

Thermophysikalische Eigenschaften von festem und flüssigem Inconel 718[☆]

G. Pottlacher^{a,*}, H. Hosaeus^a, B. Wilthan^a, E. Kaschnitz^b, A. Seiffter^a

^aInstitut für Experimentalphysik, Technische Universität Graz, Petersgasse 16, A-8010 Graz, Austria

^bÖsterreichisches Gießerei-Institut, Parkstraße 21, A-8700 Leoben, Austria

Received 17 May 2001; received in revised form 19 June 2001; accepted 22 June 2001

Abstract

Measurements and results of selected thermophysical properties of solid and liquid Inconel 718 are presented in this work. Two different methods were used: an ohmic pulse heating technique for electrical conducting materials, which allows the measurement of thermophysical properties far into the liquid phase, and a differential scanning calorimetry technique which enables determination of specific heat capacity in the solid state. The ohmic pulse heating technique enables heating rates up to 10^8 K/s. The liquid state is achieved after about 60 μ s. In this short time, the geometry of the sample is stable.

In this work, measurements on wire-shaped Inconel 718, a super-alloy on Ni basis, are carried out. The investigated data (enthalpy, specific heat capacity, specific electrical resistivity, thermal conductivity, thermal diffusivity and normal spectral emissivity) are presented and compared with the results of literature. Those data are of interest for numerical simulation of fluid flow, heat transfer, solidification or thermal stresses.

Inconel 718 is used in the air and spacecraft industry. It is utilized as high-strength and high-temperature material, e.g. for the production of turbineparts in jet engines. © 2002 Elsevier Science B.V. All rights reserved.

Resumé

In dieser Arbeit werden Messungen und Ergebnisse von thermophysikalischen Daten für festes und flüssiges Inconel 718 (einer Ni—Basislegierung) vorgestellt. Es wurden zwei Methoden verwendet: Die ohmsche Pulsheizung, welche die Messung thermophysikalischer Daten elektrisch leitender Materialien bis weit in die flüssige Phase erlaubt, und die Wärmestromdifferenzkalorimetrie (DSC) zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität im festen Zustand. Die erhaltenen Daten im festen Zustand werden verglichen.

Mit der ohmschen Pulsheizung sind Aufheizraten bis zu 10^8 K/s möglich, wodurch der flüssige Zustand nach etwa 60 μ s erreicht wird. In dieser kurzen Zeit wird die Geometrie der zylindrischen Probe weder durch Schwerkraft, Instabilitäten oder andere Effekte zerstört.

Die transienten Messungen wurden an zylindrischen Inconel 718 Proben mit einem Durchmesser von 0.8 mm und einer typischen Länge von 50 mm durchgeführt, die in der (DSC) verwendeten Proben hatten 6 mm Durchmesser und 1 mm Höhe. Die mit beiden Methoden ermittelten und abgeleiteten Daten (Enthalpie, Wärmekapazität, spez. elektrischer Widerstand,

[☆]Präsentiert bei: 14. Ulm-Freiberger Kalorimetrietage, 21–23 März 2001, Freiberg, Sachsen, Deutschland.

*Corresponding author. Tel.: +43-316-873-8149; fax: +43-316-873-8655.

E-mail address: pottl@iep.tu-graz.ac.at (G. Pottlacher).

Wärmeleitfähigkeit, Temperaturleitfähigkeit und normaler spektraler Emissionskoeffizient) werden diskutiert und mit Literaturwerten verglichen.

Diese Daten sind als Eingangsgrößen für die numerische Simulation bei Gießprozessen von Interesse. Inconel 718 ist eine Legierung, die vor allem in der Luft- und Raumfahrtindustrie als hochfester und hochtemperaturbeständiger Werkstoff für z. B. die Herstellung von Triebwerksteilen verwendet wird. © 2002 Elsevier Science B.V. All rights reserved.

Keywords: Liquid Inconel 718; Thermophysical properties; Heat capacity; Resistivity; Enthalpy

Schlagwörter: Flüssiges Inconel 718; Thermophysikalische Eigenschaften; Wärmekapazität; Elektrischer Widerstand; Enthalpie

1. Einleitung

Da Untersuchungen von flüssigen hochschmelzenden Metallen und Legierungen mit statischen Methoden durch verschiedene Störeffekte beeinträchtigt werden (chemische Reaktion, Wärmeverluste, Oberflächenspannung, usw.), sind schnelle dynamische Methoden entwickelt worden. Am Institut für Experimentalphysik der TU Graz wurden bisher thermophysikalische Daten reiner Elemente (W, Re, Mo, Nb, Fe, Co, Ni) oder Legierungssysteme wie z. B. Fe–Ni durch ohmsche Pulsaufheizung bestimmt. Die Ergebnisse sind für die metallverarbeitende Industrie, z.B. als Eingangsdaten für Computersimulationen von Gießprozessen, für Hochtemperaturanwendungen, für die Luft- und Raumfahrttechnik und Allgemein für die Erforschung von Materialeigenschaften von Interesse. In dieser Arbeit wurden thermophysikalische Größen von flüssigem Inconel 718, einer Ni-Basislegierung gemessen. Inconel 718 wird seit mehr als 30 Jahren als hochfester Werkstoff in der Luft- und Raumfahrtindustrie für Raketentriebwerke und zur Herstellung von Hochtemperaturgasturbinenteilen verwendet. Da thermophysikalische Daten nach wie vor kaum verfügbar sind, wurde diese Legierung im flüssigen Zustand untersucht.

Die verwendeten Messmethoden waren: Ohmsches Pulsheizen mit einem Hochspannungsentladekreis; Darüber hinaus wurde zum Vergleich mit quasistatischen Methoden im Temperaturbereich 500–1400 K die spezifische Wärmekapazität mittels Wärmestromdifferenzkalorimetrie (NETZSCH DSC 404) gemessen. Im selben Temperaturbereich wurde die thermische Ausdehnung mit einem Schubstangen—Dilatometer (NETZSCH DIL 402E) ermittelt. Solidus und Liquidustemperatur wurde mittels Differenzthermoanalyse (NETZSCH DTA 509) bestimmt.

2. Aufbau des Puls-Entladungskreises

2.1. Allgemeines

Bei der Pulsheiztechnik werden etwa 50 mm lange Drähte mit einem Durchmesser von 0.8 mm des zu untersuchenden Metalls (s. Tabelle 1) in einem Hochspannungsentladungskreis durch einen annähernd rechteckförmigen Stromimpuls aus einer Kondensatorbank innerhalb von 60 μ s bis in die flüssige Phase aufgeheizt. Die Probe behält durch die Trägheit ihre Zylinderform während des Schmelzens und in der flüssigen Phase bei.

