



Forschungszentrum Karlsruhe
in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte
FZKA 7441

**Optimierung der
Diffusionsschweißparameter
von Hastelloy® C-22®
zur Herstellung von
Mikrowärmetauschern**

W. W. Basuki
Institut für Materialforschung

Oktober 2008

Forschungszentrum Karlsruhe

in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 7441

Optimierung der Diffusionsschweißparameter von
Hastelloy[®] C-22[®] zur Herstellung von
Mikrowärmetauschern

Widodo Widjaja Basuki

Institut für Materialforschung

Von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH)
genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2008

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft
Deutscher Forschungszentren (HGF)

ISSN 0947-8620

urn:nbn:de:0005-074416

Optimierung der Diffusionsschweißparameter von
Hastelloy[®] C-22[®] zur Herstellung von
Mikrowärmetauschern

Zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
der Fakultät für Maschinenbau
Universität Karlsruhe (TH)

genehmigte

Dissertation

von

Dipl. -Ing. Widodo Widjaja Basuki
aus Pematangsiantar, Indonesien

Tag der mündlichen Prüfung: 06. August 2008

Hauptreferent: Prof. Dr. rer. nat. O. Kraft

Korreferent: Prof. Dr. rer. nat. P. Gumbsch

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Materialforschung II des Forschungszentrums Karlsruhe durchgeführt.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. O. Kraft danke ich herzlich für die Ermöglichung dieser Arbeit, für die Betreuung und die zahlreichen richtungweisenden Diskussionen.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. P. Gumbsch vom Institut für Zuverlässigkeit von Bauteilen und Systemen der Universität Karlsruhe für die Übernahme des Korreferates.

Herrn Dr. J. Aktaa und Herrn Dr. A. von der Weth danke ich für die intensive Betreuung und die Unterstützung.

Bei Herrn Dr. K. Schubert und seinen Mitarbeitern vom Institut für Mikroverfahrenstechnik bedanke ich mich für das Interesse an dieser Arbeit und die Bereitstellung des Werkstoffes Hastelloy® C-22®.

Bei Herrn E. Nold und T. Weingärtner vom Institut für Materialforschung I bedanke ich mich für die AES-Analyse.

Herrn Dr. M. Schultz und Herrn Dipl. -Ing. Beck vom Institut für Materialforschung III danke ich für die Untersuchung der Oberflächenrauheit.

Bedanken möchte ich mich auch bei allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts für Materialforschung II insbesondere Herrn M. Klotz und Herrn U. Bürkle für die hervorragende Zusammenarbeit.

An dieser Stelle möchte ich mich bei Herrn Dr. h. c. C. Petersen und meinen Studienkollegen Herrn Dipl. -Geoökol. C. Jones für die Hilfe beim Korrigieren dieser Arbeit bedanken.

Mein besonderer Dank geht an meine Eltern, meine Schwestern und Brüder für die ausdauernde Unterstützung.

Kurzfassung

Ziel dieser Arbeit ist es, die Diffusionsschweißparameter von Hastelloy® C-22® mittels eines Diffusionsschweißmodells zur Herstellung eines Kreuzstrom-Mikrowärmetauschers für die chemischen Anwendungen zu optimieren. Dabei soll die Mikrostruktur des Werkstoffes während des Diffusionsschweißprozesses nicht wesentlich verändert werden, um die Korrosionsbeständigkeit zu erhalten. Darüber hinaus sollen die mechanischen Eigenschaften des geschweißten Bauteils (z.B. Festigkeit, Duktilität) so hoch wie möglich sein. Um dieses Ziel zu erreichen sind Voruntersuchungen bezüglich der mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften notwendig. Die Untersuchungen der mikrostrukturellen Eigenschaften zeigen, dass ein Diffusionsschweißprozess bei einer Temperatur zwischen $700\text{ °C} < T < 1050\text{ °C}$ ohne die Bildung der Molybdän-reichen Ausscheidungen bzw. von Metallkarbiden, welche die Duktilität der Schweißprobe verschlechtern könnte, unmöglich ist. In dem Temperaturbereich von $T > 1050\text{ °C}$ findet eine massive Kornvergrößerung statt, die die Festigkeit des Werkstoffes herabsetzt. Unterhalb einer Temperatur von 700 °C kann ein Diffusionsschweißprozess nur mit sehr hoher Druckkraft und Schweißdauer durchgeführt werden. Es zeigt sich, dass die optimale Temperatur bei 1050 °C liegt. Zusätzlich ist bei der Schweißung von Blechen feststellbar, dass die Blechoberfläche bis zu 600 nm von Al_2O_3 verunreinigt ist. Deshalb wird sie vor dem Schweißprozess abgeschliffen. Die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften ergibt den temperaturabhängigen Verlauf der $R_{p0,2}$ -Werte und das Kriechgesetz des Werkstoffes, die als Eingabeparameter für das Diffusionsschweißmodell benötigt werden.

Zur Vorhersage eines optimierten Parametersatzes wird das Diffusionsschweißmodell, das alle Transportmechanismen wie beim Sinterprozess von Metallen beinhaltet, in einem Computerprogramm implementiert. Mit einer Oberflächenrauheit, die von einem P-2500 Schleifpapier erzeugt wird, folgt daraus, dass der optimierte Parametersatz bei 1050 °C , 26 MPa und $3,6\text{ h}$ liegen soll. Dies wird bei den Diffusionsschweißversuchen der unstrukturierten Blechproben mit Variation der Druckspannung, der Schweißdauer und der Oberflächenrauheit bestätigt. Aus einer AES-Analyse geht hervor, dass ein kürzerer Schweißprozess aufgrund der Karbidbildung an der Schweißnaht nicht möglich ist. Die Schweißergebnisse mit diesem Parametersatz zeigen eine gute Schweißnaht mit geringen Restporen, eine dem Grundwerkstoff gleiche Zugfestigkeit und eine hohe Duktilität, die bei mehr als 50% der Duktilität des Grundwerkstoffes liegt.

Bei der Übertragung des optimierten Parametersatzes auf ein dem Kreuzstrom-Mikrowärmetauscher ähnliches Bauteil wird die inhomogene Verteilung der Druckspannung an der Trennfläche mittels einer FEM-Berechnung berücksichtigt. Daraus folgt, dass die Druckspannung auf der Gesamtfläche des Bauteils $11,7\text{ MPa}$ betragen soll. Die Diffusionsschweißversuche mit den strukturierten Blechen zeigen ebenfalls hohe Festigkeit und Duktilität, mit vergleichbaren Gefügestrukturen und Schweißnahtqualität wie das Diffusionsschweißen mit Blechen ohne Kanalstrukturen.

Optimization of the diffusion bonding parameters for the production of a micro heat exchanger from Hastelloy® C-22®

Abstract

The subject of this work is to optimize the diffusion bonding parameters for Hastelloy® C-22® by means of a diffusion bonding model for the production of a cross flow micro heat exchanger for chemical applications. Due to the corrosion resistance, the microstructures of the material should not be strongly changed during the diffusion bonding process. The mechanical properties of the bonding unit (e.g. tensile strength, ductility) should be as high as possible. To achieve this objective the preliminary investigations concerning the micro structural and mechanical properties are necessary. The investigations of the micro structural properties show that a diffusion bonding process is impossible in the temperature range of $700\text{ }^{\circ}\text{C} < T < 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ without the precipitation of Mo-rich phase and the formation of metal carbide at the welding seam, which can worsen the ductility of the bonding sample. At temperature above $T > 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ a substantial grain growth takes place which lowers the strength of the material. Below a temperature of $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ a diffusion bonding process can be conducted only with very high compressive force and bonding time. It was found that the optimal temperature for the bonding process is at $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$. Additionally, it can be recognized that the sheet metal surface in the as-received condition is contaminated with 600 nm thick Al_2O_3 layer, which has to be ground before the bonding process. By the investigation of the mechanical properties the temperature dependence of yield strength and the creep law will be obtained, which served as input parameters for the diffusion bonding model.

For the prediction of an optimized parameter set a computer program based on the diffusion bonding model is implemented, which contains all transport mechanisms also present in the sinter process of metals. The model calculation yielded an optimized parameter set of $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, 26 MPa and 3.6 h for the surface roughness produced by a P-2500 abrasive paper. This parameter set is verified in the diffusion bonding experiments on the unstructured sheet metal samples for different values of compression stress, bonding time and surface roughness. A short bonding process is not possible due to the carbide formation at the welding seam as identified by the AES analysis. The bonding with this parameter set results in a good welding seam with small remaining pores. The bonding specimens show that the tensile strength is as high as that of base material and the ductility is being more than 50% of the base material.

By using this optimized parameter set on the cross flow micro heat exchanger similar part, the inhomogeneous distribution of the compression stress at the joint interface is considered by means of a FEM computation. Hence the compression stress on the total area of the part amounts to 11.7 MPa . The diffusion bonding experiments with the structured sheet metals show likewise high strength and ductility, with microstructures and welding seam quality comparable to the diffusion bonding with sheet metals without channel structures.

INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung.....	9
2	Grundlagen des Diffusionsschweißens	12
2.1	Vorgeschichte und Anwendungsgebiete des Diffusionsschweißens	12
2.2	Spontane plastische Deformation.....	13
2.3	Diffusion.....	14
2.4	Kriechen.....	17
2.5	Diffusionsschweißen.....	20
2.6	Theorie über die Bildung einer Verbindung im festen Zustand.....	21
2.6.1	Hypothesen über eine Verbindung	21
2.6.2	Bildung einer Diffusionsschweißverbindung	23
2.6.3	Mechanismen bei Diffusionsverbindungen	26
2.7	Wichtige Diffusionsschweißparameter.....	28
2.7.1	Schweißtemperatur.....	28
2.7.2	Schweißdruck	29
2.7.3	Schweißdauer	30
2.8	Diffusionsschweißstufen	30
3	Modellierung des Diffusionsschweißens	31
3.1	Übersicht.....	31
3.2	Diffusionsschweißmodell von Hill und Wallach.....	32
3.2.1	Stufe 1: Spontane plastische Verformung	34
3.2.2	Stufe 2: Oberflächendiffusion, Verdampfung und Kondensation	37
3.2.3	Stufe 2: Korngrenzendiffusion	39
3.2.4	Stufe 2: Kriechen	41
3.3	Modellberechnung	42
3.4	Umsetzung der Modellberechnung auf die Diffusionsschweißversuche	43
4	Methodik.....	45
4.1	Ablauf der Arbeit	45
4.2	Materialkennwerte aus dem Literatur	46
4.2.1	Die chemischen Eigenschaften	46
4.2.2	Die mechanischen Eigenschaften	48
4.2.3	Die Diffusionseigenschaften	49
4.3	Probenvorbereitung für die metallographischen Untersuchungen.....	50
4.4	Beschreibung der mechanischen Versuche	50
4.4.1	Zugversuche	50
4.4.2	Kriechversuche	52
4.4.3	Kerbschlagversuche	54
4.4.4	Diffusionsschweißversuche	55
5	Mikrostrukturelle Eigenschaften	61
5.1	Überblick.....	61
5.2	Untersuchung der Korngröße	64
5.2.1	Kornwachstumsverhalten von Blechmaterial in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit.....	64

5.2.2	Korngröße von Stab- und Plattenmaterial bei RT	69
5.3	Ausscheidungsverhalten.....	70
5.4	Untersuchung der Oberflächenchemie	73
5.5	Diskussion	73
6	Untersuchung der mechanischen Eigenschaften.....	75
6.1	Zugversuche	75
6.1.1	Untersuchung der Festigkeitswerte und Bruchdehnungen	75
6.1.2	Festigkeitsvergleich zwischen Platten- und Stabmaterial.....	77
6.2	Kriechversuche	78
6.2.1	Abhängigkeit der Kriechdehnung von der Kraftrate bei der Lastaufbringung	78
6.2.2	Ergebnisse der Kriechversuche	79
6.3	Einfluss der Wärmebehandlung auf die mechanischen Eigenschaften.....	82
6.4	Diskussion	83
7	Diffusionsschweißversuche.....	85
7.1	Überblick.....	85
7.2	Diffusionsschweißen von Stabproben	85
7.3	Diffusionsschweißen von Blechproben.....	88
7.3.1	Oberflächenbearbeitung	88
7.3.2	Schweißversuche an der Referenzprobe und der nicht behandelten Blechprobe.....	91
7.3.3	Schweißversuche mit Variation der Druckspannung	97
7.3.4	Schweißversuche mit Variation der Schweißdauer	103
7.3.5	Schweißversuche mit Variation der Oberflächenrauheit.....	108
7.4	Übertragen des optimierten Parametersatzes auf ein dem Kreuzstrom- Mikrowärmetauscher ähnliches Bauteil	112
7.4.1	FEM-Berechnung.....	112
7.4.2	Diffusionsschweißen einer dem Kreuzstrom-Mikrowärmetauscher ähnlichen Probe	115
7.5	Diskussion	119
8	Zusammenfassung.....	124
9	Literatur	128
Anhang A	133
Anhang A.1	: Messwerte der mittleren Korndurchmesser.....	133
Anhang A.2	: Messwerte der Zugversuche	133
Anhang A.3	: Messwerte der Kriechversuche	134
Anhang A.4	: Messwerte der wärmebehandelten Zug- und Kerbschlagprobe.....	135
Anhang A.5	: Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Stabmaterial mit Stabmaterial).....	135
Anhang A.6	: Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Referenzprobe und nicht geschliffene Probe).....	135
Anhang A.7	: Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Variation der Druckspannung)	136
Anhang A.8	: Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Variation der Schweißdauer)	136
Anhang A.9	: Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Variation der Oberflächenrauheit).....	137

Anhang B.....	138
Anhang B.1 : Kurvenverläufe der 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$) und der Zugfestigkeit (R_m)	138

NOTATION

Bezeichnung

a	:	Länge der Schweißlinie oder Schweißfläche mit Einheitstiefe
a_k	:	Kerbschlagbiegegeizähigkeit
A	:	Fläche
A_B	:	Bruchdehnung
b	:	Breite der Einheitszelle
B_a	:	Atombeweglichkeit
c_a	:	Konzentration
c	:	große Halbachse der Ellipse
Δc_L	:	Leerstellenkonzentrationsunterschied
$c_{L,0}$:	Gleichgewichtsleerstellenkonzentration
d_m	:	mittlerer Korndurchmesser
D	:	Diffusionskoeffizient
$D_{0,b}$:	Vorfaktor des Korngrenzendiffusion
$D_{0,s}$:	Vorfaktor des Oberflächendiffusion
$D_{0,v}$:	Vorfaktor des Volumendiffusion
D_b	:	Korngrenzen-Diffusionskoeffizient
D_s	:	Oberflächen-Diffusionskoeffizient
D_v	:	Volumen-Diffusionskoeffizient
E	:	Elastizitätsmodul
F_k	:	Flächeninhalt eines Kreises
F_m	:	mittlere Kornquerschnittfläche
G	:	Schubmodul
h	:	kleine Halbachse der Ellipse
j	:	Diffusionsstromdichte
k_B	:	Boltzmannkonstante
k	:	Fließspannung in reiner Scherung
KV	:	Kerbschlagenergie
KV_{AZ}	:	Kerbschlagenergie in Anlieferungszustand
l	:	mittlere Schweißlinie
l_0	:	Messstrecke der Schweißung
M	:	Exzentrizität einer Ellipse
n	:	Spannungsexponent des Kriechgesetzes
N_A	:	Avogadro-Konstante
Δp_v	:	Dampfdruckunterschied

$p_{v,0}$:	Gleichgewichtsdampfdruck einer ebenen Oberfläche
P	:	Druckspannung
Q	:	Aktivierungsenergie
Q_b	:	Aktivierungsenergie der Korngrenzendiffusion
Q_k	:	Aktivierungsenergie des Kriechens
Q_s	:	Aktivierungsenergie der Oberflächendiffusion
Q_v	:	Aktivierungsenergie der Volumendiffusion
r_0	:	Atomabstand bei niedrigster potentieller Energie
r_c	:	Krümmungsradius der großen Halbachse der Ellipse
r_h	:	Krümmungsradius der kleinen Halbachse der Ellipse
R_u	:	universelle Gaskonstante
R	:	mittlerer Radius einer Ellipse
R_0	:	Anfangsmittelwert des Radius der Ellipse
R_m	:	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$:	0,2%-Dehngrenze
t	:	Zeit
T	:	Temperatur
T_m	:	absolute Schmelztemperatur
V	:	Volumen
δ_b	:	Korngrenzenschichtlage
δ_s	:	Oberflächenschichtlage
ε	:	Dehnung
$\dot{\varepsilon}$:	Dehnrage
ε_s	:	sekundäre Kriechdehnung
γ_b	:	Korngrenzenenergie
γ_s	:	Oberflächenenergie
μ	:	chemisches Potential
ρ	:	Dichte
Ω	:	Atomvolumen
σ	:	Spannung
σ_r	:	radiale Spannung
σ_t	:	tangentiale Spannung

1 Einleitung

In dieser Promotionsarbeit wird ein 300 µm dickes Blech aus Nickel-Chrom-Molybdän- (Ni-Cr-Mo-) Legierung von der Firma „Haynes International“, die den Namen Hastelloy® C-22® trägt, als Strukturmaterial verwendet. Die Aufgabe dieser Arbeit besteht darin, einen optimierten Parametersatz für das einachsige Diffusionsschweißen dieses Materials zur Herstellung eines Kreuzstrom-Mikrowärmetauschers (Abb. 1-1) zu finden, der aufgrund der Krafterleitung einige Schwierigkeiten gegenüber dem Gegenstrom-Wärmetauscher (Abb. 1-2) zeigt. Die Pfeile in den Abbildungen zeigen die Strömungsrichtung des kalten (Pfeile mit gestrichelten Linien) und heißen (Pfeile mit durchgezogenen Linien) Mediums. Es sollen bei den Diffusionsschweißuntersuchungen einige wichtige Rahmenbedingungen beachten werden:

- Keine große Veränderung des Materialgefüges wie Kornwachstum und Bildung von Ausscheidungen
- Vermeidung großer plastischer Deformation der Kanalstege ($\varepsilon \leq 5\%$)
- Die Schweißungen sollen ein hohe Zugfestigkeit und eine akzeptable Kerbschlagbiegeähigkeit besitzen.

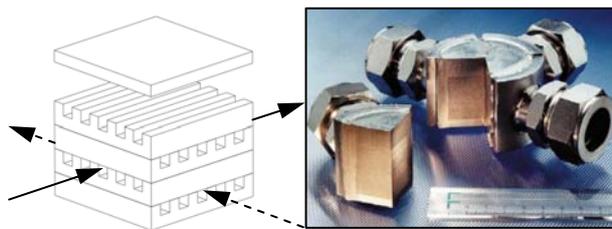


Abb. 1-1: Kreuzstrom-Wärmetauscher [1]



Abb. 1-2: Gegenstrom-Wärmetauscher [1]

Das Anwendungspotential für solche Kleinstapparate könnte insbesondere in der chemischen Technik liegen, dort wo die Abfuhr von extrem hohen Wärmeleistungen bei chemischen Reaktionen und deren exakte Temperaturkontrolle oft von entscheidender Bedeutung sind. Bei einem zukünftigen Einsatz in der chemischen Produktion kann mit einigen Mikrowärmetauschern ein konventionell großer Wärmetauscher ersetzt werden. Dadurch werden die Mengen der miteinander reagierenden, oft giftigen und explosiven Chemikalien drastisch erniedrigt, und entsprechend reduziert sich das Gefahrenpotential.

Die grundlegende Idee, chemische und thermische Prozesse in Mikrokanälen eines Mikrowärmetauschers zu führen, entstand vor ungefähr 15 Jahren im Forschungszentrum Karlsruhe [1]. Zu der Zeit wurde experimentell aufgezeigt, dass Wärmeübergänge in Mikrokanälen um bis zum Hundertfachen effektiver sind, als in den Strömungskämen von herkömmlichen Wärmetauschern. An der Entwicklung der Mikrowärmetauscher werden heutzutage verschiedene Institute des Forschungszentrums Karlsruhe beteiligt, wobei die technologische Herstellung am IMVT (Institut für Mikroverfahrenstechnik) durchgeführt wird. Die mittlerweile standardisierten Wärmetauscher haben drei unterschiedlichen Baugrößen, nämlich 1 cm³, 8 cm³ und 27 cm³, die jeweils eine Wärmeleistung von 20 kW, 60 kW und 200 kW übertragen können [1]. Daher ist es denkbar, dass parallel geschaltete Mikrowärmetau-

scher die mehrere Kubikmeter großen Rührkessel mit ihren unbefriedigenden Wärmeabföhreigenschaften ersetzen können.

Die bisherigen Mikrowärmetauscher werden mit Werkstoffen wie Edelstahl, Aluminium-Legierungen, Kupfer und Silber hergestellt. Für chemisch sehr aggressive Medien werden die in der chemischen Verfahrenstechnik angewandten korrosions- und hochtemperaturbeständigen Nickelbasislegierungen, wie Hastelloy® C-22®, eingeföhrt. Die Diffusionsschweißung von Hastelloy® C-22® erfolgte bislang mit einem Parametersatz, bei dem die Schweißtemperatur, die Druckspannung und die Schweißdauer bei 1100 °C, 20 MPa und 1 h liegen. Dieser Parametersatz kommt aber nicht aus detaillierten Untersuchungen zustande, sondern aus der Erfahrung beim Diffusionsschweißen mit anderen Materialien [2].

In einem Diffusionsschweißprozess spielen üblicherweise außer der plastischen Verformung und dem Kriechen die verschiedenen Diffusionsvorgänge sowie Verdampfungs- und Kondensationsprozess eine Rolle. Beim Diffusionsschweißen mit diesem hochtemperaturbeständigen Werkstoff werden Temperaturen bevorzugt, bei denen der Diffusionsvorgang den Schweißprozess so sehr unterstützt, dass die Schweißdauer minimiert werden kann. Diese kurze Schweißdauer, die vom wirtschaftlichen Blickwinkel her ein Vorteil ist, kann normalerweise nur bei sehr hohen Temperaturen realisiert werden, bei denen einige Komplikationen im Werkstoff auftreten können. Der Werkstoffwiderstand gegen plastisches Fließen in diesem Hochtemperaturbereich nimmt drastisch ab und noch dazu ist die Kriechneigung des Werkstoffes bei gegebener Druckspannung im Vergleich zu Niedertemperaturbereich viel größer. Das Diffusionsschweißen des Mikrowärmetauschers mit unkalkulierter hoher Druckspannung kann dazu föhren, dass die Trennwände oder die Stege zwischen den Mikrokanälen so stark deformiert werden, dass die Mikrokanäle teilweise oder sogar ganz dicht verschlossen werden.

Außerdem kann ein Diffusionsschweißprozess auch als ein Wärmebehandlungsprozess betrachtet werden, der in diesem Temperaturbereich zur starken Veränderungen der Gefügestrukturen mit maßgeblich negativen Auswirkungen auf das Werkstoffverhalten föhren kann. Eine sehr lange Diffusionsschweißdauer bei einer hohen Temperatur, die sich in dem Rekristallisationsbereich des Werkstoffes befindet, kann zu einer Kornvergrößerung föhren. Bei einem stark verformten Material, wie z.B. stark kaltverformtem Blechmaterial, kann sogar Rekristallisation vorkommen, wobei die Kornwachstumsgeschwindigkeit innerhalb eines kleinen Temperaturbereiches sehr hoch ist. Ein massives Kornwachstum, das zu Korngrößen von 100 µm (das 2-fache vom Anlieferungszustand) in den Stegen des Mikrowärmetauschers föhrt, die 100 µm dick sind, kann einen bedeutenden Festigkeitsverlust verursachen. Gleichzeitig nimmt das Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis der Kristallite ab, das den Angriffsweg von chemisch korrosiven Medien beim Betrieb eines Mikrowärmetauschers verkleinert.

Darüber hinaus kann in dieser bei der Lösungsglühungstemperatur homogenisierten und dann abgeschreckten Ni-Cr-Mo-Legierung in Abhängigkeit von der Schweißtemperatur eine Mo-reiche intermetallische Phase gebildet werden, die bevorzugt an den Gitterdefekten wie an den Korngrenzen ausgeschieden wird. Zusätzlich können Metallkarbide an Korngrenzen aufgrund des Kohlenstoffgehalts des Werkstoffes oder in der Schweißnaht wegen des hohen Kohlenstoffanteils auf den zu schweißenden Oberflächen gebildet werden. Diese Phasen können versprödetend wirken und die Zähigkeit des Werkstoffes herabsetzen. Außer dem Zä-

higkeitsverlust geht auch der Widerstand der Korngrenze gegen den chemischen Korrosionsangriff aufgrund der Cr-Verarmung in der Ausscheidungsphase zurück. Da der Temperaturbereich für die Bildung von Ausscheidungen in den Bereich für das Kornwachstum fließend übergeht oder sich sogar in einem gewissen, schmalen Bereich mit dem überlagert, können Veränderungen in der Mikrostruktur während des Diffusionsschweißens nicht vollständig vermieden werden.

Beim Diffusionsschweißen von Blechen kommen noch zusätzliche Schwierigkeiten aufgrund der Oberflächenverunreinigungen hinzu, die bei der Herstellung durch Walzen zustande kommen. Durch diese Verunreinigungen mit Fremdelementen kann eine hemmende Wirkung während des Diffusionsschweißprozesses auftreten.

Aufgrund aller dieser absehbaren Probleme werden im Rahmen dieser Arbeit Voruntersuchungen durchgeführt, die zu einer besseren detaillierten Kenntnis des Werkstoffes führen sollen. Auf der Basis dieser Kenntnis wird dann mit Hilfe eines Diffusionsschweißmodells, ein optimierter Parametersatz bestimmt, der zum Diffusionsschweißen von unstrukturierten Schweißproben verwendet wird. Nach dem erfolgreichen Schweißergebnis, das über die metallographische Untersuchung bzw. in Zug- und Kerbschlagversuchen festgestellt wird, wird der optimale Schweißdruck anhand einer FEM (**F**inite **E**lemente **M**ethode)-Berechnung korrigiert, mit deren Hilfe die Geometrie des Kreuzstromwärmetauschers und der damit verbundenen ungünstigen Krafteinleitung bei seiner Diffusionsschweißung berücksichtigt werden. Mit dem resultierenden Parametersatz wird eine dem Kreuzstromwärmetauscher ähnliche Probe hergestellt und diese anschließend mikroskopisch sowie mechanisch beurteilt.

2 Grundlagen des Diffusionsschweißens

2.1 Vorgeschichte und Anwendungsgebiete des Diffusionsschweißens

Das Diffusionsschweißen gehört zur Festkörperverbindungstechnik, und wird eigentlich schon seit langer Zeit praktiziert. Obwohl es keine genauen Angaben über die verwendete Methoden gibt, die schon Schmiede und Handwerker verwendet haben, ist es aber erkennbar, dass das Festkörper-Diffusionsschweißen schon mehr als 1000 Jahre existiert [3]. Ein Beispiel ist das berühmte japanische Schwert, das aus einem Stück Stahl beim Warmumformen in dünne Streifen gemacht wurde. Jeder Streifen wurde gefaltet, in zwei Hälften längsgerichtet und durch Hämmern bei hohen Temperaturen aufeinander geschweißt.

Die Untersuchung dieser Verbindungstechnik wurde erst vor ca. 50 Jahre begonnen. Heutzutage erstreckt sich die technologische Umsetzung auf ein sehr großes Gebiet, angefangen vom makroskopischen Bereich beispielsweise in der Raumfahrttechnik [4][5], dem Flugzeugbau [6] und zukünftig sogar in der Fusionstechnologie bis zum mikroskopischen Bereich [7][8][9], wie bei der Herstellung von Mikroreaktoren (z.B. Mikrowärmetauscher) [1].

In der Raumfahrttechnik wird Diffusionsschweißen bei der Herstellung von Treibstofftanks von Raketen und Raumfahrzeugen verwendet [4]. Damit kann gewährleistet werden, dass sich die Mikrostruktur des Werkstoffs im Verbindungsbereich nicht verändert. Das Material besitzt nach der Schweißung vergleichbare Eigenschaften wie die des Ausgangsmaterials insbesondere im Widerstand gegen chemischen Angriff durch den Treibstoff.

Im Flugzeugbau werden Diffusionsschweißverbindungen an vielen Stellen eingesetzt, die einer Höchstbelastung unterliegen. Zum Beispiel beinhalten die Landeklappenträger des Flugzeugs A300 aus Titanlegierung viele Diffusionsschweißnähte. Außer der guten Festigkeit stellt sich das Diffusionsschweißen in diesem Gebiet als kostengünstigeres Fügeverfahren dar. Anderes Beispiel ist die Ausgangsklappentür von British Aerospace Bae 125/800. Beim Einsatz des Diffusionsschweißens werden durch Verwendung von Titan statt vernietetes Aluminiumdesign viele Einzelteile und Verbindungselemente reduziert. Damit lassen sich bis 30 % der Kosten sparen. Die Verbindungsmethode einer Zugangsklappe von Airbus A310 und A320 wurde von vernietetem Aluminiumteilen zu diffusionsgeschweißten Titan umgeändert, so dass eine Gewichtsreduzierung von ca. 40 % erreicht wird [6].

Im Bereich zukünftiger Fusionsreaktoren soll das Diffusionsschweißen bei der Herstellung von Kühlplatten der Ersten Wand eingesetzt werden. Das für Erste-Wand-Komponenten geeignete Material ist nach derzeitigem Kenntnisstand der RAFM-Stahl EUROFER (RAFM: **R**educed **A**ctivation **F**erritic-**M**artensitic). Besonders interessant beim Diffusionsschweißen der Kühlplatten ist ihre Größe und die damit verbundene großflächige Schweißverbindung, die die Dichtigkeit der Kühlkanäle gewährleisten soll. Dabei soll eine Reduzierung der plastischen Deformation des gesamten Bauteiles durch eine geeignete Parameteroptimierung bei Vermeidung eines Festigkeitsverlustes erzielt werden. In der Abteilung Werkstoffmechanik 2 des Instituts für Materialforschung II (IMF II) wurde bereits die Optimierung von EUROFER-Diffusionsschweißverbindungen im Labormaßstab vollzogen [7][8]. Dabei konnte eine Festigkeit der Schweißungen wie die des ungeschweißten Ausgangsmaterials erreicht werden.

Die technologische Umsetzung in einem großen Format mit Außendimension von 465 mm x 205 mm und einer effektiven Schweißfläche von 32900 mm² wird zurzeit noch untersucht [9].

In der Mikrosystemtechnik wird das Diffusionsschweißen oft als Verbindungstechnik für Bauteile von Mikrofluidsystemen verwendet, die eine einfache Bauart und gute Festigkeit besitzen, chemisch beständig sind und zudem möglichst dicht und präzise sein müssen. Ein Beispiel dafür sind die Mikroreaktoren oder Mikrowärmetauscher.

Die im Forschungszentrum Karlsruhe konzipierten Wärmetauscher bestehen aus einigen hundert Mikrometer dicken Blechen, die auf der Oberfläche einseitig mit den Mikrokanalstrukturen versehen werden. Die Strukturierung erfolgt durch eine Drehmaschine, wobei das Blech auf eine Trommel gewickelt wird und durch das Drehen die einzelnen Kanäle eingearbeitet werden. Die Bauform eines Mikrowärmetauschers ist abhängig von den Strömungsrichtungen der heißen und kalten Medien. Beim Aufbau eines Kreuzstrom-Mikrowärmetauschers werden die strukturierten Bleche so gestapelt, dass die Mikrokanäle von einem Blech zum Nächsten kreuzförmig zueinander verlaufen. Die Gegenstrom-Mikrowärmetauscher bestehen dagegen aus zusammen gestapelten strukturierten Blechen mit überall gleichgerichteten Mikrokanälen. Die gestapelten und möglichst genau justierten Bleche werden in einem Hochtemperatur-Ofen bei reduzierender Atmosphäre und mit vorbestimmtem Parametersatz (Schweiß-Temperatur, -Druck, -Dauer) diffusionsgeschweißt.

2.2 Spontane plastische Deformation

Diffusionsschweißen metallischer Werkstoffe ist eine Hochtemperaturverbindungstechnik. Der Vorgang läuft üblicherweise in einer Schutzatmosphäre unter Anwendung einer konstanten Druckspannung bei hoher Temperatur ab. Unter dieser Bedingung sind außer Diffusionsprozessen noch zwei Prozesse wichtig, nämlich die spontane plastische Deformation und das Kriechen.

Wenn metallische Werkstoffe bei nicht zu hohen Temperaturen ($\leq 0,4T_m$ (absolute Schmelztemperatur) in K [10]), unter Zug verformt werden, verfestigen sie sich nach Überschreiten der Streckgrenze mit wachsender plastischer Verformung. Die plastische Verformung beruht auf der Erzeugung und der Bewegung von Versetzungen in den verformungsfähigen Körnern sowie auf ihrer Wechselwirkung mit Hindernissen, die ihre Bewegung in den Körnern und an den Korngrenzen entgegenwirken. Die Versetzungen treten je nach technologischer Vorgeschichte in den Körnern eines metallischen Werkstoffes mit mehr oder weniger großer Dichte auf. Unter dem Einfluss von Schubspannungen führt die Versetzungsbewegung zur relativen Verschiebung benachbarter Kornbereiche (Ableitung bzw. Abscherung von Gleitebenen) und damit zur Probenverlängerung. Bei ihrer Bewegung in den Gleitebenen der Körner treffen die Versetzungen auf verschiedenartige Hindernisse, die sich in zwei Komponenten unterscheiden lassen. Die kurz reichende Komponente ist durch die Versetzungsbewegung zum Überwinden der Hindernisse charakterisiert, welche kurz reichende innere Spannungsfelder haben und die nach wenigen Atomabständen abgeklungen sind. Die weit reichende Komponente wird durch die Versetzungsbewegung zum Überwinden von Hindernissen charakterisiert, die weit reichende Spannungsfelder besitzen und die über einige tausend Atomabstände wirken. In einer Legierung können beide Hindernisgruppen auftreten. In Legierungen mit vielen gelösten Zwischengitteratomen überwiegt die Wirkung der kurz reichenden

Komponente. Diese Hinderniskomponente kann von Gleitversetzungen unter Mithilfe von im Kristallgitter lokalisiert auftretenden thermischen Schwankungen überwunden werden. Bei Substitutionsmischkristallen hingegen spielt die weit reichende Komponente eine wichtige Rolle. Die thermische Gitterenergie hat dabei wenig Einfluss auf diese Hindernisart. Die Beeinflussung der beiden Hinderniskomponenten auf die Werkstoffwiderstände ist in Abb. 2-1 in zwei Temperaturbereichen schematisch dargestellt. Bereich I zeigt, dass der Werkstoffwiderstand stark von der Temperatur abhängig ist und aus zwei Anteilen zusammengesetzt ist [11].

$$R = R^* + R_E \quad (2-1)$$

Der thermische Anteil R^* wird immer geringer, wenn die Temperatur erhöht wird, und verschwindet letztendlich nach dem Überschreiten der Temperatur T_0 . Der Bereich I geht in den Bereich II über, wobei der athermische Anteil R_E übrig bleibt. Der Bereich III schließlich weist wieder eine stärkere Temperaturabhängigkeit infolge dynamischer Erholungsprozesse auf, die durch Diffusions- und Versetzungskriechen gesteuert sind.

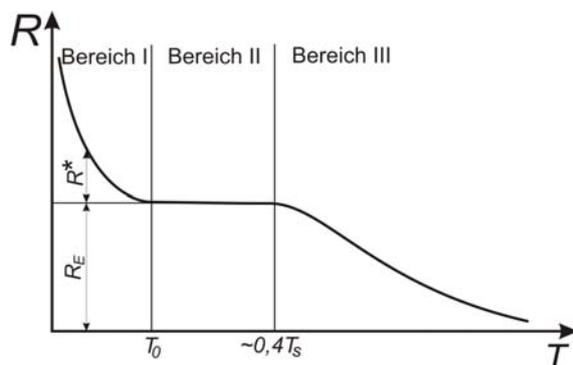


Abb. 2-1: Einfluss der Temperatur auf der Werkstoffwiderstand [12]

Einachsige Zugversuche werden durchgeführt, um das statische Werkstoffverhalten bei höheren Temperaturen zu untersuchen. Zwei wichtige Kenngrößen, die aus der beim Zugversuch ermittelten Spannungs-Dehnungs-Kurve bestimmt werden, sind die Streckgrenze, R_{es} und die Zugfestigkeit, R_m . Diese beiden Kenngrößen beschreiben jeweils den Werkstoffwiderstand gegen Einsetzen plastischer Deformation bzw. den Werkstoffwiderstand gegen die beginnende Brucheinschnürung und sind für einen gegebenen Werkstoff von der Temperatur

und der Verformungsgeschwindigkeit abhängig.

Aufgrund der Schwierigkeiten bei der Bestimmung der Streckgrenze wird im technischen Bereich stattdessen die 0,2%-Dehngrenze, $R_{p0,2}$ verwendet, die der Werkstoffwiderstand gegen die Überschreitung einer plastischen Verformung von 0,2% ist.

Die Fließspannung eines metallischen Werkstoffes steigt mit zunehmender Versetzungsdichte, die mit dem Umformgrad zunimmt. Für eine bestimmte Verformung ist die Versetzungsdichte aber eine Funktion der Temperatur, so dass die zunehmende Festigkeit eines Metalls von der Temperatur abhängig ist. In vielen Fällen nimmt die Verfestigung einer Probe nach einer bestimmten Dehnung bei zunehmender Temperatur ab.

2.3 Diffusion

Ein Diffusionsvorgang geschieht sowohl in Flüssigkeiten und Gasen als auch in Festkörpern. In Flüssigkeiten und Gasen wechseln die Atome und Moleküle ständig den Ort und befinden sich so in ständiger Bewegung, der sogenannte Brownschen Bewegung. Die Diffusion kann auch durch eine poröse Wand oder Membran hindurch erfolgen.

Im Festkörper wie z.B. in Metallen bezieht sich die Diffusion auf den Massentransport von Atomen auf der freien Oberfläche, entlang den Korngrenzen und durch das Gitter des kristallinen Körpers. Diffusionsprozesse in Metallen und Legierungen sind grundlegend und führen zu unterschiedlichen Hochtemperatureffekten wie Erholung, Rekristallisation, Kornwachstum, Sintern und Kriechen.

Die mathematische Beschreibung des Diffusionsvorgangs erfolgt auf der Basis der Fickschen Gesetze. Die treibende Kraft ist der Konzentrationsunterschied, der zum Teilchenstrom bis zum Konzentrationsausgleich führt. Die Diffusionsstromdichte j ist proportional zum Konzentrationsgradienten. Dies wird als das 1. Ficksche Gesetz [13] beschrieben. Im dreidimensionalen Fall ergibt sich daraus für die Stromdichte folgende Gleichung:

$$j = -D\nabla c_a \quad (2-2)$$

Dabei ist D der Diffusionskoeffizient und c_a die Atomkonzentration. Die zeitliche Änderung der Konzentration wird aus Kontinuitätsgleichung und dem 1. Fickschen Gesetz hergeleitet. Dabei ergibt sich das 2. Ficksche Gesetz, das sich für einen richtungsunabhängigen Diffusionskoeffizienten wie folgt schreiben lässt:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D\Delta c_a \quad (2-3)$$

Der Diffusionskoeffizient D hängt stark von der Temperatur ab. Die Abhängigkeit ist dadurch begründet, dass die Diffusion durch die thermische Bewegung der Atome aktiviert wird. Der thermisch aktivierte Prozess wird üblicherweise mit Hilfe eines Boltzmann-Faktors beschrieben:

$$D = D_0 \cdot e^{-\frac{Q}{k_B T}} \quad (2-4)$$

Dabei bezeichnet D_0 den Vorfaktor des Diffusionskoeffizienten, k_B die Boltzmannkonstante und T die Temperatur. Die Aktivierungsenergie Q hängt dabei von den Details der jeweiligen Bewegung ab und wird daher im Falle eines Metalls je nach Kristallstruktur unterschiedlich sein. Im Festkörper ist sie mit der absoluten Schmelztemperatur T_m des Elementes korreliert. Je höher die Schmelztemperatur der Substanz desto höher ist die Aktivierungsenergie, d.h. um die gleiche Diffusionsgeschwindigkeit bei der Substanz mit der höheren Schmelztemperatur zu erzielen, muss die Temperatur des Systems erhöht werden.

Im atomistischen Bild beruht die Diffusion in Metallen auf dem durch thermische Fluktuationen bedingten Platzwechsel der Atome. Der Platzwechsel geschieht durch vier Grundtypen der Diffusionsmechanismen [14].

a. direkter Austauschmechanismus

Der einfachste Mechanismus ist der direkte Austausch benachbarter Atome im Kristallgitter. Bei diesem Mechanismus muss sich das Atomgitter so stark elastisch deformieren, dass es genügend Raum für zwei Atome gibt, ihre Plätze miteinander zu wechseln. In dicht gepackten Gittern ist ein solcher Prozess jedoch wegen der damit verbundenen starken zwischenzeitlichen Gitterdeformationen sehr unwahrscheinlich.

b. Zwischengittermechanismus

Beim direkten Zwischengittermechanismus springt ein interstitielles Atom direkt von einem Zwischengitterplatz auf einen unbesetzten benachbarten Zwischengitterplatz. Dieser Mechanismus ist besonders günstig für Fremdatome mit kleinen Atomradien, die einerseits gut in die Gitterlücken passen und andererseits beim Diffusionssprung das Wirtsgitter nicht zu stark deformieren. Bei größerem Radius des Einlagerungsatoms kann es günstiger sein, wenn es nicht direkt auf einen anderen Zwischengitterplatz springt, sondern ein Nachbaratom aus seinem regulären Gitterplatz verdrängt, welches dann einen Zwischengitterplatz einnimmt (indirekte Zwischengitterdiffusion).

c. Ringmechanismus

Bei diesem Mechanismus bewegen sich vier Atome zirkelförmig und tauschen ihre Plätze miteinander aus. Für Substitutionsmischkristalle mit kubisch raumzentrierten Gitter ist der Ringaustauschmechanismus nach Zener [11] wahrscheinlicher als der direkte Austauschmechanismus wegen der kleineren Gitterstörung während des Sprungs. Deshalb benötigen die Atome weniger Energie für den Diffusionsvorgang.

d. Leerstellenmechanismus

Im thermischen Gleichgewicht enthält jeder Kristall unbesetzte Gitterplätze oder Leerstellen. Beim einfachen Leerstellenmechanismus springt ein Atom in eine benachbarte Gitterlücke, wobei es natürlich an seinem ursprünglichen Ort eine neue Leerstelle hinterlässt. Es sieht so aus, als ob die Leerstellen diffundieren und zwar in die entgegen gesetzte Richtung wie der Materialtransport. Deshalb wird der Vorgang auch als Diffusion der Leerstelle bezeichnet.

Der Leerstellenmechanismus ist in den meisten Metallen und Legierungen wirksam und spielt bei der Diffusion in kubisch-flächenzentrierten Metallen die dominierende Rolle. Wird die Aktivierungsenergie der Selbstdiffusion von verschiedenen Diffusionsmechanismen in Metallen betrachtet, zeigt es sich deutlich, dass die Aktivierungsenergie des Leerstellenmechanismus am niedrigsten ist. Nach der theoretischen Berechnung [15] besitzt Kupfer zum Beispiel eine Aktivierungsenergie von 1008 kJ/mol für den direkten Austauschmechanismus, 966 kJ/mol für den Zwischengittermechanismus, 378 kJ/mol für den Ringmechanismus und 269 kJ/mol für den Leerstellenmechanismus. Das experimentelle Ergebnis zeigt, dass die Selbstdiffusion von Kupfer 210 kJ/mol beträgt. Dieser Wert liegt sehr nah an dem des Leerstellenmechanismus.

Dieser Diffusionsmechanismus kann auf der Oberfläche viel schneller ablaufen als im Gitter, denn die Bewegung von Atomen auf einer Oberfläche ist nur wenig eingeschränkt. Viel schneller als durch das Gitter (man spricht auch vom Volumen) ist die Diffusion über innere Grenzflächen, also Korngrenzen, die für die Hochtemperaturverformung eine wichtige Rolle spielen. Bei tieferen Temperaturen, wenn die Volumendiffusion praktisch eingefroren ist, kann die Korngrenzendiffusion den Hauptteil des Massentransportes übernehmen. Ein Beispiel ist der Vergleich zwischen dem Einkristall und dem Polykristall [13]. Bei tiefen Temperaturen hat der Polykristall einen viel höheren Diffusionskoeffizienten als der Einkristall, weil

der Materialtransport zum größten Teil über Korngrenzen verläuft. Bei hohen Temperaturen, wenn Diffusion im Volumen stattfinden kann, sind die gemessenen Diffusionskoeffizienten in beiden Kristallen ungefähr gleich. Der Grund ist die hier überwiegende Volumendiffusion, weil die Korngrenzen nur einen geringen Teil des Gesamtquerschnitts ausmachen. Daher ist der betreffende Materialtransport in der Korngrenze viel kleiner als im Volumen. Wird die Diffusion durch das Volumen, entlang von Korngrenzen und über Oberflächen verglichen, so ergibt sich die geringste Aktivierungsenergie für Oberflächendiffusion und die höchste für die Volumendiffusion (vgl. Tab. 4-2).

