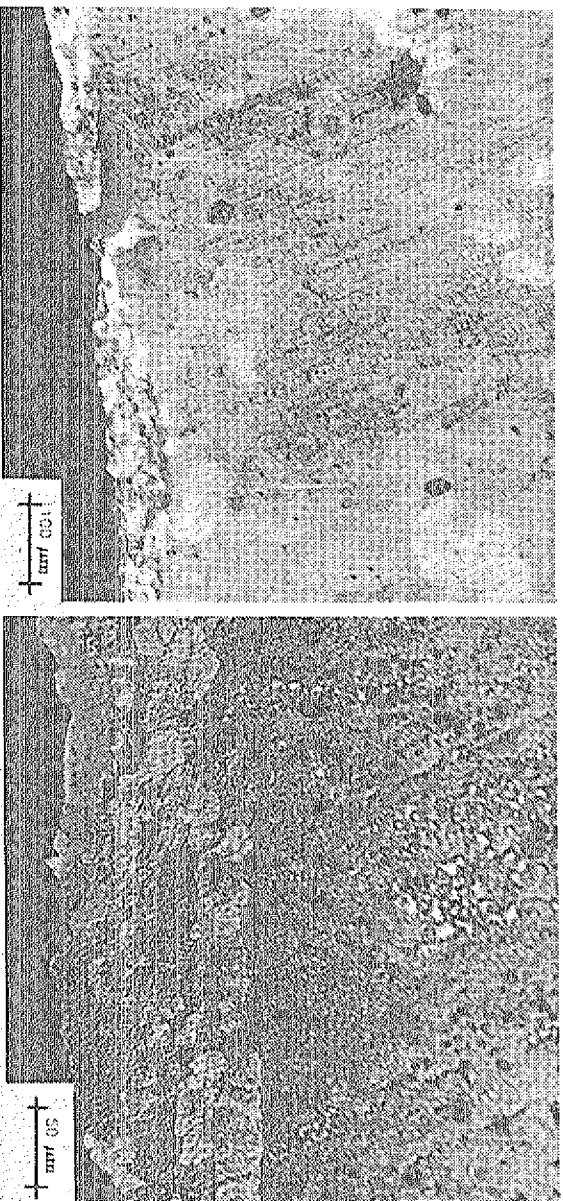
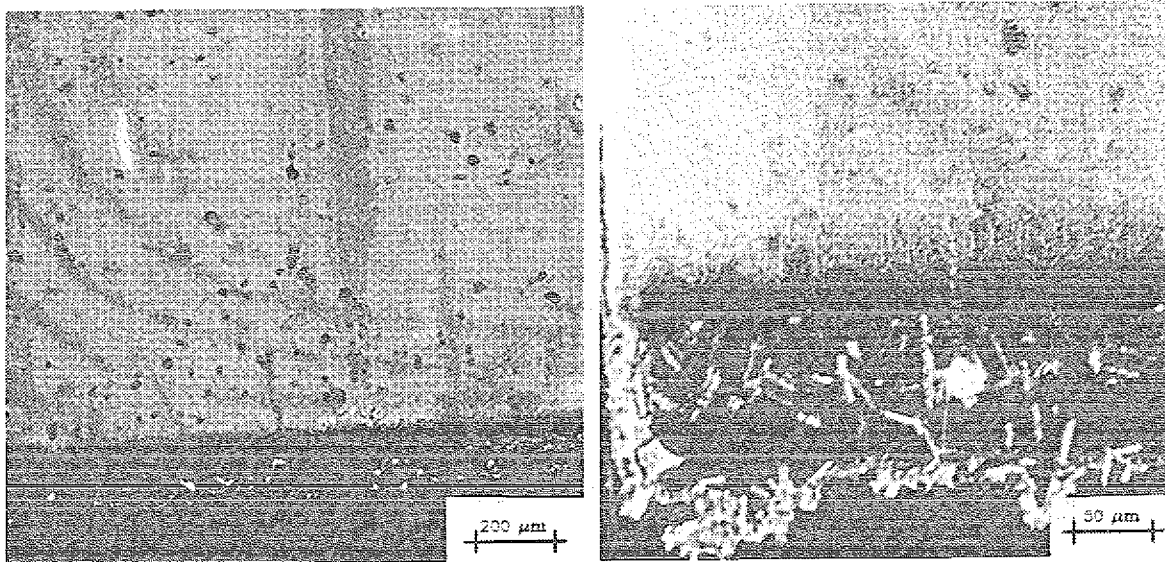
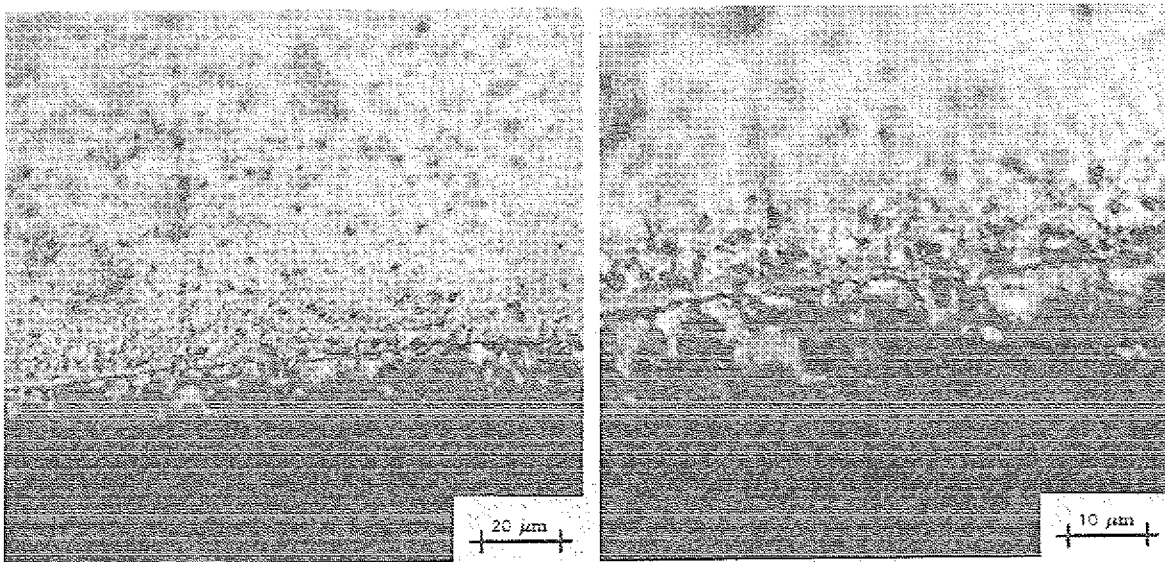