Folgende Größen werden im sub- μ s Bereich zeitlich hochaufgelöst gemessen: Der Spannungsabfall entlang eines definierten Bereichs des Drahts, der Strom durch die Probe, die Strahlungstemperatur der Drahtoberfläche mit einem Pyrometer sowie die radiale Expansion des Drahtes mit einer Hochgeschwindigkeits CCD-Kamera. Fig. 1 zeigt einen typischen Satz von Messdaten, wie sie mit der Pulsheiztechnik erhalten werden.

Tabelle 1
Zusammensetzung von Inconel 718 (alle Angaben in Gewichtsprozent)

Element	[18]	Diese Arbeit
Ni	50–55	54.29
Cr	17–21	17.27
Fe	17.88	16.78
Nb	4.75–5.50	5.09
Mo	2.80–3.30	4.34
Ti	0.65–1.15	0.76
Al	0.20–0.80	0.59
Mn	0.35 max	0.18
Si	0.35 max	0.18
C	0.08 max	<0.01
Co	1.0 max	0.51
Cu	0.30 max	<0.01

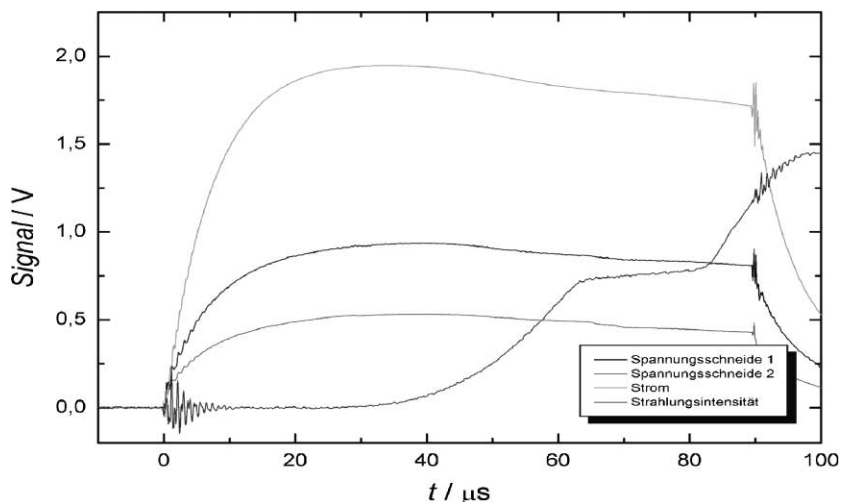


Fig. 1. Typischer Verlauf der Messsignale von Strom, Spannung und Strahlungsintensität in Abhängigkeit von der Zeit.

Aus den gemessenen Werten wurden die spezifische Enthalpie, die spezifische Wärmekapazität, der spezifische elektrische Widerstand und die Dichte in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmt. Darüber hinaus wurde mit Hilfe des Wiedemann–Franz’schen Gesetzes aus den Werten des spezifischen elektrischen Widerstands und der Temperatur die Wärmeleitfähigkeit und in weiterer Folge die Temperaturleitfähigkeit abgeschätzt.

2.2. Der elektrische Aufbau

Fig. 2 zeigt den schematischen Aufbau des Pulsheizexperiments. Der zum Aufheizen der Proben notwendige Stromimpuls mit einer zeitlichen Dauer von etwa 100 μs wird von einem RLC–Entladungskreis erzeugt. Die Energie ist in parallelgeschalteten Kondensatoren C mit einer Kapazität von 540 μF gespeichert. Abhängig vom Probenmaterial und Durchmesser wird die Kondensatorbank auf 4–10 kV geladen, der durch die Probe fließende Strom erreicht Werte bis 20 kA.

Um die Probengeometrie auch in der flüssigen Phase aufrechtzuerhalten, sind Aufheizraten von mindestens 10^8 K/s notwendig. Die Pulsform des Stroms ist näherungsweise rechteckig, um Stromänderungen und damit verbundene induktive Spannungsteile während der flüssigen Phase gering zu halten.

2.3. Durchführung der Messungen

Das Experiment wird mit einem Zeitsteuerglied gestartet. Dieses liefert Signale, welche zu vorgewählten Zeitpunkten die Ignitrons, die CCD-Kamera und den AD-Wandler auslösen. Aufgrund der niedrigen Induktivität des gesamten Kreises erreicht der Strom innerhalb weniger μs seinen maximalen Wert. Der Stromanstieg beträgt etwa 10^9 A/s. Die Drahtprobe erhitzt sich nun mit Aufheizraten von 10^8 K/s weit in den flüssigen Bereich. Je nachdem, welche Temperaturen erreicht werden sollen, wird das Experiment nach 80–100 μs durch Zünden des Löschignitrons abgeschaltet. Dadurch wird der Stromkreis kurzgeschlossen und die Restenergie über den Crowbarwiderstand abgebaut.

Die Ignitrons sind Quecksilberschalter und können bis zu 100 kA in 500 ns schalten. Damit sich kein Quecksilberdampf an den Molybdänanoden der Ignitrons niederschlagen kann, werden sie beheizt. Der ohmsche Widerstand R_{crow} ist so ausgelegt, dass der Entladungskreis auch bei durchgeschaltetem Ignitron IG_2 so stark gedämpft ist, dass er nicht durchschwingt. Der ohmsche Widerstand R_V dient zur Formung des Stromimpulses und ist variabel gehalten, um unabhängig vom Probenmaterial und dessen Widerstand einen möglichst rechteckigen Stromimpuls zu erzeugen. L_2 ist die Induktivität der Zuleitungen zum Entladungsgefäß.