2.4 Kriechen

Das weitere statische Werkstoffverhalten, das als Kriechen bezeichnet wird, tritt normalerweise bei sehr hoher Temperatur auf. Für technische Anwendungen wird Kriechen bei Temperaturen

$$T \geq 0,4T_m \text{ in [K]} \quad (2-5)$$

relevant und daher auch untersucht [10]. Dieser Temperaturbereich ist genau der Bereich III in der Werkstoffwiderstandskurve (Abb. 2-1), in dem auch Diffusionsvorgänge ablaufen.

Beim Anlegen einer hinreichend großen konstanten Spannung, die sogar in manchen Fällen noch im elastischen Bereich liegen kann, treten in diesem Temperaturbereich zeitabhängige plastische Verformungen auf. Untersuchungen des Materialkriechverhaltens können unter Zug-, Torsions-, Biegungs- und Druckbeanspruchung durchgeführt werden [16]. Die resultierende Formänderung wird in der Regel als Funktion der Zeit kontinuierlich oder aber nach bestimmten Beanspruchungsintervallen gemessen. Die Auftragung dieser Parametergrößen ergibt die üblichen in Abb. 2-2 dargestellten Kriechkurven, die immer steiler werden je größer die angelegte Spannung ist.

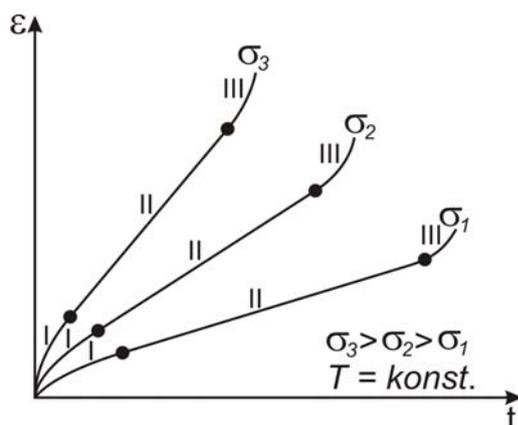


Abb. 2-2: Kriechdehnung in Abhängigkeit von der Zeit bei Versuchen mit konstanten technischen Spannungen

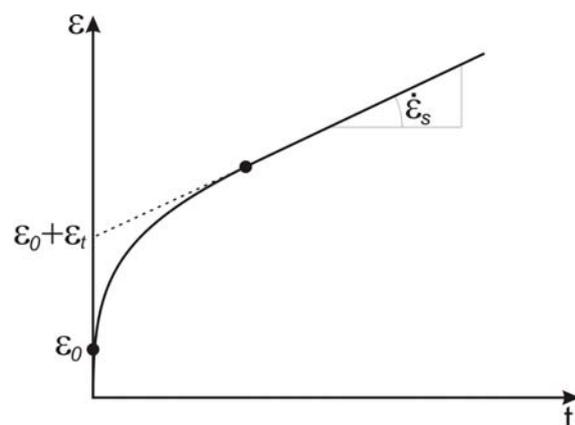


Abb. 2-3: primäre und sekundäre Kriechbereiche

In der Regel lässt sich jede dieser Kurven in drei Bereiche gliedern, die als primäres, sekundäres und tertiäres Kriechen bezeichnet werden. Bei der Belastung setzt im Regelfall ein Kriechvorgang mit großer Geschwindigkeit ein. Vor dem Einsetzen der zeitlich abhängigen Dehnung wird unmittelbar nach Lastaufgabe eine spontane Anfangsdehnung ε_0 (Abb. 2-3)

festgestellt. Obwohl die angelegte Spannung kleiner als die Fließspannung ist, ist die Anfangsdehnung nicht überall elastisch, sondern besteht aus elastischen und plastischen Anteilen. Die Kriechgeschwindigkeit, $\dot{\varepsilon}$ nimmt aber im primären Kriechbereich ab und erreicht im sekundären Bereich einen stationär bleibenden Wert, $\dot{\varepsilon}_s$. Für eine bestimmte Zeitdauer bleibt $\dot{\varepsilon}_s$ konstant, und steigt im tertiären Bereich bei einachsiger Zugbeanspruchung abermals an, bis der Bruch eintritt. Die in Abbildung Abb. 2-2 gezeigten Kurven sind die üblichen Kriechkurven bei Zugbeanspruchung mit konstanter Ingenieurspannung, wobei die Zuglast für die ganze Versuchsdauer konstant gehalten wird [17]. Mit konstanter Last steigt die wahre Zugspannung mit zunehmender Kriechdehnung immer weiter an und bewirkt, dass das Material noch schneller kriecht. Im Gegensatz zum Versuch mit konstanter Zuglast verläuft die Steigung der Kriechkurve bei Versuchen mit konstant gehaltener wahrer Spannung im zweiten und dritten Bereich etwas flacher und die entsprechende Kriechdauer bis zum Bruch ist länger (Abb. 2-4).

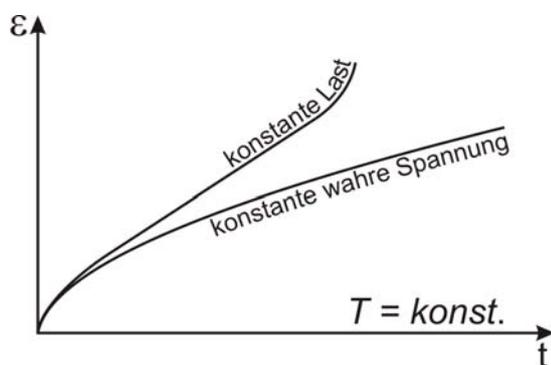


Abb. 2-4: Kriechkurve: konstante Last und konstante wahre Spannung [17]

Bei der einachsigen Druckbeanspruchung ist es umgekehrt, weil bei konstanter Last die Druckspannung immer abnimmt, je größer die Kriechdehnung ist. Allerdings wird die Ermittlung einer wahren Druckspannung durch die Ausbildung einer charakteristischen Tonnenform erschwert [16]. Diese Ausbauchung ist nicht wie die Einschnürung bei der Zugbeanspruchung auf die Spannungsabhängigkeit der Fließgeschwindigkeit zurückzuführen, sondern auf die Reibung zwischen der Stirnfläche der Probe und der Fläche des Drucktellers. Darauf

entstehen beidseitig verformungsarme Druckkegel innerhalb der Probe. Insgesamt ist der Verformungsvorgang an Druckproben inhomogener als beim Zugversuch. Die Ausbauchung lässt sich durch geeignete Schmierung der Auflageflächen weitgehend mindern.

Die primären und sekundären Kriechbereiche (Abb. 2-3) lassen sich über den exponentiellen Ansatz von McVetty und Garofalo gut beschreiben [16].

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \varepsilon_t (1 - e^{-mt}) + \dot{\varepsilon}_s t \quad (2-6)$$

Der mittlere Term der rechten Seite beschreibt das Übergangskriechen mit der nichtlinearen Kriechdehnung, wobei m die Geschwindigkeitskonstante ist, die angibt, nach welcher Zeit der Klammerausdruck hinreichend nahe an 1 ist. Der letzte Term beschreibt den Kriechdehnungsanteil im sekundären Kriechbereich, der auch als stationärer Kriechbereich bekannt ist.

Der sekundäre Kriechbereich ist der technisch wichtigste Bereich, weil die stationäre Kriechgeschwindigkeit bei der Abschätzung der Lebensdauer eines kriechverformten Materials die wesentliche Rolle spielt. Außer von den Verformungsbedingungen, wie der angelegten Spannung und der Verformungstemperatur hängt diese Kriechgeschwindigkeit stark von den Materialeigenschaften und insbesondere von dem Diffusionskoeffizienten und den Versetzungen ab. Die stationäre Kriechgeschwindigkeit lässt sich in Abhängigkeit von der angelegten Spannung und der Temperatur durch ein Potenzgesetz mathematisch so beschreiben:

$$\dot{\epsilon}_s = A \sigma^n e^{-\frac{Q_k}{R_u T}} \quad (2-7)$$

wobei A ein vom Werkstoffzustand abhängiger Faktor ist. Der Wert des Spannungsexponenten n liegt für viele metallische Werkstoffe häufig zwischen 3 und 5. Ein noch deutlich höherer Wert ergibt sich für mehrphasige Legierungen. Seltener wird ein Spannungsexponent von 1 bis 2 gefunden [16]. Die freie Aktivierungsenergie, Q_k des Kriechens ist oftmals bei hohen Temperaturen in der Größenordnung der Aktivierungsenergie der Selbstdiffusion [17].

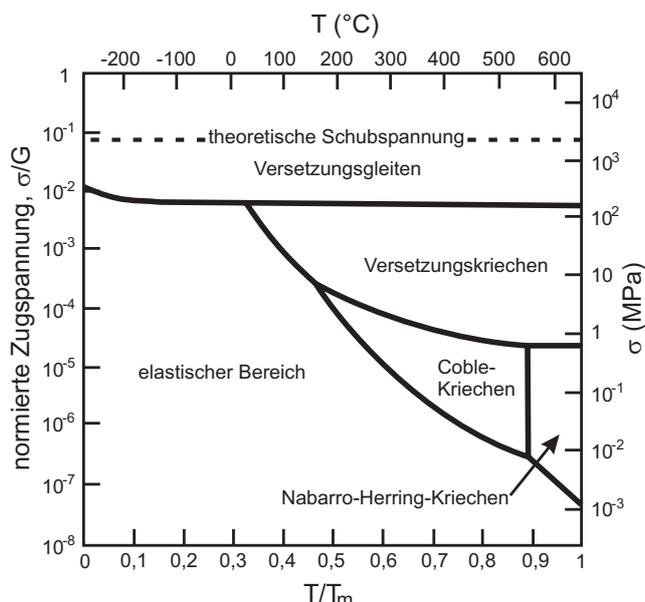


Abb. 2-5: Deformationsmechanismen-Karte von Aluminium nach Ashby ([18], Seite 288)

Dieses zeigt, dass der Mechanismus des Kriechens mit der Diffusion über Leerstellen in Verbindung gebracht wird. Allerdings verursachen die Leerstellen nicht einen Massentransport zur Formänderung, sondern verhelfen vielmehr den Stufenversetzungen zur Überwindung von Hindernissen durch Verlassen ihrer Gleitebenen. Diese Vorgehensweise wird als Versetzungskriechen bezeichnet. Wenn die Leerstellen am Versetzungskern anlagern, entfernen sie damit die Atome am Versetzungskern, wodurch die Versetzung auf die benachbarte Gleitebene klettert. Um eine Versetzung klettern zu lassen, bedarf es vieler Leerstellen. Da bei hohen Temperaturen eine genügend große Leerstellenkonzentration

im Gitter vorhanden ist, verläuft der diffusionsgesteuerte Kletterprozess praktisch kontinuierlich. Um die verschiedenen Verformungsmechanismen besser zu verstehen, hat Ashby Deformationsmechanismen-Karten entwickelt. Als Beispiel sei die Deformationsmechanismen-Karte von Aluminium (Abb. 2-5) genannt. Auf der Karte werden verschiedene Bereiche angezeigt, die jeweils auf einen bestimmten dominanten Kriechmechanismus hinweisen. Die Grenzlinien zwischen zwei verschiedenen Bereichen werden beim Gleichsetzen der Kriechrate der verschiedenen Mechanismen gerechnet. Die Deformationsmechanismen-Karte in Abb. 2-5 zeigt, dass das Versetzungskriechen bei einer Temperatur ca. $0,4 T_m$ anfängt.

Bei sehr hohen Temperaturen und sehr niedrigen Spannungen werden auch Kriechvorgänge beobachtet, die nicht auf eine Versetzungsbewegung zurückzuführen sind, sondern allein durch Diffusionsströme verursacht werden. Dabei wird Material von den unter Druckspannung stehenden Gebieten eines Kornes zu Stellen unter Zugspannung befördert, wodurch sich eine Probe in Zugrichtung verlängert, bzw. in Druckrichtung verkürzt. Der Grund für diesen Materialfluss ist die Abhängigkeit des chemischen Potentials der Atome vom elastischen Spannungszustand. Da die Verformung ausschließlich von der Diffusion verursacht wird, ist die Kriechgeschwindigkeit vom Diffusionsstrom der Atome bestimmt, welche proportional zur treibenden Kraft ist. Der Materialtransport kann sowohl durch das Atomgitter als auch durch die Korngrenzen erfolgen. Bei sehr hohen Temperaturen dominiert der Materialtransport durch das Atomgitter. Eine genaue Berechnung der Kriechrate dieses Kriechmechanismus wurde zuerst von Nabarro und Herring durchgeführt, so dass diese Art des Diffusionskrie-

chens auch als Nabarro-Herring-Kriechen [19][20] bezeichnet wird. Bei nicht ganz so hohen Temperaturen und in feinkörnigerem Material kann der Materialfluss durch die Korngrenzen den Volumenstrom übertreffen und das Diffusionskriechen bestimmen. Diese Art von Diffusionskriechen wurde als Coble-Kriechen [21] bezeichnet.

2.5 Diffusionsschweißen

Es existieren zwei Arten von Diffusionsschweißen, die je nach Aggregatzustand während des Schweißprozesses als Festkörper-Diffusionsschweißen und Flüssigphasen-Diffusionsschweißen bezeichnet werden. Bei Festkörper-Diffusionsschweißen laufen alle Reaktionen im festen Zustand ab. Beim Flüssigphasen-Diffusionsschweißen wird eine Zwischenschicht benötigt, die bei der Reaktion mit den zu verbindenden Materialien einen eutektischen Zustand bilden kann, die die Schweißtemperatur erniedrigt. Bevor sich die flüssige Phase bildet, ist der Prozess ähnlich wie der des Festkörper-Diffusionsschweißens. Sobald die flüssige Phase gebildet ist, entspricht der Prozess einem Lötprozess. Das Zwischenschicht-Material soll aber von der Verbindungsstelle in die Matrix der zu verbindenden Materialien herausdiffundieren. In dieser Arbeit wird ausschließlich das Festkörper-Diffusionsschweißen weiterhin besprochen und der Einfachheit halber als Diffusionsschweißen bezeichnet.

Das Internationale Institut für Schweißen definiert das Diffusionsschweißen als einen Prozess zum Erstellen einer monolithischen Verbindung durch die Bildung von Verbindungen auf atomistischer Ebene, als ein Resultat von der Schließung der aufeinander gestoßenen Oberflächenpaare aufgrund der lokalen plastischen Deformation bei erhöhten Temperaturen, welche die Diffusion auf den Oberflächenschichten des zu verbindenden Materials unterstützen. Diese Definition wurde nach N.F. Kazakov's – Empfehlung [22] übernommen.

Diffusionsschweißen ist eine Feste-Phase-Verbindungstechnik und gehört zur Kategorie Press-Schweißen neben dem Reibrührschweißen, Ultraschallschweißen, Explosionsschweißen und Gasdruckschweißen. Je nach der Art des Schweißdrucks sind verschiedenen Namen von Diffusionsschweißprozessen bekannt. Das einachsige Diffusionsschweißen verwendet den Schweißdruck, der einachsige die zu schweißenden Körper beansprucht. Beim HIP (**H**eiß-**I**sotatischen **P**ressen)- Diffusionsschweißen handelt es sich um einen Diffusionsschweißprozess, bei dem statt des einachsigen Schweißdrucks ein hydrostatischer Druck verwendet wird.

Im Vergleich zu anderen Verbindungstechniken bietet Diffusionsschweißen einige Vorteile:

1. hohe Festigkeitswerte, die sogar im Bereich des ungeschweißten Ausgangsmaterials liegen können.
2. Erzielen der minimalen mikrostrukturellen Veränderungen des Grundmaterials durch die Steuerung der Diffusionsparameter.
3. Verbindung mit geringer (< 5 %) plastischer Deformation des Ausgangsmaterials möglich.

4. Ermöglichung der Herstellung einer Schweißverbindung zwischen sehr unterschiedlichen Materialien wie Edelstahl-Keramik, Aluminium-Stahl oder Aluminium-Titan.
5. Ermöglichung der Herstellung einer flächenhaften Schweißverbindung von Bauteilen mit komplizierten Innengeometrien, wie z.B. Kanalstrukturen im Mikrowärmetauscher.
6. hoch wirtschaftlich, da Diffusionsschweißen im Prinzip keine Zwischenschicht braucht und komplizierte Bearbeitung nach dem Schweißen nicht nötig ist.

Die Auswahl der zu verbindenden Materialien hat ein breites Spektrum. Theoretisch können alle Metalle sowohl gleichartige als auch verschiedene verbunden werden. Sogar die Verbindung zwischen Metallen und Keramiken ist mit diesem Verfahren möglich. Ein Grund, warum diese Verbindungstechnik nicht umfassender verwendet wird, sind die grundlegende Schwierigkeiten wie Oxidschichten an den zu verschweißenden Oberflächen, unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten oder die Bildung von Reaktionsphasen. Beispielsweise ist das Verfahren zum Diffusionsschweißen von Titan sehr erfolgreich, während das Diffusionsschweißen mit Aluminium immer problematisch ist. Der grundlegende Unterschied liegt daran, dass das Titan seine Oxidschicht auf der Oberfläche in die Matrix auflösen kann. Die Oxidschicht von Aluminium ist dagegen sehr stabil und verbleibt immer in der Schweißnaht. Sie verschlechtert die mechanischen Eigenschaften, so dass das Diffusionsschweißen von Aluminium im Allgemeinen nicht angewandt wird [6]. Ein anderes Beispiel ist der Diffusionsschweißprozess von zwei ungleichen Materialien, die ganz unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten besitzen [23], so dass starke Eigenspannungen in der Schweißnaht erzeugt werden, die zu Verbindungsfehlern führen können. Beim Diffusionsschweißen von unterschiedlichen Werkstoffen kann sogar aufgrund der Interdiffusion zwischen den beiden Materialien in der Schweißnaht eine intermetallische Phase gebildet werden, die häufig spröde ist [24][25].

2.6 Theorie über die Bildung einer Verbindung im festen Zustand

2.6.1 Hypothesen über eine Verbindung

Es ist interessant zu wissen, wie eine permanente Verbindung ohne die Existenz von flüssiger Phase hergestellt werden kann. Die Wissenschaftler haben versucht, diese Frage mit Hilfe einiger Hypothesen zu erklären. Die geläufigen Hypothesen werden folgendermaßen beschrieben.

2.6.1.1 Energie-Hypothese

Alle Metalle und ihre Legierungen besitzen die Eigenschaft, aufeinander zu haften, wenn zwei absolut glatte und saubere Oberflächen bis in der Reichweite der interatomaren Kraft aufeinander angebracht werden, so dass die Grenzfläche verschwindet und eine metallische Bindung erzeugt wird. Die Verbindung wird ohne Zufuhr zusätzlicher Energie hergestellt und besitzt die gleiche Festigkeit wie das Ausgangsmaterial. Ein Beispiel ist die Verbindung von Si (**S**ilizium)-Wafeln, die sich nur mit geringer Anpresskraft miteinander verbinden zu lassen.

2.6.1.2 Film-Hypothese

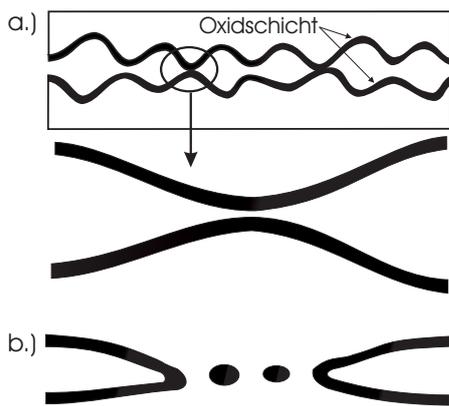


Abb. 2-6: a.) Oxidschicht auf der Grenzfläche,
b.) gebrochene spröde Oxidschicht

Die unterschiedliche Schweißbarkeit zwischen verschiedenen Materialien wird aufgrund der Existenz extrem dünner Schichten auf der Oberfläche (Abb. 2-6.a) erklärt, bei der es sich bei den meisten Metallen um eine Oxidschicht handelt. Die Oxidschicht, die die Verbindung verhindert, kann hart, spröde, viskos oder plastisch sein. Wenn die zu verbindenden Metalle bei niedriger Temperatur plastisch verformt werden, bricht die spröde Oxidschicht auf (Abb. 2-6.b). Saubere Metalloberfläche wird gebildet und aufgrund der interatomaren Kraft bilden die beiden Metallkörper eine starke Verbindung. Wenn aber eines der zu verbindenden Materialien über eine duktile Oxidschicht verfügt, die sich plastisch mitverformt und seitlich ausdehnt, kann keine Verbindung zustande kommen.

Kvasnitsky et. al. [26] hat herausgefunden, dass Nickel eine Oxidschicht auf der Oberfläche bildet, die sich aber bei einer Temperatur zwischen 900 °C und 1200 °C in die Matrix auflösen kann. Anders als pures Nickel, besitzen die Nickellegierungen wegen ihrer Legierungselemente wie Chrom eine hartnäckige Oxidschicht. Die Oxidschicht der Hochtemperaturlegierung ist thermodynamisch sehr stabil, so dass sie sich bei einem Vakuum von $1,3 \cdot 10^{-2}$ Pa bis $1,3 \cdot 10^{-3}$ Pa nicht vom Metall trennen lässt. Obwohl sich die Oxidschicht bei der plastischen Verformung zerstückeln lässt, kann sie an der Schweißnaht eine ungünstige Wirkung auf die Qualität der Schweißfläche bewirken. Deshalb soll vor dem Diffusionsschweißen von Hochtemperaturlegierungen die Oxidschicht abgetragen werden, so dass die zu schweißenden Oberflächen aktiviert werden. Dazu bevorzugte Shirzadi et. al. [27] das Schleifverfahren. Um die geschliffene Oberfläche von Reoxidation zu schützen, haben sie eine Methode entwickelt und patentiert [28]. Bei dieser Methode wird die Oberfläche der Schleifscheibe mit einem Metall überzogen, das eine niedrige Schmelztemperatur hat, wie z.B. Gallium mit einer Schmelztemperatur von 29,76 °C. Während des Schleifvorganges schmilzt das Metall und bedeckt die Probenoberfläche. Während des Diffusionsschweißprozesses im Vakuum schmilzt der Überzug schon in der Aufheizphase, und wird aus der Schweißnaht gedrängt, so dass die Schweißung zwischen den beiden Oberflächen oxidfrei abläuft.

2.6.1.3 Rekristallisations-Hypothese

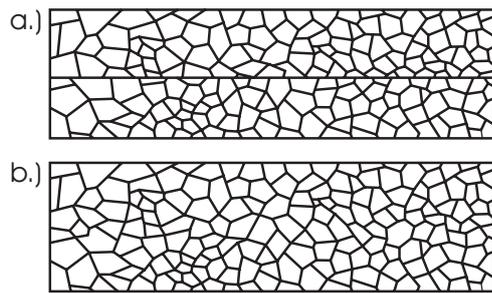


Abb. 2-7: a.) Vor der Rekristallisation, b.)
Nach der Rekristallisation

Diese Hypothese macht eine Rekristallisation an der Schweißnaht für eine starke Verbindung verantwortlich. Rekristallisation bedeutet die Gefügebildung bei der Wärmebehandlung verformter Metalle. Dabei bewegen sich die Gitteratome des der plastischen Deformation ausgesetzten Materials bei erhöhter Temperatur von einer Oberfläche zu anderen Seite der Schweißnaht. Als Ergebnis bilden sich gemeinsame Körner an der Schweißnaht.

2.6.1.4 Versetzungs-Hypothese

Die Grundgedanken dieser Hypothese sind die Bewegung der Versetzungen an der Kontaktfläche aufgrund plastischer Deformation. Sie verursachen Unebenheiten auf der Oberfläche, die wesentlich mehr plastische Deformation im Vergleich zum gesamten Probenkörper fördern. Die Bildung der Verbindung ist das Resultat von plastischem Fließen des Materials in die Kontaktzone.

2.6.1.5 Diffusions-Hypothese

Die Bildung einer einwandfreien Verbindung zwischen zwei Oberflächen in Kontakt ist abhängig von der Diffusion der Atome. Im Bereich, in dem die Oberflächen beider Proben zusammentreffen, gibt es viele Gitterdefekte, die eine erhöhte Mobilität vor allem bei hohen Temperaturen haben. Läuft das Ausheilen dieser Defekte für eine ausreichend lange Zeit und werden dabei alle Leerstellen und Poren gefüllt, entsteht eine starke Verbindung der beiden Proben.

2.6.2 Bildung einer Diffusionsschweißverbindung

In der Realität existieren ideal glatte und absolut saubere Oberflächen aber nicht. Die realen Oberflächen sind normalerweise mit Fremdpartikeln verschmutzt bzw. von Oxidschichten bedeckt und niemals ideal glatt (Ausnahme: Si-Wafer). Alle Proben, egal wie gut und präzise sie maschinell bearbeitet werden, zeigen immer wellige und raue Oberflächen mit einer großen Anzahl von Rauheitsspitzen. Beim Aneinanderlegen von zwei Proben berühren sich die Rauheitsspitzen von beiden Seiten, so dass keine kontinuierliche Verbindung stattfindet, weil zwischen den Rauheitsspitzen Hohlräume gebildet werden. Im unbelasteten Zustand beträgt trotz der großen Anzahl der einander berührenden Rauheitsspitzen die totale Kontaktfläche je nach Rauheit nur einen kleinen Bruchteil der gesamten zu verbindenden Fläche (A_g), z.B. zwischen $0,00001 A_g$ bis zu $0,01 A_g$ [15]. Es ist offensichtlich, dass mit so wenig Kontaktfläche keine Verbindung hergestellt werden kann, die eine annähernd so gute Festigkeit wie das ungeschweißte Ausgangsmaterial besitzt. In diesem Fall wird eine solche Verbindung nicht als Schweißung sondern als Haftung bezeichnet. Für eine Schweißverbindung muss

die Haftverbindung auf der gesamten Fläche gleichmäßig vorhanden sein, so dass eine kontinuierliche Verbindung zustande kommt.

Für die Herstellung einer guten Schweißverbindung müssen die Atome von beiden zu verbindenden Oberflächen in den Abstand der atomaren Bindung (r_0) gebracht werden. Die Abnahme und Zunahme des Atomabstands erhöht ihre potentielle Energie und damit verlässt das System das stabile Gleichgewicht. Die Wirkung des Atomabstandes auf die potentielle Energie ist in Abb. 2-8 dargestellt.

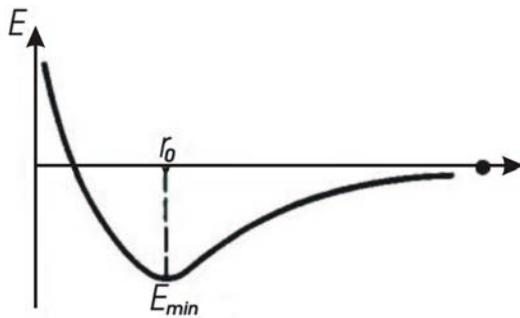


Abb. 2-8: Potentielle Energie als eine Funktion des Atomabstands

Damit der Abstand, r_0 , erreicht wird, müssen beide Probenhälften unter einachsiger Druckspannung mit der Krafrichtung senkrecht zur Verbindungsfläche genügend aufeinander gedrückt werden. Die zusammentreffenden Rauheitsspitzen werden lokal plastisch so stark deformiert, dass lokal ein atomarer Abstand erreicht wird und die interatomistischen Anziehungskräfte anfangen zu wirken. Dieses wird aber niemals gleichmäßig auf den gesamten Oberflächen für eine kontinuierliche Verbindung

erreicht, ohne dass eine bemerkenswerte plastische Deformation des gesamten Probenkörpers in Erscheinung tritt. Um diese zu vermeiden, muss die plastische Deformation mit Diffusionsvorgängen bei hoher Temperatur zusammenwirken.

Die hohe Temperatur erniedrigt die Fließspannung des Materials, d.h. die benötigte Druckspannung wird viel niedriger, und verstärkt gleichzeitig die thermisch aktivierten Diffusionsvorgänge im Material. Grundsätzlich sind die Vorgänge beim Diffusionsschweißen und Sintern gleich und werden von verschiedenen Diffusionsmechanismen unterstützt, die aus Volumendiffusion, Grenzflächen- oder Korngrenzendiffusion und Oberflächendiffusion bestehen. Außerdem gibt es ggf. auch eine zusätzliche Verstärkung aufgrund von Materialverdampfung und -kondensation. Wegen der treibenden Kraft, wie der hohen Leerstellenkonzentration im Hohlraum, existiert ein atomarer Massenstrom vom Grenzbereich der Verbindungsstelle und von der Korngrenze am Hohlraum, wo die Atome über Diffusion an der Hohlraumoberfläche weiterhin umgeordnet werden. Gleichzeitig fließen die Leerstellen auf dem gleichen Strompfad aber in umgekehrter Richtung. Im Prinzip füllen die diffundierenden Atome im Falle des polykristallinen Materials die regulären leeren Gitterplätze aller Kristallite und wachsen in Richtung der Verbindungsfläche mit der gleichen Kristallorientierung wie die Kristallite. Der Vorgang läuft für eine bestimmte Zeit ab, bis alle Leerstellen im Hohlraum mit Materialatomen besetzt werden. Letztendlich treffen sich die Atome von beiden Seiten mit in der Regel ungleichen Orientierungen und bilden an der Schweißnaht einen einer Korngrenze ähnlichen Gitterfehler. Diese Verbindung ist ziemlich fest gegen Zugbeanspruchung. Dies ist durch die hohe Zugfestigkeit bewiesen, die vergleichbar mit der Zugfestigkeit der ungeschweißten Probe ist. Sie ist aber anfällig gegen Biegebeanspruchung.

Es gibt aber bei der Verwendung eines stark kaltverformten Materials die Möglichkeit, dass die Korngrenze an der Schweißnaht in eine bestimmte Richtung wandert oder sogar neue Körner gebildet werden können, wenn bei bestimmten hohen Temperaturen die Inkubations-

zeit der Rekristallisation überschritten ist. Je höher die Schweißtemperatur desto kürzer ist die Inkubationszeit und die Rekristallisation wird schneller abgeschlossen, möglicherweise sogar bevor die Hohlräume vernichtet werden. Wenn aber bei gegebener Temperatur ein zu niedriger Schweißdruck gewählt wird, kann es geschehen, dass die benötigte Schweißdauer viel länger als der Abschluss der Rekristallisation ist. Bei abgeschlossenen Hohlräumen kann der Rekristallisationsvorgang dabei helfen, dass die Korngrenze entlang der Schweißnaht nicht mehr flach ist, was gleichzeitig bedeutet, dass der Rissweg beim Kerbschlagbiegeversuch entlang der Korngrenze länger wird und sich die verbrauchte Schlagarbeit erhöht.

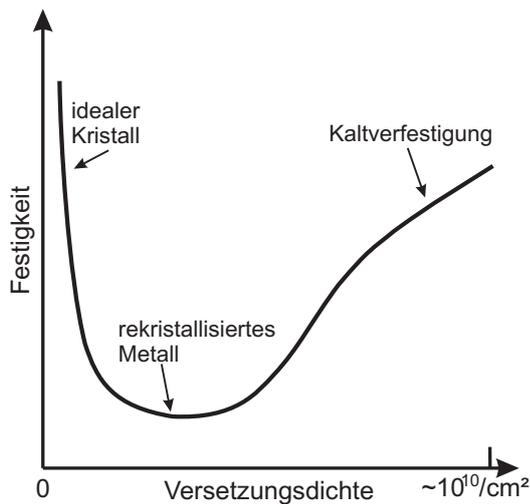


Abb. 2-9: Festigkeit eines Materials als Funktion von der Versetzungsdichte [17]

Der unkontrollierte Rekristallisationsvorgang (bei sehr langer Schweißdauer) kann aber auch aufgrund der starken Kornvergrößerung und des Abfalls der Versetzungsdichte eine negative Wirkung auf die Materialeigenschaften haben. Die Kornvergrößerung vermindert den Widerstand des Materials gegen chemisch aggressive Mittel, weil durch die Kornvergrößerung der Angriffsweg des korrosiven Lösungsmittels entlang der Korngrenzen verkürzt wird. Bei stark kaltverformten Werkstoffen kann beim Rekristallisationsvorgang die Versetzungsdichte von 10^{12} 1/cm^2 auf 10^8 1/cm^2 [10] abfallen, was zu einer Reduzierung der Mikroeigenstressungen führt und deshalb wie in Abb. 2-9 gezeigt wird, auch zur Reduzierung der Festigkeit des Materials führt.

Bei einer idealen Diffusionsschweißverbindung metallischer Werkstoffe sollen die miteinander zu verbindenden Teile makroskopisch nicht plastisch verformt sein. Die vor dem Schweißprozess vorgefertigte Form soll deshalb nicht verändert werden. Die mikroskopischen Eigenschaften des Werkstoffes wie die Korngröße und deren Verteilungsart sollen erhalten bleiben. Es darf keine Phasenumwandlung oder die Bildung der neuen Phasen allgemein im Werkstoff oder lokal an der Schweißnaht stattfinden. An der Stelle der Schweißnaht dürfen keine Grenzbereiche bzw. Korngrenze mehr vorhanden sein, so dass an der Stelle gemeinsame Körner gebildet werden. Keine Ansammlung der Leerstellen darf insbesondere im Kristallgitter übrig bleiben. Damit kann sicher gestellt werden, dass eine monolithische Verbindung hergestellt wird. Die mechanischen Eigenschaften und die Korrosionsbeständigkeiten eines ideal diffusionsgeschweißten Bauteils sollen genau so gut wie die des Werkstoffes im Anlieferungszustand sein.

2.6.3 Mechanismen bei Diffusionsverbindungen

Diffusionsschweißen beinhaltet sehr komplizierte Prozesse, die bis jetzt für viele Werkstoffsysteme noch nicht vollständig untersucht wurden. Die Mechanismen des Diffusionsschweißens sind im Prinzip mit denen der Sintertechnik sehr verwandt. Die Mechanismen während des Diffusionsschweißens können deshalb von der Sintertechnik abgeleitet werden.

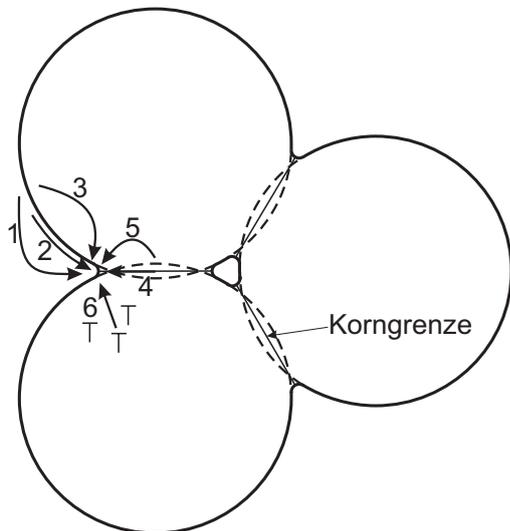


Abb. 2-10: Mechanismen bei einem diffusionsgesteuerten Sinterprozess metallischer Werkstoffe

Abb. 2-10 zeigt alle möglichen Mechanismen bei einem diffusionsgesteuerten Sinterprozess der idealisierten Kugelpartikel, wobei die Pfeile die Pfade des Materialtransports angeben. Über den Pfad 1 wird das Material durch Verdampfung und Kondensation auf der freien Oberfläche oder Hohlraumoberfläche, wenn die freie Oberfläche später vom Material umgeschlossen ist, umgestellt. Auf die Hohlraumoberfläche wirken die Oberflächen- und Volumendiffusion, die jeweils über die Pfade 2 und 3 ablaufen. Pfad 4 und 5 deutet auf den diffusionsgesteuerten Materialtransport aus der Korngrenze, der sowohl entlang der Korngrenze als auch durch das Atomgitter des Werkstoffs geschehen kann. Bei Anlegen einer gewissen Druckspannung kann der Sinterprozess noch durch spontane plastische Deformation und das Kriechen beschleunigt werden. Dies geschieht durch die Bewegung der Versetzungen (Pfad 6).

2.6.3.1 Zähflüssige Strömung

J. Frenkel [29] war der erste, der versucht hat, die Verbindung zwischen zwei Kugelpartikeln beim Sinterprozess theoretisch zu beschreiben. In seiner Arbeit hat er angenommen, dass der Prozess wegen der Oberflächenspannung auf einer langsamen Materialverformung von kristallinen Partikeln beruht. Er behauptet, dass diese Verformung als eine zähflüssige Strömung wie beim amorphen Werkstoff betrachtet werden kann, wobei seine Zähigkeit umgekehrt proportional zum Selbstdiffusionskoeffizienten ist. Bei hohen Temperaturen nimmt die Zähigkeit des Materials exponentiell ab und je niedriger die Zähigkeit ist, desto schneller ist der Verbindungsprozess. Dieser Prozess kann beim Sintern von Polymeren und Glas [30][31] beobachtet werden. Bei den Sinterversuchen mit verschiedenen Materialien haben Kingery und Berg [32] beobachtet, dass dieser Mechanismus nur beim Sintern von Glas dominant ist. Aus diesem Grund wird zähflüssige Strömung als Diffusionsschweißmechanismus für Metalle nicht weiter betrachtet.

2.6.3.2 Verdampfung und Kondensation (Pfad 1)

Dieser Mechanismus beruht auf Dampfdruckunterschieden der unterschiedlich gekrümmten Materialoberflächen, wobei die Feststoffoberfläche mit einer kleinen konkaven Krümmung und die konvex gekrümmte Feststoffoberfläche einen höheren Dampfdruck aufweisen, als

eine mit großer konkaven Krümmung. Damit verdampft das Material auf der konvexen Oberfläche oder auf der Oberfläche mit kleiner konkaver Krümmung und kondensiert auf der Oberfläche mit der großen konkaven Krümmung. Im Falle des Sinterprozesses und Diffusionsschweißens werden Kontaktflächen, die am Anfang sehr klein sind und einen kleinen Halsradius besitzen, sich vergrößern. Das Volumen des Porenraumes bleibt aber unverändert. Die Schwindung des Materialabstands wie z.B. der Abstand der Partikelmittelpunkte beim Sintern tritt nicht auf. Dieser Mechanismus wird aber wichtig, wenn die zu verbindenden Materialien einen hohen Dampfdruck besitzen [31]. Metalle haben üblicherweise niedrige Dampfdrücke, deshalb spielt es beim Sintern und Diffusionsschweißen von Metallen eine untergeordnete Rolle. Beim Sintern von Werkstoffe wie z.B. NaCl [32], die einen relativ hohen Dampfdruck haben, ist festgestellt worden, dass der Sinterprozess hauptsächlich von diesem Mechanismus getragen wird.

2.6.3.3 Diffusion auf der Hohlraumoberfläche (Pfade 2 und 3)

Die treibende Kraft bei den Diffusionsvorgängen auf der Hohlraumoberfläche ist ähnlich wie der Mechanismus bei Verdampfung und Kondensation. Der Unterschied der Krümmungsradien verursacht einen Unterschied in der Leerstellenkonzentration, wobei die Leerstellen sich in der Oberfläche mit der großen konkaven Krümmung konzentrieren. Je kleiner die konkave Krümmung ist desto weniger Leerstellen sind vorhanden. Im Sinterprozess stehen die konvex gekrümmte Partikeloberfläche stets im Materialüberschuss und die konkav gekrümmte Oberfläche im Leerstellenüberschuss. Bei hohen Temperaturen sind die Leerstellen nicht stabil und versuchen, ihre Lage durch Diffusionsvorgänge auszugleichen. Bei der Diffusion strömen die Leerstellen durch Oberflächendiffusion und Volumendiffusion bei hoher Temperatur von der großen konkaven Krümmung zur kleinen konkav oder zur konvex gekrümmten Oberfläche. Als Resultat entsteht ein Materialtransport in entgegen gesetzter Richtung, so dass sich die große konkave Krümmung verringert. Genauso wie bei Verdampfung und Kondensation wird nur die Oberfläche im Porenraum umgeordnet ohne dass sich das Porenvolumen ändert.

Kuczynski [33] hat bei Sinterversuchen mit kleinen Kupfer- und Silberpartikeln festgestellt, dass die Oberflächendiffusion einen großen Einfluss beim Niedertemperaturprozess hat. Besonders bei kleinen Partikeln (Durchmesser $< 30 \mu\text{m}$) ist die Dominanz aufgrund des hohen Oberflächen-Volumen-Verhältnisses deutlich. Dieser Effekt wird auch von Nichols und Mullins [34] anhand einer numerischen Berechnung festgestellt.

2.6.3.4 Diffusion in der Korngrenze (Pfade 4 und 5)

Bei der Diffusion in der Korngrenze handelt es sich um eine Leerstellendiffusion von der freien Oberfläche oder Hohlraumoberfläche als Leerstellenquelle in den Grenzbereich, in der die Leerstellen vernichtet werden. Das Material von dem Grenzbereich strömt in den Hohlraum und gleichzeitig nähern sich die zu verbindenden Werkstoffe einander, so schrumpft das Hohlraumvolumen. Beim Sintern führt dieser Prozess zu einer höheren Dichte des Sintermaterials. Die Diffusion in der Korngrenze wird von zwei Diffusionsmechanismen betrieben, nämlich der Korngrenzendiffusion und der Volumendiffusion mit der Korngrenze als Leerstellenke. Wenn bei der Verbindung von Werkstücken äußere Kräfte verwendet werden,

dann verhalten sich die beiden Diffusionsmechanismen jeweils wie Coble-Kriechen [21] bzw. Nabarro-Herring-Kriechen [20][19].

Bei den Sinteruntersuchungen in [33][32] wird gezeigt, dass die Volumendiffusion mit der Korngrenze als Leerstellensenke bei hoher Sintertemperatur und mit großen Partikeln dominant ist. Besonders bei einer Rekristallisation, bei der die Grenzfläche sich von der Schweißnaht fortbewegt, können die Hohlräume nur anhand der Volumendiffusion weiter schrumpfen. Diese vermindert selbstverständlich die Schrumpfrate der Hohlräume und damit die Sinterrate [35][36][37].

2.6.3.5 Plastische Verformung (Pfad 6)

Plastische Verformung wird bei den Sinterversuchen selten betrachtet, weil bei den meisten Sinteruntersuchungen keine äußere Kraft verwendet wird. Wird ein Sinterprozess unter einer hydrostatischen Druckspannung z.B. in einer HIP-Anlage durchgeführt, können die Versetzungen in der Nähe der Materialoberfläche dazu beitragen, das Material durch das Versetzungsgleiten und Versetzungskriechen, die die plastische Verformung des Materials verursachen, auf der Hohlraumoberfläche zu transportieren.

Beim Diffusionsschweißen werden die zu verbindenden Werkstücke senkrecht zur Schweißnaht mit einachsiger Druckspannung beaufschlagt. Damit werden die aufeinander treffenden Rauheitsspitzen plastisch verformt, so dass das Material seitlich in die Hohlräume fließt. Die plastische Verformung unterscheidet sich üblicherweise in zwei Arten. Die erste ist die spontane plastische Verformung. Diese geschieht ganz am Anfang bis zu einigen Sekunden. Am Anfang direkt beim Anlegen der Druckspannung wird die Fließspannung des Materials vielfach überschritten. Dadurch vergrößert sich die Kontaktfläche wegen der seitlichen Materialverformung und gleichzeitig nimmt die Druckspannung an der Kontaktfläche ab. Sinkt die Druckspannung in der Kontaktfläche unter die Fließspannung, wird die spontane plastische Verformung eingestellt. Das Fließen des Werkstoffes wird aber durch die zeitabhängige plastische Verformung oder das Kriechen fortgesetzt.

2.7 Wichtige Diffusionsschweißparameter

Ein gelungener Diffusionsschweißprozess wird von drei Parametern bestimmt, die bezüglich der angewandten Materialien sorgfältig untersucht werden müssen. Diese sind die Temperatur, der Druck und die Schweißdauer. Ein anderer wichtiger Parameter ist die Oberflächenrauheit. Bei der Variation der Oberflächenrauheit zeigt die metallographische Untersuchung [38], dass die Anzahl und Größe der Restporen von der präparierten Oberflächenrauheit abhängig ist. Dieser Parameter ist aber in der Praxis üblicherweise schon gegeben.

2.7.1 Schweißtemperatur

Die erhöhte Temperatur begünstigt die Diffusionsprozesse in den Materialien und verringert deren Fließspannung. Der Einfluss der Schweißtemperatur muss aber abhängig vom zu schweißenden Material genau untersucht werden. Die Verwendung einer zu hohen Schweißtemperatur kann sich aufgrund mikrostruktureller Veränderungen des Materials, wie z.B. Kornwachstum, auf die Korrosionsbeständigkeit oder andere Eigenschaften ungünstig aus-

wirken. Dabei bedeutet Kornwachstum das Wachsen vorhandener Körner bei genügend hohen Temperaturen, um die innere Energie des Materials über eine Verkleinerung der Korngrenzflächen abzusenken. Bei Legierungen gibt es darüber hinaus bestimmte Temperaturbereiche, bei denen sich Legierungskomponenten ausscheiden können und so die lokale chemische Zusammensetzung verändern. Dieses kann das Material bezüglich seiner thermischen und mechanischen Eigenschaften verschlechtern. Als Faustregel sollte die Temperatur bei einem Diffusionsschweißprozess in einem Bereich zwischen 0,5 bis 0,8 der absoluten Schmelztemperatur T_m des Materials [39] liegen.