Abb. 15a+b: Probe 56/56a--9b Bruchstelle

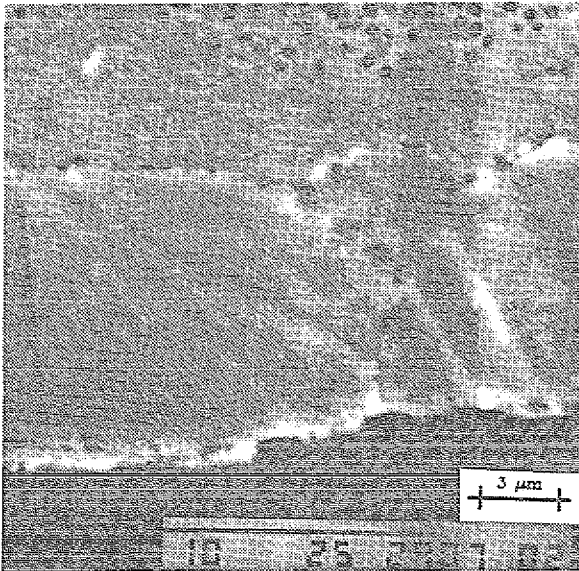


Fügezone des MA 6000 Probe 60/60b-5c mit Reststück

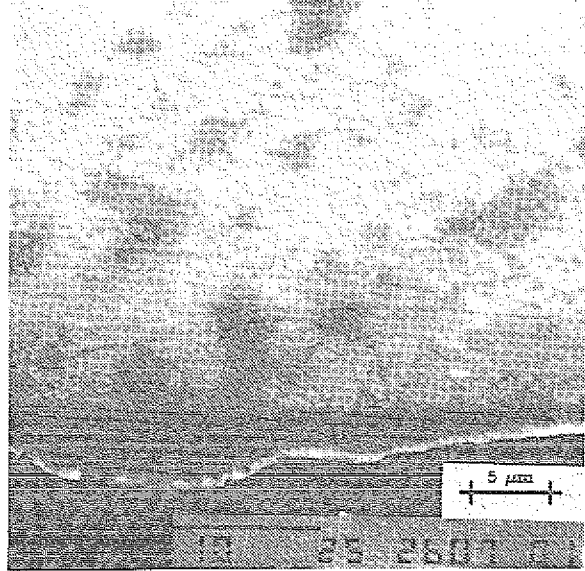


Fügezone des MA 754 Probe 54/80b-8b

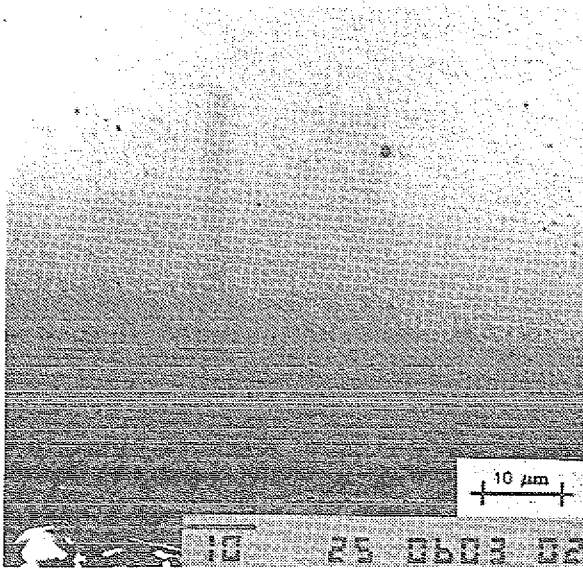
Abb. 15c-f: Mikro Aufnahme der Bruch und Fügezone