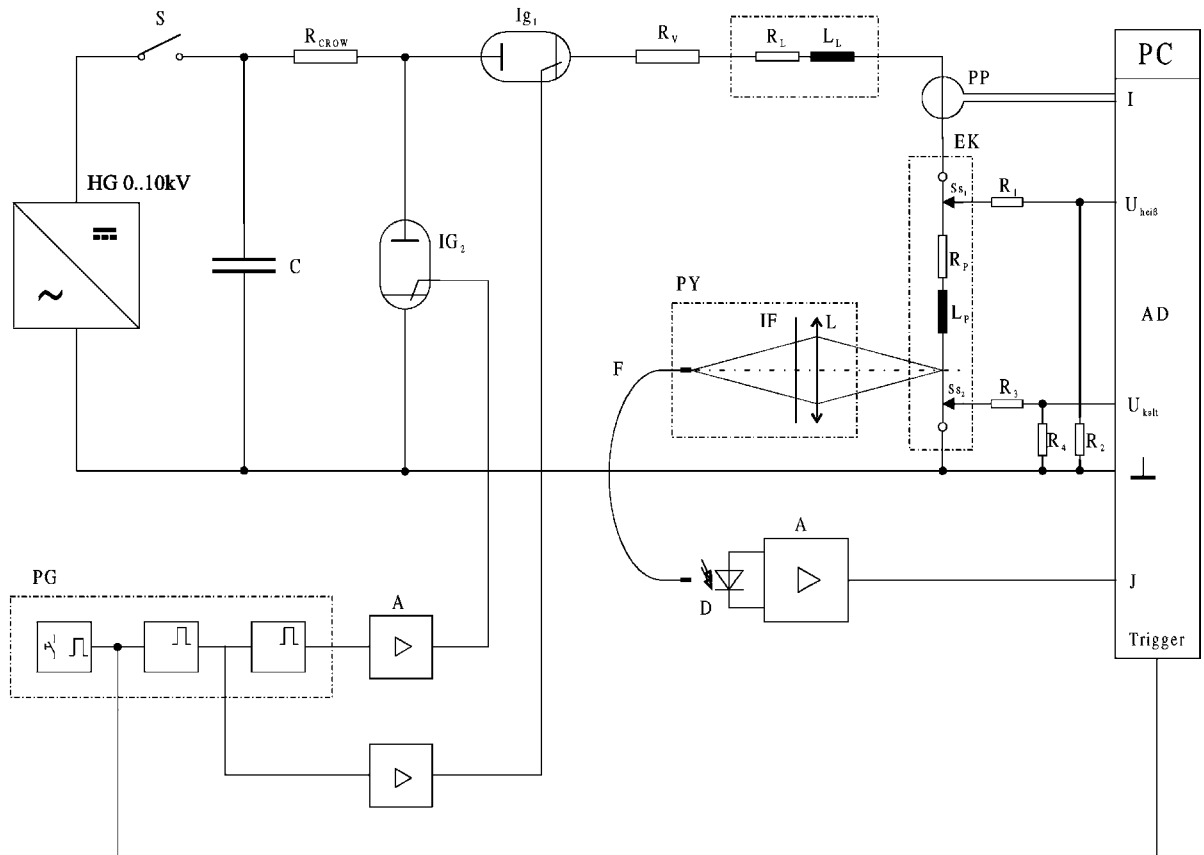


Fig. 2. Schematischer Schaltplan des verwendeten Entladungskreises. HG: Hochspannungsnetzteil; S: Schalter; C: Kondensatorbank; R_{crow} : crowbar Widerstand; IG_1 : Startignitron; IG_2 : Löschnitron; R_v : Anpasswiderstand; R_L, L_L : Widerstand und Induktivität der Leitungen; R_P, L_P : Widerstand und Induktivität der Probe; R_1 – R_4 : Spannungsteiler; $SS_{1,2}$: Spannungsschneiden; PP: Pearson-Sonde; EK: Entladungsgefäß; PY: Pyrometer; L: Linse; IF: Interferenz Filter; F: Glasfaser; D: Photodiode; A: Verstärker; AD: analog digital Wandler; PC: Computer; I , $U_{\text{heiß}}$, U_{kalt} , J : gemessene Signale des Stroms, der Spannung und der Strahlungsintensität.

Die Probe im Entladungskreis hat eine Induktivität L_P . Die Spannung U wird mit einem ohmschen Spannungsteiler (R_1 – R_4) und der Strom I mit einem Stromwandler gemessen. Ein Sicherheitskurzschlussbügel und ein mechanischer Schalter mit Vorwiderstand zum Entladen der Restspannung ergänzen den elektrischen Aufbau des Entladungskreises.

Da während der Entladung ein Stromanstieg von bis zu 10^9 A/s auftritt, sind alle Messkabel und Messeinrichtungen sorgfältig abgeschirmt um elektrische Einstrahlungen zu vermeiden. Alle Messkabel sind koaxial ausgeführt und zusätzlich in Kupferrohren verlegt. Die Messdatenerfassung und die Computer sind in einer geschirmten Messkabine untergebracht. Die Kupfer-

rohre sind als Ausstülpungen dieser Messkabine ausgeführt. Somit ist der gesamte elektrische Messkreis in einem Faraday-Käfig vor Einstrahlungen geschützt.

2.3.1. Die Strom- und Spannungsmessung

Die Strommessung erfolgt mit einer Stromsonde (Firma Pearson Electronics, Type 3025), die nach dem Induktionsprinzip arbeitet. Ein RC Integrationsglied ist bereits in der Sonde eingebaut, das Spannungssignal ist dem Strom direkt proportional.

Um nur den Spannungsabfall entlang der Probe zu messen, werden Spannungsmessschneiden verwendet. Bei dieser Methode wird jeweils die Potentialdifferenz

zwischen der jeweiligen Spannungsschneide und Erde gemessen. Der Abstand zwischen den Schneiden und somit die für die Spannungsmessung verwendete Länge der Probe wird mit Hilfe eines Messmikroskops bestimmt.

2.3.2. Strahlungsintensität

Die zeitaufgelöste Änderung der Strahlungsintensität der Oberfläche der aufgeheizten Probe wird durch die Messung mit einem Pyrometer bestimmt, das mit einer effektiven Wellenlänge von 1555 nm (Halbwertsbreite 80 nm) misst. Aus den Messwerten wird die Temperatur der Probe berechnet.

2.3.3. Expansionsmessung

Die Volumenexpansion infolge der Erhitzung der Probe wird aus der radialen Expansion unter Berücksichtigung der zylindrischen Probengeometrie erhalten, wegen der raschen Aufheizung wurde praktisch keine Expansion in axialer Richtung festgestellt. Eine axiale Ausdehnung würde die Probe knicken lassen, was sofort erkennbar wäre. Die Messung der radialen Expansion erfolgte mit Hilfe einer CCD-Kamera. Dabei wird ein sogenanntes slow—scan—Aufnahmeverfahren eingesetzt. Dazu ist es notwendig, den CCD-Chip größtenteils abzudecken. Am oberen Rand bleibt ein Streifen von 32×384 Pixel frei. Nur dieses 32 Zeilen hohe Fenster wird belichtet, der abgedeckte Bereich dient als Speicherzone. Insgesamt können 18 Bilder aufgenommen werden, d.h. die Volumenexpansion wird zeitlich aufgelöst gemessen. Nach jeder Belichtung des freistehenden Fensters wird der Inhalt elektronisch in die Speicherzone geschoben, erst dann kann neu belichtet werden. Der Kompromiss, den man damit eingehen muss ist, dass nur ein schmaler Bereich und nicht die gesamte Länge des Drahtes auf die Belichtungszone abgebildet wird. Als Verschluss dieser elektronischen Kamera dient ein vorgeschalteter Bildverstärker (Multichannelplate), dessen Verstärkung und Öffnungszeit mit Hilfe einer Steuerelektronik einstellbar ist. Meist wurde eine Öffnungszeit von $1.6 \mu\text{s}$ vorgegeben, die Zeit zwischen zwei aufeinanderfolgenden Bildern betrug insgesamt $10.13 \mu\text{s}$. Die aufgenommenen Bilder wurden nach erfolgtem Experiment über einen 12-bit analog—digital Wandler in einen Personalcomputer eingelesen und gespeichert.