King und Owczarski [38] untersuchten beim Diffusionsschweißen von kommerziell reinem Titan die Auswirkung der Diffusionsschweißparameter auf die Schweißqualität. Sie stellten fest, dass die Schweißtemperatur der einflussreichste Schweißparameter ist. Die metallographischen Untersuchungen zeigen, dass die Poren sich bei höherer Temperatur stark verkleinern. Bei der höchsten Versuchstemperatur von 871 °C sind sie nur vereinzelt zu sehen und werden aufgrund der Migration der Grenzfläche von der Schweißnaht in die Körner eingeschlossen.

2.7.2 Schweißdruck

Der verwendete Schweißdruck sollte niedriger als die Fließspannung des Materials bei gegebener Temperatur sein, damit keine spontane plastische Deformation des gesamten zu schweißenden Körpers auftritt. Außerdem soll die plastische Deformation aufgrund des Kriechens bei gegebener Schweißdauer mitberücksichtigt werden. Für den sicheren Umgang mit plastischer Deformation dieser Art müssen Kriechexperimente zur Bestimmung des Materialkriechgesetzes durchgeführt werden.

Durch einen ausreichend hohen Schweißdruck muss aber sichergestellt werden, dass die Oberflächenrauheitsspitzen der beiden zu schweißenden Proben lokal plastisch stark deformiert werden. Dies sorgt dafür, dass die zusammentreffenden Flächen vergrößert und die übriggebliebenen Resthohlräume so klein wie möglich werden, um die Diffusionsvorgänge in möglichst kurzer Zeit abzuschließen.

Außerdem ist es aber auch möglich, dass eine stabile, kontinuierliche und spröde Oxidschicht, die einige Atomlagen dick ist, durch die spontane plastische Deformation aufgebrochen und zerteilt wird. Die so von Oxidschicht befreiten Materialoberflächen verbinden sich miteinander und die zerstückelten Oxidschichten werden aufgrund des Diffusionsvorganges im Körper der Schweißprobe aufgelöst. Dieser Vorgang funktioniert tatsächlich beim Diffusionsschweißen von Titan (Ti) und Ti-Legierungen.

Nach Untersuchungen von King und Owczarski [38] hat der Schweißdruck nur einen sekundären Einfluss und zeigt eine große Wirkung bei einer Schweißung im niedrigen Temperaturbereich. Im höheren Temperaturbereich, wo die Diffusionsvorgänge überwiegen, verringert sich die Wirkung des Schweißdruckes. Dies wird auch von Hamilton [40] mit seiner Modellberechnung beschrieben.

2.7.3 Schweißdauer

Bei den experimentellen Untersuchungen sind King und Owczarski [38] auf der Schlussfolgerung gekommen, dass die Schweißdauer kein unabhängiger Schweißparameter ist, weil sie sich letztendlich aus den anderen vorgegebenen Schweißparametern ergibt. Bei gegebener Temperatur und gegebenem Druck sollte die Schweißdauer für die physikalischen und wirtschaftlichen Überlegungen so kurz wie möglich gehalten werden. Die Schweißdauer muss so lang gewählt sein, dass die zur Bildung eines engen Kontaktes nötigen Diffusionsprozesse ablaufen können. Eine zu lange Schweißdauer kann hingegen eine negative Wirkung haben. Die Mikrostruktur kann stark verändert werden oder beim Diffusionsschweißen von zwei unterschiedlichen Materialien bildet sich eine spröde intermetallische Phase an der Schweißstelle.

2.8 Diffusionsschweißstufen

Nach Gerken und Owczarski [41] wird der Diffusionsschweißprozess am besten in drei Stufen eingeteilt. Diese wird auch von King und Owczarski [38] bei der Untersuchung vom reinen Werkstoff Ti (AMS 4921) bestätigt. Im ASM-Handbuch (Volumen 6) [42] wird diese Einteilung der Diffusionsstufe übernommen.

Die erste Stufe bezieht sich auf das Wachstum eines großen Kontaktbereiches wegen der spontanen plastischen Verformung der sich berührenden Rauheitsspitzen. Diese Stufe hört auf, wenn die wachsende Kontaktfläche groß genug ist, um die angreifende Druckspannung zu stützen. Am Ende dieser Stufe ist die Grenzfläche so dicht aneinander gefügt, wie eine Korngrenze. Laut ihrer Auswertung ist diese Stufe für eine erfolgreiche Diffusionsschweißverbindung sehr wichtig. In dieser Stufe sollte die Kontaktfläche mittels der plastischen Deformation bis auf 90% gewachsen sein. Die Wichtigkeit des genügenden Schweißdrucks in der ersten Stufe für die vollständige Verbindung wird auch von Hamilton [40] bestätigt.

Während der zweiten Stufe werden die meisten Hohlräume durch Kriechen und Leerstellendiffusion wie die Korngrenzendiffusion und die Volumendiffusion mit der Korngrenze als Leerstellensenke beseitigt. Gleichzeitig bewegt sich der Grenzfläche weg von der Verbindungsstelle zu einer niedrigen Energiekonfiguration. Die restlichen Hohlräume werden in den Körnern eingefangen.

In der dritten Stufe schrumpfen die Hohlräume langsamer weiter, weil die Korngrenzendiffusion, die der effektivste Mechanismus ist, nicht mehr beitragen kann. Die Beseitigung der Hohlräume ist jetzt nur noch durch Volumendiffusion der Atome zur Hohlraumoberfläche möglich.

Es kann aber vorkommen, dass die dritte Stufe überhaupt nicht mehr stattfindet, wenn ein Parametersatz so gewählt wird, dass alle Hohlräume schon während der zweiten Stufe beseitigt werden. Eine klare zeitliche Abgrenzung zwischen den Stufen gibt es nicht. Stattdessen überlappen die Mechanismen so miteinander, dass ein dominanter Mechanismus einer bestimmten Stufe auch in anderer Stufe ablaufen kann.

3 Modellierung des Diffusionsschweißens

3.1 Übersicht

Eine analytische Methode basierend auf der Kriechverformung zum Beseitigen der Oberflächenrauheit für den Erhalt einer guten Schweißverbindung wurde von C.H. Hamilton [40] vorgeschlagen. Die Methode betrachtet jedoch die spontane plastische Verformung und die anderen wichtigen diffusionsgesteuerten Mechanismen zur Beseitigung der Restporen nicht. Das Kriechen als zeitabhängige plastische Verformung wird in diesem Modell als der einzige Mechanismus betrachtet. Es liegt daran, dass die metallographischen Untersuchungen beim Diffusionsschweißen mit Ti-6Al-4V bei 927°C zeigen, dass eine deutliche Relation zwischen gewachsener Kontaktfläche an der Schweißnaht mit dem Schweißdruck besteht. Auf dieser Basis wird zum Vorhersagen der Schweißdauer ein geometrisches Modell entwickelt, in dem ein Sägezahnprofil für die Rauheit angenommen wird. Mit dieser Annahme entstehen die größten Poren, wenn die Oberflächen, wie in Abb. 3-1(1.) gezeigt, mit den Spitzen aufeinander treffen. Der gesamte Ablauf der Porenvernichtung infolge der Kriechverformung wird in Abb. 3-1(1.-4.) dargestellt.

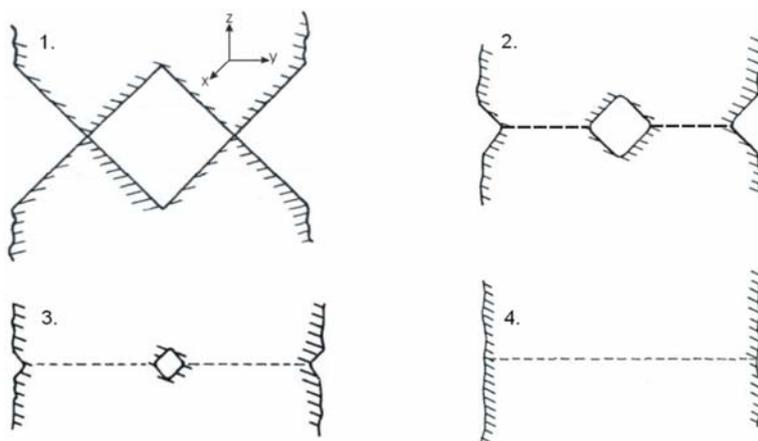


Abb. 3-1: Ablauf der Porenvernichtung nach Hamiltonschem Modell [40]

Garmong et. al. [43] entwickelten ein Modell, das die Oberflächenrauheit, die sowohl langwellige als auch kurzwellige Profile hat, in zwei Stufen einteilt. Es wird angenommen, dass die langwelligen Profile eine Dreieckform besitzen, wobei die sinusförmigen kurzwelligen Profile sich an der Flanke des Dreiecks befinden. In der ersten Stufe geht es darum, die dreieckförmigen Profile bis zu einer Höhe vergleichbar der Höhe der sinusförmigen Profile plastisch zu verformen.

Dafür wird das Modell von Hamilton übernommen. Aber anders als bei Hamilton, der den Mittelwert der Druckspannung verwendet, wird das Dreiecksprofil in viele dünne Scheiben eingeteilt und die Verformung jeder Scheibe mit lokalen Druckspannungen berechnet und aufsummiert. Am Ende der ersten Stufe berühren sich die Spitzen der übriggebliebenen kurzwelligen Profile miteinander, wodurch Hohlräume gebildet werden. Auf Grund der nicht parallel aufeinander gelegten Rauheitsspuren zwischen oberem und unterem Werkstück, werden die Poren eingeschlossen. In der zweiten Stufe hat das Modell die Form einer Kugel mit Hohlraum in die Mitte. In dieser Stufe spielen die Diffusionsmechanismen neben der plastischen Verformung bei der Vernichtung der Hohlräume eine große Rolle.

Derby und Wallach [44][45] haben ein Diffusionsschweißmodell vorgestellt, das die meisten Mechanismen im Sinterverfahren mit äußerer Druckkraft übernimmt. Das Oberflächenprofil wird im Ausgangszustand wie beim Modell von Hamilton angenommen, welches dreieckige

Rauheitsspitzen betrachtet. Die Schweißung erfolgt in drei Stufen, wobei jede Stufe eine eigene Geometrie hat. In der ersten Stufe geht es um die spontane plastische Verformung der dreieckigen Rauheitsspitzen. Am Ende dieser Stufe wird ein Hohlraum mit kleinem Aspektverhältnis gebildet, dessen Halsbereich rund ist. In der zweiten Stufe dominieren die zeitabhängigen Prozesse, wie Diffusion und Kriechen und am Ende bildet sich ein runder Hohlraum. In der dritten Stufe spielen die Oberflächendifusionsvorgänge aufgrund der runden Form keine Rolle mehr. Die Schließung der Hohlräume wird über die Korngrenzendifusionsvorgänge und Kriechen vollzogen.

Ein anderes geometrisches Modell wird von Pilling et. al. [46] zum Diffusionsschweißen von Ti-6Al-4V vorgestellt. Das Modell nimmt an, dass die Oberflächenrauigkeit aus halben kreisförmigen Rillen besteht. Wenn zwei solche Oberflächen aufeinander gelegt werden, entstehen zahlreiche kreisförmige Hohlräume, die parallel angeordnet und unendlich ausgedehnt sind. Damit die Hohlräume immer kreisförmig bleiben, wird angenommen, dass die Diffusion auf der Oberfläche schnell genug ist, um die Oberfläche kreisförmig zu halten. Das Modell betrachtet hauptsächlich das Kriechen und Diffusion in den Korngrenzen. Es ist zur Voraussage des Schweißprozesses von Werkstoffen mit feinen Körnern geeignet. Die Übereinstimmung der Modellvoraussage mit den Schweißexperimenten an Ti-6Al-4V war insgesamt zufriedenstellend.

Das nächste Modell, das in dieser Arbeit zum Optimieren des Diffusionsschweißprozesses von Hastelloy® C-22® verwendet wird, stammt von A. Hill und E.R. Wallach [39]. Sie fanden auf der Basis experimenteller Betrachtungen [47][48] heraus, dass die beste Annäherungsform eines Hohlraumes eine Ellipse sein soll. In mikroskopischen Bildern von Schweißnähten haben Pilling et. al. auch die elliptischen Hohlräume gezeigt [49].

3.2 Diffusionsschweißmodell von Hill und Wallach

Das Diffusionsschweißmodell von A. Hill und E.R. Wallach ist für die Diffusionsschweißverbindungen von Metallteilen, die aus dem gleichen Werkstoff bestehen, konzipiert und wird in der vorliegenden Arbeit aus folgenden Gründen übernommen.

- Hohlräume mit elliptischem Querschnitt sind realistischer als Hohlräume mit dreieckigem oder zylinderförmigem Querschnitt.
- Das Modell beinhaltet alle möglichen Transportmechanismen einschließlich des Verdampfungs- und Kondensationsprozesses.
- Das Modell erlaubt die Reaktivierung der Oberflächendifusionsmechanismen, sobald der Hohlraum von der Kreisform abweicht.
- Das Modell ist so konzipiert, dass bei seiner Anwendung keine unterschiedlichen Annahmen für verschiedene Schweißstufen mehr nötig sind.

Allerdings wird bei diesem Modell folgendes nicht betrachtet:

- Die Änderung der Gefügestruktur während des Diffusionsschweißprozesses, z.B. Rekristallisation und Bildung von Ausscheidungen
- Mögliche Verunreinigungen auf der Oberfläche

In diesem Modell wird angenommen, dass die Oberflächenrauheit eine halb elliptische Form und langförmige Spuren besitzt. Wenn zwei solche Oberflächen aufeinander gelegt werden und unter der strengen Annahme, dass die Rauheitsspitzen aufeinander treffen sollen, entstehen letztendlich, wie in Abb. 3-2 gezeigt, elliptische Hohlräume, die sich in x -Richtung periodisch wiederholen und unendlich lang in z -Richtung ausgedehnt sind. Daher kann das 3-D (drei dimensionale) Problem in ein 2-D Problem überführt werden. Das Längenmaß in z -Richtung wird deshalb gleich 1 gesetzt. Während des einachsigen Diffusionsschweißprozesses wird die Druckkraft senkrecht auf der obere Fläche angelegt. In Abb. 3-2 bedeuten a die Länge der Kontaktfläche mit der Einheitstiefe, b die Breite der Einheitszelle, c die große Halbachse der Ellipse und h die kleine Halbachse der Ellipse.

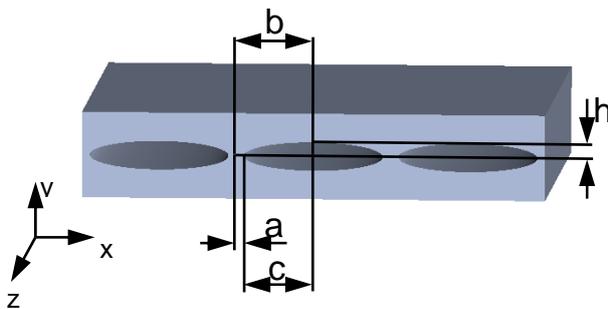


Abb. 3-2: Elliptisches Hohlraummodell [39]

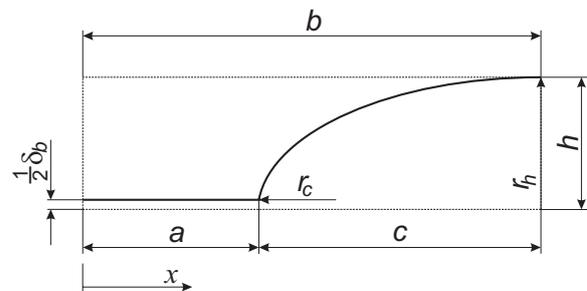


Abb. 3-3: Einheitszelle

Mit diesem Modell werden sieben wichtige Mechanismen beim Diffusionsschweißen von Metallen betrachtet [39][42]. Zwei Diffusionsschweißstufen werden hier berücksichtigt. Die erste Stufe ist die spontane plastische Verformung der Hohlraumoberfläche, die geschieht, sobald das Bauteil unter Druckspannung liegt. Bei der zweiten Stufe wird die Bewegung der Grenzfläche oder der Rekristallisationsprozess nicht betrachtet. Dabei laufen alle Diffusionsmechanismen außer spontaner plastischer Verformung gleichzeitig ab. Jeder dieser Mechanismen verursacht eine Materialumverteilung und einen Materialtransport auf verschiedenen Pfaden in die Hohlräume, wie in Abb. 3-4 gezeigt.

Die Diffusion der Atome auf Hohlraumoberflächen (siehe Abb. 3-4a, Mechanismus 2: Oberflächendiffusion entlang der freien Hohlraumoberflächen, Mechanismus 3: Oberflächendiffusion durch das Volumen) und die Verdampfung und Kondensation (Mechanismus 4) versuchen immer das Material auf der Hohlraumoberfläche umzuordnen, wobei das Material von der kleinen Oberflächenkrümmung auf die große Oberflächenkrümmung abtransportiert wird. Wenn diese Mechanismen für den gesamten Diffusionsvorgang sehr dominant sind, dann wird die Krümmungsdifferenz im Hohlraum immer geringer und ein abnehmender Volumenstrom der Atome ist zu erwarten. Letztendlich wird ein Hohlraum mit gleichmäßiger Krümmungsoberfläche (Abb. 3-4a, rechts) erzeugt. Obwohl sich am Ende dieses Prozesses die

Form stark verändert, bleibt das gesamte Volumen des Hohlraums mit wachsender Kontaktfläche aber konstant.

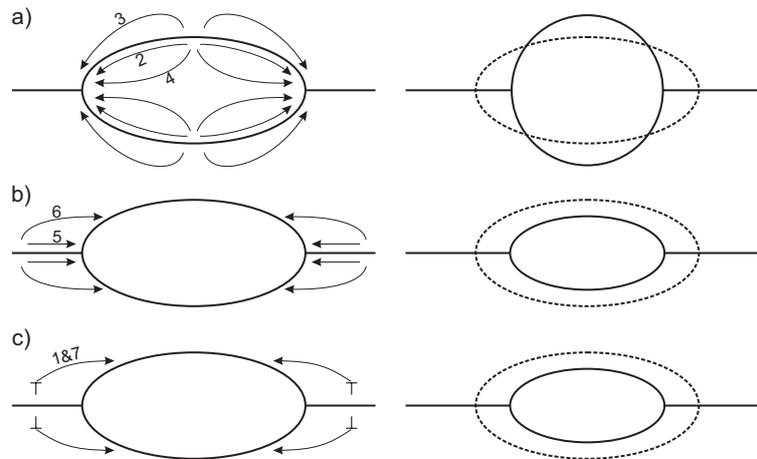


Abb. 3-4: Materialtransportmechanismen [39][42]

Die Diffusion der Atome im Grenzbereich ist in Abb. 3-4b dargestellt. Die Atome diffundieren aufgrund der chemischen Potentialunterschiede vom Grenzbereich, die als Quelle in der Mitte der Kontaktgrenze zwischen zwei Hohlräumen liegt, an die Hohlraumoberfläche (Mechanismus 5: Korngrenzendiffusion entlang dem Grenzbereich, Mechanismus 6: Korngrenzendiffusion durch das Volumen). Dieser Vorgang verkleinert das Hohlraumvolumen und gleichzeitig nähern sich die obere und untere Probe aufgrund der Vernichtung der Leerstellen im Grenzbereich an. Dabei vergrößert sich die Kontaktfläche, wobei die Form der elliptischen Hohlräume erhalten bleibt (Abb. 3-4b, rechts).

Die Materialtransportvorgänge durch plastische Verformung werden in Abb. 3-4c dargestellt. Beim Anlegen einer Druckspannung senkrecht zu der Kontaktfläche fließt das Material durch das Versetzungsgleiten aufgrund der Spannungsüberhöhung an der Kontaktfläche, die am Anfang die Fließspannung des Materials überschreitet, seitlich in Richtung der Hohlräume und verringert gleichzeitig die Höhe der Ellipse wegen der Volumenerhaltung an der Rauheitsspitze (Mechanismus 1). Dieser Vorgang wird immer langsamer, je größer die Kontaktfläche wächst und verliert nach kurzer Zeit an Bedeutung, weil die effektive Druckspannung an der Kontaktfläche die Fließspannung unterschreitet. Stattdessen wird der Materialtransport durch die zeitlich abhängige plastische Verformung aufgrund des Versetzungskriechens dominant (Mechanismus 7), der den gleichen Pfad wie Mechanismus 1 hat. Als Resultat nimmt das Hohlraumvolumen mit gleichbleibender elliptischer Form gleichmäßig ab.

Obwohl alle diese Mechanismen dazu beitragen, dass die Kontaktfläche immer größer wird, sorgen nur die Korngrenzendifusionsmechanismen, die plastische Verformung und Kriechen in Wirklichkeit für die Vernichtung des Hohlraumvolumens.

3.2.1 Stufe 1: Spontane plastische Verformung

Die spontane plastische Verformung des Materials am Hohlraum wird aufgrund der Spannungsverteilung zwischen den Hohlräumen und senkrecht zur Schweißnaht bestimmt. Diese

wird analytisch durch den Einsatz der Gleitlinientheorie berechnet. Die Gleitlinientheorie ist an folgende zwei Voraussetzungen gebunden [50]:

- Ebener Dehnungszustand

Die Dehnungen und Verzerrungen in z-Richtung verschwinden (vollständige Dehnungsbehinderung)

- Starr-idealplastisches Werkstoffverhalten

Bei diesem Werkstoffverhalten werden sowohl elastische Dehnungsanteile als auch Verfestigungseffekte vernachlässigt

Johnson et al. [51] haben in ihrer Arbeit das Gleitlinienfeld eines symmetrisch gekerbten Stabes, der mit einer einachsigen Zugspannung belastet ist, studiert. Die Verformungsanalyse zeigt, dass sich der plastische Bereich um die Mitte zwischen den beiden Kerben lokalisiert. Das ist sehr ähnlich wie beim Zusammentreffen der Rauheitsspitzen beim Diffusionsschweißen, und deshalb wird die Gleitlinienkonstruktion, wie in Abb. 3-5 dargestellt, zur Berechnung der Kontaktfläche für eine gegebene Belastung übernommen. Drei Annahmen sind wichtig für diese Annäherung.

- Wegen der verwendeten Hochtemperatur beim Diffusionsschweißen ist es eine berechtigte Annahme, dass keine Werkstoffverfestigung zustandekommt.
- Keine Diskontinuität im Gleitlinienfeld über die Kontaktfläche.
- Der benötigte Kerbenradius soll dem Halsradius des elliptischen Hohlraums gleich sein.

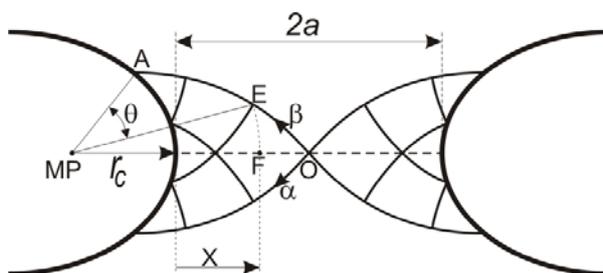


Abb. 3-5: Gleitlinien zwischen Hohlräumen

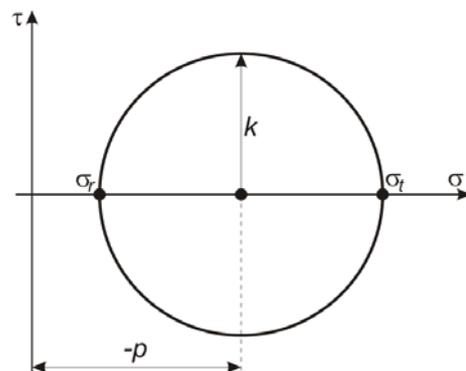


Abb. 3-6: Mohrscher Spannungskreis an der Stelle E (Abb. 3-5)

Es wird eine logarithmische Gleitlinie AO in Abb. 3-5 betrachtet, die mit der folgenden Gleichung beschrieben wird:

$$\theta = \ln \frac{X + r_c}{r_c} \quad (3-1)$$

Wobei $r_c=h^2/c$ der Krümmungsradius der großen Halbachse der Ellipse ist und $r_h=c^2/h$ der Krümmungsradius der kleinen Halbachse der Ellipse.

Am Punkt A handelt es sich um eine freie Oberfläche. Die radiale Spannung, σ_r ist deshalb gleich null aber die tangentielle Spannung, σ_t soll wegen der Fließbedingung gleich $2k$ sein, wobei k die Fließspannung in reiner Scherung ist. Daraus bekommt die hydrostatische Spannung, p_A den Wert $-k$. Die Beziehung zwischen der Fließspannung in reiner Scherung, k und der Zugfließspannung oder 0,2%-Dehngrenze, $R_{p0,2}$ ist beim von Mises Kriterium:

$$k = \frac{R_{p0,2}}{\sqrt{3}} \quad (3-2)$$

Mit Hilfe der Hencky Gleichung, die für eine Gleitlinie z.B. β -Linie gilt, wird die hydrostatische Spannung am Punkt E so berechnet.

$$p_E = p_A - 2k\theta \quad (3-3)$$

Diese hydrostatische Spannung gilt auch für alle Punkte, die den Radius (r_c+X) vom Mittelpunkt MP besitzen. Einfügen der Gleichung (3-1) und (3-2) in (3-3) und mit Betrachtung des Mohrschen Kreises in Abb. 3-6 ergibt die tangentielle Spannung am Punkt F

$$\sigma_t = \frac{2}{\sqrt{3}} R_{p0,2} \left[1 + \ln \left(\frac{X}{r_c} + 1 \right) \right] \quad (3-4)$$

Die Mittelspannung in der Grenzfläche von $X=0$ bis $X=a$ wird durch die Integration der Gl. (3-4) ermittelt.

$$\bar{\sigma}_t = \frac{2}{\sqrt{3}} R_{p0,2} \left(1 + \frac{r_c}{a} \right) \ln \left(1 + \frac{a}{r_c} \right) \quad (3-5)$$

Diese kann auch über die angewandte äußere Druckspannung, P bestimmt werden.

$$\bar{\sigma}_t = \frac{Pb}{a} - \frac{\gamma_s}{a} \quad (3-6)$$

Dabei ist γ_s die Oberflächenenergie. Wird die Gleichung (3-6) in (3-5) eingesetzt, kann die Länge der Kontaktfläche, a , durch ein Iterationsverfahren gelöst werden. Die Länge der Kontaktfläche entspricht also der Kontaktfläche mit einer Einheitstiefe, und wird deshalb im Weiteren einfach als Kontaktfläche bezeichnet.

$$a_i = \frac{\sqrt{3}(Pb - \gamma_s)}{2R_{p0,2} \left(1 + \frac{r_c}{a_{i-1}} \right) \ln \left(1 + \frac{a_{i-1}}{r_c} \right)} \quad (3-7)$$

Die kleine Halbachse der Ellipse kann durch den Volumenerhaltungssatz des Werkstoffes zwischen zwei Hohlräumen numerisch berechnet werden, wobei $h[b-(\pi/4)c]=\text{konst.}$ und $c=b-a$ ist.

$$h_i = h_{i-1} \frac{b - \frac{\pi}{4}(b - a_{i-1})}{b - \frac{\pi}{4}(b - a_i)} \quad (3-8)$$

3.2.2 Stufe 2: Oberflächendiffusion, Verdampfung und Kondensation

Berechnung der geometrischen Änderung der Kontaktfläche

Aufgrund der Symmetrie wird nur ein Viertel des elliptischen Hohlraumvolumens betrachtet. Das Volumen, das von der kleinen auf die große Krümmung transportiert wird, ist die Hälfte einer dünnen Schicht.

$$\partial V = \frac{\pi}{4} [(c + \partial c)(h + \partial h) - hc] \frac{1}{2} \quad (3-9)$$

Das gesamte Hohlraumvolumen soll aber unverändert bleiben,

$$\partial V_{L,gesamt} \equiv \frac{\pi}{4} [(c + \partial c)h - c(h + \partial h)] = 0$$

$$h\partial c = c\partial h \quad (3-10)$$

Substituieren der Gl. (3-10) in Gl. (3-9) und unter der Annahme, dass der Ausdruck $(\partial c \partial h) \ll 1$ ist, folgt daraus

$$\partial V = \frac{\pi}{4} c \partial h \quad (3-11)$$

Die zeitliche Änderung der kleinen Halbachse der Ellipse beträgt

$$\frac{dh}{dt} = \frac{4}{\pi c} \frac{dV}{dt} \quad (3-12)$$

Aufgrund der Volumenkonstanz und des Ausdrucks $c=b-a$ wird die zeitliche Änderung der Kontaktfläche von der Einheitszelle in Abb. 3-3 so berechnet.

$$\frac{da}{dt} = \frac{c}{h} \frac{dh}{dt} \quad (3-13)$$

Berechnung des Volumenstromes für die Oberflächendiffusion

Der Leerstellenkonzentrationsunterschied, Δc_L zwischen den Krümmungen kann durch die Kelvin-Thomson-Gleichung [30] beschrieben werden. Die Gleichung ist für die Berechnung der Dampfdruckunterschiede zwischen Krümmungen entwickelt worden (siehe Gl. (3-20)). Da sie nichts Flüssigkeitsspezifisches und nur das Volumen, nicht aber die Masse des Atoms enthält, ist sie auch auf Festkörper und die Leerstellen anwendbar. Die Gleichung kann deshalb so umgeschrieben werden.

$$\Delta c_L = c_{L,0} \frac{2\gamma_s \Omega}{k_B T r_i} \quad (3-14)$$

Die Gleichgewichtskonzentration einer ebenen Fläche, c_{L0} ist gleich $e^{-\frac{Q}{N_A k_B T}}$ [33] mit N_A die Avogadrozahl. Mit der Gl. (3-14) bezeichnen k_B die Boltzmannkonstante, T die Temperatur in K, Ω das Atomvolumen.

Wenn die Diffusionsstromdichte, $j = -\frac{1}{A} \frac{dV}{dt}$ mit der Gleichung vom 1. Ficksches-Gesetz (Gl. (2-2)) gleichgesetzt wird, beträgt der Volumenstrom am Halsbereich

$$\frac{dV}{dt} = D' A \frac{\Delta c_L}{r_c} \quad (3-15)$$

Dabei bezeichnet A die Stromfläche. Wird die Gl. (3-14) in Gl. (3-15) eingesetzt, wobei der Leerstellendiffusionskoeffizient, $D' = D e^{-\frac{Q}{N_A k_B T}}$ [33] ist, wird der Volumenstrom der Atome von den freien Oberflächen am Halsbereich so berechnet.

$$\frac{dV}{dt} = \frac{2AD\Omega \gamma_s}{r_c k_B T r_i} \quad (3-16)$$

Wobei $1/r_i$ ein Reduktionsfaktor ist, der die Krümmungsdifferenz eines Hohlraums betrachtet. Er wird immer kleiner je größer das Aspektverhältnis h/c des elliptischen Hohlraums ist.

$$\frac{1}{r_i} = \left(\frac{1}{r_c} - \frac{1}{r_h} \right) \quad (3-17)$$

Im Falle $r_h < r_c$ gibt es einen Volumenstrom in der entgegen gesetzten Richtung.

3.2.2.1 Oberflächendiffusion entlang der Hohlraumoberfläche

Es wird angenommen, dass der Diffusionsstrom von Atomen entlang der Hohlraumoberfläche zeitlich nur schichtweise geschieht, so dass die Stromfläche, A zu der Oberflächenschichtdicke, δ_s proportional ist. Aus Gleichung (3-16) folgt

$$\frac{dV}{dt} = \frac{2\delta_s D_s \Omega \gamma_s}{r_c k_B T} \left(\frac{c}{h^2} - \frac{h}{c^2} \right) \quad (3-18)$$

Dabei ist D_s der Oberflächen-Diffusionskoeffizient.

3.2.2.2 Oberflächendiffusion durch das Volumen

Bei diesem Diffusionsmechanismus strömen die Leerstellen durch die Fläche am Halsbereich und deshalb kann $A \sim r_c \cdot 1$ angenommen werden. Aus der Gleichung (3-16) ergibt sich damit:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{2D_v \Omega \gamma_s}{k_B T} \left(\frac{c}{h^2} - \frac{h}{c^2} \right) \quad (3-19)$$

Dabei ist D_v der Volumen-Diffusionskoeffizient.

3.2.2.3 Verdampfung und Kondensation

Die Dampfdruckdifferenz, Δp_v zwischen den verschiedenen Oberflächenkrümmungen wird mit der Kelvin-Thomson-Gleichung beschrieben.

$$\Delta p_v = p_{v,0} \frac{2\gamma\Omega}{k_B T r_i} \quad (3-20)$$

Dabei gibt $p_{v,0}$ den Gleichgewichtsdampfdruck einer ebenen Oberfläche an.

Mit Hilfe der Langmuir-Gleichung [32] kann der Volumenstrom so beschreiben werden:

$$\frac{dV}{dt} = \Delta p_v \left(\frac{\Omega}{2\pi\rho k_B T} \right)^{\frac{1}{2}} A \quad (3-21)$$

Wenn die Gl.(3-20) in Gl.(3-21) überführt wird, ergibt sich

$$\frac{dV}{dt} = \frac{2\gamma\Omega}{k_B T r_i} p_{v,0} \left(\frac{\Omega}{2\pi\rho k_B T} \right)^{\frac{1}{2}} A \quad (3-22)$$

Angenommen, dass die verdampfenden Atome an der annähernd halbkreisförmigen Fläche im Halsbereich wieder kondensieren, so folgt aus der Gl. (3-22) mit dem Reduktionsfaktor aus der Gl. (3-17)

$$\frac{dV}{dt} = \frac{2\pi r_c \gamma \Omega}{k_B T} p_{v,0} \left(\frac{\Omega}{2\pi\rho k_B T} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{c}{h^2} - \frac{h}{c^2} \right) \quad (3-23)$$

3.2.3 Stufe 2: Korngrenzendiffusion

Berechnung geometrischer Änderungen der Kontaktfläche

Bei der Korngrenzendiffusion wird der Diffusionsstrom der Atome von der Korngrenze seitlich auf die Hohlraumoberfläche betrachtet. Diese verursacht eine Materialverschiebung im Hohlraum. Der Vorgang wird aber gleichzeitig vom Vernichtungsprozess der Leerstellen aus der Hohlraumoberfläche in der Korngrenze kompensiert, wobei die Höhe der Einheitszelle vermindert wird. Das Hohlraumvolumen verringert sich, das Materialvolumen bleibt aber unverändert.

Angenommen, die Atome diffundieren von einer dünnen Schicht mit der Dicke ∂h an der Korngrenze auf der Hohlraumoberfläche entlang, dann beträgt das abtransportierte Materialvolumen

$$\partial V = -a \partial h \quad (3-24)$$

Daraus folgt die zeitliche Änderung der Höhe der Ellipse

$$\frac{dh}{dt} = -\frac{1}{a} \frac{dV}{dt} \quad (3-25)$$

In der Einheitszelle beträgt das Volumen

$$V_{M,gesamt} = bh - \frac{\pi}{4}ch \quad (3-26)$$

Aufgrund der Volumenerhaltung des Material in der Einheitszelle ($\partial V_{M,gesamt} = 0$) in Abb. 3-3 wird die Kontaktfläche wie folgt berechnet

$$\frac{da}{dt} = -\frac{1}{h} \left[b \left(\frac{4}{\pi} - 1 \right) + a \right] \frac{dh}{dt} \quad (3-27)$$

Berechnung des Volumenstroms

Der Diffusionsstrom der Atome im Grenzbereich an der Hohlraumoberfläche wird durch den chemischen Potenzialgradienten, $\nabla\mu$ angetrieben und ist hierzu proportional. Die Proportionalitätsbeziehung wird nach D.L. Johnson [52] wie folgt beschrieben:

$$J = -B_a c_a \nabla\mu \quad (3-28)$$

Wobei $B_a = D/(k_B T)$ die Atombeweglichkeit und $c_a = 1/\Omega$ die Atomkonzentration bezeichnet werden. Aus der Gleichung (3-28) kann der Volumenstrom mit der Beziehung $dV/dt = JA\Omega$ berechnet werden. Daraus resultiert

$$\frac{dV}{dt} = -\frac{DA}{k_B T} \nabla\mu \quad (3-29)$$

Bei der Berechnung des Potenzialgradienten werden folgende Annahmen [52] getroffen:

- Diffusion geschieht in einem quasi stationären Zustand. Die Materialtransportgeschwindigkeit ist größer als die Änderungsrate der Geometrie
- Die Divergenz des Diffusionsstroms entlang dem Grenzbereich ist stets konstant
- Das chemische Potenzial, μ des Grenzbereiches ist proportional zu der Normalspannung und der Krümmung unterhalb der Halsoberfläche.

Aus diesen Annahmen resultiert die Beziehung

$$\nabla^2 \mu = konst. \quad (3-30)$$

Zum Lösen dieser Gleichung sind einige Randbedingungen [44] nötig.

- Wegen der Symmetrie des Halses gilt:

$$\nabla\mu = 0 \quad \text{bei} \quad x = 0 \quad (3-31)$$

- Aus der Gibb-Thomson-Gleichung beträgt das chemische Potenzial unterhalb der Halsoberfläche

$$\mu = \frac{\gamma\Omega}{r_c} \quad \text{bei} \quad x = a \quad (3-32)$$

- Die gesamte Kraft, die senkrecht zur Kontaktfläche wirkt, wird durch das chemische Potenzial entlang dem Grenzbereich beschrieben:

$$\int_0^a \mu dx = (Pb - \gamma)\Omega \quad (3-33)$$

Dabei ist x der Abstand entlang der Kontaktlinie von dem Mittelpunkt zwischen zwei Hohlräumen (siehe die Einheitszelle in Abb. 3-3).

Aus der Gleichung (3-30) mit den oben genannten Randbedingungen wird der chemische Potenzialgradient bei $x=a$ berechnet:

$$\nabla\mu = -\frac{3\Omega}{a} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma}{a} - \frac{\gamma}{r_c} \right) \quad (3-34)$$

Wird die Gleichung (3-34) in Gl. (3-29) eingesetzt, ergibt sich der Volumenstrom wie folgt:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{3DA\Omega}{ak_B T} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma}{a} - \frac{\gamma}{r_c} \right) \quad (3-35)$$

3.2.3.1 Korngrenzendiffusion entlang dem Grenzbereich

Für die Diffusion der Atome entlang dem Grenzbereich ist die Stromfläche, A zu der Korngrenzenschichtlage, δ_b proportional. Aufgrund der Symmetrie der Korngrenze wird der Volumenstrom aus der Gl. (3-35) so berechnet.

$$\frac{dV}{dt} = \frac{3D_b\delta_b\Omega}{2ak_B T} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma_s}{a} - \frac{\gamma_s}{r_c} \right) \quad (3-36)$$

3.2.3.2 Korngrenzendiffusion durch das Volumen

Bei diesem Diffusionsvorgang werden die Atome von den Korngrenzen auf der Hohlraumoberfläche am Halsbereich abtransportiert. Deshalb soll die Stromfläche, A zum Krümmungsradius am Hals, r_c proportional sein. Die Gleichung (3-35) wird so umgeschrieben

$$\frac{dV}{dt} = \frac{3D_v r_c \Omega}{ak_B T} \left(\frac{Pb}{a} - \frac{\gamma_s}{a} - \frac{\gamma_s}{r_c} \right) \quad (3-37)$$

3.2.4 Stufe 2: Kriechen

Für den Kriechmechanismus wird die analytische Vorgehensweise von Hancock [53] übernommen, die das Kriechen eines elliptischen Hohlraumes in einem Werkstoff betrachtet. Unter der Annahme des ebenen Dehnungszustandes wird die Wachstumsgeschwindigkeit des mittleren Radius der Ellipse und der dazu gehörigen Exzentrizität jeweils wie folgt berechnet:

$$\frac{\dot{R}}{R} = \frac{\sqrt{3} \dot{\varepsilon}}{2 \left(1 - \frac{1}{n}\right)} \sinh\left(1 - \frac{1}{n}\right) \quad (3-38)$$

$$\frac{\dot{M}}{M-1} = \frac{\sqrt{3} \dot{\varepsilon}}{\left(1 - \frac{1}{n}\right) \sinh\left(1 - \frac{1}{n}\right)} \quad (3-39)$$

Wobei $\dot{\varepsilon}$ die Kriechdehnungsgeschwindigkeit und n den Norton-Spannungsexponenten bezeichnen. Der mittlere Radius und die Exzentrizität sind jeweils $R=(c+h)/2$ und $M=(c-h)/(c+h)$. Aus diesen zwei Gleichungen folgt für die kleine Halbachse:

$$h = R(1 - M) \quad (3-40)$$

Die Ableitung nach der Zeit resultiert dann als:

$$\dot{h} = \dot{R}(1 - M) - RM \quad (3-41)$$

Durch das Einsetzen der Größen R, M, \dot{R} und \dot{M} in Gl. (3-41) ergibt sich:

$$\dot{h} = -\frac{h}{2} \frac{\sqrt{3} \dot{\varepsilon}}{\left(1 - \frac{1}{n}\right)} \sinh\left(1 - \frac{1}{n}\right) \quad (3-42)$$

Da das Volumen des Materials in der Einheitszelle unverändert bleibt, kann über die Gl. (3-26) die Änderung der Kontaktfläche wie folgt berechnet werden:

$$\dot{a} = -\frac{\dot{h}}{h} \left[b \left(\frac{4}{\pi} - 1 \right) + a \right] \quad (3-43)$$

3.3 Modellberechnung

Für die Berechnung wurde das Modell in einem Computerprogramm mit der Programmiersprache *Fortran 90* implementiert. Entsprechend des beschriebenen Modells im Abschnitt 3.2 wird die Berechnung in 2 Stufen durchgeführt.

Bei der ersten Stufe wird mit den Anfangswerten der gemessenen Oberflächenrauheit das Wachstum der Kontaktfläche a und die kleine Halbachse der Ellipse h aufgrund der spontanen plastischen Verformung berechnet. Die Gleichungen (3-7) und (3-8) werden iterativ mit den im Abschnitt 6.1 untersuchten temperaturabhängigen $R_{p0,2}$ -Werten als Inputparameter gelöst. Die Anfangskontaktfläche wird bei $(0,1 \times 1) \mu\text{m}^2$ eingestellt. Das ist gerade 2,5 % von dem gesamten Hohlraum, wenn dessen Wellenlänge als $8 \mu\text{m}$ angenommen wird. Nach dem Erreichen des Konvergenzkriteriums von 10^{-5} werden die Iterationsschritte beendet. Die aktuelle Kontaktfläche und die kleine Halbachse der Ellipse werden in die zweite Stufe übergeben.

In der zweiten Stufe werden die zeitabhängigen Diffusionsschweißmechanismen berücksichtigt. Die Differentialgleichungen von allen Mechanismen, die die zeitliche Änderung der Kontaktfläche und der kleinen Halbachse beschreiben, werden numerisch mit dem Runge-Kutta-Vierschrittverfahren gelöst. Dieses numerische Verfahren wurde von „*Harwell Subroutine Library*“ [54] in Form eines vorgefertigten Softwaremoduls übernommen.

Es wird angenommen, dass alle diese Mechanismen gleichzeitig ablaufen. Die Eingabeparameter für die Diffusionsvorgänge stammen aus der Literatur und sind in Abschnitt 4.2.3 angegeben. Bei der Berechnung des Transportmechanismus durch Kriechen werden die untersuchten Kriechparameter des Potenzgesetzes (siehe Abschnitt 6.2) benötigt.

3.4 Umsetzung der Modellberechnung auf die Diffusionsschweißversuche

Hill und Wallach haben dieses Modell zum Berechnen der Diffusionsschweißparameter für Kupfer und Eisen verwendet. Die Rechnungsergebnisse wurden mit den experimentellen Daten verifiziert. Sie haben herausgefunden, dass mit diesem elliptischen Hohlraummodell die optimalen Diffusionsschweißparameter ohne aufwendige experimentelle Optimierungsschritte hervorgesagt werden können.

Mit der Eingabe der Oberflächenrauheitswerte und einer bestimmten Schweißtemperatur, die aufgrund der Untersuchungen der mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften der wärmebehandelten Proben ausgewählt ist, wird ein Diffusionsschweißdiagramm erstellt. In diesem Diagramm wird das Wachstum der Kontaktfläche in Abhängigkeit von Schweißdrücken für die verschiedene Schweißdauer und sekundäre Kriechdehnung der Gesamtprobe dargestellt. Das Diagramm wird in einige Bereiche eingeteilt, die jeweils den dominanten Diffusionsschweißmechanismus beinhalten. Die Bereiche werden von Grenzlinien separiert, die durch zwei gleich starke Mechanismen gebildet werden.

Um den Verlauf einzelner Mechanismus zu betrachten, gibt es eine andere Darstellungsart der Modellberechnung, bei der jeder Mechanismus separat eingeschaltet werden kann. Mit der Eingabe von Schweißtemperatur und Schweißdruck wird das zeitliche Wachstum der Kontaktfläche ermittelt. Durch das Addieren der Raten aller Mechanismen bezüglich der Kontaktfläche und der Halbachse kann der Zuwachs der Kontaktfläche unter Berücksichtigung der Gesamtmechanismen berechnet werden.

Anhand dieses Diffusionsschweißdiagramms können große Bereiche, in denen das Kriechen dominant ist, beim Diffusionsschweißen verhindert werden. Daraus wird der benötigte Schweißdruck gewählt. Die Schweißdauer wird mittels Isolinien der Schweißzeiten, die im Diagramm eingezeichnet werden, abgelesen.