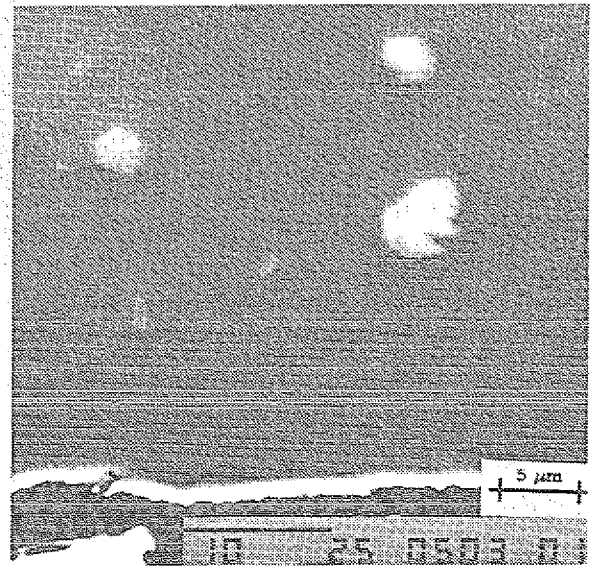
Probe 39/76-1g Fügezone des In 939



Probe 39/76-1c Fügezone des In 939

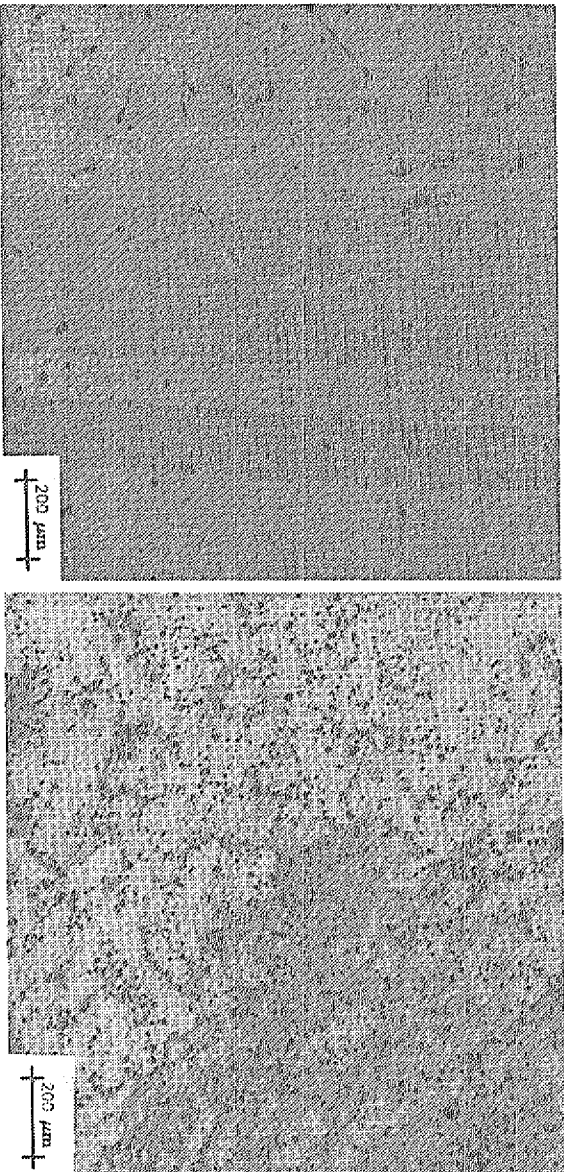


Probe 39/76-1k Fügezone des MA 760



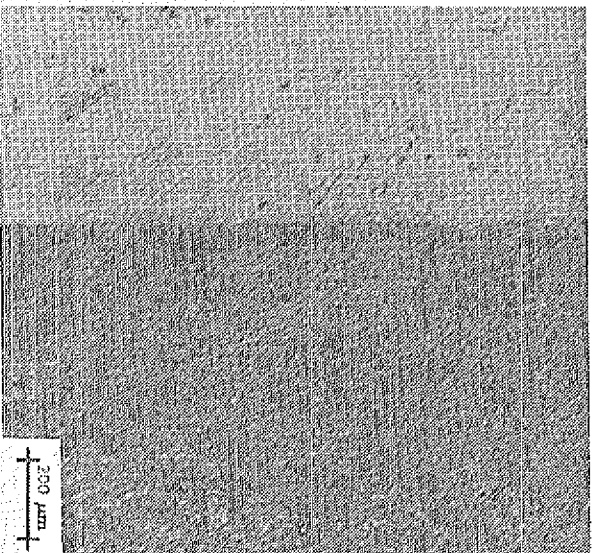
Probe 39/76-1l Fügezone des In939

Abb. 16a-d: REM Aufnahmen der Bruchzone (MA 760/In939)



Gefügebild MA 760

Gefügebild In 939



Fügestelle der Probe 1e MA 760/In939(keine Zugprobe)

Abb. 17d-c: Mikro Aufnahmen der Probe 1e (MA 760/In939)

7. Zusammenfassung

In Ergänzung zum 1. Teil wurde die Verbindungsfestigkeit der HIP diffusionsgefügten Werkstoffe MA 6000, MA 754, MA 956 und Incoloy 800 untersucht. Die Versiegelung erfolgte ausschließlich in der Spritzkammer der neuen Plasmaspritzanlage der Fa. Plasma-Technik nach dem LPPS Verfahren.

Da auch zu diesem Zeitpunkt die HIP II Einheit wieder zur Verfügung stand, war keine Einschränkung bei der Einstellung der HIP Parameter gegeben. Die Festigkeitsuntersuchung ist wie folgt zu bewerten:

- Alle Verbindungen, mit einem oder beiden Partnern aus Eisenbasiswerkstoffen (MA 956, In 800 H) zeigen gute bis sehr gute Verbindungsfestigkeitswerte.
- Bestehen beide Probenhälften aus einem ODS Nickelbasiswerkstoff (MA 6000 + MA 754), so ist zwar die Verbindungsfestigkeit höher als bei den Versuchen aus dem 1. Teil, aber noch nicht zufriedenstellend.