2.3.4. Normaler spektraler Emissionskoeffizient

Mit einem sogenannten “Division of amplitude photopolarimeter” wird ein an der Probenoberfläche reflektierter Laserstrahl in vier Teilstrahlen zerlegt. Aus den gemessenen Intensitäten dieser Strahlen werden mittels einer durch Kalibration ermittelten Gerätematrix die Stokesparameter des reflektierten Laserstrahles bestimmt und daraus mit Hilfe der Standardgleichungen der Ellipsometrie zunächst die festkörperphysikalischen Größen Brechungsindex und Extinktionskoeffizient ermittelt, woraus man in weiterer Folge den normalen spektralen Emissionskoeffizienten bei der verwendeten Wellenlänge des Lasers (684.5 nm) erhält [1]. Da das für diese Arbeit verwendete Pyrometer bei 1555 nm arbeitet, sind diese Messungen nicht zur Temperaturbestimmung an Inconel verwendbar.

3. Auswertung der gemessenen Daten

3.1. Enthalpie und spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Enthalpie wird erhalten aus:

$$H(t) - H_{25} = \frac{1}{m} \int_0^t U(t')I(t') dt' \quad (3.1)$$

(H_{25} spezifische Enthalpie bei 25°C ; m Probenmasse; U Spannung; I Strom; t Zeit.)

Die Masse wird durch Wägen der Drahtprobe ermittelt.

Die spezifische Wärmekapazität c_p wird durch die Ableitung der spezifischen Enthalpie H nach der Temperatur T erhalten:

$$c_p = \left(\frac{\delta H(T)}{\delta T} \right)_{p=\text{const.}} \quad (3.2)$$

3.2. Temperatur

Zur Bestimmung der Probentemperatur werden zeitaufgelöste Messungen der Strahlungsintensität verwendet. Die spektrale Strahldichte L_λ eines schwarzen Strahlers ist durch das Plancksche Gesetz gegeben:

$$L_\lambda(\lambda, T) = \frac{c_1}{\lambda^5 \pi} [e^{c_2/\lambda T} - 1]^{-1} \quad (3.3)$$

(c_1 , c_2 erste und zweite Plancksche Strahlungskonstante; λ Wellenlänge.)

Das Pyrometersignal $I(T)$ erhält man nach folgender Beziehung:

$$I(T) = VG \int_0^\infty \sigma(\lambda) \tau(\lambda) \varepsilon_{\lambda,\perp}(\lambda, T) L_\lambda(\lambda, T) d\lambda \quad (3.4)$$

(G Geometriefaktor; V Empfindlichkeit der elektronischen Schaltung in V/W ; σ spektrale Empfindlichkeit des Detektors; τ Durchlässigkeit des optischen Systems; ε normaler spektraler Emissionskoeffizient.)

Für das Verhältnis zweier gemessener Strahlungsintensitäten ergibt sich dann:

$$\frac{I(t)}{I_m} = \frac{\varepsilon(\lambda, T) (e^{c_2/\lambda T_m} - 1)}{\varepsilon_m(\lambda, T_m) (e^{c_2/\lambda T(t)} - 1)} \quad (3.5)$$

(I Messsignal des Detektors; c_2 2. Planck'sche Strahlungskonstante; der Index m bezeichnet die Größen am T_{Liquidus} welcher als Referenzpunkt herangezogen wird.)

Bei dieser Verhältnisbildung fallen sämtliche spektral abhängigen wie auch alle geometriebedingten und damit schwer zu erfassenden Größen heraus und durch eine Umformung kann die Temperatur berechnet werden:

$$T(t) = \frac{c_2}{\lambda} \left\{ \ln \left[1 + \frac{\varepsilon(\lambda, T)}{\varepsilon_m(\lambda, T_m)} \frac{I_m(T_m)}{I(t)} (e^{c_2/\lambda T_m} - 1) \right] \right\}^{-1} \quad (3.6)$$

Diese Gleichung enthält neben dem zeitlichen Verlauf der Strahlungsintensität auch das Verhältnis $\varepsilon(T)/\varepsilon(T_m)$ der Emissionskoeffizienten. Bisher wurde bei Pulsheizexperimenten mangels Daten bezüglich der flüssigen Phase angenommen, dass der Emissionskoeffizient in der flüssigen Phase der gleiche wie am Schmelzübergang ist (siehe z.B. [2]), d.h.

$$\frac{\varepsilon(\lambda, T)}{\varepsilon_m(\lambda, T)} = 1 \quad (3.7)$$

das Verhältnis der Emissionskoeffizienten wird im gesamten Temperaturbereich eins gesetzt.

Zur Überprüfung dieser Annahme wurde nun mit der Messung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten begonnen, erste Ergebnisse bei 684.5 nm (Fig. 8) zeigen für den Verlauf in der flüssigen Phase, dass die Annahme aus Gl. 3.7 für 684.5 nm nicht

gänzlich gerechtfertigt ist. Der Bereich von 1555 nm ist derzeit noch nicht zugänglich.

3.3. Expansion

Alle 10.13 μs wird ein Bild eines Teils der Probe aufgenommen. Da die Probe aufgrund der kurzen Zeit nicht axial expandieren kann, ergibt sich die Volumexpansion und daraus die Dichte in Abhängigkeit der Temperatur zu:

$$d(T) = d_0 \frac{V_0}{V(T)} \quad (3.8)$$

(d Dichte; V Volumen; V_0 Volumen bei Raumtemperatur.)

3.4. Elektrischer Widerstand

Für einen zylinderförmigen, homogenen Körper ergibt sich als Abhängigkeit des elektrischen Widerstands von seinen Abmessungen:

$$R = \rho \frac{l}{A} \quad (3.9)$$

(R Widerstand; ρ spezifischer elektrischer Widerstand; l Länge des Zylinders; A Querschnittsfläche.)

Beim spezifischen Widerstand wird vielfach der auf Raumtemperatur geometrie bezogene Wert angegeben:

$$\rho_0(t) = \frac{U(t)}{I(t)} \frac{r_0^2}{l} \pi \quad (3.10)$$

(ρ_0 unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand; U Spannung; I Strom; r_0 Radius bei Raumtemperatur.)

Berücksichtigt man die Querschnittszunahme so ist:

$$\rho_{\text{kor}}(T) = \rho_0(T) \frac{r^2(T)}{r_0^2} \quad (3.11)$$

(ρ_{kor} korrigierter spezifischer elektrischer Widerstand; r_0 Radius bei Raumtemperatur; r Radius.)

3.5. Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit

Die Fähigkeit Wärme zu leiten, wie auch die elektrische Leitfähigkeit, beruht bei Reinetallen weitgehendst auf dem selben Mechanismus. Der theoretische Zusammenhang zwischen diesen beiden Größen wird

mit dem Wiedemann–Franz’schen Gesetz beschrieben:

$$\lambda = \frac{LT}{\rho_{\text{korr}}} \quad (3.12)$$

(λ Wärmeleitfähigkeit; T Temperatur; L Lorentz–Zahl; ρ_{korr} korrigierter spezifischer elektrischer Widerstand.)