Der aus der Modellberechnung erhaltene Parametersatz wird bei den Diffusionsschweißversuchen mit dem entsprechenden Werkstoff verifiziert. Dies ist das Thema über Diffusionsschweißen in Kapitel 7, in dem zuerst der vorgegebene Parametersatz von IMVT zum Diffusionsschweißen der nicht strukturierten Probe aus Zylindermaterial verwendet wird. Die mechanischen Eigenschaften der Schweißnaht werden mit denen der Probe, die mit dem optimierten Parametersatz aus der Modellberechnung geschweißt wurde, verglichen. Danach werden die Daten der Modellberechnung zum Diffusionsschweißen von Blechmaterial ver-

wendet. Die Schweißung wird anhand einer metallographischen Untersuchung sowie jeweils eines Zug- und Kerbschlagversuches charakterisiert. Das Ergebnis wird mit den Schweißergebnissen bei der Variation einzelner Parameter verglichen, um eine Aussage über den Parametereinfluss machen zu können. In diesem Kapitel wird auch die Übertragung des Parametersatzes von der unstrukturierten Probe auf die mit Mikrokanälen versehene Probe mit Hilfe einer FEM-Berechnung besprochen. Die mikroskopischen und mechanischen Beurteilungen der dem Kreuzstrom-Mikrowärmetauscher ähnlichen Probe werden ebenfalls behandelt.

4 Methodik

4.1 Ablauf der Arbeit

Der Ablauf dieser Arbeit wird in zwei Bereiche eingeteilt. Im ersten Teil geht es um die Prozessoptimierung im Labor, deren Flussdiagramm in Abb. 4-1 dargestellt ist. Das vorliegende Blechmaterial wird bezüglich seiner Mikrostruktur, genau genommen seines Kornwachstums- bzw. Ausscheidungsverhaltens bei den Diffusionsschweißbedingungen charakterisiert, um die geeigneten Temperaturbereiche zu bestimmen. Die chemische Zusammensetzung der Blechoberfläche wird in die Tiefenrichtung auf mögliche bei der Herstellung des Bleches eingebrachte diffusionshemmende Elemente untersucht, die die Schweißverbindung stark beeinträchtigen können. Die Oberflächenrauheit, die die Diffusionsschweißdauer beeinflussen kann, wird gemessen. Die mechanischen Eigenschaften des Materials wie die 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$), die Zugfestigkeit (R_m) und die Parameter eines Potenz-Kriechgesetzes werden jeweils durch Zugversuche und zeitabhängige Druckversuche ermittelt. Diese im Labor gewonnenen Materialdaten dienen zusammen mit Materialdaten aus der Literatur, wie verschiedene Arten von Diffusionskoeffizienten und Atomgrößen, als Input-Parameter für das in einem Computer-Programm implementierte Diffusionsschweißmodell.

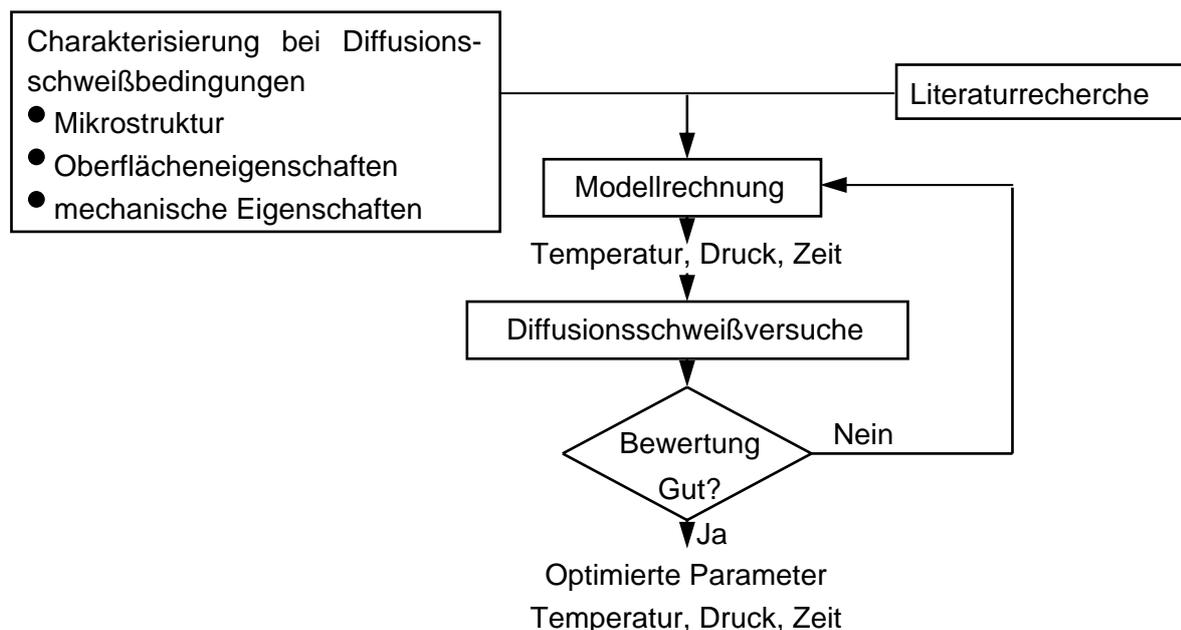


Abb. 4-1: Flussdiagramm für die Optimierung des Diffusionsschweißprozesses im Labor

Der aus der Modellberechnung gelieferten Parametersatz, der aus Schweißtemperatur, -druck, und -dauer besteht, wird für Diffusionsschweißversuche mit Proben aus massivem (unstrukturierten) Material eingesetzt. Zur Kontrolle wird die gesamte Kriechdehnung der Probe nach der Schweißung gemessen und mit der vorausgerechneten Kriechdehnung verglichen. Für die sowohl qualitative als auch quantitative Beurteilung der Schweißnaht werden aus der geschweißten Probe verschiedene kleine Proben, wie metallographische Proben, Zug- und miniaturisierte Kerbschlagproben (KLST - Proben) gefertigt. Falls die Qualität der Schweißnaht nicht so wie erwünscht ist, soll der Ablauf der Modellberechnung mit den gewonnenen Erkenntnissen wiederholt werden.

Der aus den Diffusionsschweißversuchen im ersten Teil ermittelte Parametersatz wird im zweiten Teil auf die mit Kanalstruktur versehenen Bleche, deren Kanalgeometrie bereits vorgegeben ist, übertragen. Das Flussdiagramm dieses zweiten Teils ist in Abb. 4-2 dargestellt. Für den Aufbau des Kreuzstrom-Mikrowärmetauschers wird aufgrund der einachsigen eingeleiteten Druckspannung auf die Steg-Bereiche, die nicht direkt beansprucht sind, die Kraft ungünstig eingeleitet, so dass die Belastung und somit die plastische Dehnung in Bereichen der Stege zu hoch und in anderen Bereichen zu niedrig werden. Die Möglichkeit die Stege im Lichtmikroskop zu vermessen ist nach der Probenreinigung nicht möglich und deshalb ist die plastische Dehnung der Stege nach der Schweißung nicht feststellbar. Aus diesem Grund wird eine FEM-Berechnung durchgeführt. Der neue Parametersatz der FEM-Berechnung wird direkt zur Diffusionsschweißung der strukturierten Bauteile angewendet, die wiederum anhand der metallographischen Untersuchungen, Zug- und Kerbschlag-Versuchen sowohl qualitativ als auch quantitativ bewertet werden.

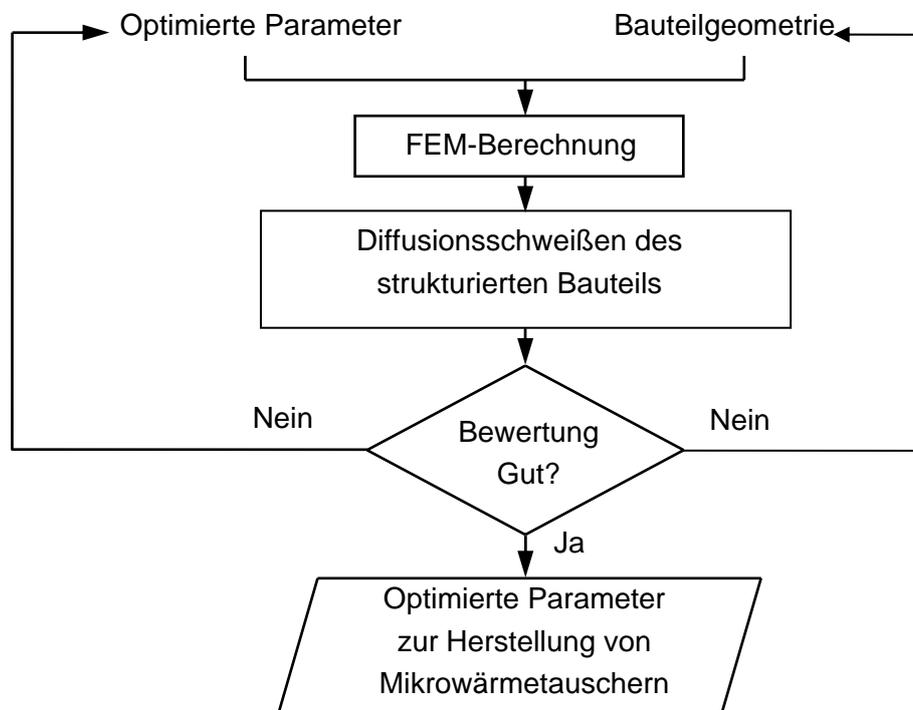


Abb. 4-2: Flussdiagramm für die Übertragung des optimierten Parametersatzes vom nicht strukturierten auf das strukturierte Bauteil

Bei schlechten Ergebnissen wird ein neuer Parametersatz ausgewählt und damit die Rechnung wiederholt. Eventuell ist es aber auch nötig, den Designern eine neue Bauteilgeometrie zu empfehlen. Sobald die Bewertung ein zufriedenstellendes Ergebnis liefert, kann der Parametersatz zur Herstellung des Kreuzstrom-Mikrowärmetauschers angewendet werden.

4.2 Materialkennwerte aus dem Literatur

4.2.1 Die chemischen Eigenschaften

Nickel gehört zu der Gruppe VIIIb im Periodensystem und ist ein Übergangsmetall mit einer kubischflächenzentrierten Gitterstruktur. Technisch ist Nickel ein sehr wichtiger Werkstoff.

Reines Nickel ist relativ fest und duktil, und bleibt auch so bei niedriger Temperatur, dass z.B. bei -253 °C die Zugspannung 774 MPa mit einer Bruchdehnung von 48% beträgt. Die Korrosionsbeständigkeit von Nickel ist besser als die von Kupfer und Messing. Es ist recht stabil in schwachen organischen Säuren und sehr stabil in Basen mit allen Konzentrationen. Deshalb wird Nickel häufig in der chemischen Industrie zum Bauen chemischer Anlagen verwendet [26].

Wegen seiner vielseitigen Eigenschaften basieren sehr viele Legierungen auf Nickel. Die meist verwendeten Legierungen sind Nickel-Kupfer-, Nickel-Chrom-, Nickel-Molybdän-, Nickel-Chrom-Molybdän-, Nickel-Chrom-Eisen-, Nickel-Chrom-Kobalt-, und Nickel-Silizium-Legierung. Nickel bildet eine Reihe von Hochtemperaturlegierungen, welche die Hauptwerkstoffe von Gasturbinen sind. Chrom ist das bedeutende Legierungselement in vielen korrosionsbeständigen Nickelbasislegierungen und die meisten davon wurden für Hochtemperaturanwendungen entwickelt. Ungefähr 30% Chrom ist in Nickel löslich [55]. Für die hohe Zugfestigkeit und Kriechbeständigkeit wurden in Nickel noch schwere Elemente wie Molybdän, Wolfram zulegiert. Diese Legierungselemente unterdrücken die Mobilität der Atome, welche für die hohe Rekristallisationstemperatur verantwortlich ist. Beim Diffusionsschweißen einer Hochtemperaturlegierung wird üblicherweise eine höhere Schweißtemperatur und ein höherer Schweißdruck als beim Diffusionsschweißprozess des niedrig legierten Stahls benötigt. Die untere Temperaturgrenze beim Diffusionsschweißen dieser Hochtemperaturlegierung liegt bei einem Punkt, an dem die Rekristallisations- und Diffusionsprozesse beginnen [56].

Im Rahmen dieser Promotionsarbeit wird eine Ni-Cr-Mo-Legierung verwendet, die von der Firma Haynes International mit der Bezeichnung Hastelloy[®] C-22[®] und der Werkstoffnummer 2.4602 hergestellt wird. Das Blechmaterial, das als Hauptmaterial für die Herstellung der Mikrowärmetauscher durch Diffusionsschweißen verwendet wird, hat die Chargennummer 2277-3-3112. Es ist ein Bandmaterial mit der Breite von 60 mm . Das Material wird durch Umformung bis zu $300\text{ }\mu\text{m}$ dick hergestellt. Die Lösungsglühungstemperatur liegt bei ca. 1121 °C [57]. Da es nicht möglich ist, mit der momentan vorhandenen Versuchsanlage im IMF II Hochtemperaturzugversuche, Kriechversuche und Kerbschlagbiegeversuche zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften eines $300\text{ }\mu\text{m}$ dicken Bleches durchzuführen, werden Versuchsproben aus einer 4 mm dicken Platte (Erhalten von Robert Zapp GmbH für die Forschungszwecke) mit der Chargennummer 2277-4-3148 hergestellt. Für die Diffusionsschweißversuche, die mit oder ohne Bleche gemacht werden, wird der Werkstoff Hastelloy[®] C-22[®] in Form eines Zylinderstabs mit einem Durchmesser von $25,2\text{ mm}$ verwendet. Damit lässt sich die gewünschte Probenlänge für die quantitative Beurteilung der Schweißverbindung durch Zug und Kerbschlagversuche einfach realisieren. Der Zylinderstab besitzt die Chargennummer 900481.

Die Schmelztemperatur von Hastelloy[®] C-22[®] liegt im Bereich 1357 °C bis 1399 °C . Die chemische Zusammensetzung ist in Tab. 4-1 angegeben.

Tab. 4-1: chemische Zusammensetzung von Hastelloy® C-22®, Chargen-Nr. 2277-3-3112

Nr.	Element	Gew. % [58]	Atom %
1.	Ni	56,655	59,111
2.	Cr	21,26	25,039
3.	Mo	13,43	8,572
4.	Fe	3,59	3,937
5.	W	2,88	0,959
6.	Co	1,7	1,767
7.	Mn	0,23	0,256
8.	V	0,21	0,252
9.	Si	0,03	0,065
10.	P	0,007	0,014
11.	S	0,004	0,008
12.	C	0,004	0,020

Die besonderen Eigenschaften dieses Materials sind [57]:

1. hoher Widerstand gegen chemische Korrosionsangriffe, wie Lochfraß, Spaltkorrosion und Spannungsrisskorrosion. Die Widerstandsfähigkeit ist den vergleichbaren Sorten wie Hastelloy® C-276®, Legierung C-4 und Legierung 625 weit überlegen.
2. optimaler Einsatz in Umgebungen, in denen reduzierender oder oxidierender Zustand herrscht.
3. widerstandsfähig gegen die Bildung von Korngrenzen-Abscheidungen im wärmebeeinflussten Schweißbereich und deshalb für die chemische Prozessapplikation im geschweißten Zustand geeignet.

4.2.2 Die mechanischen Eigenschaften

Hastelloy® C-22® ist ein Werkstoff, der bei hohen Temperaturen sehr beständig ist und daher für chemischen Anlagen sehr geeignet ist, die bei einer Einsatztemperatur bis ca. 600 °C betrieben werden. Der Elastizitätsmodul wird vom Hersteller im Temperaturbereich zwischen RT (Raumtemperatur) bis ca. 1000 °C wie in Abb. 4-3 angegeben. Die 0,2%-Dehngrenze und die Zugfestigkeit im Temperaturbereich zwischen RT und 760 °C werden für Bleche mit einer Dicke zwischen 0,710 mm und 3,2 mm in Abb. 4-4 präsentiert.

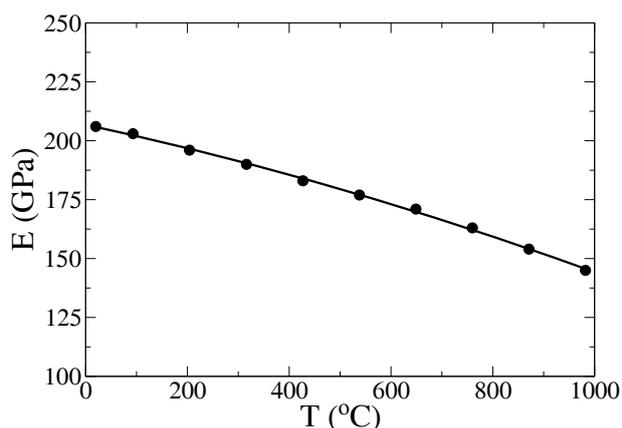


Abb. 4-3: Elastizitätsmodul [57]

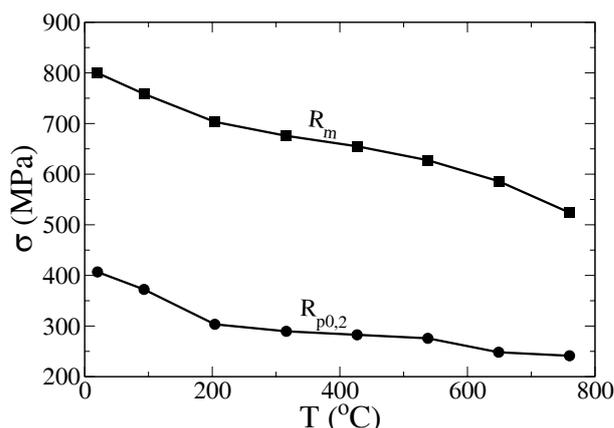


Abb. 4-4: R_{p0,2} - und R_m - Werte [57]

4.2.3 Die Diffusionseigenschaften

Hastelloy® C-22® ist eine Mischkristalllegierung, wobei das Kristallgitter vom Legierungselement Ni bestimmt wird, das ein kubisch flächenzentriertes Gitter im gesamten Arbeitstemperaturbereich hat. Für die Berechnung der Diffusionsvorgänge beim Diffusionsschweißen werden die Diffusionskennwerte, die in Tab. 4-2 aufgelistet sind, verwendet.

Tab. 4-2: Parameter für die Diffusion

Parameter	Einheit	Werte	Bemerkung
Atomvolumen, Ω	μm^3	$1,1 \cdot 10^{-11}$	Ni
Oberflächenschichtlage, δ_s	μm	$0,25 \cdot 10^{-3}$	Ni
Korngrenzenschichtlage, δ_b	μm	$0,25 \cdot 10^{-3}$	Ni
Oberflächenenergie, γ_s	J/m ²	2,34	Ni [59]
Korngrenzenenergie, γ_b	J/m ²	0,67	Ni [60]
Vorfaktor der Oberflächendiffusion, $D_{0,s}$	m ² /s	$1,0 \cdot 10^{-6}$	Ni [61]
Aktivierungsenergie der Oberflächendiffusion, Q_s	J/mol	84000	Ni [61]
Vorfaktor der Volumendiffusion, $D_{0,v}$	m ² /s	$1,5 \cdot 10^{-5}$	Ni auf Ni - 20Gew.% Cr [62]
Aktivierungsenergie der Volumendiffusion, Q_v	J/mol	259000	Ni auf Ni - 20Gew.% Cr [62]
Vorfaktor der Korngrenzendiffusion, $D_{0,b}$	m ² /s	$6,0 \cdot 10^{-3}$	Ni auf Ni - 20Gew.% Cr [62]
Aktivierungsenergie der Korngrenzendiffusion, Q_b	J/mol	209000	Ni auf Ni - 20Gew.% Cr [62]

Die Oberflächen- und Korngrenzenschichtlage werden mit dem Durchmesser der Nickelatome gleichgesetzt, der $0,25 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}$ ([63], Seite 499) beträgt. Das Atomvolumen von Nickel, das kfz (**k**ubisch **f**lächen**z**entriert)-Gitter besitzt, kann davon gerechnet werden. Der Dampfdruck von Nickel bei Temperaturen zwischen 1000 °C und 1200 °C nimmt linear zu, und beträgt $1,34 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$ bei einer Temperatur von 1050 °C [64].

4.3 Probenvorbereitung für die metallographischen Untersuchungen

Um die Veränderung des Materialgefüges festzustellen, werden die metallographischen Untersuchungen an 300 µm dicken Blechproben durchgeführt, die bei verschiedenen Temperaturen wärmebehandelt werden. Es existieren zwei Arten von Proben, von denen die eine für die AES (Auger Elektronen Spektroskopie)-Untersuchungen nur geschliffen und poliert werden, und die andere für die Gefügeuntersuchungen mit dem Lichtmikroskop, die nach dem Polieren noch mit dem chemischen Lösungsmittel geätzt werden.

Für die Untersuchung der Temperatureffekte auf das Materialgefüge wird ein fünf Zonen Strahlungsofen verwendet. Die Proben werden auf eine Schaufel gelegt und in ein Quarzglas hineingeschoben, worin bis zu 10^{-4} mbar evakuiert wird. Nach dem Vorheizen des Ofens auf die gewünschte Wärmebehandlungstemperatur wird das Quarzglas in den Ofen hineingeschoben. Die Temperatur wird anhand eines Thermoelements, das sich in der Schaufel befindet und in der Nähe der Probe positioniert wird, gemessen. Die Wärmebehandlung der Probe beginnt aber erst dann, wenn eine stationäre Temperatur erreicht ist.

Nach der Wärmebehandlung werden die Proben dann eingebettet. Die eingebetteten Proben werden zum Abtragen der Oberflächenverschmutzungen und der groben Oberflächenrauigkeit mit SiC-Schleifpapier verschiedener Körnungen geschliffen. Der Schleifvorgang geschieht der Reihe nach mit P-800, P-1200 und P-2500 Schleifpapier, wobei die Zahl hinter den P-Werten für die Anzahl der Maschen eines Siebs pro Zoll steht. Um die Schleifspuren zu entfernen, werden die Proben mit Diamantsuspensionen auf einem Poliertuch weiter bearbeitet. Wie beim Schleifen wird der Poliervorgang in der Reihenfolge mit Diamantsuspensionen von 9 µm, 6 µm und 3 µm durchgeführt.

Die Proben werden zur weiteren Gefügeuntersuchung mit dem Lichtmikroskop mit einem speziellen chemischen Lösungsmittel, das als modifizierte Schüler-Lösung bekannt ist, unter einem Abzug geätzt. Diese Ätzlösung [65] besteht aus:

- 40 ml konzentrierte Salzsäure (32 %-ig)
- 4 ml konzentrierte Salpetersäure
- 0,5 g Kupferdichlorid-Hydrat

Die Ätzung kann zwischen 1,5 min bis 2 min oder im Falle des nicht wärmebehandelten Materials noch länger dauern.

4.4 Beschreibung der mechanischen Versuche

4.4.1 Zugversuche

Für die Hochtemperaturprozesse sind die mechanischen Eigenschaften des Materials wie $R_{p0,2}$ und R_m sehr wichtig, die in Zugversuchen bestimmt werden. Die beiden Werte sind für den Temperaturbereich zwischen RT bis 760 °C schon aus Datenblättern bekannt und in Abb. 4-4 dargestellt. Für die Diffusionsschweißversuche wird die Ermittlung der $R_{p0,2}$ und R_m

–Werte bis ca. 1120 °C ausgedehnt, wobei die Zugversuche zwischen RT bis 700 °C für die Vergleichswerte mit den Werten von Abb. 4-4 gelten. Dieser Vergleich ist wichtig, weil der Hersteller keine weiteren Angaben über den Versuchsmodus und die Dehnrates bekannt gibt.

Diese Hochtemperaturzugversuche werden mit einer rechnergestützten Anlage durchgeführt, die mit einer Kraftmessdose von 50 kN ausgestattet ist und bis zu einer Temperatur von 1600 °C gefahren werden kann. Die Anlage besitzt einen Ofen, worin mit einer Turbomolekularpumpe unterstützt von einer Vorpumpe ein Hochvakuum von ungefähr 10^{-7} mbar in einem mindestens mehrere Stunden dauernden Prozess erzeugt werden kann. Der Ofeninnenraum ist in Abb. 4-5 dargestellt. Um den Prüfraum herum gibt es den mäanderförmigen Heizer aus Wolfram und die in vielen Lagen parallel angeordneten Strahlungsabschirmbleche, die sich auch am Boden und der Decke des Prüfraumes befinden. Diese Abschirmbleche haben die Funktion, die Wärmestrahlungsverluste des Ofeninnenraumes zu minimieren.

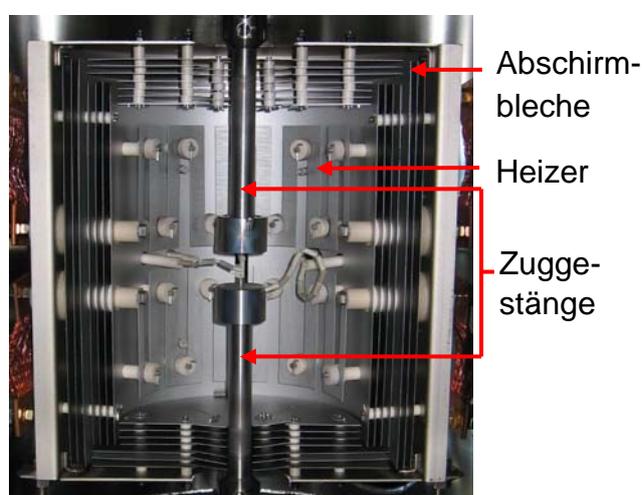


Abb. 4-5: Vakuumofenraum der Hochtemperaturprüfanlage

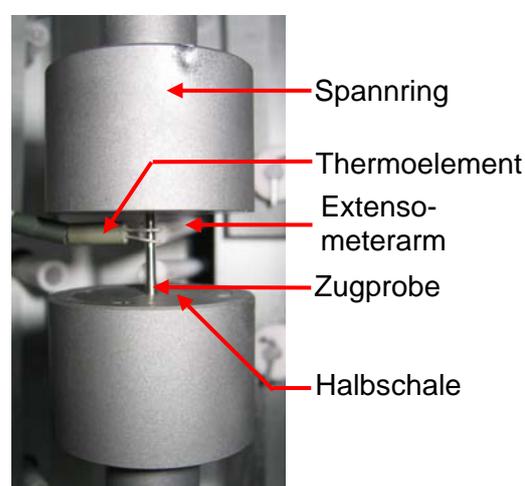


Abb. 4-6: Einspannvorrichtung der Zugprobe

Im Ofenraum wird die Zugprobe, die wie in Abb. 4-7 gezeigt eine Messlänge von 7,6 mm und effektiven Durchmesser von 1,8 mm besitzt, an den oberen und unteren Zuggestänge, die aus Wolfram und aufeinander in Flucht sind, jeweils mit Hilfe der Halbschalen und der Spannringe, die ebenfalls aus Wolfram sind, befestigt. Die Befestigung der Zugprobe wird in Abb. 4-6 gezeigt. Um die Probentemperatur zu messen und zu regeln, wird an der Probe ein Platin – Platin Rhodium (Pt-PtRh) – Thermoelement mit der elektrischen Punktschweißanlage befestigt. Die Schweißstelle soll zur Vermeidung von Oberflächenbeschädigungen, die evtl. Messfehler verursachen können, außerhalb der Messlänge sein. Damit die Probe in Kraftschluss ist, wird eine Vorlast von 30 N aufgebracht. Zur direkten Messung der Probenverformung wird ein induktives Messsystem aus zwei Al_2O_3 Keramikstäben mit jeweils abgeflachter Spitze, mit der voreingestellte Messlänge von 7,6 mm verwendet. Dieser wird an der Probe genau im Messbereich der Probe bis zum Anschlag herangefahren.

Anschließend werden die Vakuumpumpen eingeschaltet. Sobald ein Hochvakuum im Bereich von 10^{-5} mbar im Ofen herrscht, wird die Heizung eingeschaltet. Dadurch wird die Wärme an die Probe durch Strahlung so lange übertragen, bis die gewünschte Temperatur erreicht wird und sich im stationären Bereich befindet.

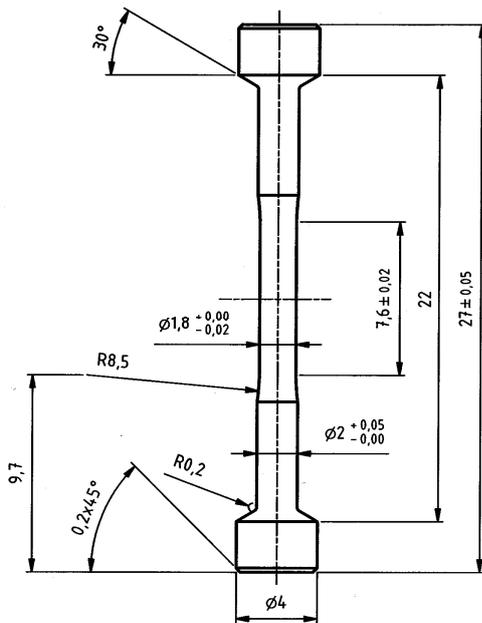


Abb. 4-7:Zugprobe

Beim Start des Zugversuches wird das untere Gestänge mit einer konstanten Geschwindigkeit nach unten gefahren und dadurch die Probe gezogen. Zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$ werden verwendet, die 0,01 1/s und 0,03 1/s betragen. Damit lässt sich sicherzustellen, dass die Messwerte nicht von der Dehnrates abhängig sind. Die Versuchsdauer, die die Probe von der Anfangsdehnung bis zum Bruch braucht, liegt zwischen 60 bis 120 s.

Die Versuchsdaten werden während des Versuchs von einem Datenerfassungsprogramm „Dasylab“ mit 20 Datenpunkten/s erfasst.

Bei den Zugversuchen an diffusionsgeschweißten Proben werden aus jedem Schweißblock zwei Zugproben herausgenommen. Die Proben haben, wie in Abb. 4-7 dargestellt, die Schweißnaht genau

in der Probenmitte.

4.4.2 Kriechversuche

Zum Bestimmen des Kriechgesetzes des Materials werden Kriechversuche bei Druckbelastung und mit konstanter wahrer Spannung durchgeführt. Die Proben sind würfelförmig und haben eine Abmessung von $(4 \times 4 \times 4) \text{ mm}^3$.

Die Versuchsanlage für die Kriechversuche ist rechnergestützt und besitzt die gleiche Ausstattung wie die Anlage für die Zugversuche. Aber im Ofeninnenraum gibt es den Unterschied, dass statt der Zugvorrichtung eine Druckvorrichtung eingebaut ist. Sie besteht aus oberem und unterem Al_2O_3 Keramikrohr mit jeweils einer hochtemperaturbeständigen Druckplatte aus TZM (**T**itan-**Z**irkon-**M**olybdän). Die Kriechprobe wird im Raum zwischen den Druckplatten wie in Abb. 4-8 dargestellt eingebaut. Damit die Druckkraft so gleichmäßig wie möglich auf die Druckfläche der Probe verteilt wird, soll die Probe im Mittelpunkt der Druckplatte positioniert werden.

Die Temperatur wird wegen der kleinen Probenabmessungen und der späteren gesamten Verformung der Probe nicht direkt an der Probe sondern über ein Pt – PtRh – Thermoelement an einem starren würfelförmigen Körper aus TZM gemessen. Dafür wird vor den Kriechversuchen die Temperatur zwischen der Probe und dem TZM-Würfel kalibriert.

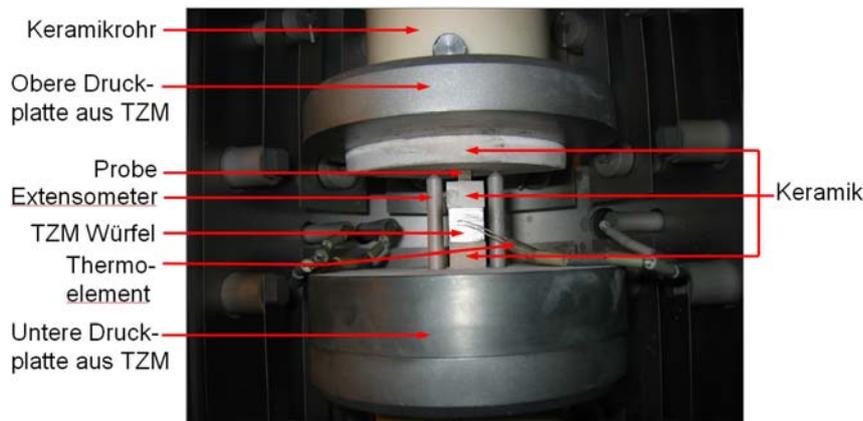


Abb. 4-8: Aufbau eines Kriechversuches

Zwischen der Probe und der oberen Druckplatte bzw. zwischen dem TZM Würfel und der Probe und der unteren Druckplatte wird jeweils eine Keramikscheibe zur Isolierung der Wärmeleitung verwendet. Darüber hinaus werden die Keramikscheiben beidseitig mit Bornitrid (BN) besprüht. Die dünnen BN-

Schichten sollen verhindern, dass sich die Einbauteile während des Versuchs verbinden. Zusätzlich soll damit die Reibung zwischen der Probe und den Keramikscheiben minimiert werden, so dass die Probe während des Druckversuchs seitlich gleichmäßig gleiten kann. Nach der Positionierung wird die Probe mit einer Vorlast von 50 N im Kraftschluss vorgespannt, damit es keinen plötzlichen Kraftsprung beim Aktivierung des Kraftgebers durch das Rampenprogramm gibt.

Die Messung der Probenverformung erfolgt durch ein induktives Wegmesssystem, das über drei an jedem Ende angespitzte Al_2O_3 -Stäbe misst. Zwei gleich lange Stäbe, zwischen denen die Probe positioniert wird, drücken gegen die obere Keramikscheibe (Abb. 4-8) und der dritte Stab auf die untere Druckplatte. Verformt sich die Probe wird die Wegdifferenz der Stäbe gemessen. Der maximale Messweg beträgt 10 mm.

Der Versuch läuft kraftgesteuert mit einem entsprechenden Ablaufprogramm (Kraft- und Temperaturrampe mit anschließendem Halten) über die Software „Dasylab“ ab. Ein Hochvakuumzustand bis ca. 10^{-5} mbar wird, wie bei den Zugversuchen, vor der Aufheizphase erzeugt. Die Probe wird bis zur gewünschten Temperatur mit einer Geschwindigkeit von 20 K/min aufgeheizt. Nach der Temperatureinregelung wird die Kraft mit einer Geschwindigkeit von 0,05 kN/s angelegt. Während des Versuches wird die Kraft aufgrund der Werkstoffverformung ständig geregelt (konstante wahre Spannung).

4.4.2.1 Temperaturkalibrierung

Aufgrund der indirekten Regelung der Temperatur während des Versuchs wird zunächst eine Temperaturkalibrierung an einem TZM-Würfel vorgenommen. Die Versuchsanordnung ist in Abb. 4-9 dargestellt. Zwei Pt – PtRh - Thermo-elemente werden jeweils an der oberen und unteren Stirnfläche der Probe positioniert. Ein artgleiches Thermo-element wird seitlich am TZM-Würfel angeschweißt, worüber die Versuchstemperatur geregelt wird. Die gleiche Anordnung der mit BN besprühten Keramikscheiben wird auch bei den späteren Kriechversuchen eingehalten, damit die gleichen Isolierungsbedingungen der Wärmeleitungen herrschen. Zur Steuerung und Regelung der Temperatur am TZM-Würfel wird ein Rampenprogramm mit anschließendem Halten verwendet.

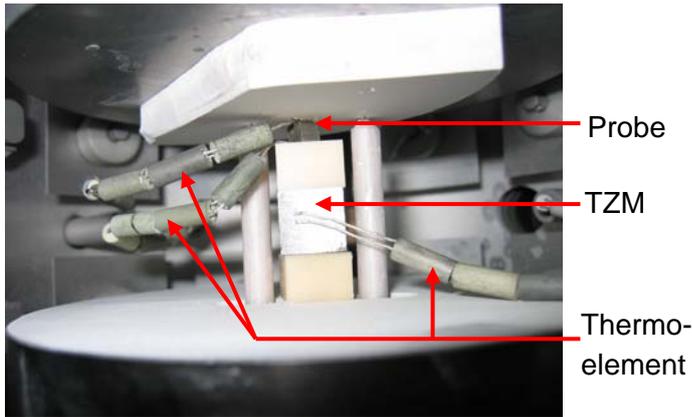


Abb. 4-9: Versuchsaufbau für die Temperaturkalibrierung

Der Kalibrierungsversuch wird im Kraftschluss mit einer Haltekraft von 50 N gefahren. Die zeitlichen Temperaturverläufe der drei Messpunkte der Thermoelemente sind in Abb. 4-10 gezeigt. In der Aufheizphase (< 1 h) bekommt die seitliche Fläche des TZM-Würfels direkt die Wärmeenergie durch Strahlung, während bei der Probe die Wärme erst an der Stirnfläche eingeleitet werden soll. Dadurch steigt die Temperatur am TZM-Würfel mit höherer Geschwindigkeit an.

Nach dem Erreichen der ersten Temperaturstufe gleicht sich die Proben temperatur der Temperatur am TZM-Würfel an, so dass bei der weiteren Temperaturerhöhung nur ein sehr geringer Temperaturunterschied festgestellt wird. Weiterhin wird bei jeder Erhöhung der Temperatur eine Temperaturüberschwingung zwischen $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $8\text{ }^{\circ}\text{C}$ bemerkt, die in ca. 3 min wieder stark abklingt. In jeder Temperaturstufe wird 18 min gewartet bis eine stationäre Temperatur erreicht ist. Die stationäre Proben temperatur wird mit der am TZM-Würfel gemessenen, wie in Abb. 4-11 gezeigt, verglichen.

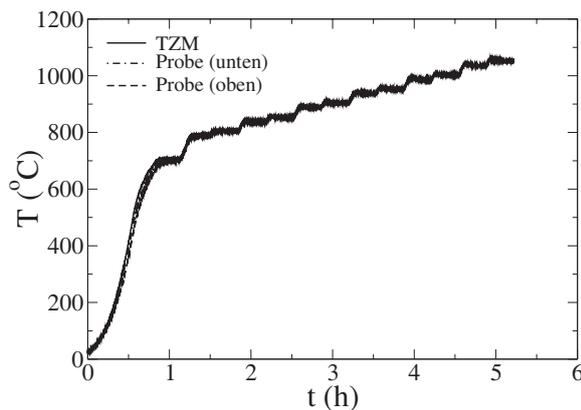


Abb. 4-10: Die zeitlichen Temperaturverläufe während der Kalibrierung

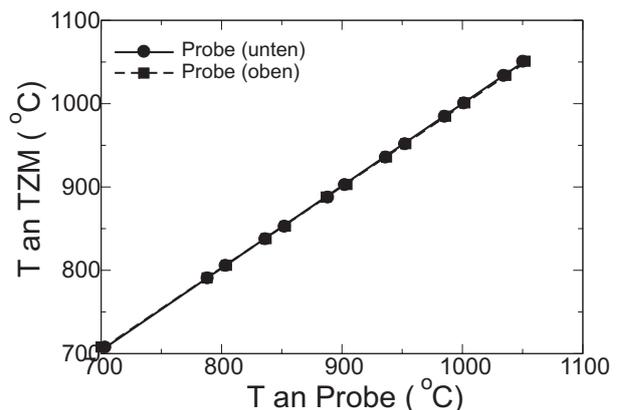


Abb. 4-11: Kalibrierungsergebnisse zwischen Kriechprobe und TZM-Würfel

Das Ergebnis zeigt, dass zwischen dem Mittelwert der Proben temperatur und der Temperatur am TZM-Würfel ein Unterschied von $\pm 1\text{ K}$ gibt. Die beiden Temperaturen haben eine gleiche Abhängigkeit im Temperaturbereich zwischen $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.4.3 Kerbschlagversuche

Die Kerbschlagversuche dienen sowohl zur Charakterisierung der Zähigkeit des Materials in Abhängigkeit von den Wärmebehandlungstemperaturen als auch zur Beurteilung der diffusionsgeschweißten Proben. Bei der Wärmebehandlungsuntersuchung werden die Proben aus der gleichen Materialsorte wie die Zug- und Kriechproben hergestellt und jeweils im Quarzglasofen, wie in Abschnitt 4.3 beschrieben, bei einer bestimmten Temperatur und Dauer wärmebehandelt. Die Kerbschlagversuche werden nur bei RT durchgeführt.

Bei diesen Versuchen wird eine voll automatisierte und rechnergesteuerte Anlage (Abb. 4-12) verwendet, die eine maximale Kerbschlagenergie von 25 J liefern kann. Die Probe mit einem bestimmten Format, die als KLST-Probe (miniaturisierte Kerbschlagprobe) bezeichnet wird, ist in Abb. 4-14 dargestellt.



Abb. 4-12: Kerbschlaganlage

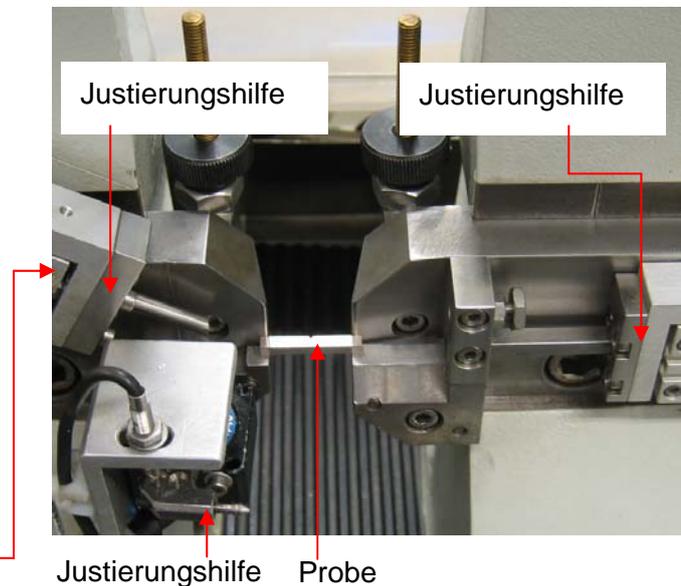


Abb. 4-13: Probenpositionierung

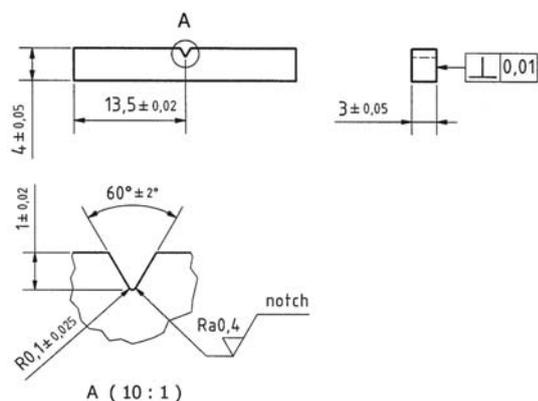


Abb. 4-14: KLST-Probe

Diese Proben werden in einem Magazin aufgestapelt. Bei RT-Untersuchungen wird die Probe direkt auf das Widerlager geschoben und dort anhand der Justierungshilfen, wie in Abb. 4-13 gezeigt positioniert. Nach der genauen Positionierung wird der Hammer ausgelöst. Er trifft die Probe von der Rückseite der Kerbe. Die Kerbschlagenergie wird über die Hammerausrückung von einem Programm ermittelt und als Schlagarbeit wiedergegeben.

4.4.4 Diffusionsschweißversuche

Bei den Diffusionsschweißexperimenten wird die gleiche Anlage wie für die Versuche zur Bestimmung des Kriechverhaltens des Werkstoffes verwendet. Die Datenerfassung und die Steuerung der Temperatur bzw. der Druckkraft anhand eines Rampenprogramms erfolgen auch durch die Software „Dasylab“.

4.4.4.1 Temperaturkalibrierung

Damit die vor dem Diffusionsschweißprozess gereinigte Probe nicht zu lang in der Atmosphäre bleibt, wird die Temperatur nicht direkt an der zu schweißenden Probe gemessen. Diese Maßnahme ist auch nötig, um das Verrutschen der Probenteile während des Punktschweißens zu verhindern. Stattdessen wird die Temperatur wie bei den Kriechversuchen über einen TZM-Würfel, wie in Abb. 4-15 gezeigt, geregelt. Die Einstellung des TZM-Würfels und der Schweißprobe ist vergleichbar mit der während des Diffusionsschweißens (Abb. 4-17). Zwei Pt–PtRh - Thermoelemente werden verwendet, die über das Punktschweißen jeweils an TZM-Würfel und an der Probe angeschweißt werden. Die Temperaturkalibrierung wird in einem für den Diffusionsschweißprozess relevanten Bereich zwischen 900 °C und 1100 °C mit einem Temperaturabstand von 50 °C gemacht. Die Haltezeit beträgt für jede Stufe 1 h.