- Teilweise sind Versprödungen als Folge der Oxidbildung im Fügestellenbereich zu beobachten.
- Bei den ODS Nickelbasiswerkstoffen war kein Bruch außerhalb der Fügestelle zu verzeichnen.

Weiterhin wurden der von der Fa. Siemens-KWU im Turbinenbau eingesetzte Nickelbasiswerkstoff IN 939 und die ODS Legierung MA 760 auf ihre Diffusionsschweißbarkeit mit folgendem Ergebnis untersucht:

- Die Verbindungsfestigkeit der rohrgekapselten- und LPPS versiegelten IN 939/IN 939 und MA 760/IN 939 Pärchen lag im Bereich von 70 - 97% des IN 939 Referenzwertes.
- Es war auch hier - wie bei den anderen Nickelbasiswerkstoffen - kein Bruch außerhalb der Fügestelle zu registrieren.
- Die Festigkeit der MA 760/MA 760 Pärchen lag unter 15% des MA 760 Basiswertes und ist als unzureichend zu bezeichnen. Dies überrascht um so mehr, da bei zwei Proben das US Bild eine fehlerfreie Diffusionsschweißung anzeigt. Dies könnte auf eine Versprödung im Fügestellenbereich zurückzuführen sein.
- Die Zapfen/Platte Proben lieferten gute Ergebnisse bei den Abscherversuchen. Dies gilt in besonderem Maße für die Proben mit der dünnen Platte, wo teilweise der Bruch außerhalb der Fügestelle erfolgte. Auch in dieser Anordnung ist das HIP-Diffusionsfügen problemlos anwendbar.