Die Lorentz–Zahl L hat einen theoretischen Wert von $L = 2.45 \times 10^{-8} \text{ V}^2/\text{K}^2$ [3]. Geringfügige Temperaturabhängigkeiten dieser Größe, wie sie etwa bei [4] behandelt werden, werden vernachlässigt.

Das Wiedemann–Franz’sche Gesetz in der Form von Gl. (3.12) erweist sich für Reinmetalle, vor allem bei höheren Temperaturen, als sehr leistungsfähig, sodass damit die Wärmeleitfähigkeit λ und daraus weiter die Temperaturleitfähigkeit a aus der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit berechnet werden können [5]. Für Inconel 718 muss ein Gitteranteil von $4.8 \text{ W K}^{-1} \text{ m}^{-1}$ zum elektronischen Anteil der Wärmeleitfähigkeit im festen Zustand addiert werden [6].

Die Temperaturleitfähigkeit a erhält man aus:

$$a = \frac{\lambda}{c_p d} \quad (3.13)$$

(λ Wärmeleitfähigkeit; c_p spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck; d Dichte.)

4. Ergebnisse

Alle dargestellten Kurven der ermittelten Messwerte sind Mittelwerte aus mindestens zehn Einzelmessungen.

4.1. Enthalpie und spezifische Wärmekapazität

Fig. 3 zeigt die Abhängigkeit der spezifischen Enthalpie von der Temperatur. Die Kurve wurde durch einen least-square Fit approximiert. Die zugehörigen Polynome sind für $H(T)$ in J kg^{-1} im festen Bereich:

$$H(T) = -319\,284 + 652T, \quad 1000 \text{ K} < T < 1528 \text{ K} \quad (4.1)$$

und im flüssigen Bereich:

$$H(T) = -283\,854 + 778T, \quad 1610 \text{ K} < T < 2100 \text{ K} \quad (4.2)$$

Für Inconel 718 wurde eine Solidustemperatur T_s von 1528 K und eine Liquidustemperatur T_l von 1610 K mit einer DTA (NETZSCH DTA 509) bestimmt, siehe auch [7–9].

Innerhalb der Unsicherheitsgrenzen ergibt sich Übereinstimmung mit den DSC–Messungen im Temperaturbereich von 1000 K bis 1400 K, wie in

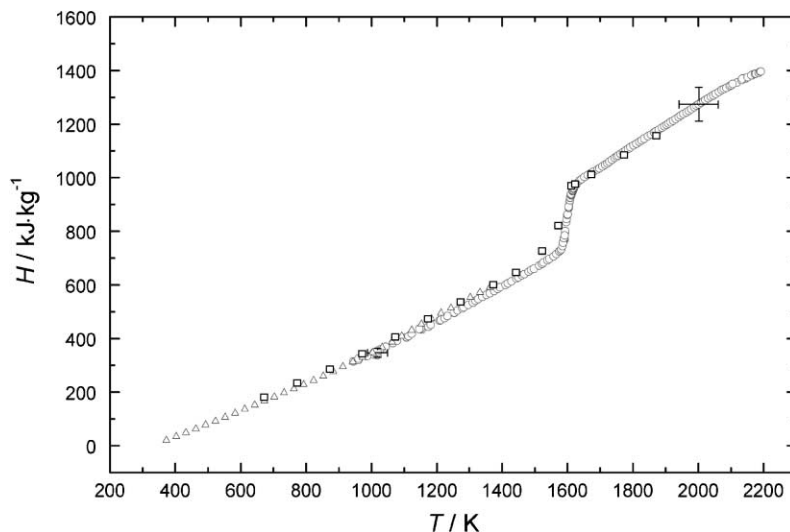


Fig. 3. Die spezifische Enthalpie H in Abhängigkeit von der Temperatur T . (○) Ohmsche Pulsheizung; (△) DSC–Messung; (□) Quested [9].

Fig. 3 zu sehen ist. Die Pulsheizmethode tendiert jedoch zu etwas kleineren Werten [10].

Die gemessene Schmelzenthalpie ist $\Delta H = 227 \text{ kJ kg}^{-1}$, [9] berichtet einen Wert von 210 kJ kg^{-1} .

Bei Pulsheizung wird für die flüssige Phase ein konstanter Wert von $c_{p,\text{flüssig}} = 778 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ erhalten. DSC Messungen ergeben bei 1373 K $c_p = 603 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und bei 1423 K $c_p = 635 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$, die Pulsheizung liefert für das Ende der festen Phase $c_{p,\text{fest}} = 652 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

4.2. Dichte

Fig. 4 zeigt die Dichte d in Abhängigkeit von der Temperatur T .

Die Dichtewerte aus der Dilatometermessung stimmen mit denen der Pulsheizung innerhalb der Unsicherheitsgrenzen überein, wobei die Werte welche durch die Pulsheizung erhalten wurden etwas höher sind. Ein ähnliches Verhalten wurde bereits bei Fe–Ni Legierungen festgestellt und könnte eine Folge der extrem hohen Aufheizrate sein [10].

Die least-square Fits sind mit d in kg m^{-3} :

$$\text{Pulsheizung : } d(T) = 8392 - 0.431T, \quad 1000 \text{ K} < T < 1528 \text{ K} \quad (4.3)$$

$$\text{Pulsheizung : } d(T) = 8366 - 0.488T, \quad 1610 \text{ K} < T < 2100 \text{ K} \quad (4.4)$$

Dilatometer :

$$d(T) = 8256 - 0.202T - 1.34 \times 10^{-4}T^2, \quad 400 \text{ K} < T < 1400 \text{ K} \quad (4.5)$$

Bis zum Solidus-Punkt nimmt die Dichte nach eigenen Messungen um 6% ab, [9] berichtet eine Abnahme um 6.4% und [11] eine Abnahme um 6.8%. In der festen Phase stimmen die Werte von Pulsheizung, Dilatometermessungen und die Werte von [9,11] innerhalb der Unsicherheitsgrenzen gut überein.

Für den Dichtesprung zwischen fester und flüssiger Phase berichten [11] 3.1%, [12] 3.6% und [9] 8% Dichteabnahme. Aus der Pulsheizung wird ein Dichtesprung von 2.5% erhalten.