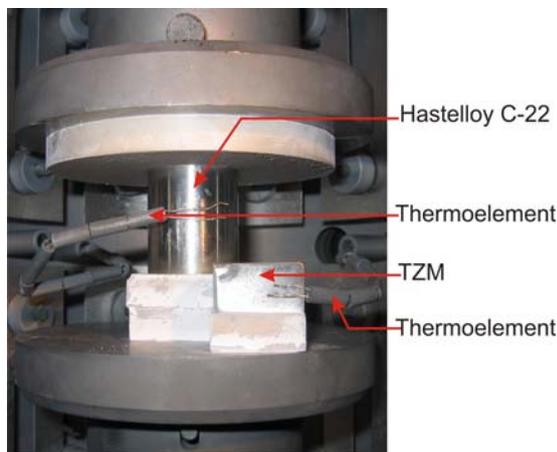


Abb. 4-15: Einstellung der Kalibrationsprobe und des TZM-Würfels

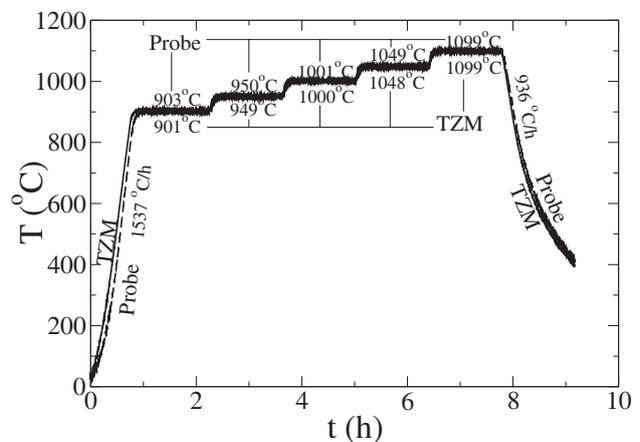


Abb. 4-16: Temperaturverlauf des TZM-Würfels und der Probe

Der Temperaturverlauf des TZM-Würfels und der der Probe sind in Abb. 4-16 dargestellt. In der Aufheizphase steigt die Temperatur der beiden mit verschiedenen Geschwindigkeiten an. Die Aufheizgeschwindigkeit der Probe ab einer Temperatur von 400 °C ist konstant und liegt bei 1537 °C/h. Am Ende der Aufheizphase gleichen sich die Temperaturen innerhalb von ca. 10 min aus. Diese Zeitverzögerung tritt auch bei weiterer Temperaturerhöhung auf. Es ist ersichtlich, dass die gemessenen Temperaturunterschiede zwischen dem TZM-Würfel und der Probe bei 1 °C im Hochtemperaturbereich und 2 °C im Niedertemperaturbereich liegen. In der Abkühlphase ist die Abkühlgeschwindigkeit des TZM-Würfels schneller als die der Probe. Im Temperaturbereich zwischen 750 °C und 1100°C kann der Temperaturabfall der Probe als nahezu linear angesehen werden, welche eine Geschwindigkeit von 936 °C/h hat.

4.4.4.2 Diffusionsschweißen von unstrukturierten Proben

Im Allgemeinen werden zwei Arten von Diffusionsschweißversuchen durchgeführt. Bei der ersten geht es um Verifizierung der zurzeit am IMVT verwendeten Schweißparameter (1100 °C, 20 MPa und 1 h), welche nur Stabmaterial benötigt. Die Proben werden durch Plandrehen in jeweils einer Länge von 20 mm abgetrennt. Es entsteht durch den Drehprozess eine

spiralförmige Rauheitsspur, deren Messgröße als Inputparameter für die Modellberechnung verwendet wird.

Bei den zur Mikrowärmetauscherherstellung relevanten Diffusionsschweißversuchen werden zusätzlich noch 2 Blechproben benötigt, die mit einer Erodiermaschine in einem Durchmesser von 25,2 mm (vgl. mit Stabmaterial) geschnitten und in der Mitte zwischen dem Stabmaterial positioniert werden. Aufgrund der Untersuchungsergebnisse (siehe Abschnitt 5.4), die zeigen, dass die Blechoberfläche verunreinigt ist, wird die Oberflächen der Blechprobe beidseitig bis ca. 10 μm abgetragen. Es wird das mechanische Verfahren bevorzugt, da die chemischen Verfahren wie Ätzen bzw. Abbeizen den Werkstoff selektiv abtragen können, was zur Veränderung der chemischen Zusammensetzung auf den Oberflächen führen kann. Um diese verunreinigte Oberfläche abzutragen, wird das Schleifen eingesetzt, das eine langförmige Oberflächenrauheit erstellt. Damit gleiche Rauheitsgrößen bei der gleichzeitigen Schweißung von Blech-Blech und Blech-Zylinderstab eingestellt werden, werden die Oberflächen der Stabproben mit dem gleichen Schleifpapier bearbeitet.

Die zu schweißenden Proben, die mit oder ohne Oberflächenbehandlung vorbereitet sind, werden mit Aceton im Ultraschallbad zwei Mal mit einer Dauer von jeweils 10 Minuten und einer Badtemperatur von 35 °C gereinigt. Sie werden auf eine mit Bornitrid (BN) gesprühte Keramikscheibe aufeinander gestapelt und auf die untere Druckplatte im Ofenraum gelegt. Für die geschliffenen Schweißproben werden die einzelnen Proben nach der Schleifrichtung aufeinander gestapelt (Abb. 4-17). Bei der Schweißprobe nur aus Stabmaterial ist aufgrund ihrer spiralförmigen Rauigkeitsspuren keine besondere Orientierung nötig. Damit ist der im Diffusionsschweißmodell angenommene ebene Dehnungszustand gültig. Zwischen der Probe und oberer Druckplatte wird die gleich mit BN besprühte Keramikscheibe verwendet. Nach der Positionierung wird die Probe, wie bei den Kriechversuchen, mit einer Vorlast von 50 N in Kraftschluss gebracht.

Aufgrund des großen Probendurchmessers und der bei hoher Temperatur angelegten hohen Druckkraft muss die Schweißprobe möglichst in der Mitte der Druckteller positioniert werden, damit die Druckkraft gleichmäßig auf den gesamten Probenquerschnitt verteilt wird. Diese Maßnahme begründet den Verzicht auf das in Abschnitt 4.4.2 erwähnte Dehnungsmesssystem. Es bedeutet, dass die wahre Spannung nicht mehr durch die Korrektur der Druckkraft über die Kriechdehnung direkt ermittelt werden kann. Stattdessen wird die Kriechdehnung im Voraus berechnet und mit gleich langen Zeitintervallen in mehrere Teile geteilt, mit denen die Druckkraft korrigiert wird.

Wie bei den Zug- und Kriechversuchen wird auch bei den Diffusionsschweißversuchen ein Hochvakuum bis ca. 10^{-5} mbar vor Beginn des Versuches erzeugt. Anschließend beginnt das erste Rampenprogramm, die Temperatur zu steuern. Nach dem Erreichen der stationären Schweißtemperatur schaltet das zweite Rampenprogramm die Kraftgeber ein. Die Druckkraft wird mit einer Geschwindigkeit von 0,05 kN/s gefahren. Im Laufe des Schweißvorgangs wird die Temperatur konstant gehalten, während die Druckkraft von einem Zeitintervall zum anderen erhöht wird.

Als Beispiel wird der Temperatur- und wahre Spannungsverlauf während des Diffusionsschweißens von einer Referenzprobe in Abb. 4-18 gezeigt. Hier ist zu sehen, dass während

der Aufheizphase die Temperatur mit einer konstanten Geschwindigkeit fährt. Nach dem Erreichen der gewünschten Temperatur gibt es eine Temperaturüberhöhung von ca. 8 °C. Diese klingt aber in ca. 4 min wieder ab. Nach der vorgegebenen Schweißdauer nimmt die Temperatur wieder ab und gleichzeitig wird die Probe entlastet.

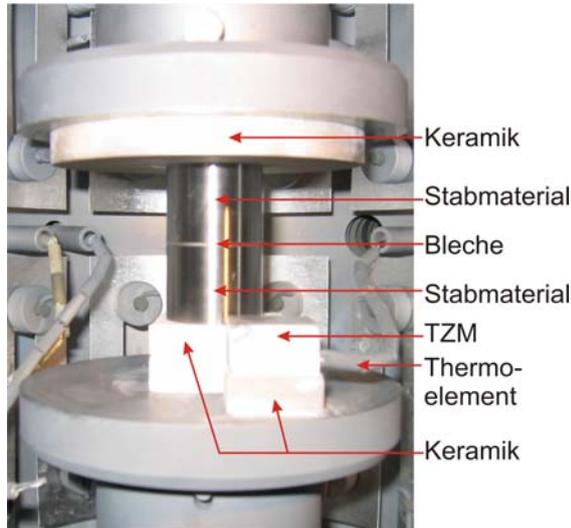


Abb. 4-17: Einstellung bei Diffusionsschweißversuche

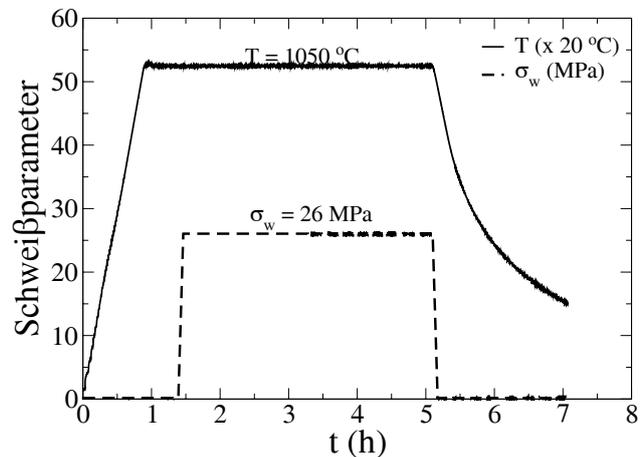


Abb. 4-18: Temperatur- und wahrer Spannungs-Verlauf während des Schweißprozesses

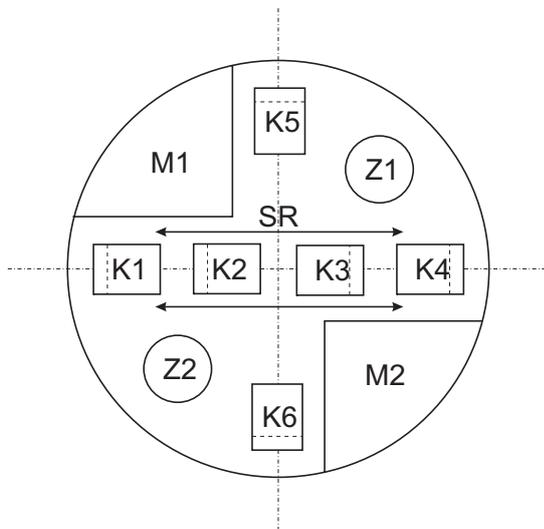


Abb. 4-19: Schematische Darstellung der Probenentnahme. SR: Schleifrichtung

Aus der Diffusionsschweißprobe werden Zug-, Kerbschlag- und metallographische Proben zur Charakterisierung der Schweißnaht hergestellt. Eine schematische Darstellung der Probenentnahme ist in Abb. 4-19 dargestellt. Für die Schweißprobe mit Blechen laufen die Rauheitspuren von links nach rechts. Die Buchstaben K, M und Z bedeuten jeweils die Kerbschlagproben, metallographische Proben und Zugproben. Es werden mehr Kerbschlagproben hergestellt als Zugproben, weil die Schweißnaht anfälliger gegen die Kerbschlagbiegebeanspruchung als einachsige Zugbelastung ist. Deshalb werden Kerbschlagbiegeversuche zur Auswertung der Gleichmäßigkeit der Schweißprobe über den

Probenquerschnitt bevorzugt. Es gibt nach der Orientierung der Rauheitsspuren zwei Typen von Kerbschlagproben. Beim Typ I sind die Kerbschlagproben mit Rauheitsspuren senkrecht zum Kerbgrund (K1 – K4). Beim Typ II sind die Rauheitsspuren parallel zum Kerbgrund (K5 und K6). Die gestrichelte Linie in der Probe zeigt den Kerbgrund.

Bei der metallographischen Probe (M1 und M2) werden die Flächen untersucht, die sich senkrecht zur Schleifrichtung befinden. Eine metallographische Probe wird verwendet, um die übrig gebliebenen Poren an der Schweißnaht zu untersuchen, woraus die geschweißte Fläche ermittelt werden kann. Die zweite Probe wird für die Gefügeuntersuchung benötigt.

4.4.4.3 Diffusionsschweißen von strukturierten Proben

Bei den Diffusionsschweißversuchen an strukturierten Proben werden wie beim Herstellen eines Kreuzstrom-Mikrowärmetauschers mit Kühlkanälen die strukturierten Bleche miteinander geschweißt. Es werden 300 µm dicke Bleche verwendet, die auf einer Fläche von 14 mm x 14 mm geschnitten werden. Die Bleche besitzen 34 rechteckförmige Mikrokanäle mit jeweils einer Durchflussfläche von 200 µm x 200 µm. Zwischen den Kanälen befinden sich Stege, die gerade 100 µm breit sind. An beiden Rändern, die parallel zu den Stegen sind, existieren Bereiche, die keine Kanalstrukturen haben und jeweils 1,95 mm breit sind. Die Gesamtkontaktfläche der Kanalstege und der Kanalränder beträgt 100,8 mm².

Die Bleche werden vor dem Diffusionsschweißprozess mit Schleifpapier abgeschliffen. Die strukturierten Bleche sind wegen der Herstellungsgeschichte leicht gekrümmt, was den nötigen Schleifvorgang erschwert. Aufgrund der Blechanordnung des Kreuzstrom-Mikrowärmetauschers soll die Schleifrichtung auf den Stegen parallel zur Längsrichtung der Stege sein. Auf der Rückseite der Bleche soll die Schleifrichtung aber quer zur vorherigen Schleifspuren sein. Damit ist der angenommene ebene Dehnungszustand des Diffusionsschweißmodells gesichert. Wegen des Schleifens ist die Höhe der Stege ziemlich unterschiedlich und beträgt zwischen 160 µm und 180 µm. Die Dicke des geschliffenen Bodens beträgt zwischen 85 und 95 µm.

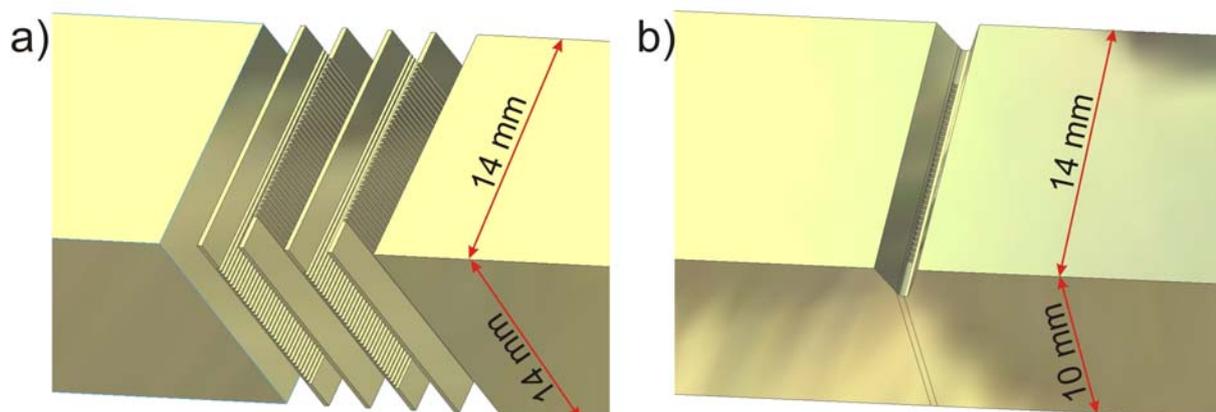


Abb. 4-20: Diffusionsschweißproben mit strukturierten Blechen. a) für die metallographische Untersuchung und den Zugversuch, b) für den Kerbschlagversuch

Je nach anschließender Überprüfungsart werden zwei Arten von Bauanordnungen hergestellt. Für die metallographische Untersuchungen und den Zugversuch wird jeweils eine Probe hergestellt, bei der vier Bleche mit Mikrokanalstrukturen in die Mitte der Schweißprobe positioniert werden (Abb. 4-20.a). Die Bleche sollen nach der Anordnung des Kreuzstrom-Mikrowärmetauschers mit kreuzenden Kanalstege aufeinander gestapelt, so dass die minimale Kontaktfläche 51,84 mm² beträgt. Diese strukturierten Bleche werden zusammen mit dem Stabmaterial diffusionsgeschweißt.

Für die metallographischen Untersuchungen wird die Probe nach dem Schweißen senkrecht zur Schweißfläche in der Mitte geschnitten. Die weiteren Probenvorbereitungsschritte sind gleich, wie im Abschnitt 4.3 beschrieben.

Zur Ermittlung der Zugfestigkeit beim RT wird der Versuch aufgrund der Probengröße an einer anderen Zugprüfanlage durchgeführt. Für die Kerbschlagbiegeprobe werden nur ein strukturiertes und ein unstrukturiertes Blech in die Mitte der Schweißprobe positioniert. Die effektive Fläche liegt bei 100,8 mm². Nach dem Diffusionsschweißen wird der Kerbschlagbiegeversuch, aus dem gleichen Grund wie beim Zugversuch, an einer konventionellen Anlage durchgeführt, an der üblicherweise ISO-V-Kerbschlagproben getestet werden, welche einen Außenquerschnitt von 10 mm x 10 mm hat. Aus dem geometrischen Grund des strukturierten Bleches wird die Probe so modifiziert, dass der Außenquerschnitt, wie in Abb. 4-20.b gezeigt, 14 mm x 10 mm beträgt, so dass die Kanalstege eine Länge von 10 mm haben. Die Kerbe mit einer Tiefe von 2 mm und einem Öffnungswinkel von 45° bzw. einem Kerbgrundradius von 0,25 mm wird in der Mitte zwischen den Kanalstegen und des unstrukturierten Bleches so eingeschnitten, dass die Stege senkrecht zum Kerbgrund sind. Die effektive Fläche der Kerbschlagprobe reduziert sich auf 57,6 mm².

Der Ablauf des Diffusionsschweißprozesses ist vergleichbar mit den Diffusionsschweißversuchen mit Blechen ohne Kanalstrukturen (siehe Abschnitt 4.4.4.2).

5 Mikrostrukturelle Eigenschaften

5.1 Überblick

Allgemein ist es bekannt, dass Diffusionsschweißprozesse bei Temperaturen durchgeführt werden, die zwischen $0,5$ bis $0,8T_m$ liegen. In diesem Temperaturbereich kann es in polykristallinen Werkstoffen zu einer Veränderung ihrer Mikrostruktur, durch z.B. Rekristallisation, und bei Legierungen zu Ausscheidungen von Legierungselementen kommen. Dies zu untersuchen ist sehr wichtig, weil mikrostrukturelle Veränderungen eine Verschlechterung sowohl der mechanischen Eigenschaften als auch der Korrosionsbeständigkeit hervorrufen können.

Bei der Kaltumformung eines metallischen Werkstoffes führt ein Teil der geleisteten Verformungsarbeit durch die erzeugten Gitterstörungen zur Erhöhung der inneren Energie und damit der freien Enthalpie des Werkstoffzustandes. Aufgrund dieses thermodynamisch instabilen Zustandes ist der Werkstoff bei einer Temperaturerhöhung bestrebt, durch Umordnung und Abbau der Gitterstörungen seine freie Enthalpie zu minimieren. Wird der Werkstoff bei relativ niedriger Temperatur und einer bestimmten Zeitdauer wärmebehandelt, treten Reaktionen der Leerstellen untereinander und mit anderen Gitterstörungen auf. Außerdem finden Annihilationen von Versetzungen unterschiedlichen Vorzeichens statt. Dieser Effekt wird als Erholung bezeichnet (Abb. 5-1, Bereich I). Bei noch höherer Temperatur und derselben Dauer (Abb. 5-1, Bereich II) können Gefügeänderungen in Form von Kornneubildung sichtbar werden. Diese Rekristallisation umfasst alle Vorgänge, die zur Bildung neuer Kristallkeime und deren Wachstum auf Kosten des verformten Gefüges führen. Die treibende Kraft für das Keimwachstum ist die Differenz der gespeicherten Verformungsenergien in den Spannungsfeldern der Versetzungen, der Keime und der verformten Matrix. Dieses Rekristallisationsgebiet wird durch eine starke Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften charakterisiert. Im Gegensatz zur Erholung beginnen Rekristallisationsprozesse bei gegebener Temperatur erst nach einer temperaturabhängigen Inkubationszeit.

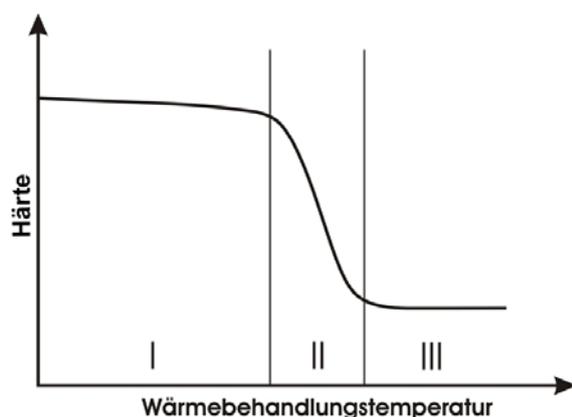


Abb. 5-1: Einfluss gleichlanger Wärmebehandlung auf die mechanische Eigenschaften [10]

Wird die Wärmebehandlung bei einer Temperatur im Bereich III in Abb. 5-1 durchgeführt, wird das Gefüge nach einer bestimmten Zeit vollständig rekristallisiert sein, und deshalb gibt es keine Änderung der mechanischen Eigenschaften mehr bei weiterer Temperaturerhöhung.

Bei der Herstellung einer Legierung wird der Werkstoff bei einer Lösungsglühungstemperatur innerhalb einer bestimmten Zeit homogenisiert. Im Falle des Werkstoffes Hastelloy® C-22® beträgt diese Temperatur 1121°C . Durch eine rasche Abkühlung bleibt der

Mischkristall in einem metastabilen Zustand erhalten. Wird die homogen einphasige Legierung von RT bis zu einer bestimmten Temperatur unterhalb T_m aufgeheizt, kann sie diejenige Kristallstruktur einnehmen, die der geringsten freien Enthalpie entspricht. So kann z.B. ein

einphasiger Werkstoff in mehrere neue Phasen zerfallen. Diese Ausscheidungen treten bevorzugt an flächenhaften Gitterdefekten auf. Treten diese Ausscheidung bevorzugt lokal an den Großwinkelkorn Grenzen auf, werden sie als diskontinuierliche Ausscheidungen bezeichnet. Ähnlich wie die Rekristallisation lassen sich die Ausscheidungen in die Kategorie der Keimbildungsreaktionen einordnen. Wie bei der Keimbildung in der Schmelze, so ist auch bei Umwandlung im Festen eine kritische Keimgröße nach dem Erreichen einer bestimmten Inkubationszeit zu überschreiten, damit der Keim stabil wachsen kann. Das Wachstum der Ausscheidungskeime erfolgt durch Diffusion der beteiligten Atomsorten entlang einer scharfen, in den übersättigten Mischkristall hineinwandernden Reaktionsfront. Die Ausscheidungen von Legierungselementen an der Korngrenze können in Form von intermetallischen Phasen auftreten, die ein Spröbruchverhalten besitzen.

Hastelloy® C-22® gehört zu einem ternären Ni-Cr-Mo Legierungssystem, wobei diese Legierungselemente die Ausscheidungsbildung beeinflussen. Dieses Legierungssystem scheidet im thermodynamischen Gleichgewicht verschiedene Phasen aus, die von Temperatur und Elementzusammensetzung abhängig sind. Abb. 5-2 zeigt zwei ternäre Phasendiagramme im für Diffusionsschweißen relevanten Temperaturbereich. In jedem Diagramm wird der Gehalt der Elemente von Hastelloy® C-22® in Atomprozent markiert.

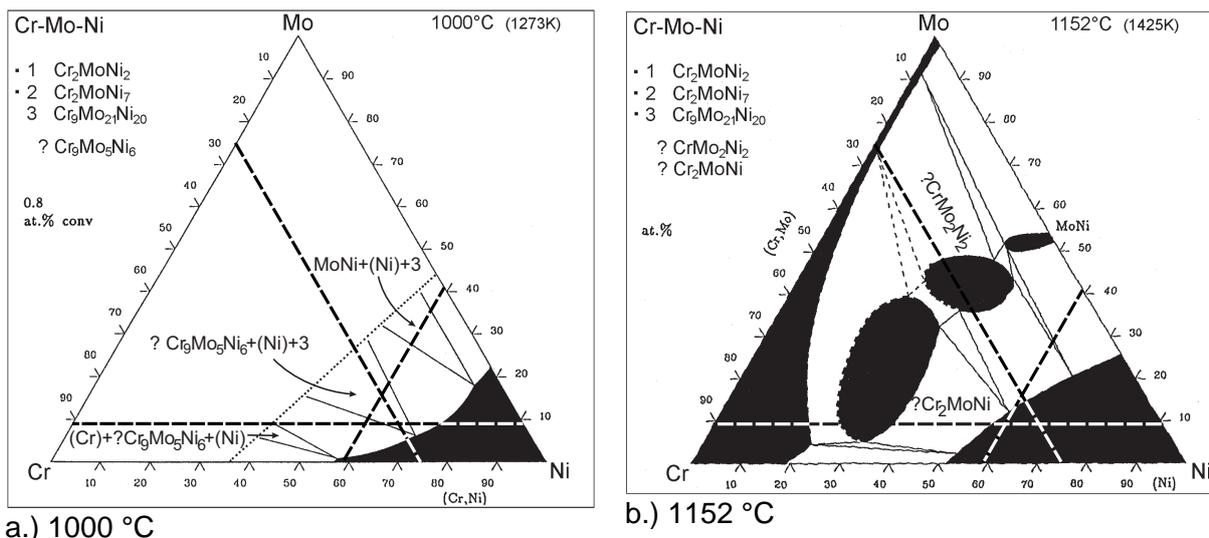


Abb. 5-2: Ternäre Phasendiagramme vom Ni-Cr-Mo Legierungssystem bei a) 1000 °C und b) 1152 °C [66]

Deutlich ist zu sehen, dass sich das Dreieck bei einer Wärmebehandlungstemperatur von 1000°C hauptsächlich in einem Gebiet befindet, in dem drei Phasen gebildet werden können. Die erste Phase ist Cr₉Mo₅Ni₆, von der keine kristallographischen Daten existieren. Die zweite ist die Ni-reiche Phase. Die dritte ist eine Mo-reiche Phase mit 42 %-Mo, 40 %-Ni und 18 %-Cr. Wird die Wärmebehandlungstemperatur erhöht, vergrößert sich das Einphasengebiet der Ni-reichen Phase, in der das Dreieck bei 1152 °C überwiegend liegt.

In Wirklichkeit kann die Ausscheidungsproblematik des Werkstoffes Hastelloy® C-22® wegen der anderen Elementanteile wie Kohlenstoff noch komplexer werden, weil neben der Mo-reichen Phase Metallkarbide in einem bestimmten Temperaturbereich ausgeschieden werden können. Nach M. Streicher [67] soll es sich bei den Ausscheidungen nur um die Mo-reiche Phase handeln, sofern der Kohlenstoffgehalt kleiner als etwa 0,004 Gew.-% ist. In

einer späteren Untersuchung mit Hastelloy® C-276® [68] wurden aber selbst bei einem Kohlenstoffgehalt von nur 0,002 Gew.-% nach Auslagerung bei 650°C bis 900°C die Mo-reiche Phase und Metallkarbide (M_6C) gefunden, wobei ihre Menge in der angegebenen Reihenfolge abnahm.

Heubner et. al. [69] haben verschiedene Ni-Cr-Mo-Legierungen nach Ausscheidungen untersucht. Darunter ist auch die Legierung 22 von Nicrofer®, die zwar die gleiche Werkstoffnummer wie Hastelloy® C-22® besitzt aber gewisse Schwankungen in der chemischen Zusammensetzung hat. Der Kohlenstoffgehalt von der Legierung 22 beträgt 0,008 Gew.-% und ist deshalb doppelt so groß wie bei Hastelloy® C-22®. Es wurde bei diesen Untersuchungen ein Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm erstellt, das hier in Abb. 5-3 wiedergegeben ist.

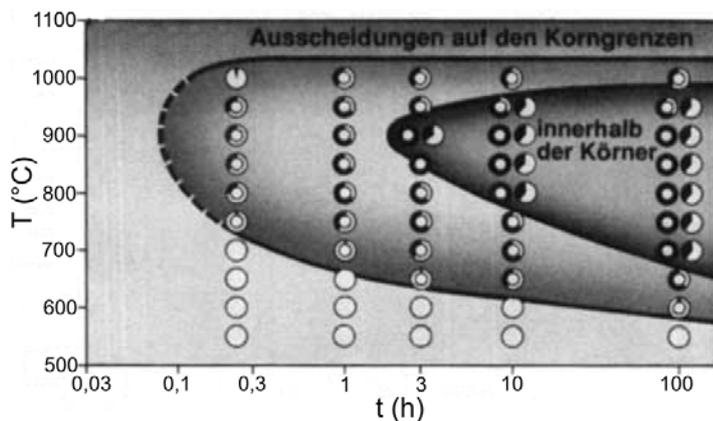


Abb. 5-3: t-T-Ausscheidungsdiagramm der Legierung 22 [69]

Dabei bezeichnet das ringförmige Zeichen die Ausscheidungen auf der Korngrenze und das Zeichen mit Kuchenverteilung die Ausscheidungen innerhalb der Körner. Der schwarze Bereich im Kreis gibt die Stärke der Ausscheidungen an. Aus der Abbildung ist zu ersehen, dass je länger die Zeitdauer der Wärmebehandlung ist, desto niedrigerer ist die Temperatur, bei der die Ausscheidungsbildung anfängt. Sie existiert bis einer Wärmebe-

handlungstemperatur von 1000 °C und ist unabhängig von der Dauer der Wärmebehandlung. Es ist zu beachten, dass die massive Bildung der Ausscheidungen sowohl auf den Korngrenzen als auch innerhalb der Körner bei 900 °C und ab 3 h geschieht. Es ist davon auszugehen, dass auch hier die Mo-reiche Phase und Metallkarbide nebeneinander gebildet werden.

Eine andere wichtige Information über die Schweißbarkeit eines Werkstoffes ist die Untersuchung der Oberflächenchemie. Bei vielen technischen Legierungen gibt es üblicherweise Verunreinigungen an der Oberfläche. Diese können bei der Verwendung des unhaftenden Werkstoffes während der Verarbeitung des Metalls durch Walzen oder aufgrund der chemischen Verbindung mit Sauerstoff entstanden sein. Bei der ersten können die Verunreinigungen auf den Metalloberflächen mehrere hundert nm dick sein und aus Materialien bestehen, die den Diffusionsvorgang stark hemmen. Die zweite Verunreinigungsart ist üblicherweise nur einige Atomlagen dick. Sie können mittels gewisser Druckkraft aufgebrochen werden und aufgrund der Diffusion weit entfernt von der Schweißnaht wandern.

5.2 Untersuchung der Korngröße

5.2.1 Kornwachstumsverhalten von Blechmaterial in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit

Bei dieser Untersuchung geht es um das Kornwachstumsverhalten des Werkstoffes Hastelloy® C-22®, wenn er zu hoher Temperatur aufgeheizt wird. Es werden die Proben im Anlieferungszustand (d.h. ohne Wärmebehandlung) und bei Temperaturen zwischen 700 °C und 1122 °C von 4 h metallographisch untersucht. Die Schliffbilder geätzter Proben aus der Walzebene werden in Abb. 5-4 und Abb. 5-5 präsentiert, während die Bilder im Querschnitt des Bleches in Abb. 5-6 dargestellt sind. Es ist ersichtlich, dass das Gefüge im Anlieferungszustand Abb. 5-4a im Gegensatz zu den wärmebehandelten Proben nicht deutlich zu sehen ist. Die wärmebehandelte Probe erscheint empfindlicher gegen den korrosiven Angriff des chemischen Ätzmittels zu sein. Noch dazu ist zu erkennen, dass alle Proben einschließlich der Probe im Anlieferungszustand Rekristallisationszwillinge besitzen, die durch die charakteristischen Geraden trotz der gleichen atomistischen Anordnung von den Verformungszwillingen zu unterscheiden sind. Diese Art von Zwillingen tritt normalerweise bei Rekristallisation oder Kornvergrößerung auf.

Die Kornvergrößerungserscheinungen in Abb. 5-4 sind im Temperaturbereich $RT \leq T \leq 1050^\circ\text{C}$ visuell nicht zu erkennen. Erst bei einer Wärmebehandlungstemperatur von 1052 °C (Abb. 5-5a) ist plötzlich eine starke Veränderung einiger Körner ersichtlich, die darauf hindeutet, dass die Rekristallisationstemperatur bei dieser Zeitdauer zwischen 1050 °C und 1052 °C liegt. Bei 1052 °C ist ersichtlich, dass neben den großen noch viele kleine Körner übrig bleiben. Je höher die Wärmebehandlungstemperatur ist, desto weniger kleine Körner werden beobachtet, wobei die Erhöhung des mittleren Korndurchmessers berücksichtigt werden muss.

Den Effekt der Kornvergrößerung im Querschnitt des Bleches zeigen die Bilder in Abb. 5-6. Allgemein ist keine Veränderung der Korngröße zwischen 750 °C und 900 °C zu bemerken. Die Anzahl der Körner in Richtung der Probendicke beträgt zwischen 6 bis 8 Körner. Wird die Temperatur bis 1100 °C oder 1122 °C erhöht, vergrößern sich die Körner auf Kosten anderer Körner so stark, dass am Ende nur 1 bis 2 Körner entlang der Probendicke zu finden sind.

Zur quantitativen Beurteilung des Kornwachstums, werden die mittleren Korndurchmesser in der Blechebene mittels Kreis- und Durchmesserverfahren ausgewertet. Im Querschnitt der Blechprobe ist die Probenabmessung für ein Kreisverfahren zu klein, deshalb wird die Auswertung bei einigen Temperaturen nur mit dem Durchmesserverfahren gemacht.

Das Kreisverfahren gehört eigentlich zu den Flächenmessverfahren. Dabei wird ein Kreis auf dem Schliffbild mit einem Flächeninhalt F_k gezeichnet, worin eine genügende Anzahl von Körnern (zwischen 200 bis 400 Körner) mit einem bestimmten Durchmesser d_k umfasst werden, um den statistischen Fehler zu minimieren. Es werden zuerst die Körner z gezählt, die völlig im Kreisinnern liegen. Die Anzahl der von der Kreislinie geschnittenen Körner n wird mit dem Oertel'schen Faktor 0,67 multipliziert. Es bedeutet, dass 67 % der geschnittenen Körner als in Kreisinnere liegend betrachtet werden. Bei einem bekannten Abbildungsmaßstab V ergibt sich die mittlere Kornquerschnittfläche F_m aus der Beziehung [70]:

$$F_m = \frac{F_k}{(0,67n + z)V^2} \quad (5-1)$$

Daraus kann der mittlere Korndurchmesser wie folgt ermittelt werden:

$$d_m = d_k \sqrt{\frac{1}{(0,67n + z)V^2}} \quad (5-2)$$

Dieses Verfahren kann nur verwendet werden, wenn die Körner keine Vorzugsrichtung aufweisen. Ist das Korn jedoch gestreckt, wie es bei kalt gezogenem Material vorkommt, so empfiehlt sich die Anwendung des Durchmesserverfahrens. Bei diesem Verfahren werden auf dem Schliffbild 5 bis 10 parallele Linien gezeichnet, die den gleichen Abstand voneinander und die gleiche Länge L haben. Es werden die von den Linien vollständig geschnittenen Körner z gezählt, wobei das erste nur teilweise geschnittene Korn mitgezählt und das letzte dafür zum Ausgleich weggelassen wird. Mit diesem Verfahren wird der mittlere Korndurchmesser direkt aus folgender Gleichung ermittelt.

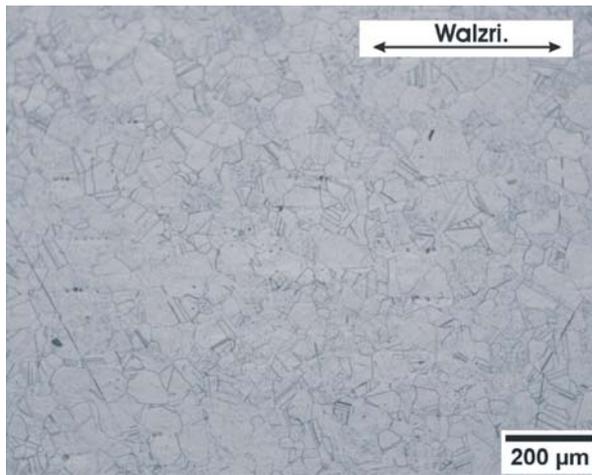
$$d_m = \frac{Lp}{zV} \quad (5-3)$$

wobei p die Anzahl der Linien ist.

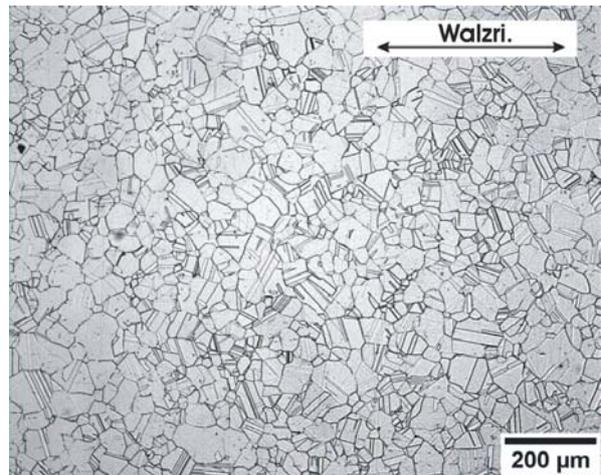
Die ermittelten Werte des temperatur- und zeitabhängigen mittleren Korndurchmessers werden im Anhang A.1 aufgelistet.

Als Ergebnis werden die mittleren Korndurchmesser für verschiedene Ebenen und Richtungen in Abhängigkeit der Wärmebehandlungstemperatur in Abb. 5-7 dargestellt. In dieser Abbildung wird mittels des Durchmesserverfahrens festgestellt, dass der mittlere Korndurchmesser auf der Walzebene in Walzrichtung und der quer zur Walzrichtung übereinstimmen. Im Querschnitt der Blechprobe werden sie auch in den entsprechenden Richtungen gemessen, allerdings nur für Temperaturen zwischen 750 °C und 900 °C. Die beiden Kurven fallen in gleicher Höhe, wie die vorherigen Linien aufeinander. Die erkennbaren Abweichungen, besonders bei der Auswertung in Richtung des Probenquerschnitts, sind auf die eingeschränkte Dicke des Bleches zurückzuführen. Sie liegen jedoch trotzdem noch innerhalb des Bereiches der statistischen Fehler. Anhand dieser Ergebnisse werden einige Schlussfolgerungen gezogen, dass zum Ersten die Körner im Allgemeinen als rund angenommen werden können, und zum Zweiten die Körner in Abhängigkeit von der Temperatur gleichmäßig in alle Richtungen wachsen (isotropes Wachstum).

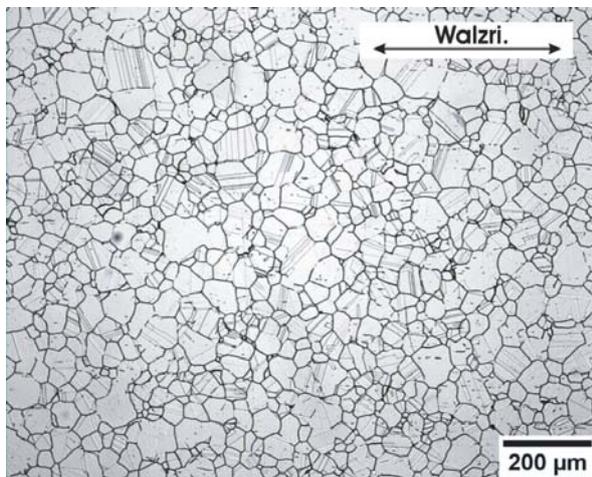
Die Auswertung mit dem Kreisverfahren auf der Walzebene in Abb. 5-7 zeigt gleiche Wachstumstendenzen mit der Temperatur, wie mit dem Durchmesserverfahren. Es ist zu sehen, dass bei Temperaturen zwischen RT und 1000 °C die Körner kaum wachsen. Die mittleren Korndurchmesser liegen bei ca. 50 µm. Zwischen 1000 °C und 1050 °C gibt es ein Plateau, an dessen Ende eine geringfügige Erhöhung des mittleren Korndurchmessers von 7 µm zu verzeichnen ist. Dies bedeutet, dass die Rekristallisation ungefähr bei 1000 °C anfängt. Eine schlagartige Zunahme dieses Werts bis auf 87 µm (74% größer als im Anlieferungszustand) wird erreicht, wenn sich die Wärmebehandlungstemperatur nur 2 K über 1050 °C erhöht.



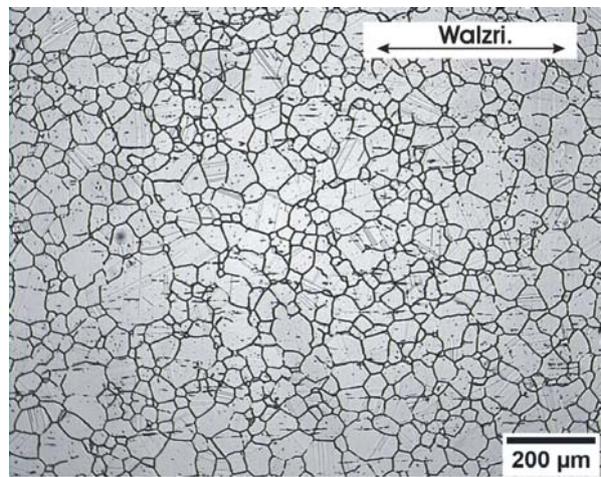
a.)



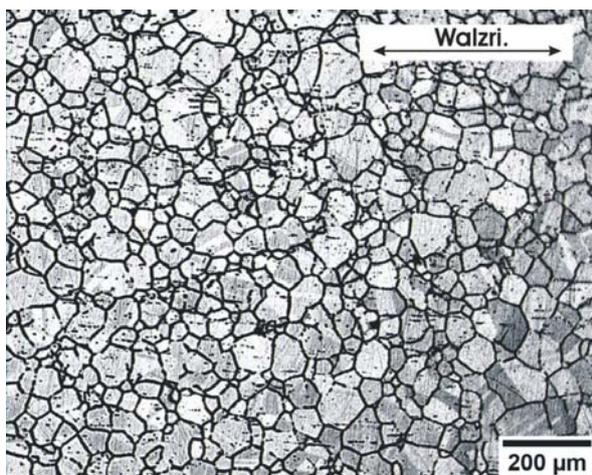
b.)



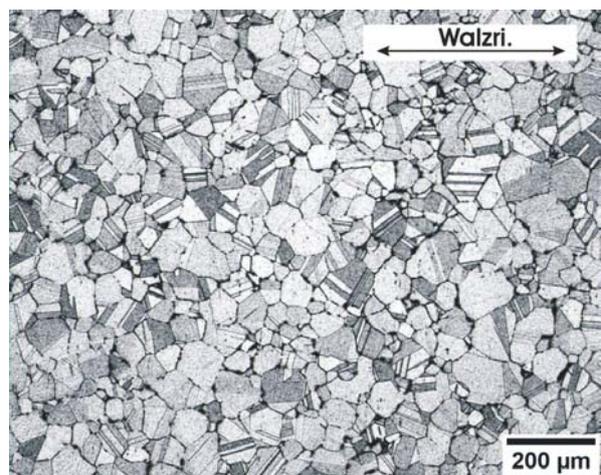
c.)



d.)

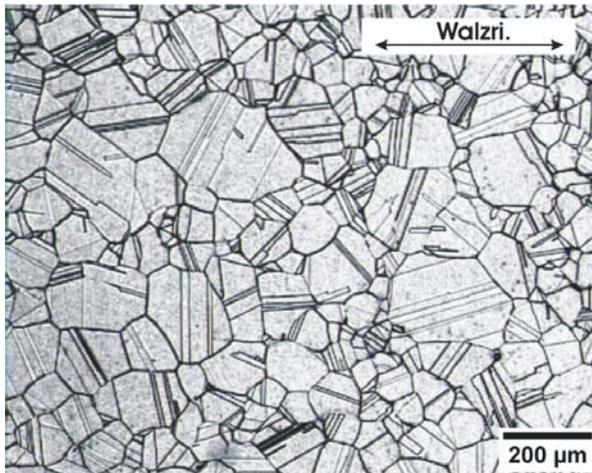


e.)

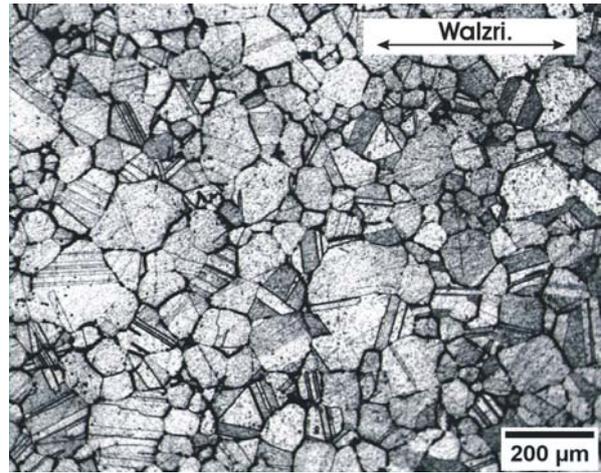


f.)