Die US-Prüfung wurde an 35 zylindrischen Proben durchgeführt. Das zusammengefaßte Ergebnis lautet wie folgt:

War weder mit dem 2,5 MHz - noch mit dem 10 MHz-Prüfkopf ein Rückwandecho sichtbar, so war über den gesamten Querschnitt keine Verbindung vorhanden, die Proben zerbrachen bereits beim Bearbeiten.

- Die feinkörnigeren Werkstoffe (IN 939 u. In 800 H) waren sehr schlecht mit dem 10 MHz Kopf schallbar, so daß auch Proben mit einem diffusen Schallbild gute Festigkeitswerte erbrachten. Diese Proben waren mit dem 2.5 MHz Prüfkopf (nicht im Scanner montiert) besser schallbar.
- Ein fehlerfreies Schallbild sagt noch nichts über die Festigkeit der Schweißverbindung aus.
- Eine Korrelation von US-Bild und Verbindungsfestigkeit ist nur mit Einschränkungen möglich.

Die Eichung mit einer Dummy Probe ist unerläßlich (gleiche Paarung).

- Unterschiede in der relativen Verbindungsfestigkeit im Bereich von $\pm 10\%$ waren im US Bild nicht erkennbar.

Literaturverzeichnis:

- /1/ K.H. Hammelmann, D. Stöver, H.P. Buchkremer,
Diffusionsschweißen von ODS Legierungen mit Hilfe der HIP-Technik.
Jül-Bericht 2381, KFA Jülich (Sept. 1990)
- /2/ U. Struth, W. Esser, Fa. Siemens, KWU Mühlheim
COST 501/II, W, P, 1, Projekt 1D2 (1989-1993)
BMFT Förderkennzeichen 03k 1102
- /3/ H. Haas,
Ingenieurgesellschaft TIM GmbH
- /4/ H. Wolters, U. Struth, Fa. Siemens-KWU, Mühlheim
Untersuchungsbericht TWCP3 (April 1991)
- /5/ H.J. Penkalla, W. Hannen,
Warmzugversuche an MA-Werkstoffen,
Institut für Reaktorwerkstoffe im Dez. 1991
- /6/ Felden, P., Hammelmann, H.H.,
US Prüfung von ODS Werkstoffen
Zentralabteilung für Angewandte Technologie (Juli 1991)
- /7/ G.P.,Yiaemides,
Diffusion Bonding using HIP
International Conference at Cronfield UK (7.-8. July 1987)
- /8/ J.L.,Turner,
Diffusion Bonding for Ultra Sonic Inspection
International Conference at Cronfield/UK (7.-8. July 1987)
- /9/ K.H. Hammelmann,
Aktennotiz Nr. 3/91
IAW im Januar 1991
- /10/ T. Serpekian, K. Hammelmann,
Metallographische Untersuchung von MA Werkstoffen
März 1992

8. Nachtrag

Nach Abschluß dieses Berichtes wurde noch eine Versuchsreihe gefahren, welche sich von den bisherigen durch Anhebung des Spritzkammerdruckes auf 1000 mbar Argon unterschied.

Bei allen vorherigen Experimenten war es von Nachteil, daß infolge des O₂-Partialdruckes im Argongas eine Oxidation an der Fügefläche erfolgte, welche bekanntlich eine Diffusionsbarriere darstellt.

Dichtigkeitsmessungen an der Plasmaspritzanlage ergaben eine Leckrate - für die Spritzkammer einschließlich Filter - von $L = 3,22 \cdot 10^{-1}$ mbar · Liter/sek (bei 60 mbar Innendruck, über eine Meßzeit von 112 Std).

Dies entspricht nach kurzer Zeit einer Konzentration von 81 vpm O₂ im 60 mbar Argongas. Im Anlieferungszustand beträgt der Partialdruck im Flaschenargon ca. 2 vpm.

Bei einem Argondruck von 1000 mbar besteht somit nicht die Gefahr, daß infolge Undichtigkeit sich diese hohe O₂-Konzentration einstellt.