4.3. Spezifischer elektrischer Widerstand

4.3.1. Ohne Korrektur der thermischen Ausdehnung

Die least-square Fits für $\rho_0(T)$ in $\mu\Omega \text{ m}$ sind:

$$\begin{aligned} \rho_{0,\text{Fest}}(T) = & 3.481 - 0.008T + 1.098 \\ & \times 10^{-5}T^2 - 6.419 \times 10^{-9}T^3 \\ & + 1.362 \times 10^{-12}T^4, \quad 940 \text{ K} < T < 1528 \text{ K} \end{aligned} \quad (4.6)$$

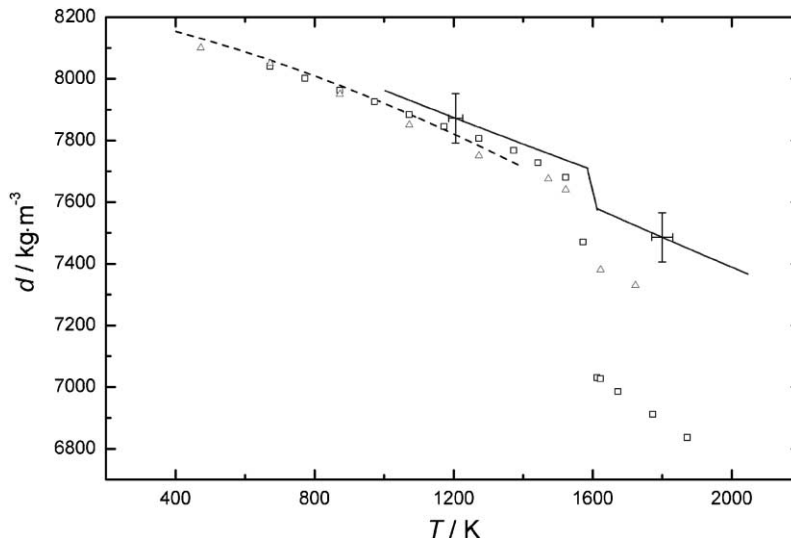


Fig. 4. Dichte d in Abhängigkeit von der Temperatur T . (—) Ohmsche Pulsheizung; (---) Dilatometermessungen; (□) Quedstedt [9]; (△) Blumm and Henderson [11].

In diesem Temperaturbereich existieren mehrere Phasenübergänge [7].

$$\rho_{0,\text{Flüssig}}(T) = 1.307 + 3.438 \times 10^{-5}T, \quad (4.7)$$

$$1610 \text{ K} < T < 2100 \text{ K}$$

Der Anstieg in der flüssigen Phase des elektrischen Widerstands mit der Temperatur ist ein typisches Verhalten, das auch bei anderen Legierungen beobachtet werden kann.

4.3.2. Mit Korrektur der thermischen Ausdehnung

Der spezifische elektrische Widerstand $\rho_{\text{kor}}r$ beträgt am Solidus-Punkt $\rho_s = 1.425 \mu\Omega \text{ m}$, und am Liquidus-Punkt $\rho_L = 1.473 \mu\Omega \text{ m}$. Der Widerstandsanstieg am Schmelzübergang beträgt $\Delta\rho_{\text{kor}}r = 0.048 \mu\Omega \text{ m}$, $\Delta\rho_0 = 0.020 \mu\Omega \text{ m}$.

Die least-square Fits für $\rho_{\text{kor}}r(T)$ in $\mu\Omega \text{ m}$ sind:

$$\rho_{\text{kor},\text{Fest}}(T) = -0.960 + 0.005T - 3.92 \times 10^{-6}T^2 + 9.71 \times 10^{-10}T^3, \quad (4.8)$$

$$1000 \text{ K} < T < 1528 \text{ K}$$

$$\rho_{\text{kor},\text{Flüssig}}(T) = 1.251 + 1.364 \times 10^{-4}T, \quad (4.9)$$

$$1610 \text{ K} < T < 2100 \text{ K}$$

In Fig. 5 sind Literaturdaten zum Vergleich angegeben. Die Werte von [13] sind etwas kleiner als die Werte dieser Arbeit, liegen aber noch innerhalb der Unsicherheitsgrenzen. Die Werte von [14] stimmen mit den unkorrigierten Widerstandswerten dieser Arbeit bis auf den Wert bei 1000 K sehr gut überein.

4.4. Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit

Die Wärmeleitfähigkeit ist in Fig. 6 in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt.

Im Gegensatz zu reinen Metallen liefert bei Inconel 718 der Gitteranteil der Wärmeleitfähigkeit einen bedeutenden Beitrag zur gesamten Wärmeleitfähigkeit dieser komplexen Legierung [6]. Der Gitterbeitrag ist näherungsweise keine Funktion der Temperatur, und wird in einem Bereich von 300 bis 1528 K konstant mit $\lambda_G = 4.8 \text{ W K}^{-1} \text{ m}^{-1}$ angenommen. Dieser Beitrag wird in der festen Phase zur elektronischen Komponente der Wärmeleitfähigkeit addiert (siehe Fig. 6). Für das flüssige Metall ohne Fernordnung wird die Wärmeleitfähigkeit aus dem elektrischen Widerstand berechnet. Beim Schmelzen kann eine kleine Abnahme von λ beobachtet werden, für die flüssige Phase steigende Werte.

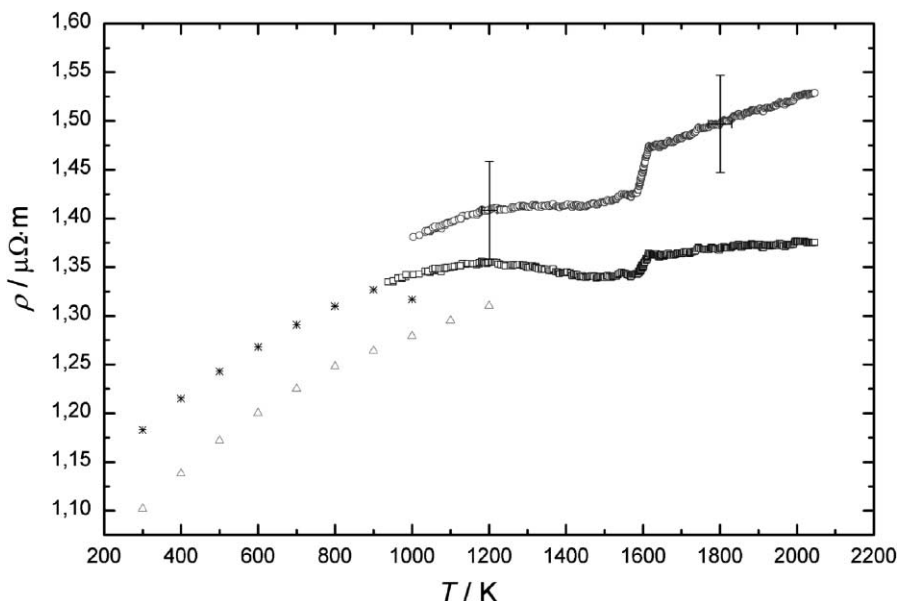


Fig. 5. Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur T . (\square) ρ_0 Pulsheizung; (\circ) $\rho_{\text{kor}}r$ Pulsheizung; (\triangle) Tye [13]; ($*$) McElroy [14].