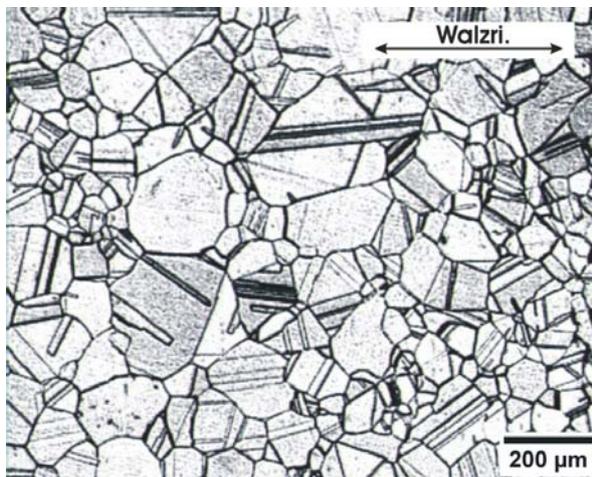
Abb. 5-4: Kornvergrößerung in der Blechebene nach Wärmebehandlung von 4 h im Vakuumofen bei a) im Anlieferungszustand, b) 700 °C, c) 800 °C, d) 900 °C, e) 1000 °C, f) 1050 °C



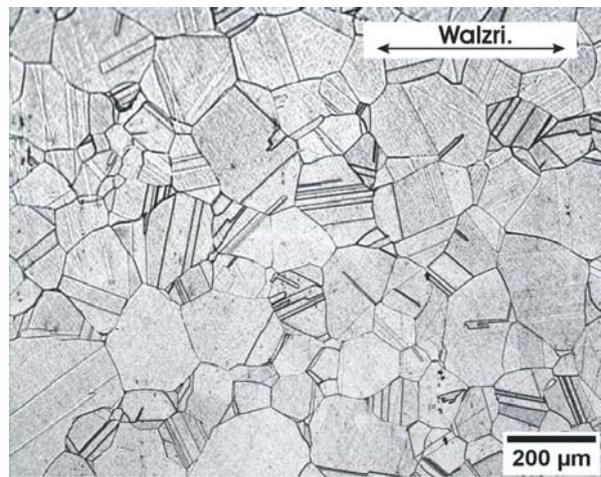
a.)



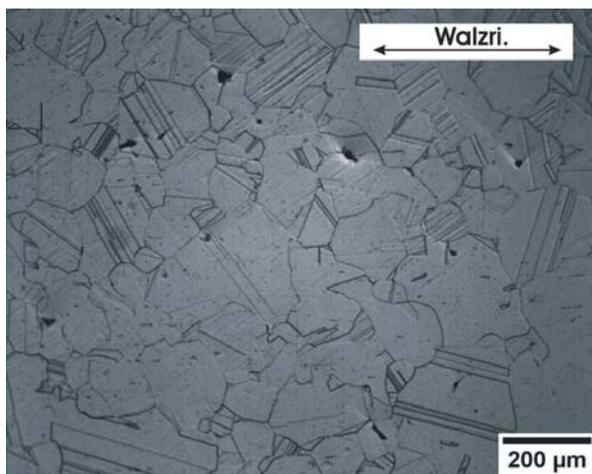
b.)



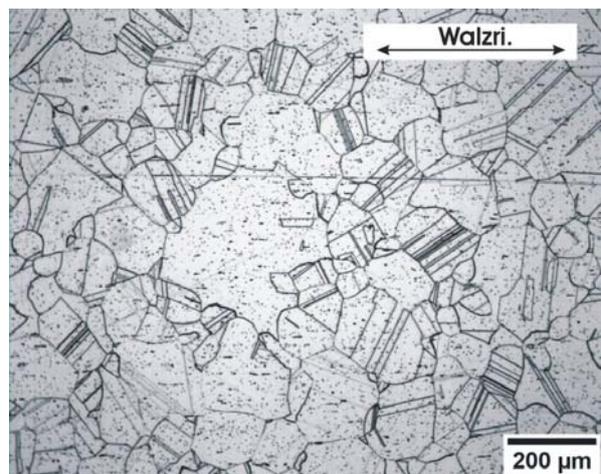
c.)



d.)



e.)



f.)

Abb. 5-5: Kornvergrößerung in der Blechebene nach Wärmebehandlung von 4 h im Vakuumofen bei a) 1052 °C, b) 1057 °C, c) 1067 °C, d) 1080 °C, e) 1100 °C, f) 1122 °C

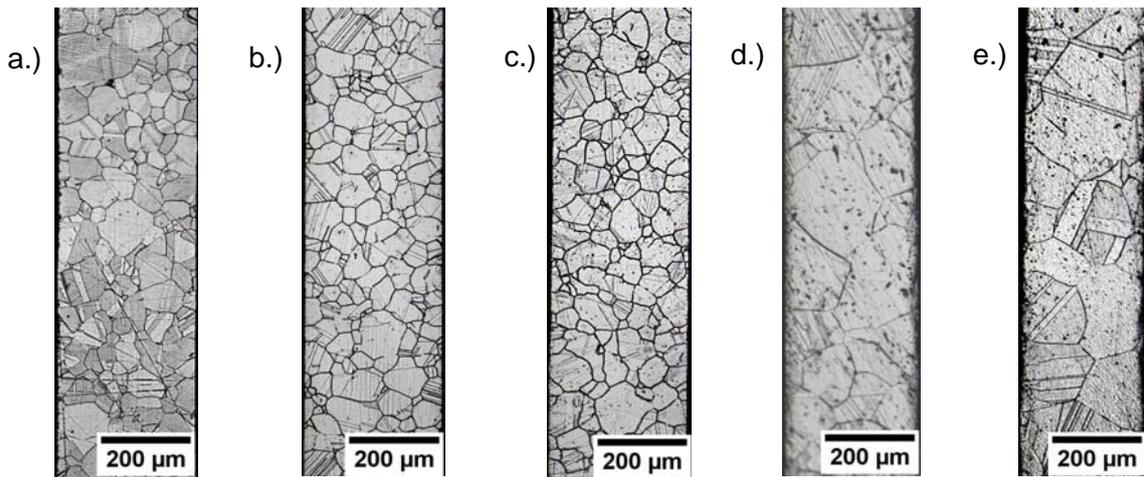


Abb. 5-6: Kornvergrößerung im Querschnitt des Bleches nach Wärmebehandlung von 4 h im Vakuumofen bei a) 750 °C, b) 800 °C, c) 900 °C, d) 1100 °C, e) 1122 °C

Ab 1067 °C klingt die Kurve langsam bis 1100 °C ab, wobei ein mittlerer Korndurchmesser von 122 µm (144 % von RT) erreicht wird. Danach scheint es so zu sein, dass der Rekristallisationsvorgang beendet ist. Die Untersuchungen für den gesamten Temperaturbereich zeigen, dass die Korngrößenverteilungen nicht bimodal sind.

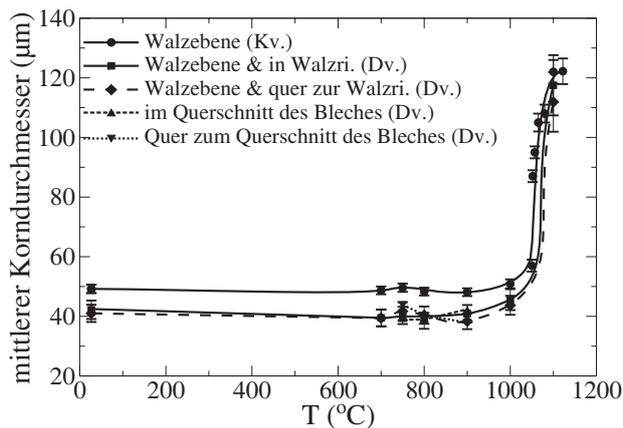


Abb. 5-7: Mittlerer Korndurchmesser nach Kreisverfahren (Kv.) und Durchmesserverfahren (Dv.) in Abhängigkeit der Glühtemperatur bei einer Glühdauer von 4 h

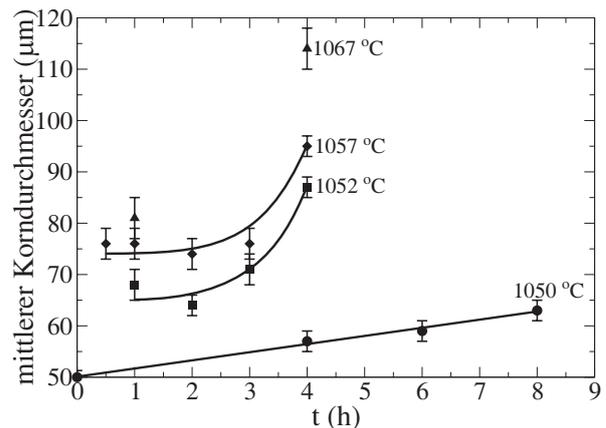


Abb. 5-8: Kinetik des Kornwachstums in der Blechebene nach Kreisverfahren jeweils bei einer konstanten Temperatur

Die Kinetik des Kornwachstums wird bei verschiedenen für Diffusionsschweißen relevanten Temperaturen durchgeführt. Die Auswertung erfolgt durch das Kreisverfahren, deren Ergebnisse in Abb. 5-8 dargestellt werden. Bei einer Wärmebehandlungstemperatur von 1050 °C ist die Wachstumsgeschwindigkeit der Körner konstant. Der mittlere Korndurchmesser erhöht sich bis auf ca. 15 % vom Anlieferungszustand bei 4 h Wärmebehandlungszeit bzw. 26 % bei 8 h. Diese lineare Abhängigkeit ist nicht mehr zu finden, wenn die Temperatur um 2 K oder sogar mehr erhöht wird. Es scheint so zu sein, dass nach einer Inkubationszeit von weniger als 1 h der mittlere Korndurchmesser mit sehr hoher Geschwindigkeit zunimmt. Die Wachstumsgeschwindigkeit klingt aber je nach der Temperatur bis zum Erreichen eines bestimmten Werts des mittleren Durchmessers ab. Für eine bestimmte Dauer scheint der mitt-

lere Korndurchmesser unverändert zu bleiben. Anschließend vergrößern sich die Körner so, dass deren mittlerer Durchmesser wieder steigt.

5.2.2 Korngröße von Stab- und Plattenmaterial bei RT

Weil die temperaturabhängigen mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes aus technischem Grund nicht mit Blechmaterial untersucht werden konnten, wurden die zur Verfügung stehenden Werkstoffe aus dem 4 mm dicken Platten- bzw. dem Stabmaterial mit einem Durchmesser von 25,2 mm nach der Korngröße bei RT ermittelt. Die jeweils geätzten Schliffbilder sind mit einem gleichen Maßstab in Abb. 5-9 für das Plattenmaterial sowie in Abb. 5-10 für das Stabmaterial gezeigt.

Es ist deutlich erkennbar, dass die Korngröße des Plattenmaterials mit einem mittleren Korndurchmesser von 65 μm kleiner als die des Stabmaterials von 109 μm ist. Im Vergleich zum Blechmaterial ist die mittlere Korngröße des Stabmaterials 118 % höher. Die mittlere Korngröße des Plattenmaterials ist aber gerade 30 % höher als die des Blechmaterials.

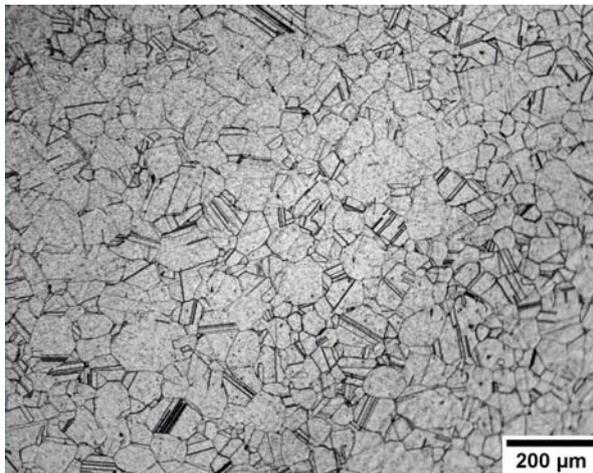


Abb. 5-9: Geätztes Schliffbild von 4 mm Plattenmaterial im Anlieferungszustand

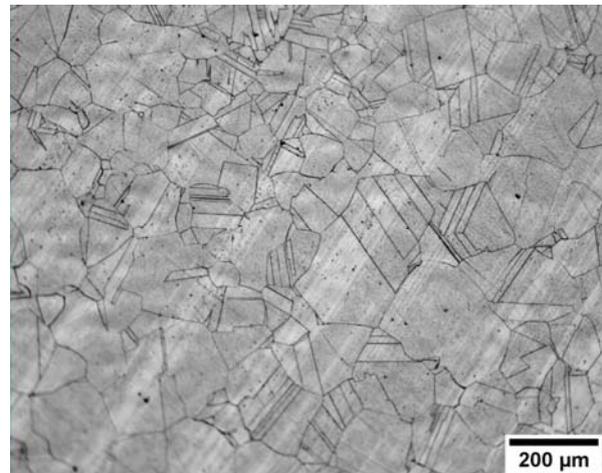


Abb. 5-10: Geätztes Schliffbild vom Stabmaterial mit 25,2 mm Durchmesser

5.3 Ausscheidungsverhalten

Wie oben schon erwähnt, gibt es, obwohl die Legierung 22 von Nicrofer[®] ähnlich wie Hastelloy[®] C-22[®] ist, gewisse Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung. Im Vergleich zu Hastelloy[®] C-22[®] enthält Legierung 22 ca. 2,9 Gew-% Ni, 0,22 Gew-% W und 0,004 Gew-% C mehr, dagegen aber 1,1 Gew-% Fe, 0,04 Gew-% Si, 0,06 Gew-% V weniger und kein Co. Aus diesem Grund wird die Ausscheidungsproblematik von Hastelloy[®] C-22[®] untersucht, allerdings nicht in dem breiten Zeitrahmen wie in Abb. 5-3, sondern nur für eine Wärmebehandlungsdauer von 4 h, die für den Diffusionsschweißprozess realistisch ist. Die Untersuchung wurde mit Hilfe einer AES-Analyse durchgeführt. Die Proben liegen im Anlieferungszustand und bei verschiedenen Temperaturen zwischen 800 °C bis 1100 °C wärmebehandelt vor. Nach dem Polieren werden sie jeweils in der Anlage zur Reinigung der Oberflächen von Fremdpartikeln mit Argon-Ionen ca. 200 nm tief gesputtert. Von Interesse sind die Korngrenzen, wobei zuerst für die Atomkonzentrationsverteilung von Ni, Cr und Mo ein Linienscan quer zu den Korngrenzen gemacht wird. Die Versuchsergebnisse werden in Abb. 5-11 dargestellt.

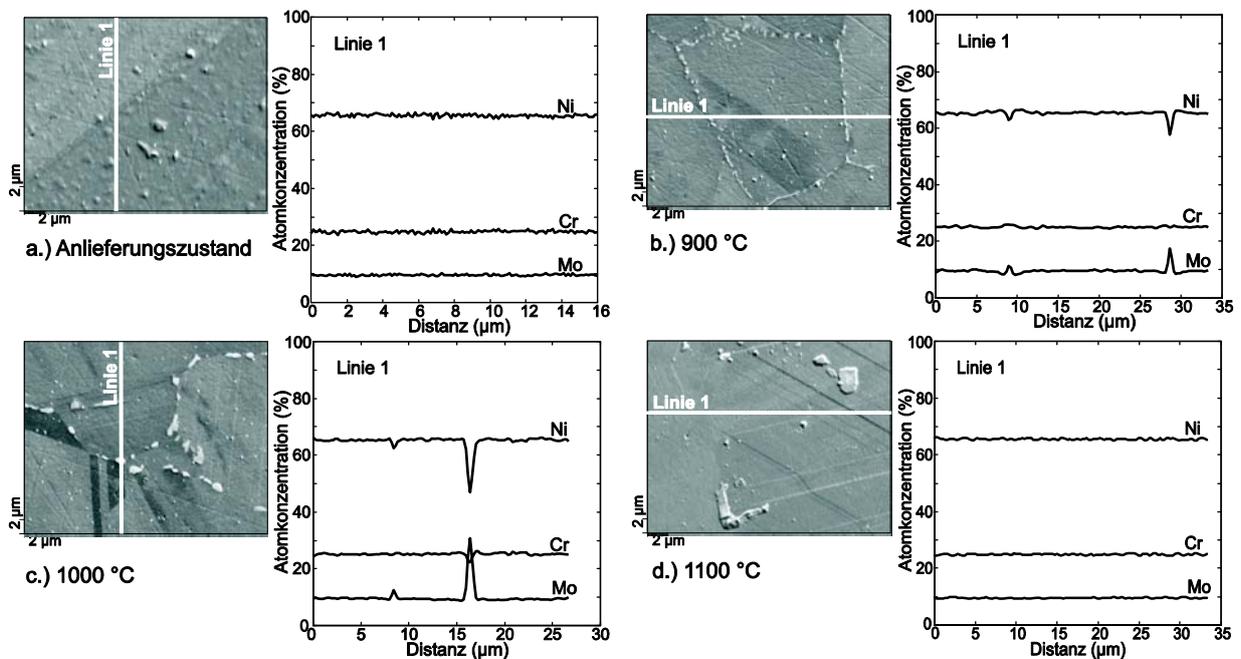


Abb. 5-11: Verteilung der Atomkonzentration von Ni, Cr und Mo quer zu den Korngrenzen im a) Anlieferungszustand und bei Wärmebehandlungstemperaturen von b) 900 °C, c) 1000 °C und d) 1100 °C

Im Anlieferungszustand (Abb. 5-11a) wird eine Linie auf dem mikroskopischen Bild gezogen, die eine Korngrenze schneidet. Entlang der Linie von oben nach unten wird die Konzentrationsverteilung der Elemente gemessen. Im Diagramm wird diese Verteilung dargestellt. Die konstanten Kurvenverläufe weisen darauf hin, dass keine Konzentrationsgradienten aller drei Elemente existieren. Das bedeutet, dass der Werkstoff in Anlieferungszustand homogen ist.

Eine Wärmebehandlung bei 900 °C (Abb. 5-11b) verändert die Korngrenze so, dass auf der Korngrenzen eine Mo-reiche Phase gebildet wird. Diese Änderung erscheint auf der mikroskopischen Aufnahme als weißer Punktsaum entlang der Korngrenze. Entlang der Scanlinie von links nach rechts ist zu erkennen, dass die Atomkonzentrationen innerhalb der Körner

denen im Anlieferungszustand entsprechen. Eine geringfügige Absenkung der Mo-Konzentration an der Korngrenze ist im Diagramm zu verzeichnen, die aber in der Korngrenze wieder steil zunimmt. Die Zunahme, wie auf der rechten Korngrenze zu sehen, kann bis zum 2-fachen der Konzentration innerhalb der Körner ansteigen. Im Gegenteil dazu nimmt der Ni-Anteil an derselben Stelle genauso viel ab, wobei der Cr-Anteil sich nicht verändert.

Wird die Wärmebehandlungstemperatur auf 1000 °C (Abb. 5-11c) erhöht, verschwindet der Konzentrationsgradient von Mo zwischen Korninnerem und der Stelle an der Korngrenze. Auf dem mikroskopischen Bild sind die weißen Bereiche auf der Korngrenze massiver als bei 900 °C. Eine Messung entlang einer Linie zeigt besonders auf der unteren Korngrenze ein relevantes Ergebnis, dass die Mo-Konzentration in der Korngrenze verdreifacht werden kann. An der gleichen Stelle wird diesmal die Absenkung sowohl von Ni- als auch Cr-Anteil festgestellt.

Bei einer Wärmebehandlung von 1100 °C sind auf dem mikroskopischen Bild solchen charakteristischen weißen Stellen auf der Korngrenze nicht mehr zu finden. Die stellenweise weißen Flecken auf dem Gefügebild sind die Verunreinigungen von Bor- und Aluminium-Atomen. Der Linienscan zeigt wiederum, wie im Anlieferungszustand, eine gleichmäßige Verteilung aller dieser drei Elemente.

Um die Ausscheidungen auf der Korngrenze mit besserer Temperaturlösung visuell darzustellen, werden verschiedene Maps erstellt. Abb. 5-12 zeigt auf der linken Seite die REM-(rasterelektronenmikroskopischen) Bilder, in die Mitte die Mo-Maps und auf der rechten Seite die C-Maps. Bei 800 °C in Abb. 5-12.a sind die Ausscheidungen an der Korngrenze auf dem mikroskopischen Bild nicht deutlich zu erkennen. In der Mo-Map sind die weißen Bereiche, die die Mo-reiche Phase darstellen, klar zu sehen. Weil sie noch nicht so breit und groß sind, kann man sich vorstellen, dass die Ausscheidungsbildung der Mo-reichen Phase für diese Zeitdauer kurz vor dieser Temperatur anfängt.

Mit immer höheren Wärmebehandlungstemperaturen zwischen 900 °C und 1025 °C vergrößert sich die Mo-reiche Phase auf der Korngrenze (vgl. Abb. 5-12.b, c, d), so dass die Ausscheidungsgebiete auf den mikroskopischen Bildern auch einfacher zu erkennen sind.

Bei noch höherer Temperatur z.B. 1050 °C gibt es noch die Mo-reiche Phase auf der Korngrenze, allerdings ist sie nicht mehr so intensiv. Wie in Abb. 5-12.e gezeigt, ist die Existenz einer solchen Phase ganz gering und nur vereinzelt vorhanden. Letztendlich ist bei einer Temperatur von 1075 °C diese Art von intermetallischer Phase, Abb. 5-12.f, nicht mehr zu finden.

Die Existenz der Bildung von Metallkarbiden ist bei der Probe, die bei 1025 °C wärmebehandelt ist, durch die weißen Bereiche in der C-Maps zu sehen. Diese Metallkarbide kommen nur in einem schmalen Temperaturbereich zwischen $900\text{ °C} < T < 1050\text{ °C}$ zusammen mit der Mo-reichen Phase vor.

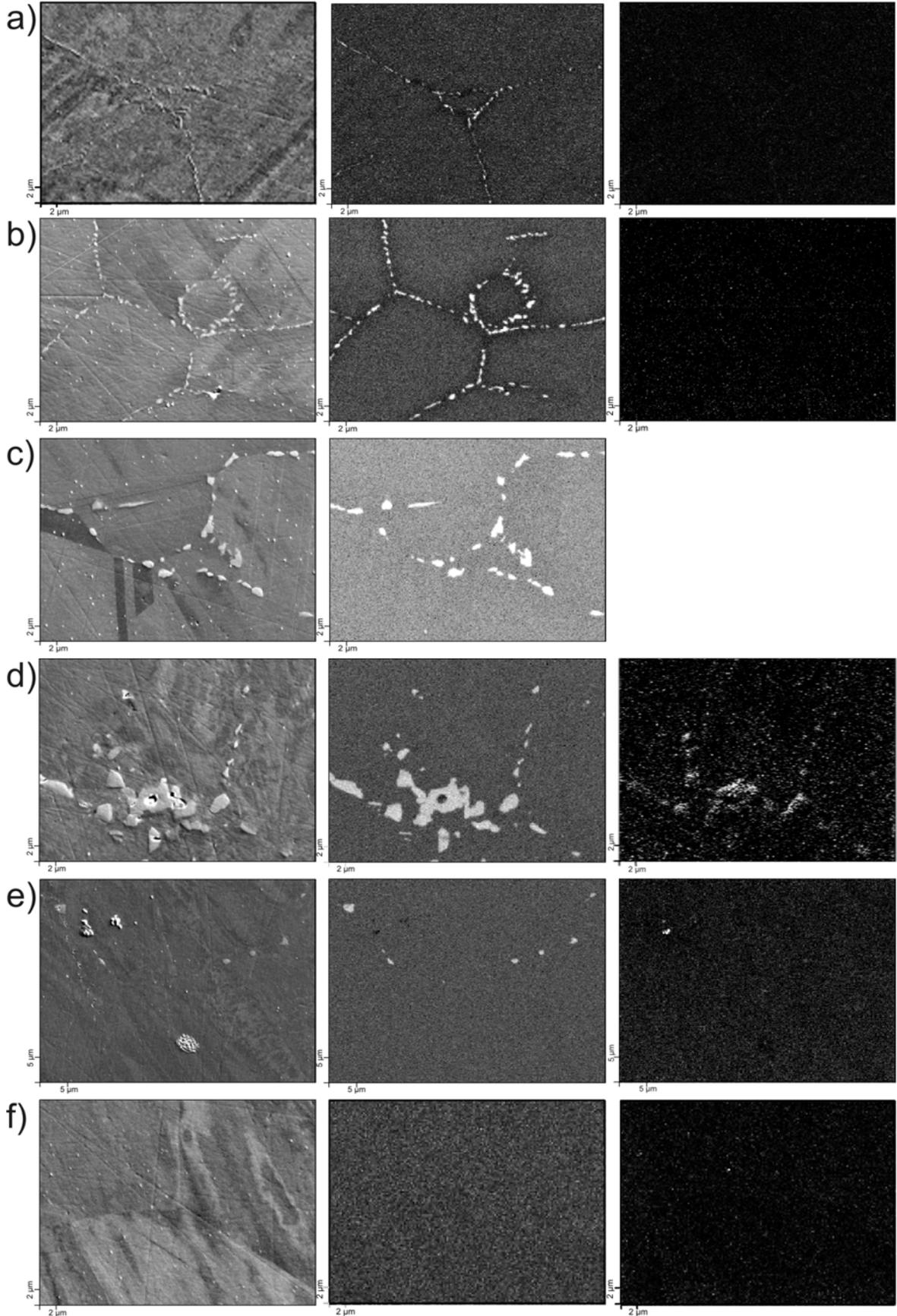


Abb. 5-12: REM-Bilder (Links), Mo-Maps (Mitte) und C-Maps (Rechts) bei a) 800 °C, b) 900 °C, c) 1000 °C, d) 1025 °C, e) 1050 °C, f) 1075 °C

5.4 Untersuchung der Oberflächenchemie

Diese Untersuchungen werden mittels einer AES-Analyse durchgeführt. Die Probe ist aus dem gleichen Halbzeug herausgearbeitet und besitzt die gleichen Abmessungen wie bei der Untersuchung der Korngröße und wurde im Anlieferzustand nicht weiter bearbeitet, sondern lediglich mit Aceton gereinigt.

Bei dieser Untersuchung wird die Konzentration der Atome, die sich im Bereich der Probenoberfläche (Walzebene) befinden, in Abhängigkeit von der Sputtertiefe an einer Stelle gemessen (siehe Abb. 5-13). Zum Sputtern werden Argon-Ionen verwendet. Es wurde festgestellt, dass die unbearbeitete Oberfläche einen großen Anteil an Kohlenstoff (ca. 50 %) besitzt, der bis zu einer Sputtertiefe von 50 nm drastisch auf ca. 10 % abnimmt. Die weitere Abnahme wird immer langsamer und erreicht seine Nachweisgrenze bei einer Tiefe von 400 nm von der Oberfläche. Vermutlich stammt dieser erhöhte Kohlenstoffanteil aus dem verwendeten Reinigungsmittel.

Im Gegensatz dazu steigen die Anteile der Hauptlegierungselemente wie Ni, Cr, Mo und Fe bis zu einer Sputtertiefe von 600 nm an, so dass letztendlich die Konzentration der Legierung erreicht wird.

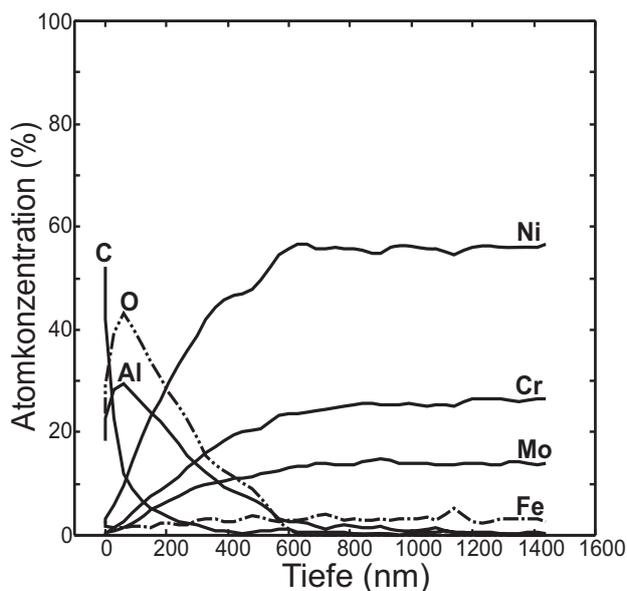


Abb. 5-13: Verunreinigungen auf der Probenoberfläche in Abhängigkeit von der Sputtertiefe

Merkwürdigerweise wurden auch Sauerstoff- und Aluminium-Atome nachgewiesen, deren Konzentration mit der Sputtertiefe zuerst ansteigt und bei einer Sputtertiefe von 50 nm ca. 30 % Aluminium und 45 % Sauerstoff beinhaltet. Beide Atomsorten sind nicht Bestandteile von Hastelloy® C-22®. Vom Konzentrationsverhältnis, nämlich 2 Aluminium und 3 Sauerstoff, wird die Schlussfolgerung gezogen, dass es sich um Aluminiumoxid (Al_2O_3) handelt. Dieser Werkstoff hat eine diffusionshemmende Wirkung und wird dort eingesetzt, wo der Stofftransport zwischen zwei Metallen vermieden werden soll. Hochwahrscheinlich wird dieses Material bei der Herstellung des Bleches verwendet, um das Aneinanderschweißen zwischen den Walzen und dem zu bearbeitenden Werkstoff zu vermeiden.

5.5 Diskussion

Bei der Untersuchung des Kornwachstums zeigt sich, dass die Rekristallisationstemperatur von Hastelloy® C-22® bei ca. 1050 °C stattfindet. Das reine Nickel, dessen Schmelztemperatur bei 1450 °C ([55], Seite 10) liegt, besitzt eine Rekristallisationstemperatur von ca. 450 °C ([13], Seite 336). Die hohe Rekristallisationstemperatur von Hastelloy® C-22® ist ein typisches Verhalten der meisten Hochtemperaturlegierungen, wobei die Mobilität der Atome

aufgrund der Zulegierung von schweren Elementen unterdrückt wird. Sobald die Rekristallisationstemperatur erreicht ist, wird die in dem Material gespeicherte innere Energie freigesetzt. Das 300 µm dicke Blech aus Hastelloy® C-22® besitzt aufgrund des großen Umformgrades eine hohe innere Energie, die bei der Freisetzung zu einer starken Vergrößerung der Körner führt. Diese wird bei der Auswertung des mittleren Korndurchmessers gezeigt, wobei in einem schmalen Temperaturbereich zwischen 1050 °C und 1067 °C der mittlere Korndurchmesser sich verdoppelt (siehe Abb. 5-7). Die schlagartige Zunahme nach dem Erreichen der Rekristallisationstemperatur ist auch beim Rekristallisationsdiagramm von Reinstaluminium mit Dickenabnahmen durch Walzen von 70 % bis 90 % zu finden [10][13].

Die Korngrößenuntersuchung des Platten- und Stabmaterials im Anlieferungszustand zeigt einen großen Unterschied im mittleren Korndurchmesser. Da die Korngröße nach der Hall-Petch-Beziehung [13] die Festigkeit beeinflusst, sind Unterschiede in der Festigkeit zwischen den drei Halbzeugen (Blech-, Platten- und Stabmaterial) zu erwarten. Aufgrund des kleineren Unterschieds zum 300 µm dicken Blech wurde das Plattenmaterial zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften eingesetzt.

Das andere Problem dieser Legierung ist die Bildung von intermetallischen Phasen. Die Mo-reiche Phase bildet sich in einem Temperaturbereich zwischen $700^{\circ}\text{C} < T \leq 1050^{\circ}\text{C}$ an der Korngrenze, wobei sie bei 1050 °C nur noch vereinzelt zu finden ist. In einem Temperaturbereich zwischen 900 °C und 1050 °C wird die Ausscheidung durch die Bildung der Metallkarbide verschlimmert. An dieser Stelle ist ein Unterschied zur Legierung 22 festzustellen, wobei die Ausscheidungen nur bis 1000 °C vorhanden sind. Diese Mo-reiche Phase und die Metallkarbide können aber den Werkstoff ungünstig beeinflussen, wie z.B. zu einer Verminderung der Duktilität führen. Bei noch höheren Temperaturen $> 1050^{\circ}\text{C}$, bei der die Kristallite stark wachsen, existieren die beiden Phasen jedoch nicht mehr. Die Wirkung der mikrostrukturellen Änderungen durch Wärmebehandlung auf die mechanischen Eigenschaften wird in Kap. 6 mittels Zug- und Kerbschlagversuchen untersucht.

Bei den Untersuchungen zur Konzentrationsverteilung ist festgestellt worden, dass z.B. bei 1000 °C die Zunahme der Mo-Anteile auf der Korngrenze von der Verminderung des Cr-Anteiles begleitet wird. Bei einer Ni-Cr-Mo Legierung kann diese Cr-Verarmung in Korngrenzen zur bevorzugten Korrosion der Korngrenzen in oxidierenden Lösungen [69] führen. Dabei ist es gleichgültig, ob das Auftreten dieser Gefügeinhomogenitäten durch eine unzureichende Wärmebehandlung oder durch eine andere thermische Beeinflussung, beispielsweise beim Diffusionsschweißen, verursacht worden ist.

Bei der Verwendung von Blechmaterial zum Diffusionsschweißen gibt es ein Problem mit der Oberflächenchemie. Die Untersuchung zeigt, dass die Blechoberfläche bis zu einer Tiefe von 600 nm von Al_2O_3 stark verunreinigt ist. Vermutlich kommt diese Verunreinigung von der Benutzung eines diffusionshemmenden Elementes / Werkstoffes bei der Herstellung des Bleches, um ein Verschweißen von Blech und Walze zu vermeiden. Beim Diffusionsschweißen beeinträchtigt aber diese Schicht den Materialtransport. Um einen guten Schweißvorgang zu ermöglichen, muss diese Schicht abgetragen werden.

6 Untersuchung der mechanischen Eigenschaften

6.1 Zugversuche

6.1.1 Untersuchung der Festigkeitswerte und Bruchdehnungen

Die mechanischen Eigenschaften des Materials sind insbesondere bei sehr hohen Temperaturen temperaturabhängig. Bei Verwendung eines hohen Druckes in diesem Temperaturbereich kann eine sehr große spontane plastische Deformation verursacht werden. Im schlimmsten Fall bedeutet es bei der Herstellung des Mikrowärmetauschers, dass die Mikrokanäle zuge drückt werden. Um dies zu vermeiden ist die Kenntnis wichtiger Widerstandskennwerte des Materials, wie die $R_{p0,2}$ bei der Diffusionsschweißtemperatur unerlässlich. Darüber hinaus ist $R_{p0,2}$ sowie ihre Abhängigkeit von der Temperatur ein wichtiger Inputparameter für das Diffusionsschweißmodell. Außer den $R_{p0,2}$ -Werten wird das Verhalten der Zugfestigkeit, R_m in Abhängigkeit von der Temperatur untersucht. Da die beiden Festigkeitskennwerte im Prospekt des Herstellers nur für Temperaturen zwischen RT bis ca. 750 °C zu finden sind, wurden Zugversuche zu ihrer Bestimmung insbesondere in dem für das Diffusionsschweißen relevanten Temperaturbereich (750 °C – 1100 °C) durchgeführt.

Die Zugversuche wurden in einem Vakuumofen bei Temperaturen zwischen RT bis ca. 1122 °C durchgeführt. Um die Dehnratenabhängigkeiten von $R_{p0,2}$ und R_m zu untersuchen, wurden Versuche mit zwei verschiedenen Dehnraten, $\dot{\epsilon}$ realisiert, nämlich 0,01 1/s und 0,03 1/s. Diese Versuchsergebnisse werden im Anhang A.2 aufgelistet und in Form einer Spannungs-Dehnungskurve jeweils in Abb. 6-1 und Abb. 6-2 dargestellt.

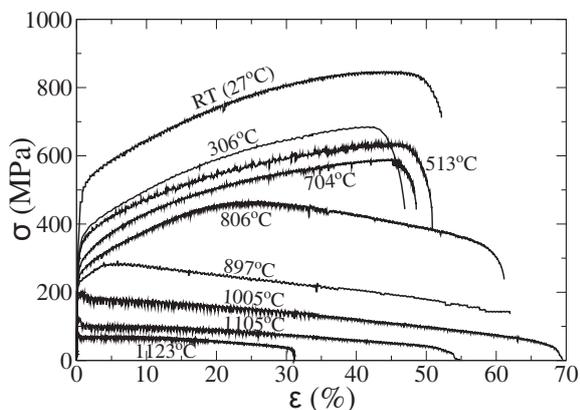


Abb. 6-1: σ - ϵ -Kurve bei verschiedenen konstanten Versuchstemperaturen und bei $\dot{\epsilon} = 0,01$ 1/s

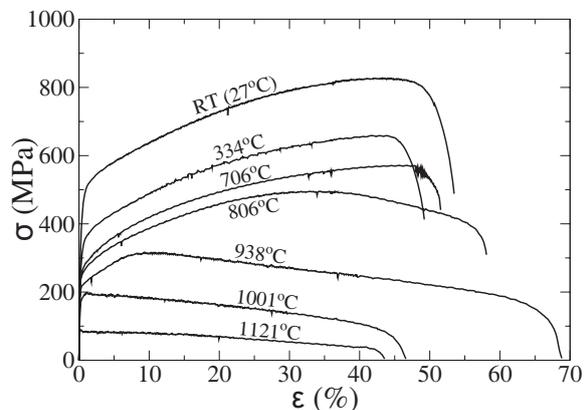


Abb. 6-2: σ - ϵ -Kurve bei verschiedenen konstanten Versuchstemperaturen und bei $\dot{\epsilon} = 0,03$ 1/s

Die charakteristischen Kurven beider Abbildungen zeigen deutlich, dass das Material ein kfz-Gitter besitzt. Im niedrigen Temperaturbereich ($RT \leq T < 800^\circ\text{C}$) verfestigt sich das Material über einen größeren Bereich plastischer Dehnung. Erreicht das Material die Gleichmaßdehnung, die in diesem Temperaturbereich mehr oder weniger konstant ist, wird die Verformung instabil. Der Materialwiderstand sinkt so drastisch, dass die Probe nach einer kurzen Einschnürung bricht. Bei höheren Temperaturen ($800^\circ\text{C} \leq T < 1000^\circ\text{C}$) nimmt die Gleichmaßdehnung ab, nach deren Überschreiten das Material eine große Einschnürung mit lang-

samem Widerstandabfall erfährt. Die größere Bruchdehnung in diesem Bereich zeigt die steigende Duktilität des Materials. Bei noch höheren Temperaturen ($T \geq 1000^\circ\text{C}$) verfestigt das Material nach dem Erreichen der Streckgrenze kaum und hat danach einen langen Entfestigungsbereich. Die Bruchdehnung nimmt mit höherer Temperatur ab.

Der gezackte Kurvenverlauf in Abb. 6-1 in einem Temperaturbereich von $T > 300^\circ\text{C}$ entsteht aufgrund der dynamischen Reckalterung oder auch bekannt als Portevin-Le Chatelier-Effekt. Dieser Effekt beruht auf der elastischen Wechselwirkung von Gleitversetzungen mit diffundierenden Legierungsatomen. Diese tritt besonders ausgeprägt auf, wenn die Diffusionsgeschwindigkeit der Atome ungefähr mit der mittleren Geschwindigkeit der Gleitversetzungen übereinstimmt. Bei höherer Verfahrensgeschwindigkeit wird dieser Effekt, wie in Abb. 6-2 gezeigt, unterdrückt.

Die mit den Versuchen ermittelten $R_{p0,2}$ - und R_m -Werte wurden in Abb. 6-3 und Abb. 6-4 für die zwei unterschiedlichen Dehnraten in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Sie werden jeweils mit einem Polynom (siehe Anhang B.1) angenähert, das als durchgezogene Linie mit eingezeichnet wurde. Zum Vergleich wurden die Daten des Herstellers mit eingetragen. Obwohl die Daten des Herstellers im Allgemeinen mit den Versuchsergebnissen für beide Dehnraten übereinstimmen, lässt sich erkennen, dass die Übereinstimmung bei der höheren Dehnrates besser ist. Es lässt sich auch feststellen, dass der Werkstoff eine geringe Dehnratesabhängigkeit besitzen, wobei die Abweichungen für $R_{p0,2}$ und R_m unter 10% liegen.

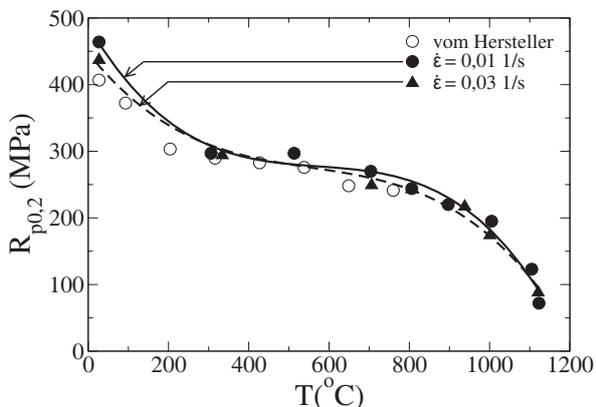


Abb. 6-3: Abhängigkeit der 0,2%-Dehngrenze von der Temperatur

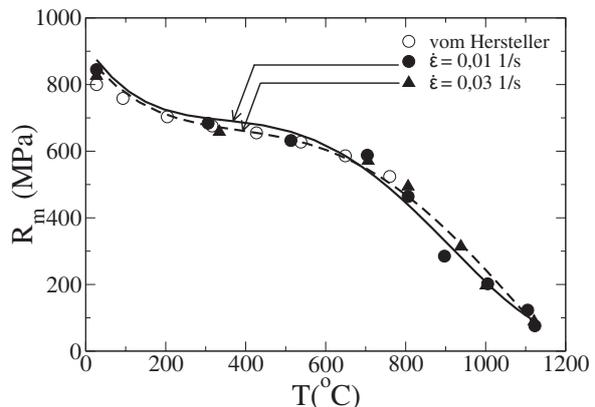


Abb. 6-4: Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Temperatur

In Abb. 6-3 werden die üblichen drei Temperaturbereiche gleich erkannt. Bezüglich der $R_{p0,2}$ -Kurve liegt der erste Bereich unterhalb ca. 300°C , der zweite Bereich zwischen 300°C und 800°C und der dritte Bereich oberhalb 800°C . Unterhalb 800°C besteht die Fließspannung aus der Summe von thermischen und athermischen Anteilen. Je höher die Temperatur ist desto einfacher ist die Überwindung der Hindernisse, so dass die zur Versetzungsbewegung nötige Spannung abnimmt. Der thermische Anteil klingt mit zunehmender Temperatur im ersten Bereich langsam ab, und ist annähernd Null im Übergang zwischen dem erstem und dem zweitem Bereich. Im dritten Bereich ($\geq 800^\circ\text{C}$) erhöht die dem Werkstoff zugeführte Wärme die Energie der Gitteratome so intensiv, dass der Diffusionsstrom der Gitteratome in Leerstellen ermöglicht wird. Die Wechselwirkung zwischen Gitteratomen und Gitterdefekten, wie Versetzungen und Korngrenzen, verstärkt die Kriechvorgänge und erniedrigt die Festigkeitswerte des Materials. Deshalb ist auch zu erwarten, dass in diesem Temperaturbereich

die Kriechneigung des Materials ausgeprägt ist. Die temperaturabhängigen $R_{p0,2}$ -Werte wurden in den im folgenden beschriebenen Kriechexperimenten zur Abschätzung der Druckspannungen herangezogen.

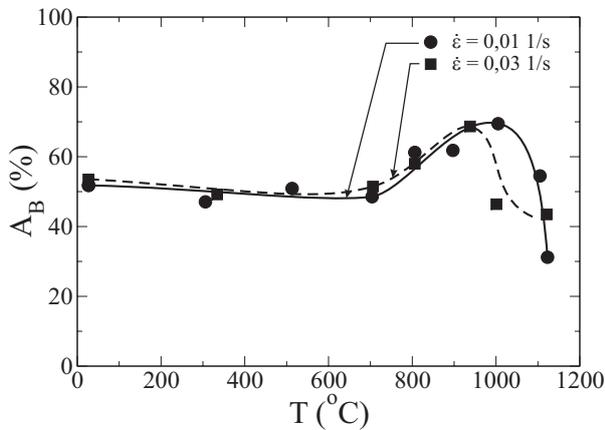


Abb. 6-5: Temperaturabhängigkeit der Bruchdehnung bei zwei unterschiedlichen Dehnraten

Die Abb. 6-5 zeigt den Zusammenhang zwischen Bruchdehnung und der Temperatur für beide Verfahrensgeschwindigkeiten. Es ergibt sich für beide Geschwindigkeiten der gleiche Kurvenverlauf, aber mit verschiedenen Dehnungsbeiträgen bei höheren Temperaturen. In einem Temperaturbereich zwischen RT und ca. 900 °C decken sich die beiden Kurven weitgehend, wobei die Bruchdehnung zwischen RT und 700 °C fast unabhängig von der Temperatur ist, und ungefähr bei 50 % liegt. Zwischen 700 °C und 900 °C steigt sie bis auf ca. 70 %. Der Werkstoff ist duktiler. Ab 900 °C wird die

Verformung instabiler. Der Werkstoff ist spröde und erreicht bei einer Temperatur von 1121 °C eine geringere Bruchdehnung als bei RT. Die Bruchdehnung in diesem Temperaturbereich ist aber abhängig von der Verfahrensgeschwindigkeit. Nach dem Erreichen des maximalen Wertes fällt die Bruchdehnung bei höherer Verfahrensgeschwindigkeit viel schneller ab.