Die in der Tabelle 7 eingetragenen Festigkeitswerte sind unter diesen Gesichtspunkten zu bewerten.

Hervorzuheben ist, daß von den 13 untersuchten Proben kein Ausfall beim mechanischen Bearbeiten zu verzeichnen war und 4 Proben außerhalb der Fugestelle versagten. Bis auf die Paarung MA 6000/MA 6000 ist bei allen Proben eine deutliche Verbesserung der Festigkeitswerte erzielt worden. Bei der Probe Nr. 4 (MA 754/MA 754) ist der Bruch außerhalb der Fugestelle erfolgt, welches bei noch keiner LPPS versiegelten Probe dieser Paarung erreicht wurde. Enttäuschend die Festigkeitswerte der MA 6000/MA 6000 Paarung. Aus der Literatur ist bekannt, daß selbst geringe Argoneinlagerungen bei diesem hochgezüchteten Werkstoff eine Diffusionsbarriere darstellen.

Tabelle 7

Festigkeitsuntersuchung der HIP-diffusionsgefügtten Proben

Spritzparameter: Argonatmosphäre p = 1000 mbar; Versiegelung 100 Cr6

Nr.	Werkstoff	HIP-Kond.	Prüftem.	R _{max}	R _{p0.2}	A%	Bemerkung
-	-	°C/MPa/h	°C	MPa/%	MPa/%	%	-
1	6000/6000	1150/350/2.5	RT	317/24.5	-	0.135	Fügestellenbruch
2	"	"	800	37/ 5.8	-	-	"
3	"	"	1050	31/11.6	-	-	"
4	754/754	1150/350/2.5	RT	780/80.8	481/82	16.4	Bruch im MA754
5	"	"	800	216/70.3	209/83	1.1	Fügestellenbruch
6	"	"	1050	64/42.7	-	0.1	"
7	956/956	1150/150/2.5	RT	743/>100	722/>100	1.64	Bruch im MA956
8	"	"	800	70/ 56	74/ 61	8.1	Fügestellenbruch
9	6000/800	1150/150/2.5	RT	345/ 65	167/>100	13.1	"
10	754/800	1150/150/2.5	RT	508/ 95	176/>100	55.2	Bruch im In800
11	"	"	800	157/ 77	115/>100	6.9	Fügestellenbruch
12	956/800	1150/150/2.5	RT	211/ 39.3	161/>100	5.2	mit Schnüffelbohrgr.
13	"	"	800	76/ 51.7	63/ 51.7	30.1	Bruch im MA956

Bemerkung: Von 13 untersuchten Proben sind 4 außerhalb der Fugestelle gebrochen. Beim mechanischen Bearbeiten war kein Ausfall zu verzeichnen.

The following information is provided for your reference:

1. The first section of the document contains a detailed description of the project objectives and scope.

2. The second section outlines the methodology used for data collection and analysis.

3. The third section presents the results of the study, including statistical data and graphical representations.

4. The fourth section discusses the implications of the findings and provides recommendations for future research.

5. The fifth section contains a conclusion summarizing the key points of the study.

6. The sixth section includes a list of references and a bibliography.

7. The seventh section provides a glossary of terms used throughout the document.

8. The eighth section contains a list of appendices and supplementary materials.

9. The ninth section includes a list of figures and tables.

10. The tenth section contains a list of footnotes and endnotes.

11. The eleventh section includes a list of acknowledgments.

12. The twelfth section contains a list of contact information for the authors.

13. The thirteenth section includes a list of funding sources.

14. The fourteenth section contains a list of declarations of interest.

15. The fifteenth section includes a list of disclosures of potential conflicts of interest.

16. The sixteenth section contains a list of disclosures of potential biases.

17. The seventeenth section includes a list of disclosures of potential conflicts of interest.

18. The eighteenth section contains a list of disclosures of potential biases.

19. The nineteenth section includes a list of disclosures of potential conflicts of interest.

20. The twentieth section contains a list of disclosures of potential biases.

1000 2000 3000 4000 5000 6000 7000 8000 9000 10000

1000 2000 3000 4000 5000 6000 7000 8000 9000 10000

1000 2000 3000 4000 5000 6000 7000 8000 9000 10000

1000 2000 3000 4000 5000 6000 7000 8000 9000 10000

JH-2685

Oktober 1992

ISSN 0366-0885