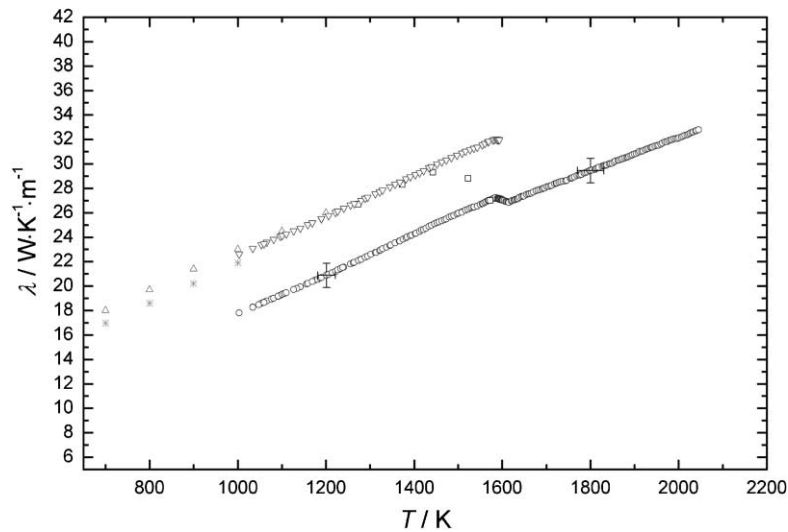


Fig. 6. Wärmeleitfähigkeit λ in Abhängigkeit von der Temperatur T . (○) Ohmsche Pulsheizung (elektronischer Anteil der Wärmeleitfähigkeit); (▽) Klemens—Gitterbeitrag der Wärmeleitfähigkeit von $4.8 \text{ W K}^{-1} \text{ m}^{-1}$ zur elektronischen Wärmeleitfähigkeit addiert [6]; (△) Tye [13]; (*) McElroy [14]; (□) Questaed [9].

Die Polynome für die Wärmeleitfähigkeit im festen und flüssigen Zustand $\lambda(T)$ in $\text{W K}^{-1} \text{ m}^{-1}$ sind:

Fest, ohne Beitrag des Gitters :

$$\lambda(T) = 1.084 + 0.01654T, \quad 1000 \text{ K} < T < 1528 \text{ K} \quad (4.10)$$

$$\text{Fest, mit Gitterbeitrag : } \lambda(T) = 5.884 + 0.01654T, \quad 1000 \text{ K} < T < 1528 \text{ K} \quad (4.11)$$

$$\text{Flüssig : } \lambda(T) = 4.952 + 0.01367T, \quad 1600 \text{ K} < T < 2100 \text{ K} \quad (4.12)$$

Die Werte von [13,14] stimmen mit den Werten dieser Arbeit unter Berücksichtigung des Gitteranteils der Wärmeleitfähigkeit für den festen Bereich [6] überein, die Werte von [9] bis zu einer Temperatur von 1400 K.

Während des Schmelzprozesses wird mit der Pulsheizung nur eine kleine Abnahme der Wärmeleitfähigkeit beobachtet. Bis jetzt haben alle mit der Pulsheizmethode untersuchten Materialien (reine Metalle und Legierungen [11,15]) diese Abnahme der Wärmeleitfähigkeit während des Schmelzprozesses gezeigt. In der flüssigen Phase steigen die Werte der Pulsheizung wieder an. In [5] ist eine Zusammenfassung der Temperaturleitfähigkeit für reine Metalle angegeben, welche zeigt, dass sowohl

fallende als auch steigende Werte für die Temperaturleitfähigkeit am Beginn der flüssigen phase für verschiedene Metalle möglich sind. Über das gleiche Verhalten von Legierungen für den festen Zustand berichtet [16].

Fig. 7 zeigt die Temperaturleitfähigkeit a in Abhängigkeit von der Temperatur in Vergleich zu Literaturwerten. Der least-square Fit für die Temperaturleitfähigkeit $a(T)$ in $10^{-2} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ ist im festen Zustand:

$$a(T) = -0.09963 + 3.505 \times 10^{-3}T, \quad 1000 \text{ K} < T < 1600 \text{ K} \quad (4.13)$$

Fest, mit Gitterbeitrag:

$$a(T) = 0.763 + 3.505 \times 10^{-3}T, \quad 1000 \text{ K} < T < 1600 \text{ K} \quad (4.14)$$

Flüssig:

$$a(T) = 0.2358 + 2.678 \times 10^{-3}T, \quad 1600 \text{ K} < T < 2100 \text{ K} \quad (4.15)$$

Die Werte von [9,17] stimmen in der festen Phase mit den um den Gitterbeitrag erhöhten Werten dieser Arbeit gut überein.

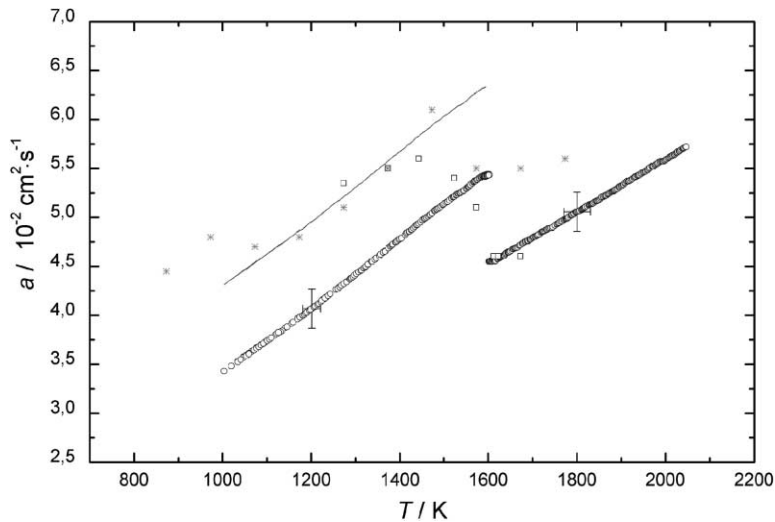


Fig. 7. Temperaturleitfähigkeit a in Abhängigkeit von der Temperatur T . (○) Ohmsche Pulsheizung (elektronischer Anteil der Temperaturleitfähigkeit); (—) Gitterbeitrag von [6] zum elektronischem Beitrag addiert; (□) Quesada [9]; (*) Henderson [17].

4.5. Normaler spektraler Emissionskoeffizient

Wie aus Fig. 8 hervorgeht, ist die Emissivität ε_λ bei $\lambda = 684.5$ nm im festen Zustand annähernd konstant (die erhaltenen Werte hängen in der festen Phase stark von der jeweiligen Vorbehandlung der Oberfläche ab, hier wurden die Proben mit feinem Sandpapier behandelt). Beim Schmelzen sinkt der Emissionskoeffizient

stark ab. In der flüssigen Phase bis 2800 K ist wiederum mit zunehmender Temperatur ein Ansteigen zu beobachten.