Der ähnliche Verlauf der Bruchdehnung über den gesamten Versuchstemperaturbereich ist auch bei Hastelloy® X® für eine Dehnrate von 0,03 1/s zu finden [12].

6.1.2 Festigkeitsvergleich zwischen Platten- und Stabmaterial

Um der Effekt der Korngröße auf die Festigkeit des Werkstoffes zu untersuchen, wurde ein Zugversuch von einem Stabmaterial bei RT durchgeführt.

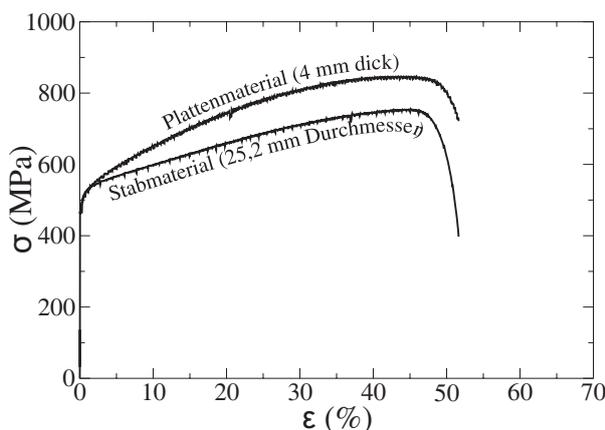


Abb. 6-6: σ - ϵ -Kurve zur Darstellung der Festigkeitsunterschiede zwischen dem Stab- und Plattenmaterial im Anlieferungszustand

Die Spannungs-Dehnungs-Kurve wird mit der des beim gleichen Zustand untersuchten Plattenmaterials verglichen. Die beiden Kurven sind in Abb. 6-6 dargestellt.

Gemäß der Hall-Petch-Beziehung besitzt das Stabmaterial mit dem ca. um 67 % größeren mittleren Korndurchmesser geringere Festigkeit als das Plattenmaterial. Das Stabmaterial erreicht nur einen R_m -Wert von 753 MPa. Der R_m -Wert des Plattenmaterials liegt bei 845 MPa oder ca 12 % höher.

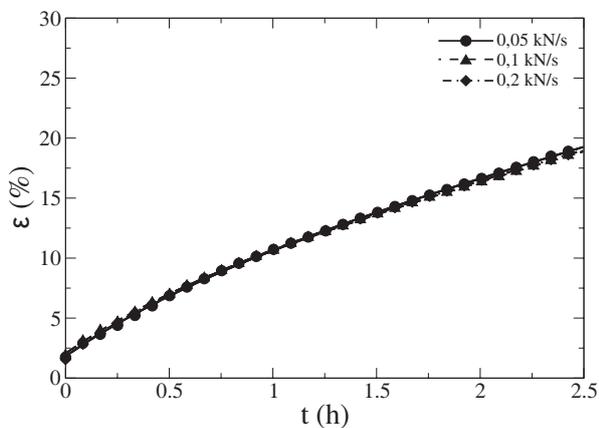
Als Vergleichswert zur Beurteilung der Festigkeit der diffusionsgeschweißten Proben wird der R_m -Wert des Stabmaterials im Anlieferungszustand herangezogen.

6.2 Kriechversuche

Kriecheigenschaften des Materials spielen eine sehr große Rolle beim Einsatz bei erhöhten Temperaturen und während des Diffusionsschweißens, weil die Kriechverformung im Vergleich zur spontanen plastischen Verformung zunimmt. Es ist sehr wichtig, ein Kriechgesetz zur Beschreibung des Materialkriechverhaltens festzulegen. Das Gesetz wird in dem Diffusionsschweißmodell verwendet, um die Diffusionsschweißparameter zu optimieren.

6.2.1 Abhängigkeit der Kriechdehnung von der Krafrate bei der Lastaufbringung

Drei Versuche werden bei einer konstanten Temperatur von 1000 °C, mit einer wahren Druckspannung von 55 MPa und jeweils mit einer Krafrate bei der Lastaufbringung von 0,05 kN/s, 0,1 kN/s und 0,2 kN/s gefahren. Die Versuchsdauer beträgt 2,5 h. Die Versuchsergebnisse werden in Abb. 6-7 dargestellt, wobei die Kriechdehnung als Funktion von der Versuchsdauer in Abhängigkeit von der Krafrate eingetragen wird.



Alle drei Kurven haben eine Anfangsdehnung ε_0 von ca. 1,8 %. Im weiteren zeitlichen Verlauf decken sie sich und haben eine Abweichung in der Kriechdehnung von weniger als 0,5 %.

Anhand dieses Versuchs wird gezeigt, dass die späteren Ergebnisse der Kriechversuche nicht von der Krafrate bei der Lastaufbringung abhängig sind.

Abb. 6-7: Untersuchung der Krafratenabhängigkeit

6.2.2 Ergebnisse der Kriechversuche

Kriechversuche wurden bei verschiedenen Temperaturen zwischen 700 °C und 1100 °C mit jeweils 4 bis 5 unterschiedlichen Druckspannungen durchgeführt. Die Versuche liefen unter konstanter wahrer Druckspannung bis zum Erreichen eines stationären Kriechbereichs. Die Dauer jedes Versuches betrug bis zu 2,5 h. Die Kraftrate bei der Lastaufbringung war 0,05 kN/s.

Die ermittelten spannungs- und temperaturabhängigen sekundären Kriechdehnungsgeschwindigkeiten werden in Anhang A.3 angegeben.

Der zeitliche Verlauf der Kriechdehnung wird in Abb. 6-8 bis Abb. 6-12 jeweils für eine konstante Temperatur aber verschiedene wahre Druckspannungen dargestellt. Bei einer konstanten Temperatur von 700°C wird der Werkstoff mit einachsiger Druckspannung beansprucht, die höher als die 0,2%-Dehngrenze ist, welche 270 MPa beträgt. Im Allgemeinen kann bei 700°C (Abb. 6-8) festgestellt werden, dass das Kriechverhalten des Werkstoffes nicht stark ausgeprägt ist. Beispielweise ist der sekundäre Kriechdehnungsanteil des Werkstoffes bei einer Belastung von 300 MPa und einer Dauer von 2 h nur ca. 1,4 %. Für eine größere Kriechdehnung von ca. 13 % bei gleicher Zeitdauer ist eine Druckspannung von 500 MPa oder das ca. zweifache der Fließspannung erforderlich. Besonders bemerkenswert ist vor allem der hohe Anfangsdehnungsanteil, der mit der Spannung linear ansteigt und bei der höchsten Spannung sogar höher als die sekundäre Kriechdehnung ist.

Wird die Versuchstemperatur auf 800 °C erhöht, steigt der Kriechdehnungsanteil erheblich an. Das Werkstoffkriechverhalten bei dieser Temperatur wird in Abb. 6-9 gezeigt. Schon bei einer Druckspannung von ca. 75 % von $R_{p0,2}$, die 256 MPa beträgt, erreicht die Kriechdehnung in einer Zeitdauer von 2 h einen Wert von ca. 8,5 %. Mit einer Druckspannung von 245 MPa (kurz vor $R_{p0,2}$) kriecht der Werkstoff so stark, dass eine Kriechdehnung von 23 % erzielt werden kann. Ein sehr steiler Anstieg dieses Werts wird mit einer Druckspannung höher als $R_{p0,2}$ erreicht, so zum Beispiel bei einer Druckbelastung von 300 MPa (17% höher als $R_{p0,2}$) kriecht der Werkstoff innerhalb 45 min bis auf 22 %. Bezüglich der Anfangsdehnung ist deutlich zu sehen, dass ihr Wert von 1,7% sich kaum ändert, wenn der Werkstoff mit einer Druckspannung weniger als 75 % des $R_{p0,2}$ -Wertes belastet wird. Bei einer Belastung im Bereich von $R_{p0,2}$ erhöht sich die Anfangsdehnung bis ungefähr 4 %. Das Verhältnis zwischen Kriechdehnung und Anfangsdehnung bei dieser Versuchstemperatur im Bereich von $R_{p0,2}$ ist wesentlich größer als das bei 700°C, obwohl $R_{p0,2}$ bei 800°C nur ca. 5 % geringer ist.

Bei der Erhöhung der Versuchstemperatur $\geq 900^\circ\text{C}$ werden für die Kriechversuche Druckbelastungen gewählt, die viel geringer sind, als die $R_{p0,2}$ -Werte des Werkstoffes in diesem Temperaturbereich. Die entsprechenden Kurvenverläufe für 900 °C bis 1100 °C werden in Abb. 6-10 bis Abb. 6-12 dargestellt. Kriechversuche in diesem Temperaturbereich mit einer Druckspannung im Bereich von $R_{p0,2}$ bewirken eine sehr steile Kriechdehnung bei einer sehr kurzen Zeit. Hierbei wird die Reaktionszeit der Maschine unterschritten, so dass die Maschine die Kraft nicht genügend schnell nachregeln kann. Eine Kriechdehnung über 30 % wird in weniger als einer Stunde erreicht, wenn der Werkstoff mit einer Druckspannung von weniger als 60 % seines $R_{p0,2}$ -Wertes belastet wird. Die Anfangsdehnungen betragen höchstens 2 % und zeigen eine sehr geringere Abhängigkeit von der wahren Druckspannung.

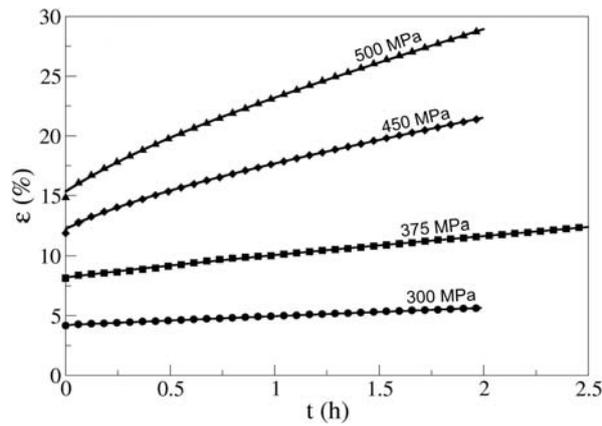


Abb. 6-8: Gemessene Kriechkurven bei 700 °C

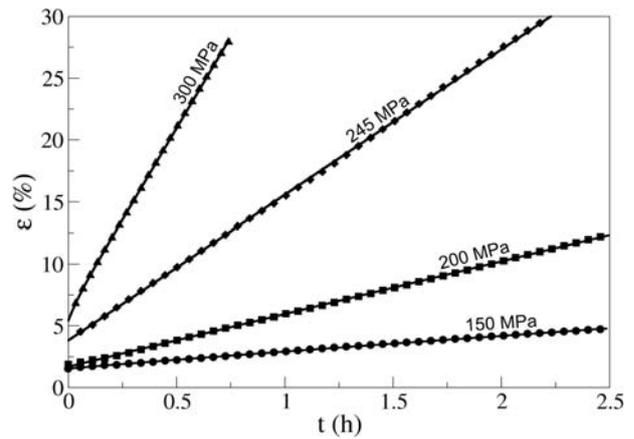


Abb. 6-9: Gemessene Kriechkurven bei 800 °C

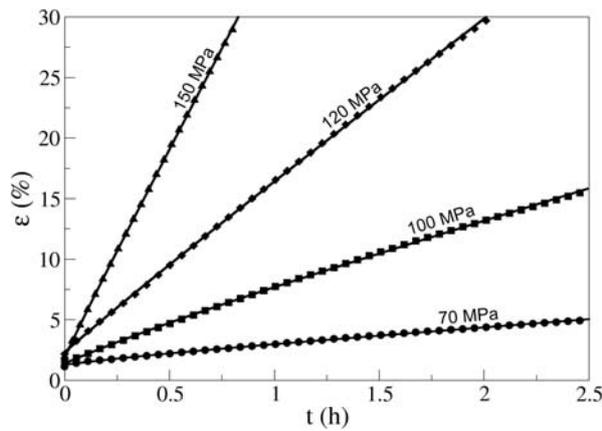


Abb. 6-10: Gemessene Kriechkurven bei 900 °C

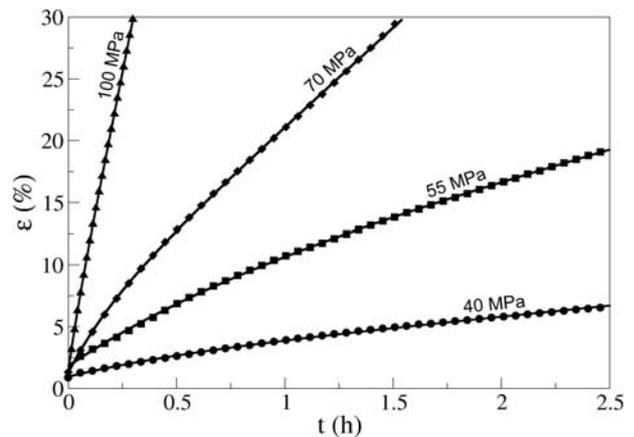


Abb. 6-11: Gemessene Kriechkurven bei 1000 °C

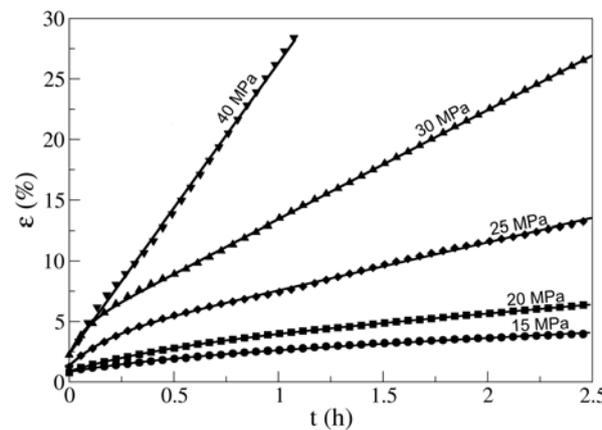


Abb. 6-12: Gemessene Kriechkurven bei 1100 °C

Die zeitlichen Verläufe der Kriechdehnung in Abb. 6-8 bis Abb. 6-12 werden mit dem Ansatz von McVetty und Garofalo (Gl. (2-6)) angenähert. Besonders wichtig ist beim Diffusionsschweißen der letzte Term. Im Vergleich zum primären Bereich, der nach kurzer Zeitdauer abklingt, ist der Kriechanteil des sekundären Bereichs bei einer längeren Haltezeit während des Diffusionsschweißens wesentlich. Deshalb wird das Kriechdehnungsverhalten in dieser Phase in Abhängigkeit der Spannung und der Temperatur

quantitativ beschrieben.

Die Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_s$ von Gl. (2-6) wird in Abhängigkeit der Spannung in Abb. 6-13a doppellogarithmisch aufgetragen. Dabei ist zu erkennen, dass der Logarithmus der Kriechgeschwindigkeit linear mit dem Logarithmus der Druckspannung bei jeweils konstanter Temperatur verläuft. Diese Abhängigkeit lässt sich so beschreiben.

$$\dot{\epsilon}_s = A_T \sigma^n \tag{6-1}$$

wobei n die Steigung der Kurven ist und für diesen Werkstoff ca. 4,5 beträgt. A_T ist eine von der Temperatur und dem Werkstoff abhängige Konstante.

Die Temperaturabhängigkeit der stationären Kriechgeschwindigkeit bei jeweils konstanter Druckspannung wird in einem Arrhenius-Diagramm in Abb. 6-13.b eingetragen und mit einem Arrhenius-Ansatz oder auch bekannt als Eyring Geschwindigkeitsgleichung [17] wie folgt beschrieben:

$$\dot{\epsilon}_s = A_\sigma e^{-\frac{Q_k}{R_s T}} \quad (6-2)$$

wobei die Steigung der Kurve der Aktivierungsenergie Q_k entspricht und 352892 J/mol beträgt. A_σ ist wiederum ein spannungs- und materialabhängiger Faktor.

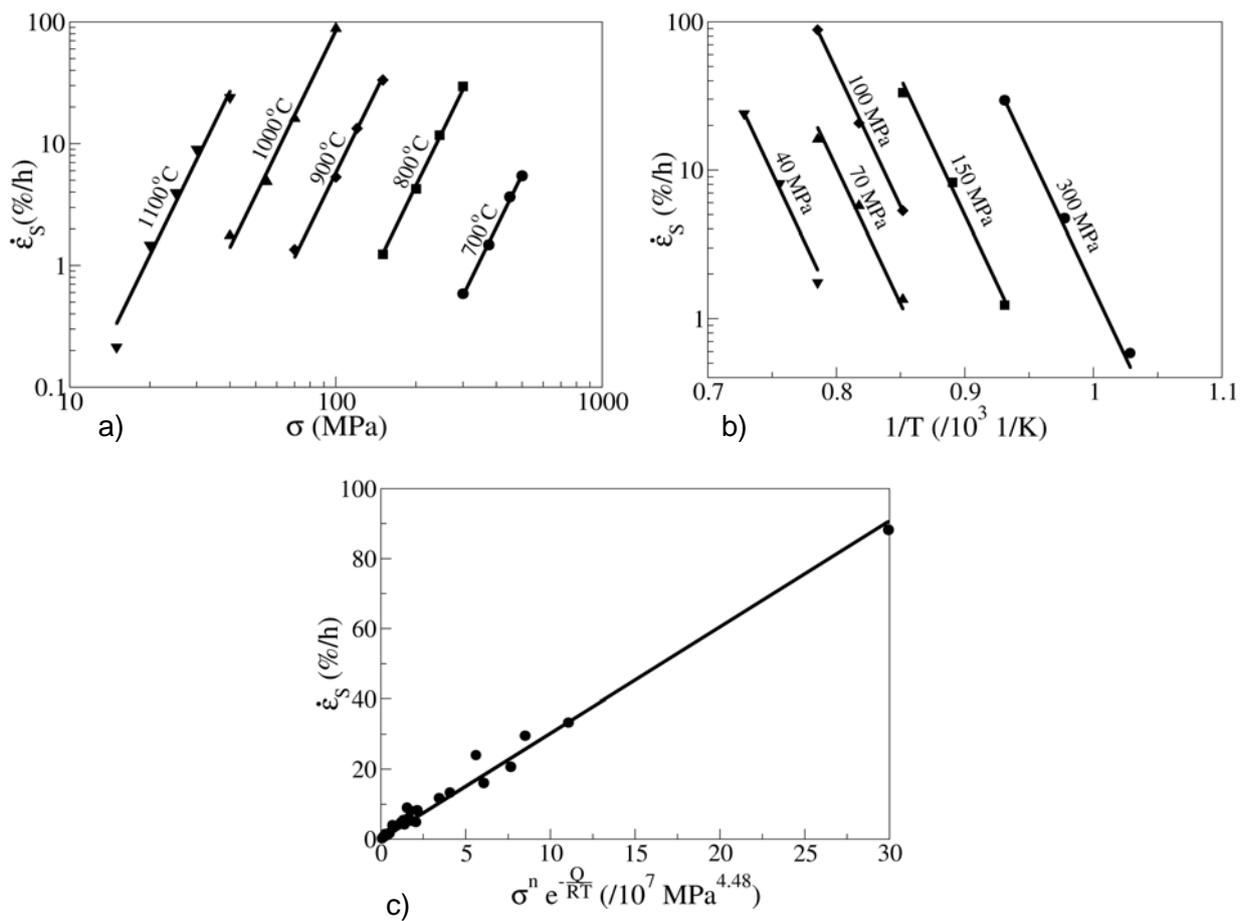


Abb. 6-13: Die Untersuchung der Kriecheigenschaften und die Anpassung an das Potenzgesetz

Diese Auswertung der Kriechversuche zeigt deutlich, dass das stationäre Kriechverhalten von Hastelloy[®] C-22[®] mit dem Potenzgesetz in Gl. (2-7) gut beschrieben werden kann, wobei A der Proportionalitätsfaktor ist, der $3,023 \cdot 10^7$ % / (h MPa^{4.5}) beträgt (siehe Abb. 6-13c).

6.3 Einfluss der Wärmebehandlung auf die mechanischen Eigenschaften

Besonders wichtig ist die mechanische Untersuchung der Werkstoffe nach der Wärmebehandlung, welche die thermisch induzierte Veränderung der Mikrostruktur hervorruft und zur Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften führen kann.

Dazu werden einige einachsige Zugversuche und Kerbschlagbiegeversuche an wärmebehandelten Proben durchgeführt. Für diese Untersuchungen werden Proben aus dem 4 mm dicken Blech hergestellt. Die Wärmebehandlung geschieht wie bei der Wärmebehandlung der metallographischen Probe in einem Quarzglasofen und dauert für jede Probe 4 h lang jeweils bei verschiedenen Temperaturen zwischen 700 °C und 1080 °C. Alle Versuche werden bei RT durchgeführt.

Die ermittelten Werten von $R_{p0,2}$, R_m , der Bruchdehnung und der Kerbschlagenergie werden in Anhang A.4 aufgelistet

Die Spannungs-Dehnungskurven werden in Abb. 6-14 dargestellt. Die Änderung des Werkstoffwiderstandes gegen das plastische Fließen und gegen die Einschnürung infolge der Wärmebehandlung ist aber in Abb. 6-15 besser zu erkennen. Bei Wärmebehandlungstemperaturen in dem Bereich zwischen RT und 1000 °C gibt es einen leichten linearen Abfall der $R_{p0,2}$ -Werte um ca. 14 %, bezogen auf 464 MPa des Zustands ohne Wärmebehandlung. Die R_m -Werte sind hingegen fast unabhängig von den Wärmebehandlungstemperaturen. Die Abweichung beträgt nur 1,6 %. Ab 1000 °C nehmen beide Werkstoffwiderstandswerte stärker ab. Bei einer Erhöhung der Wärmebehandlungstemperatur von 1000 °C auf 1080 °C nehmen $R_{p0,2}$ und R_m um jeweils 16 % und 12 % ab.

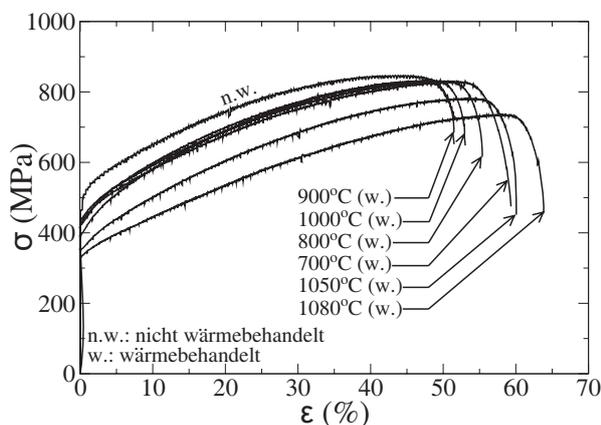


Abb. 6-14: σ - ϵ -Kurven der wärmebehandelten Proben

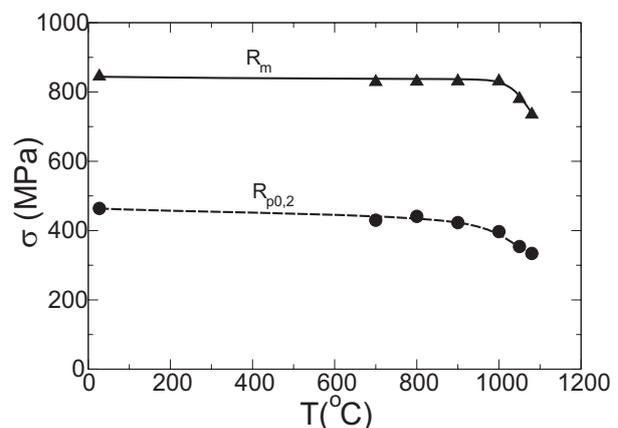


Abb. 6-15: Festigkeitswerte bei RT der wärmebehandelten Proben in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungstemperatur

Besonders interessant ist das Duktilitätsverhalten der wärmebehandelten Proben, das in Abb. 6-16 in Form von Kurvenverläufen der Bruchdehnung und der Kerbschlagenergie im Verhältnis zu ihrem Wert bei RT dargestellt wird.

Eine Verbesserung der Duktilität ist zu verzeichnen, wenn der Werkstoff bei 700 °C wärmebehandelt wird. Diese folgt aus der Erhöhung der Bruchdehnung um ca. 15 % bzw. der Er-

höhung der Kerbschlagenergie KV von ca. 10 % bei 700 °C im Vergleich zu den Werten des Zustands ohne Wärmebehandlung. Die Bruchdehnung und Kerbschlagenergie betragen für den Zustand ohne Wärmebehandlung jeweils 51,65 % bzw. 13,7 J.

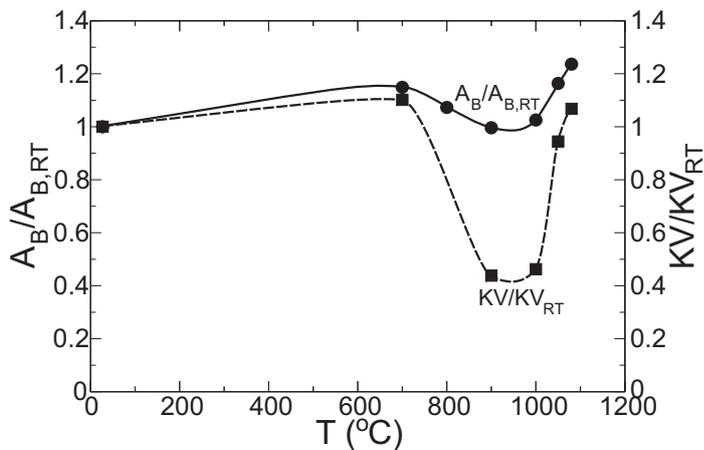


Abb. 6-16: Bruchdehnung und Kerbschlagenergie der wärmebehandelten Proben

Bei weiterer Erhöhung der Wärmebehandlungstemperatur bis auf 900 °C und 1000 °C nimmt die Duktilität so sehr ab, dass die verbrauchte Kerbschlagenergie um bis zu 50 % geringer als die des Zustands ohne Wärmebehandlung ist. Diese Abnahme ist auch bei Zugversuchen gezeigt worden, allerdings ist sie nicht so drastisch wie bei Kerbschlagbiegeversuchen. Die Bruchdehnung ist ungefähr auf dem gleichen Niveau wie bei RT. Letztendlich steigt die Bruchdehnung zusammen mit der Kerbschlagenergie wieder an

und erreicht bei einer Temperatur von 1050 °C den Wert 60,09 % (ca. 16 % mehr als beim Zustand ohne Wärmebehandlung) bzw. 12,9 J (ca. 6 % weniger als beim Zustand ohne Wärmebehandlung).

6.4 Diskussion

Die Ergebnisse der Zugversuche zeigen, dass im Temperaturbereich $T \leq 700^\circ\text{C}$ die thermisch induzierten Verformungsvorgänge, wie die nichtkonservativen Versetzungsbewegungen, die das Versetzungskriechen verursachen, und auch das Diffusionskriechen sehr gering sind. Dieses wird beim Kriechversuch bei 700 °C erkannt, wobei die Kurvenverläufe der Kriechdehnung deutlich zeigen, dass in diesem Temperaturbereich die spontane plastische Verformung des Werkstoffes überwiegt. Die Verformung wird ganz auf die Gleitbewegung der Versetzungen zurückgeführt. Die Verformung aufgrund der nichtkonventionellen Versetzungsbewegung und des Diffusionskriechens nimmt im Hochtemperaturbereich $T > 700^\circ\text{C}$ mit steigender Temperatur zu und ist an der Abnahme der $R_{p0,2}$ -Werte zu erkennen. Bei den Kriechversuchen wurde festgestellt, dass eine größere Kriechdehnung bei Erhöhung der Temperatur mit einem immer kleineren Spannungsverhältnis zwischen Druckspannung und $R_{p0,2}$ erreicht wird. Für das Diffusionsschweißen bedeutet dies, dass im Temperaturbereich $T \leq 700^\circ\text{C}$ die Verwendung einer sehr hohen Druckkraft nötig ist, die zur großen globalen Verformung führen kann. Gegenteiliges ist im Temperaturbereich $T > 700^\circ\text{C}$ der Fall. Dort wird der Diffusionsschweißprozess über die thermisch aktivierten Leerstellendifusionsvorgänge bei zunehmender Schweißtemperatur immer besser unterstützt. Deswegen wird nicht nur weniger Schweißdruck benötigt, sondern auch die Schweißdauer reduziert.

Ein besonderes Merkmal des verwendeten Werkstoffes ist die drastische Reduzierung der Gleichmaßdehnung mit immer geringerer Verfestigung ab ca. 700 °C. Diese verschwindet letztendlich im Temperaturbereich $T \geq 1000^\circ\text{C}$, so dass das Werkstoffverhalten als idealplastisch angenähert werden kann. Diese Tatsache zeigt, dass die Gleitlinientheorie, die im

Kapitel 3.2.1 beschrieben wird, zur Berechnung des Diffusionsschweißflächenanteils infolge der spontanen plastischen Verformung verwendet werden kann, wenn der Diffusions-schweißprozess in diesem Temperaturbereich durchgeführt wird.

Bei den wärmebehandelten Proben ist erkennbar, dass die leichte Abnahme der $R_{p0,2}$ -Werte im Temperaturbereich $RT < T < 1000\text{ °C}$ mit dem Erholungsvorgang des Werkstoffes begründet werden kann. Wird die Wärmebehandlung oberhalb 1000 °C gemacht, klingen die Werkstoffwiderstände ($R_{p0,2}$ und R_m) steil ab, weil die Rekristallisation bei 1000 °C und einer Dauer von 4 h beginnt. Neue Körner werden gebildet und wachsen auf Kosten vieler Versetzungen. Wie in Abb. 2-9 gezeigt, verschlechtert die Abnahme der Versetzungsdichte die Festigkeit des Werkstoffs.

Eine starke Abnahme der Duktilität ist bei der Auswertung der Bruchdehnung im Temperaturbereich $700 < T \leq 1000\text{ °C}$ festgestellt worden. Diese Abnahme ist auf das Ausscheidungsverhalten der Mo-Atome und teilweise auch auf die Bildung der Metallkarbide in der Korngrenze zurückzuführen. Aus diesem Grund fällt die verbrauchte Kerbschlagenergie sehr steil ab. Anhand der Abb. 6-16 ist es zu ersehen, dass die Elementausscheidung in der Korngrenze größeren Einfluss auf die Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche hat, als die der Zugversuche. Die hohe Duktilität, die vergleichbar mit der des Anlieferungszustandes ist, wird wieder erreicht, wenn die Probe bei 1050 °C wärmebehandelt wurde.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass das Diffusionsschweißen bei einer Temperatur $T \leq 700\text{ °C}$ eine sehr hohe Druckkraft und längere Schweißdauer erfordert. Im Temperaturbereich $700\text{ °C} < T < 1050\text{ °C}$ ist Diffusionsschweißen ohne starken Duktilitätsverlust aber unmöglich. Im höheren Temperaturbereich $T > 1050\text{ °C}$ ist eine hohe Duktilität beim Diffusionsschweißen zu erreichen. Dieser Vorteil wird aber von einigen Nachteilen begleitet nämlich dem Festigkeitsverlust und der Kornvergrößerung, die in Bezug auf die Korrosionsbeständigkeit nicht gerade ein Vorteil ist. Aus diesem Grund soll die Schweißtemperatur bei Diffusionsschweißversuchen mit Hastelloy[®] C-22[®] möglichst exakt bei 1050 °C liegen.

7 Diffusionsschweißversuche

7.1 Überblick

Bei der Untersuchung der Restporen in der Schweißnaht der diffusionsgeschweißten Proben bevorzugen viele Forscher die metallographischen Untersuchungen. Es gibt aber bei der Probenpräparation, wie King und Owczarski [38] bemerken, Probleme, dass durch das Schleifen und Polieren die Oberfläche verschmiert wird, so dass die sehr kleinen Poren durch das Metall, das in die Poren hineinfließt, zugeschlossen werden.

Die Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften der diffusionsgeschweißten Proben aus reinem Titan (AMS 4921) zeigen, dass alle Proben eine ungefähr gleich hohe Zugfestigkeit vergleichbar mit der ungeschweißten Probe besitzen [38]. Demgegenüber liefern die Biegeversuche eine unterschiedliche Duktilität. Bei niedriger Schweißtemperatur z.B. bei 760°C ist die Duktilität sehr gering und wird immer höher je höher die Schweißtemperatur ist. Bei 871°C liegt sie im Bereich des ungeschweißten Materials. Es scheint, dass die Vernichtung der meisten Hohlräume und die Migration der Grenzfläche aus der Schweißnaht eine Bedingung für die gute Schweißverbindung mit hoher Duktilität darstellt. Hamilton [40] hat bei der Untersuchung der Restporen und der Reduzierung der Querschnittflächen der gebrochenen Zugproben festgestellt, dass das Erreichen der vergleichbaren Zugfestigkeit des Grundwerkstoffes bei den Diffusionsschweißproben möglich ist, obwohl die gesamten Restporen an der Schweißnaht viel höher als 10% sind und keine Reduzierung der Probenquerschnittfläche vorliegt.

Beim Diffusionsschweißen einer ferritischen ODS-Superlegierung (PM 2000) [71] bei 1200 °C wurde festgestellt, dass obwohl die Diffusionsschweißverbindungen im Warmzugversuch bei 900 °C die Grundwerkstofffestigkeit zeigen und teilweise außerhalb der Fügezone brechen, nimmt die Festigkeit im LCF (Low Cycle Fatigue)-Versuch bei der gleichen Temperatur ab einer Bruchlastspielzahl von 100 stark ab.

Bei Diffusionsschweißversuchen einer Ni-Basis-ODS-Legierung [72] werden festgestellt, dass trotz vereinzelter, kleinsten Ausscheidungen in der Bindeebene die Festigkeitswerte des Grundwerkstoffes erreicht werden.

Diese bedeutet, dass die Zugfestigkeit allein keine zutreffende Messgröße für die Beurteilung der Schweißverbindung ist.

7.2 Diffusionsschweißen von Stabproben

Diffusionsschweißversuche wurden zur Verifizierung der vom IMVT mündlich mitgeteilten Parameter (1100 °C, 20 MPa und 1 h) durchgeführt. Zuerst erfolgt die Modellberechnung, die im späteren Abschnitt weiter erklärt wird. Das Oberflächenprofil wird durch Plandrehen eingepägt. Die Oberfläche hat eine maximale Rauheitstiefe (R_{max}) von 2,4 mm und eine halbe Wellenlänge von 14,1 μm , die jeweils als die kleine und große Halbachse der Ellipse im Diffusionsschweißmodell angenommen werden. Zwei Modellberechnungen werden durchgeführt. Die erste Berechnung verwendet den oben genannten Parametersatz. Bei der zweiten

betragen die Schweißtemperatur 1080 °C und der Schweißdruck 30 MPa. Die Berechnungsergebnisse werden in Abb. 7-1 dargestellt. Mit den Schweißparametern, 1100 °C und 20 MPa, wird für eine vollständige Schweißung eine lange Schweißdauer von ca. 19 h benötigt. Die Kriechdehnung beträgt dabei 15 %. Aufgrund der verkürzten Schweißdauer von 1 h beträgt laut der Berechnung der Anteil der geschweißten Fläche 71 %. Die Kriechdehnung liegt dabei bei ca. 0,8 %. Bei den Schweißparametern, 1080 °C und 30 MPa, ist die Schweißdauer für eine vollständige Schweißung deutlich geringer und liegt bei 6 h. Die Kriechdehnung beträgt dabei 16 %.

Entsprechend der Modellberechnung werden zwei Diffusionsschweißungen durchgeführt. Die erste Schweißung hat einen Parametersatz von 1100 °C, 20 MPa und 1 h, und die zweite von 1080 °C, 30 MPa und 6h. Nach dem Diffusionsschweißen wird festgestellt, dass die Kriechdehnung des ersten Parametersatzes ca. 1 % und des zweiten ca. 14 % beträgt.

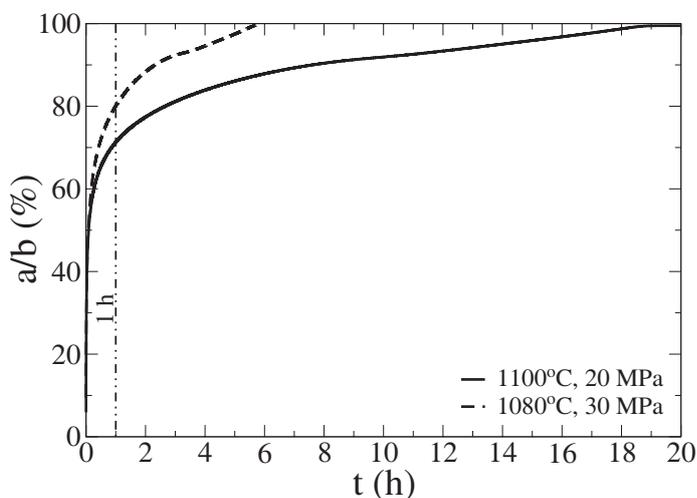


Abb. 7-1: Das Wachstum der Kontaktfläche nach der Modellberechnung inklusiv aller 7 Diffusionsschweißmechanismen und die sekundäre Kriechdehnung als Funktion der Zeit

Bei den metallographischen Untersuchungen sind noch Poren in ungeätzten Bildern zu sehen, die teilweise sehr groß sind (siehe Abb. 7-2). Diese großen Poren sind in mittlerem Bereich der Schweißprobe zu finden. Im Allgemeinen ist ersichtlich, dass die Restporen beim ersten Parametersatz größer sind als die des Zweiten. Bei den geätzten Schlifffbildern in Abb. 7-3 links wird ersichtlich, dass die Schweißnaht von der Probe, die mit dem ersten Parametersatz geschweißt ist, noch sehr deutlich zu sehen ist, und es kein Anzeichen einer Bewegung der Grenzfläche gibt, obwohl die Temperatur weit über die Rekristallisationstemperatur

des Werkstoffes liegt. Demgegenüber ist bei der Verwendung des zweiten Parametersatzes (rechtes Bild in Abb. 7-3) die Schweißnaht kaum zu sehen (in Klammern).

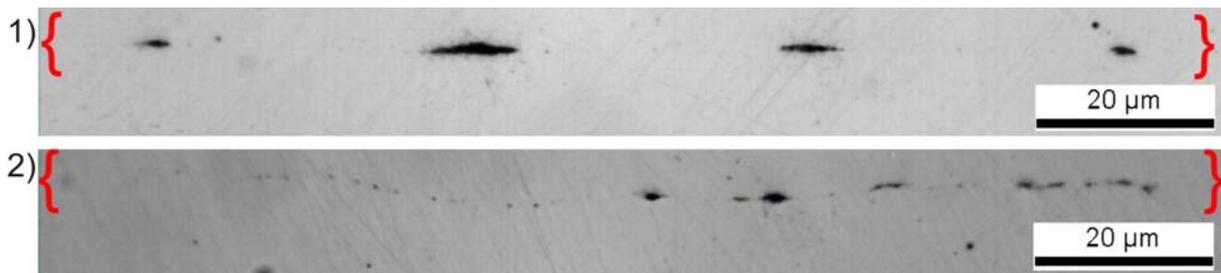


Abb. 7-2: Ungeätzte Schliffbilder der Diffusionsschweißverbindungen, geschweißt mit dem Parametersatz 1100 °C, 20 MPa und 1 h (1) bzw. 1080 °C, 30 MPa und 6 h (2)

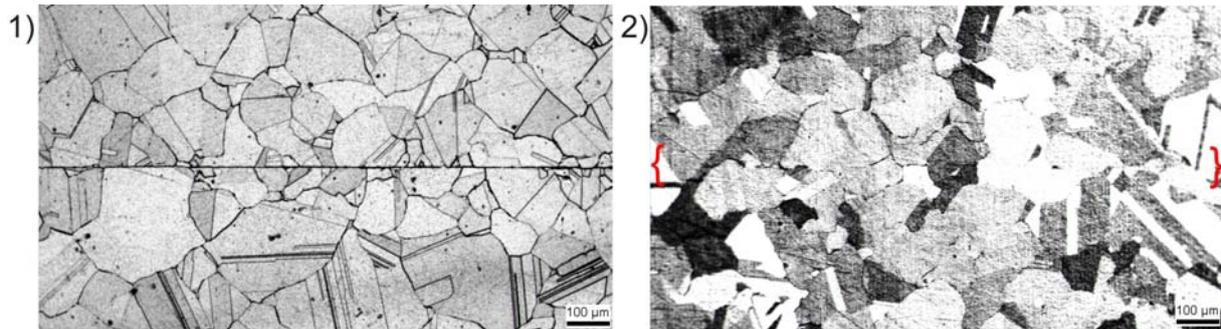


Abb. 7-3: geätzte Schliffbilder der Diffusionsschweißverbindungen, geschweißt mit dem Parametersatz 1100 °C, 20 MPa und 1 h (1) bzw. 1080 °C, 30 MPa und 6 h (2)

Die Beurteilung der Schweißqualität wird durch mechanische Prüfverfahren wie Zug- und Kerbschlagbiegeversuche fortgesetzt. Die Messwerte sind in Anhang A.5 aufgelistet. Die Spannungs-Dehnungs-Verläufe der beiden Probenarten werden in Abb. 7-4 dargestellt. Als Vergleichswert wird die des Stabmaterials im Anlieferungszustand eingetragen. Es ist ersichtlich, dass alle geschweißten Proben die Grundwerkstofffestigkeit erreicht haben (> 97 %). Mit Ausnahme einer Probe aus dem ersten Parametersatz schnüren alle Probe nach dem Erreichen der Gleichmaßdehnung ein. Die Probe ohne Einschnürung bricht kurz vor dem Erreichen der Gleichmaßdehnung und zwar in der Schweißnaht. Für die Kerbschlagbiegeversuche werden von jeder Schweißprobe vier Kerbschlagproben entlang des Querschnitts entnommen. Die Ergebnisse sind in Abb. 7-5 dargestellt. Die Kerbschlagenergie wird auf die des Anlieferungszustandes des Stabmaterials normiert, welche 12,78 J beträgt. Die ungleichmäßige Kerbschlagenergie lässt sich über den gesamten Querschnitt feststellen, wobei die verbrauchte Kerbschlagenergie in die Mitte der Diffusionsschweißprobe kleiner als am Probenrand ist. Dies ist vermutlich auf das Plandrehen der Schweißprobe zurückzuführen, welches in der Mitte tiefer als am Rand abgetragen wird. Die Mittelwertlinie der Kerbschlagenergie zeigt, dass die verbrauchte Energie der Probe aus dem zweiten Parametersatz deutlich höher ist und sogar mehr als 60 % der Kerbschlagenergie des Stabmaterials im Anlieferungszustand beträgt.