5. Messunsicherheiten

Die angegebene erweiterte Meßunsicherheit entspricht der zweifachen Standardunsicherheit

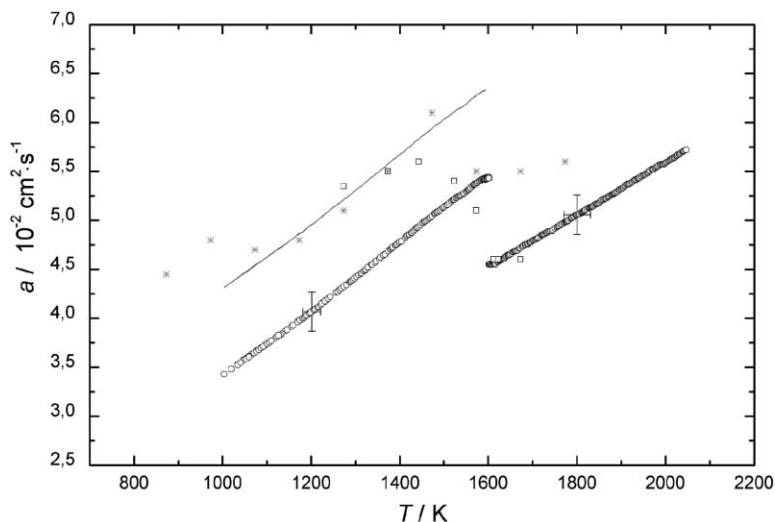


Fig. 8. Normaler spektraler Emissionskoeffizient ε_λ bei $\lambda = 684.5$ nm in Abhängigkeit von der Zeit t . T_s : Solidus Temperatur; T_l : Liquidus Temperatur.

Tabelle 2
Zusammenfassung der Messunsicherheiten

Größe	Messunsicherheit (%)
Strom, I	2
Spannung, U	2
Temperatur, T	6
Masse, m	0.5
Enthalpie, H	4
Unkorr. Spez. elektr. Widerstand, ρ_0	4
Dichte, d	5
Korr. spez. elektr. Widerstand, ρ	6
Wärmeleitfähigkeit, λ	(12)
Temperaturleitfähigkeit, a	(15)

($k = 2$), welche für eine Normalverteilung einen Grad des Vertrauens von etwa 95% bedeutet. Die Standardunsicherheit wurde in Übereinstimmung mit dem Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen “Guide to the expression of uncertainty in measurement” gemäß Dokument EA-4/02 ermittelt.

In Tabelle 2 werden die Unsicherheiten der jeweiligen Größen angegeben, eine ausführlichere Diskussion findet man z.B. in [10].

6. Zusammenfassung

Es wurden Enthalpie, Wärmekapazität, spezifischer elektrischer Widerstand, Dichte, Wärmeleitfähigkeit und temperaturleitfähigkeit von festem und flüssigem Inconel 718 im Temperaturbereich von 1000 K bis 2000 K bestimmt. Die Wärmeleitfähigkeit und die Temperaturleitfähigkeit wurden aus dem Verlauf des spezifischen elektrischen Widerstandes durch Verwendung des Widemann–Franz’schen Gesetzes abgeschätzt. In [6] wird durch theoretische Betrachtungen gezeigt, dass der Gitteranteil an der Wärmeleitfähigkeit, im Gegensatz zu reinen Metallen, nicht zu vernachlässigen ist. Wird ein dort abgeschätzter Gitterbeitrag von $4.8 \text{ W K}^{-1} \text{ m}^{-1}$ zur Wärmeleitfähigkeit für Inconel 718 im festen Zustand berücksichtigt, so zeigt sich eine gute Übereinstimmung mit den Literaturdaten [9,13,14]. Die Abnahme der Dichte bis zum Schmelzpunkt stimmt mit den Literaturwerten [9,11] gut überein.

Die zahlreichen Phasenumwandlungen dieser Legierung im festen Zustand sind nur bei Anwendung

quasistatischer Methoden erkennbar [19]. Die verwendete schnelle Pulsheiztechnik ist nicht in der Lage diese Phasenumwandlungen aufzulösen [10].

Die erhaltenen Daten in Abhängigkeit von der Temperatur wurden in Form von Polynomen angegeben.

Acknowledgements

Diese Arbeit wurde teilweise durch den “Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung, Austria” No. P12804-PHY und P12775-PHY unterstützt. Wir danken P. Quedsted (NPL-London, UK) für das Überlassen des Probenmaterials, sowie P. Gollob (Institut für Elektronenmikroskopie der TU-Graz) für die Analyse der Proben.

References

- [1] A. Seiffter, F. Sachsenhofer, S. Krishnan, G. Pottlacher, *Int. J. Thermophys.* 22 (2001) 1537.
- [2] G.R. Gathers, *Int. J. Thermophys.* 4 (1983) 149.
- [3] Ch. Weißmantel, C. Hamman, *Grundlagen der Festkörperphysik*, Springer, Berlin, 1980.
- [4] V.E. Peletskii, *High Temp.-High Press.* 21 (1988) 377.
- [5] K.C. Mills, B.J. Monaghan, B.J. Keene, *NPL Report CMMT(A)*, Vol. 53, 1997.
- [6] P.G. Klemens, R.K. Williams, *Int. Metals Rev.* 31 (5) (1986) 197.
- [7] B.N. Dahotre, M.H. McCay, T.D. McCay, C.R. Hubbard, W.D. Porter, O.B. Cavin, *Scripta Metall. Mater.* 28 (1993) 1359.
- [8] G.K. Bouse, in: E.A. Loria (Ed.), *Superalloy 718—Metallurgy and Applications*, Vol. 69, The Minerals, Metals, Materials Society, 1989.
- [9] P.N. Quedsted, K.C. Mills, R.F. Brooks, A.P. Day, H. Szelagowski, *NPL Work*, 1998.
- [10] A. Seiffter, G. Pottlacher, H. Jäger, G. Groboth, E. Kaschnitz, *Berichte der Bunsengesellschaft* 102 (9) (1998) 1266.
- [11] J. Blumm, J.B. Henderson, *High Press.* 32 (2000) 109.
- [12] K.C. Mills, A.P. Day, P.N. Quedsted, in: *Proceedings of the Nottingham University–Osaka University Joint Symposium*, Nottingham, 1995.
- [13] R. Tye, P.R. Hayden, W.S. Spinney, *High Temp.-High Press.* 4 (1972) 503.
- [14] D.L. McElroy, R.K. Williams, J.P. Moore, R.S. Graves, F.J. Weaver, in: V.V. Mirkovich (Ed.), *Thermal Conductivity*, 15th Edition, Vol. 15, Plenum Press, New York, 1978, p. 149.
- [15] G. Pottlacher, *J. Non-cryst. Solids* 250 (1999) 177.
- [16] L. Filoni, G. Rocchini, *High Temp.-High Press.* 19 (1987) 381.

- [17] J.B. Henderson, A. Strobel, Measurements of the thermo-physical properties of molten metal alloys, NETZSCH Report, 1995.
- [18] Inco-alloys, 2001. <http://www.incoalloys.com/incon718.htm>.
- [19] W. Hemminger, H. Cammenga, Methoden der Thermischen Analyse, Springer, Berlin, 1989.