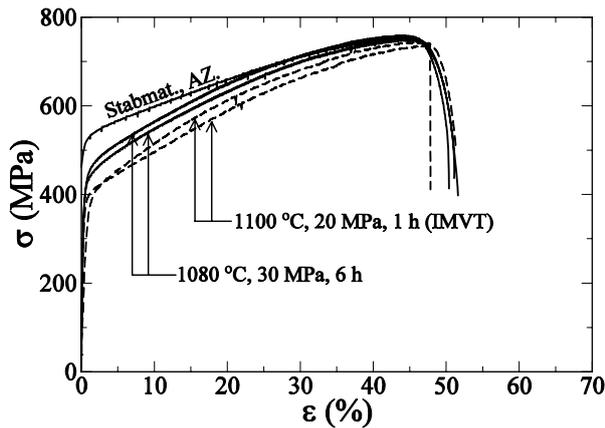


Abb. 7-4: Spannungs-Dehnungs-Kurve der geschweißten Proben verglichen mit der Kurve des Stabmaterials

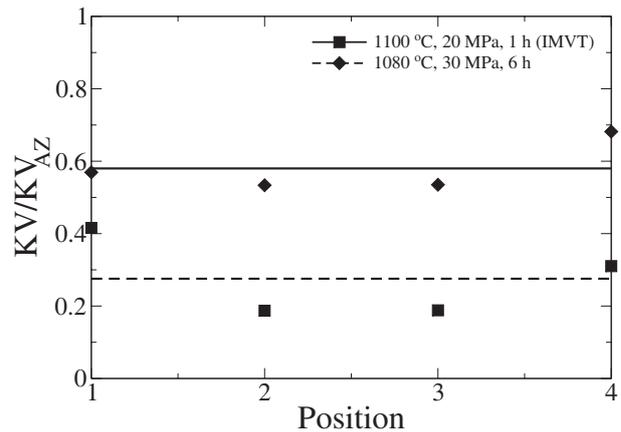


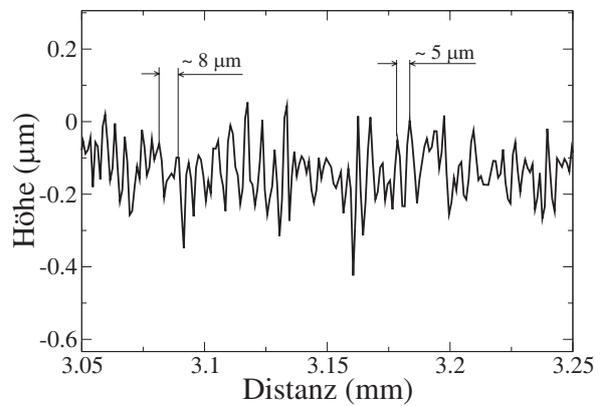
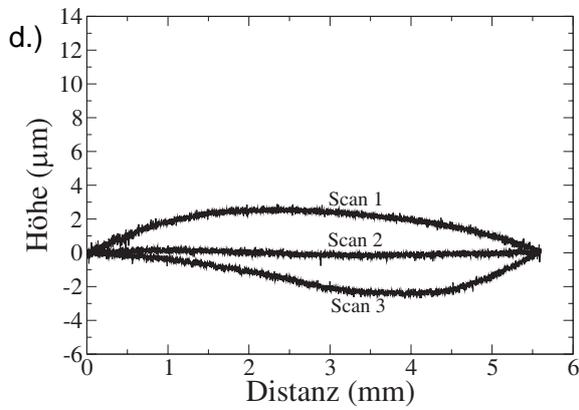
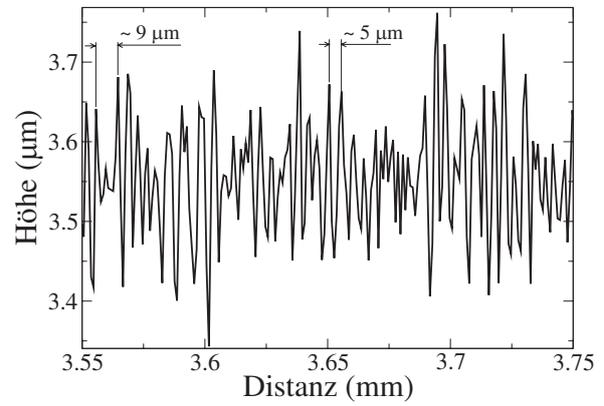
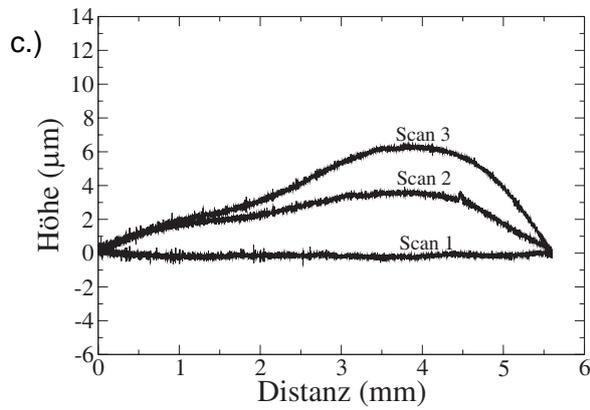
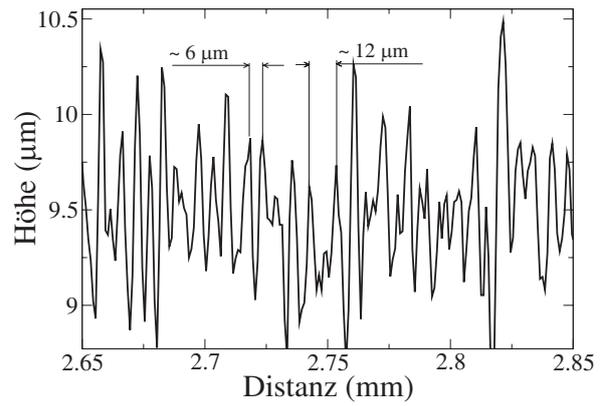
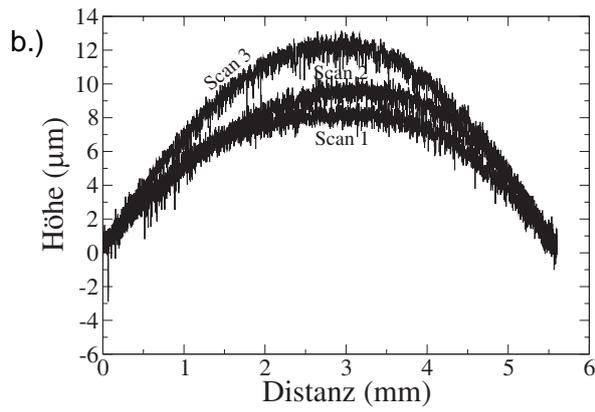
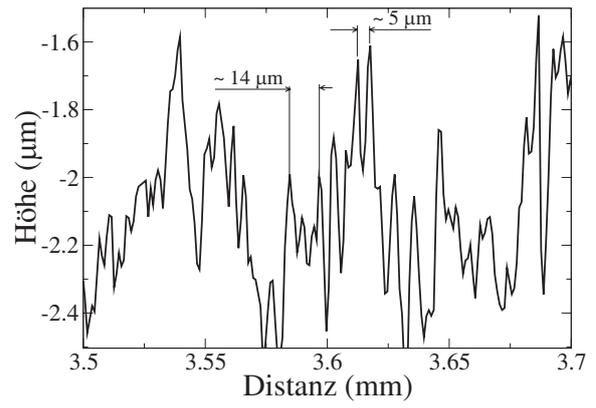
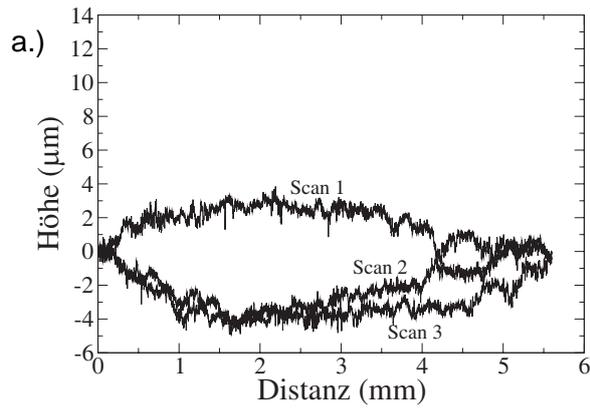
Abb. 7-5: Kerbschlagenergie der geschweißten Probe aus dem Stabmaterial

7.3 Diffusionsschweißen von Blechproben

7.3.1 Oberflächenbearbeitung

Die Untersuchung der Oberflächenchemie senkrecht zur Oberfläche des Bleches mit AES-Analyse im Kapitel 5.4 zeigt, dass die Materialoberfläche bis zu einer Tiefe von ca. 600 nm massiv mit diffusionshemmendem Al_2O_3 verschmutzt ist. Um das Blechmaterial aufeinander zu schweißen, muss die verunreinigte Oberfläche mindestens 1 μm tief abgetragen werden. Als Methoden zum Oberflächenabtragen wird Stirnkopffräsen und Schleifen getestet. Beide Verfahren benutzen Kühlmittel. Die Schwierigkeit bei der Oberflächenbehandlung von dünnen Blechen ist, die Probe während der Bearbeitung zu befestigen. Die einfachste Befestigung durch ein Magnetfeld ist aufgrund des Materials nicht realisierbar. Bei der Oberflächenabtragung durch Fräsen wird die Probe durch ein Vakuum einseitig festgehalten. Das Ergebnis des Fräsverfahrens ist nicht befriedigend, weil sich die Blechprobe einseitig wölbt. Beim zweiten Verfahren wird eine Seite der Probenoberfläche zum Greifen mit dem doppelseitigen Kleber an die rundförmige Kunststoffmasse geklebt während die andere Seite mit Schleifpapier abgeschliffen wird. Nach dem Auflösen der Kleber in Isopropanol wird die andere Seite genauso bearbeitet.

Für die Untersuchung der Oberflächenrauheit werden die rechteckigen Blechproben jeweils mit Schleifpapier (SP) mit den Körnungen P-500, P-1000, P-1200, P-2500 bzw. P-4000 behandelt. Zusammen mit der nicht behandelten Probe werden die Oberflächenrauheiten mit einem chromatischen Abstandmesssystem und dem luftgelagerten Rastertisch der Firma *Fries Research and Technology* gemessen. Es wird bei jeder Probe an drei verschiedenen Stellen aber in gleicher Messrichtung gemessen. Die Messpfade liegen quer zur Rauheitspuren. Die drei Stellen werden in Abb. 7-6 mit Scan 1 (links von der Probenmitte), Scan 2 (Probenmitte) und Scan 3 (rechtst von der Probenmitte) bezeichnet.



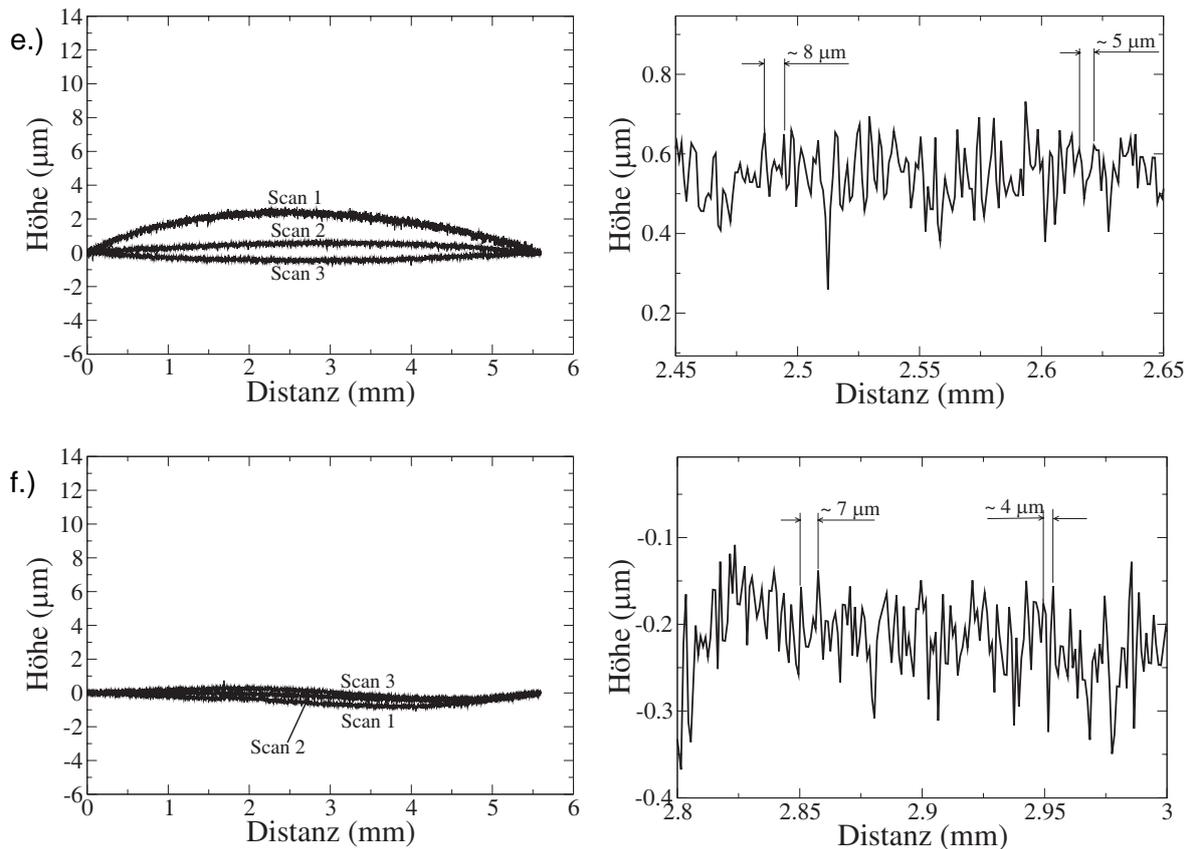


Abb. 7-6: Oberflächenprofile von a) nicht geschliffener (n.g.) Probe und den mit jeweils b) P-500, c) P-1000, d) P-1200, e) P-2500 und f) P-4000 Schleifpapier (SP) geschliffenen Proben. Die Bilder auf der rechten Seite sind die Vergrößerungsbilder von Scan 2 und zeigen die Wellenlänge der Oberflächenprofile.

Bei jeder Messkurve in der Abbildung ist eine Krümmung zu sehen. Die Krümmungen unterscheiden sich für die verschiedenen Scanlinien und liegen im Bereich von weniger als $1 \mu\text{m}$ bis ca. $12 \mu\text{m}$. Sie entstehen zum Einen aufgrund der Probenwölbung (siehe nicht behandelte Probe) und zum Anderen während des Schleifvorgangs, wobei das Material am Proberand mehr als in der Probemitte abgetragen wird. Daher ist die Krümmung auf der Scanlinie (Scan 2) fast bei jeder geschliffenen Probe immer kleiner. Noch dazu sind die Krümmungen umso stärker je grober das Schleifpapier ist. Das Krümmungsproblem der gewölbten Probe kann mit Druckkraft leicht behoben werden. Im Gegensatz dazu verschlechtert die während des Schleifvorgangs entstandene Oberflächenkrümmung die Homogenität der Schweißverbindung auf der gesamten Schweißfläche. Für solche Oberflächen wird eine höhere Druckkraft benötigt.

Bei der nicht geschliffenen (n.g.) Blechprobe (Abb. 7-6a, rechtes Bild) existieren zwei Profilarten, nämlich kurzwellige und langwellige Profile, welche den Schweißoberflächenprofile entsprechen, die von Garmong et. al. [43] untersucht wurden. Die langwelligen Profile verschwinden sobald die Proben geschliffen sind, so dass nur noch kurzwellige Profile übrig bleiben.

Aus einer Zusammenstellung der Rauheitsmesswerte in Tab. 7-1 geht hervor, dass die gemittelte Rautiefe R_z sowie die Wellenlänge zwischen den mit dem P-1000, P-1200, P-2500 und P-4000 SP geschliffenen Proben keinen großen Unterschied zeigen. Wird die maximale

Rautiefe R_{max} betrachtet, ist die Differenz zwischen den mit dem P-2500 und P-4000 SP bearbeiteten Proben minimal. Die von den beiden Schleifpapieren erzeugte Oberflächenkrümmungen sind auch vergleichbar (Abb. 7-6e und f). Aus diesem Grund wird im Weiteren das P-2500 Schleifpapier für die Diffusionsschweißung von der Referenzprobe verwendet.

Tab. 7-1: Gemessene Rauheitskennwerte der unbehandelten und behandelten Blechoberflächen

	n.g.	P-500 SP	P-1000 SP	P-1200 SP	P-2500 SP	P-4000 SP
R_z (μm)	2.013	2,984	0,788	0,744	0,692	0,495
R_{max} (μm)	2.153	3,907	1,016	0,850	0,771	0,700
Wellenlänge (μm)	5-14	6-12	5-9	5-8	5-8	4-7

R_z und R_{max} sind die genormten Oberflächen-Rauheitskenngrößen nach DIN 4768 (1990) und bedeuten jeweils die gemittelte bzw. die maximale Rauheitstiefe.

7.3.2 Schweißversuche an der Referenzprobe und der nicht behandelten Blechprobe

Aus den Untersuchungen der mikrostrukturellen Eigenschaften von wärmebehandelten Proben lässt sich ableiten, dass die optimale Diffusionsschweißtemperatur bei 1050 °C liegt. Für die Modellberechnung zum Diffusionsschweißversuch einer Referenzprobe wurde die Oberfläche der Proben mit dem P-2500 SP bearbeitet. Der Anfangswert der kleinen Halbachse der Ellipse h entspricht dem R_{max} -Wert und beträgt 0,771 μm . Die Breite der Einheitszelle, b beträgt 4 μm , welche genau die Hälfte der großen Wellenlänge ist. Anhand dieser Angabe wird die Modellberechnung durchgeführt, die zwei Formen von graphischen Darstellungen liefern kann.

Die erste ist das in Abb. 7-7 gezeigte isotherme Diffusionsschweißdiagramm, wobei die auf die Breite der Einheitszelle normierte Schweißfläche a/b in Abhängigkeit vom Schweißdruck P dargestellt ist. Ähnliche Diagramme wurden für den Sinterprozess von Ashby [73] vorgeschlagen, allerdings statt des Schweißdruckes wurde die Schweißtemperatur verwendet. Die im Diagramm gezeigten Bereiche deuten auf die dominanten Mechanismen hin, welche in dieser Berechnung die Oberflächendiffusion entlang der Hohlraumoberfläche, die Korngrenzendiffusion entlang dem Grenzbereich und das Kriechen sind. Während des Schweißprozesses sind bei einem bestimmten Schweißdruck unterschiedliche Mechanismen dominant, die einzeln je nach der erreichten Schweißfläche zustande kommen.

Zusätzlich werden auch die konstanten Linien für die Schweißdauer und die Kriechdehnung eingezeichnet. Damit kann festgestellt werden, wie lang die Dauer eines Schweißprozesses bei einem bestimmten Schweißdruck sein muss und wie groß die resultierende Kriechdehnung der gesamten Probe ist. Im Diagramm wird deutlich, dass der Materialtransport durch das Kriechen umso dominanter wird, je höher der Schweißdruck ist. Erkennbar ist dieser Zusammenhang durch das große Gebiet des Kriechens auf der rechten Seite des Diagramms. Die Schweißdauer fällt mit zunehmendem Schweißdruck logarithmisch ab, gleich-

zeitig steigt die Kriechdehnung an. Es ist deshalb erwünscht, dass während des Diffusionsschweißprozesses nach Möglichkeit nur Bereiche durchlaufen werden, in denen der Kriechmechanismus nicht dominant ist.

Im Falle der Referenzprobe wird entsprechend ein Parametersatz gewählt, bei dem der Kriechprozess nicht dominant ist, er liegt bei einem Schweißdruck zwischen 20 MPa und 30 MPa. Aufgrund der Untersuchung der mikrostrukturellen Eigenschaften wird eine Schweißdauer von 3,6 h gewählt.

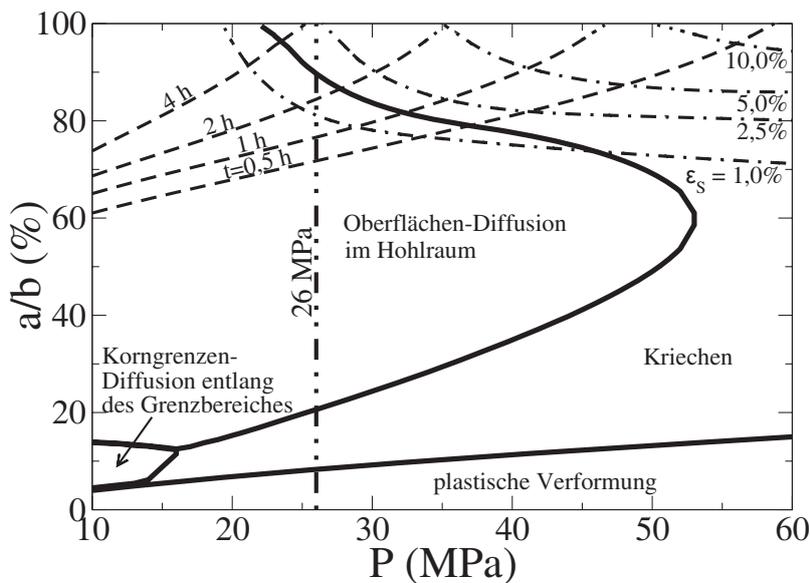


Abb. 7-7: Diffusionsschweißdiagramm. Gerechnet bei 1050 °C mit $h = 0,771 \mu\text{m}$ und $c = 4 \mu\text{m}$

Im Diffusionsschweißdiagramm ist ersichtlich, dass der benötigte Schweißdruck bei 26 MPa liegt. Bei diesem Parametersatz (1050 °C, 26 MPa und 3,6 h) wächst der mittlere Korndurchmesser um maximal 15%. Die Ausscheidungsproblematik der Mo-reichen Phase an der Korngrenze sollte nur geringfügig sein. Es wird erwartet, dass die Kriechdehnung sich im erwünschten Gesamtdehnungsbereich zwischen 2,5 % bis 5 % befindet. Wird eine senkrechte Linie bei einem Schweiß-

druck von 26 MPa gezogen, wird ersichtlich, dass bei Erreichen einer Schweißfläche von ca. 10% die plastische Verformung nachlässt. Danach wird das Kriechen der dominante Transportmechanismus bis zum Erreichen einer Schweißfläche von ca. 20%. Anschließend ist die Oberflächendiffusion über einen großen Bereich dominant. Erreicht die Schweißfläche ca. 90 % der Gesamtfläche ist das Kriechen bis zum Ende des Prozesses der wesentliche Transportmechanismus.

Die zweite Darstellungsart der Modellberechnung ist für einen bestimmten Druck eingeschränkt (siehe Abb. 7-8 für Referenzprobe), wobei die auf die Breite der Einheitszelle normierte Schweißfläche a/b in Abhängigkeit von der Schweißdauer t dargestellt ist. Der Vorteil dieser Darstellung liegt in der Möglichkeit, den Beitrag jedes einzelnen Mechanismus zum Schließen eines Hohlraums zu betrachten. In manchen Fällen laufen einige Vorgänge über die gesamte Schweißdauer nur geringfügig unterhalb des in dem Moment dominanten Mechanismus ab. Diese Information ist auf keinen Fall in einem Diffusionsschweißdiagramm zu finden.

Um den Unterschied zwischen der Referenzprobe und den Proben, deren Oberfläche nicht geschliffen (n.g.) sind, zu verstehen, wird eine Modellberechnung bei der gleichen Schweißtemperatur und dem gleichen Schweißdruck wie bei der Referenzprobe nur mit h - und b -Werten von 2,153 μm und 7 μm (siehe Oberflächenmesswerte der n.g. Probe in Tab. 7-1)

durchgeführt. Den Verlauf der auf die Breite der Einheitszelle normierten Schweißfläche a/b zeigt die Abb. 7-9. Zu sehen ist auch die dominierende Rolle der Oberflächendiffusion im Hohlraum, die Korngrenzendiffusion entlang dem Grenzbereich und das Kriechen. Im Vergleich zur Referenzprobe in Abb. 7-8 ist die Korngrenzendiffusion dominanter als die Oberflächendiffusion. Für die Erklärung gibt es 2 Gründe. Werden Krümmungsradien beider Profile betrachtet, lässt sich feststellen, dass der Reduktionsfaktor, $1/r_i$, wie in Gl. (3-17) beschrieben, für die Referenzprobe größer als für die nicht geschliffene Probe ist. Dies verursacht bei der Referenzprobe einen größeren Volumenstrom der Oberflächendifusion. Der zweite Grund liegt bei der Wellenlänge, die bei der nicht geschliffenen Probe größer ist. Dieses bewirkt, dass die effektive Druckspannung auf der Kontaktfläche bei der nicht geschliffenen Probe größer wird und deshalb die Korngrenzendiffusion fördert.

Die wichtigsten Informationen aus beiden Abbildungen sind die benötigte Schweißdauer und die resultierende Kriechdehnung. Laut der Vorhersage der Modellberechnung soll ein Schweißprozess für eine nicht geschliffene Probe 11 h bzw. ca. dreimal so lange wie die Referenzprobe durchgeführt werden. Die Kriechdehnung liegt bei ca. 8 %.

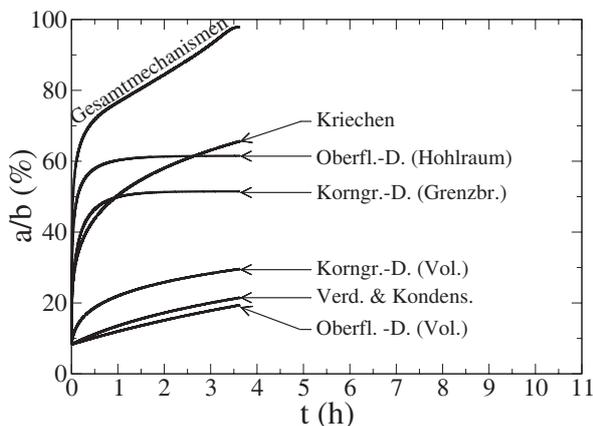


Abb. 7-8: Modellberechnung für Referenzprobe, deren Oberflächen mit 2500-ten SP behandelt werden

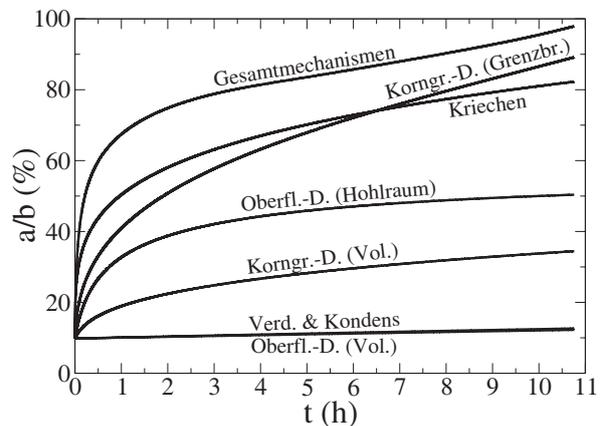


Abb. 7-9: Modellberechnung für Probe, deren Oberflächen nicht geschliffen (n.g.) werden.

Darauffolgend wurden drei Diffusionsschweißversuche durchgeführt. Der erste Versuch gilt der Referenzprobe. Für den zweiten und dritten wurden die Oberflächen der Blechproben nicht geschliffen. Die Schweißparameter des zweiten Versuches waren identisch mit denen der Referenzprobe, während beim dritten Versuch der Schweißprozess wie bei der Modellberechnung 11 h lang dauerte. Nach der Schweißung wurden die Kriechdehnungen gemessen, sie betragen jeweils 3,2 % sowohl für die Referenzprobe als auch für die nicht geschliffene Probe mit 3,6 h Schweißdauer, bzw. 10 % für die nicht geschliffene Probe mit 11 h Schweißdauer.

Für die Auswertung werden zuerst die Schlibfbilder der nicht geätzten Probe in Abb. 7-10 dargestellt. Die Restporen werden mit einem Lichtmikroskop gemessen, das eine Genauigkeit von $0,1 \mu\text{m}$ hat. Bei der Referenzprobe (Abb. 7-10.1) sind nur wenige Restporen, insbesondere an den randnahen Bereichen (a und b) zu sehen. Der Porendurchmesser liegt zwischen $0,1$ und $0,3 \mu\text{m}$. In der Nähe der Probenmitte sind jedoch kaum mehr Poren zu finden. Bei den Schweißproben mit der nicht behandelten Probenoberfläche, die jeweils 3,6 h lang

(Abb. 7-10.2) und 11 h lang (Abb. 7-10.3) geschweißt werden, sind viele Poren an der Schweißnaht übrig geblieben. Die Poren verteilen sich gleichmäßig jeweils auf dem gesamten Querschnitt der Schweißprobe und haben einen Durchmesser im Bereich zwischen $0,3\ \mu\text{m}$ bis $0,9\ \mu\text{m}$. Der Effekt von langwelligen Oberflächenprofilen ist in beiden Bildern zu erkennen, wobei in den Tälern der langwelligen Oberflächenprofile viele Restporen von kurzwelligen Oberflächenprofilen eingefangen sind. Im Allgemeinen sind die Restporen bei der 11 h lang geschweißten Probe weniger. Für die Referenzprobe beträgt die gemessene mittlere Schweißlinie l ca. 99 % der gesamten Messstrecke l_0 von $132\ \mu\text{m}$. Bei den nicht geschliffenen Blechproben betragen die Schweißlinien 86 % und 90 % für eine Schweißdauer von jeweils 3,6 h und 11 h.

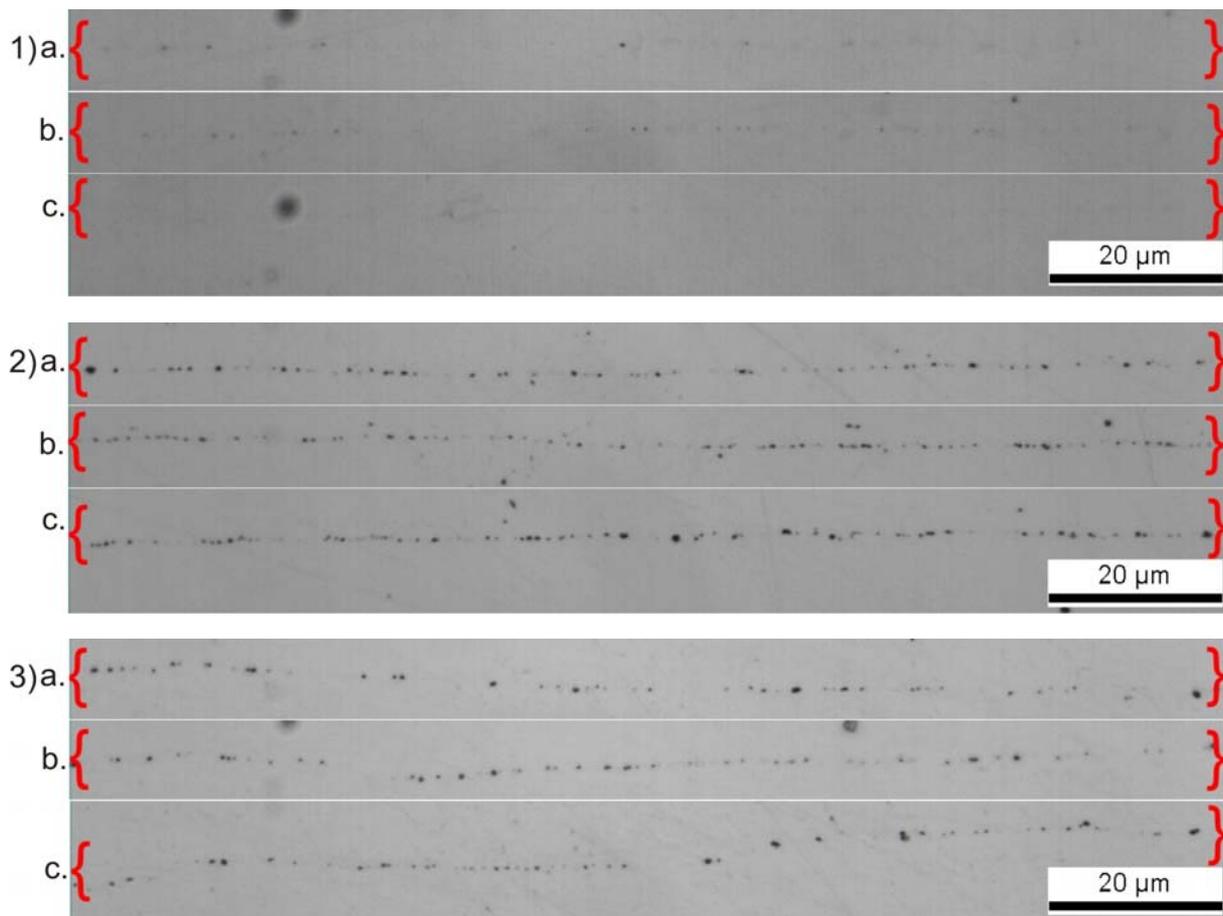


Abb. 7-10: Die übriggebliebenen Poren an der Schweißnaht von 1) der Referenzprobe, 2) nicht geschliffene Probe mit 3,6 h Schweißdauer und 3) nicht behandelte Probe 11 h Schweißdauer. a) am Probenrand, b) zwischen Rand und Mitte, c) an der Probenmitte

Für die Gefügeuntersuchung an der Schweißnaht werden die Schlibfbilder der geätzten Proben in Abb. 7-11 dargestellt. Die Aufnahmestelle auf den Bildern ist nahe der Probenmitte. Besonders deutlich ist zu sehen, dass sich die Korngröße vom Blechmaterial mit einer Schweißdauer von 3,6 h (Abb. 7-11.1 und Abb. 7-11.2) nicht sehr vom Anlieferungszustand unterscheidet, während bei der Schweißung mit langer Schweißdauer bis 11 h (Abb. 7-11.3) eine massive Kornvergrößerung in bestimmten Bereichen stattfindet. Wird die Schweißnaht zwischen den beiden Blechen vergrößert (rechte Bilder), wird deutlich, dass die Breite der

Grenzbereiche vergleichbar mit der Breite der Korngrenzen ist. Auf den Vergrößerungsbildern von Abb. 7-11.1 ist ersichtlich, dass die Grenzfläche der Referenzprobe durch die Kornneubildung an einigen Stellen die Schweißnaht verlässt. An der von der Grenzfläche verlassenen Stelle sind noch Gitterfehler zu finden. Die Bewegung der Grenzfläche von der Schweißnaht ist aber bei den nicht geschliffenen Proben nicht zu sehen.

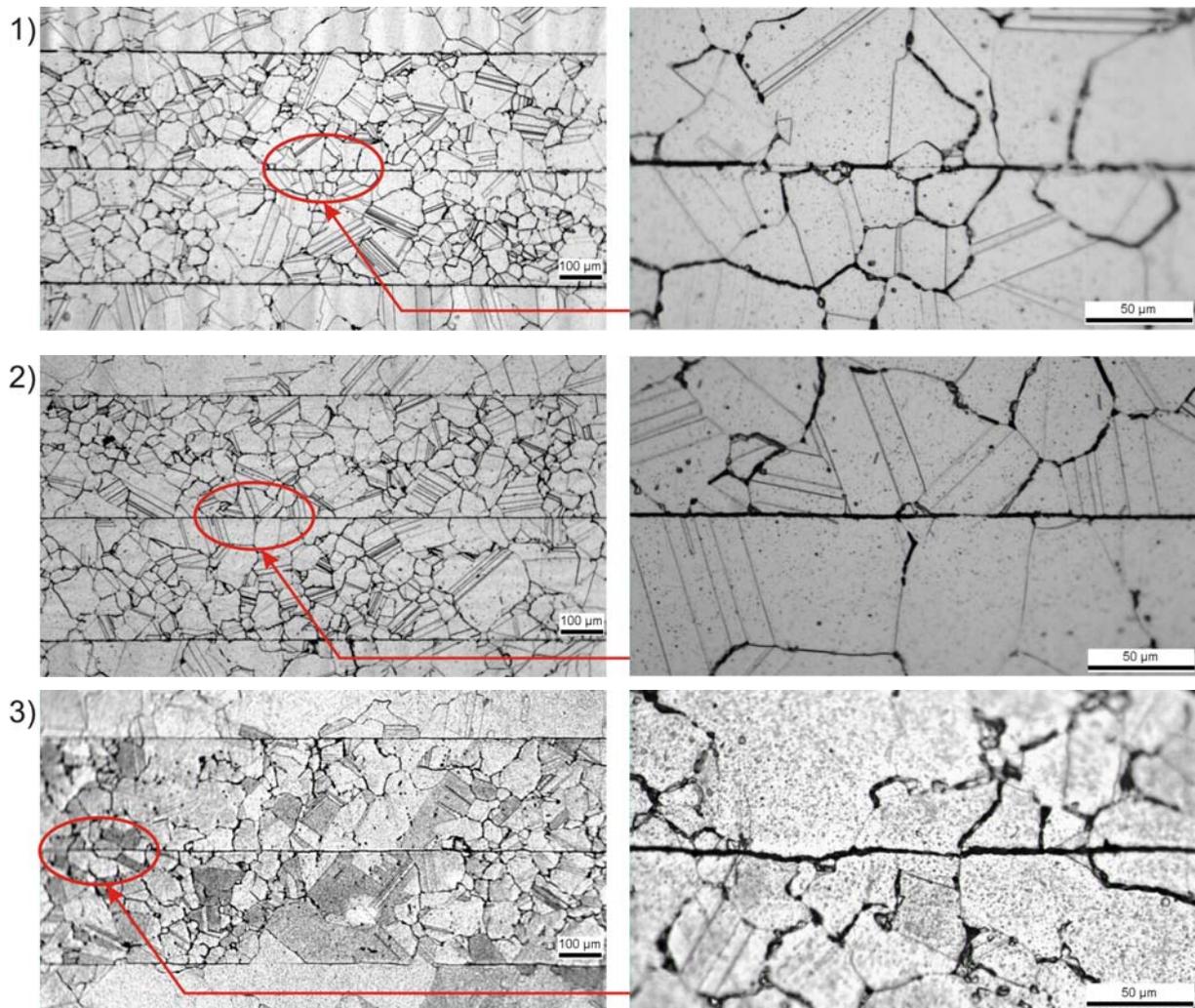


Abb. 7-11: Gefügebilder von 1) der Referenzprobe, 2) nicht geschliffene Probe mit 3,6 h Schweißdauer und 3) nicht behandelte Probe 11 h Schweißdauer.

Für die quantitative Auswertung wurden Zugversuche und Kerbschlagversuche bei RT durchgeführt. Die Messergebnisse können im Anhang A.6 entnommen werden. Die graphischen Darstellungen sind jeweils in Abb. 7-13 und Abb. 7-14 aufgeführt. Aus den Zugversuchen an der Referenzprobe geht hervor, dass die gebrochene Stelle sich nicht an der Schweißnaht oder innerhalb des Blechmaterials, sondern im Stabmaterial befindet (siehe Abb. 7-12). Daher ist es sinnvoll, ihre Zugfestigkeit mit der des Stabmaterials im Anlieferungszustand (AZ), welche bei 753 MPa liegt, zu vergleichen. Aus Abb. 7-13 ist erkennbar, dass sich die Referenzproben nach dem Erreichen der Gleichmaßdehnung und kurz vor dem Abbruch einschnüren. Die Zugfestigkeit der Referenzprobe liegt im Zugfestigkeitsbereich des Grundwerkstoffes. Die Abweichung liegt bei ca. 1 %. Mit der 5 bis 8 % Prozent höheren Bruchdehnung zeigt das geschweißte Stabmaterial eine bessere Duktilität als das im AZ.

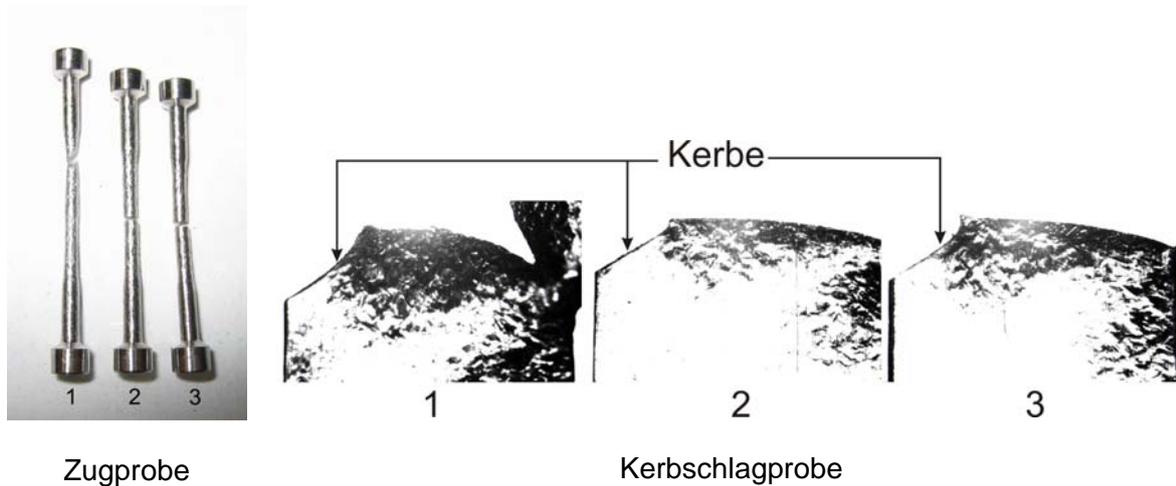


Abb. 7-12: Diffusionsgeschweißte Zug- und Kerbschlagprobe nach den Zerreiversuchen. 1) Referenzprobe, 2) nicht geschliffene Probe und 3,6 h geschweit, 3) nicht geschliffene Probe und 11 h lang geschweit

Proben mit nicht geschliffenen Blechen brechen whrend der Zugversuche an der Schweinaht (siehe Abb. 7-12). Dies zeigt ihr Sprdverhalten, und daher ist keine Einschnrung der Proben zu erwarten. Die Zugfestigkeiten der Probe, die sowohl 3,6 h als auch 11 h lang geschweit wurden, liegen trotzdem bei ca. 93 % im Vergleich zu denen des Stabmaterials im Anlieferungszustand. Die Bruchdehnung der 11 h geschweiten Probe ist ca. 10 % kleiner als die Bruchdehnung der 3,6 h geschweiten Probe, die wiederum ca. 20 % kleiner als die der Referenzprobe ist.

Die Kerbschlagversuche zeigen, dass die Krmmung der gebrochenen Flchen bei der Referenzprobe (Abb. 7-12) im Vergleich zu den nicht geschliffenen Proben grer ist. Noch dazu gibt es vier Kerbschlagproben aus der Referenzprobe, die nicht durchgebrochen sind und eine Kerbschlagenergie von mehr als 7 J haben. Dies deutet darauf hin, dass die Referenzprobe viel duktiler ist als die nicht geschliffenen Proben. Diese Aussage wird durch die Abb. 7-14 bekrftigt, wobei die Kerbschlagenergie normiert auf den Wert des Plattenmaterials im AZ in Abhngigkeit von der Probenposition dargestellt ist (siehe Abb. 7-14). Die Kerbschlagenergie dieses Plattenmaterials betrgt 13,7 J.

Die nicht geschliffenen und 3,6 h lang geschweiten Proben haben die kleinste Kerbschlagenergie und sind ber den gesamten Querschnitt homogen verteilt. Der normierte Mittelwert liegt bei 0,11 fr die Proben mit Rauheitsspuren sowohl senkrecht zum Kerbgrund (Typ I, Probe 1 bis 4, siehe Skizze in Abb. 7-14) als auch parallel dazu (Typ II, Probe 5 und 6, siehe Skizze in Abb. 7-14).

Die Kerbschlagenergien der ber 11 h geschweiten Probe sind nicht mehr homogen. Fr den Typ I sind sie am Rand hher als in der Mitte mit dem normierten Mittelwert von 0,21. Die Kerbschlagenergien vom Typ II sind homogener, haben aber einen kleineren Mittelwert von 0,17. Der gesamte normierte Mittelwert liegt bei 0,19 mit einer Standardabweichung von 0,045.

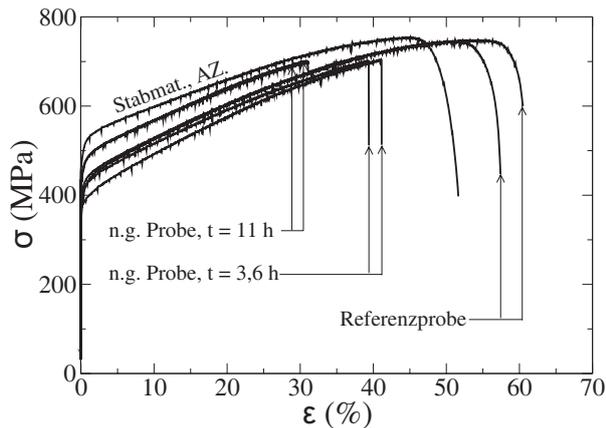


Abb. 7-13: σ - ϵ -Kurve von geschweißten Proben verglichen mit dem Stabmaterial im Anlieferungszustand

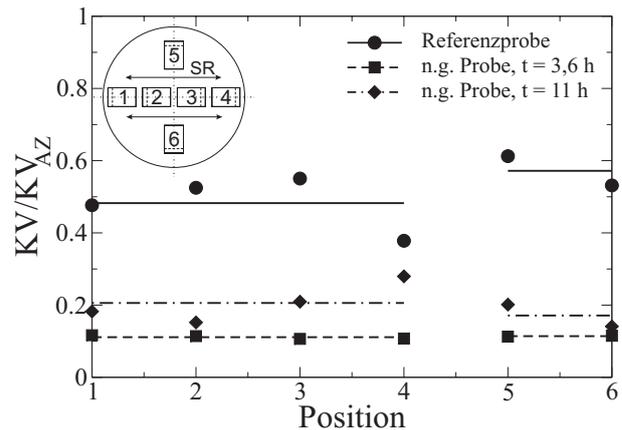


Abb. 7-14: Kerbschlagenergie normiert auf die des Plattenmaterials im Anlieferungszustand in Abhängigkeit von der Position, SR: Schleifrichtung

Die Verteilung der Kerbschlagenergie der Referenzprobe ist ebenfalls nicht homogen. Anders als die Ergebnisse der vorletzten Probe sind die Kerbschlagenergien vom Typ I am Probenrand niedriger als in der Mitte. Der normierte Mittelwert, der bei 0,48 liegt, ist kleiner als vom Typ II mit 0,57. Der normierte Gesamtmittelwert, der 0,51 mit einer Standardabweichung von 0,072 beträgt, ist deutlich höher als die Kerbschlagenergie von nicht geschliffenen Proben.

7.3.3 Schweißversuche mit Variation der Druckspannung

An dieser Stelle wird die Druckspannung variiert. Die anderen Schweißparameter inklusiv der Oberflächenrauheitswerte bleiben aber unverändert. Die gewählten Druckspannungen sind niedriger als die Druckspannung für die Referenzprobe, und betragen jeweils 18 MPa und 22 MPa. Gemäß dem Diffusionsschweißdiagramm in Abb. 7-7 ist die Oberflächendiffusion im Hohlraum im großen Bereich dominant. Dies bedeutet, dass die Gesamtprobe aufgrund des Kriechens nicht stark verformt wird. Die Schweißdauer für einen vollständigen Schweißprozess wird aber höher. Das Ergebnis der Modellberechnung für die Gesamttransportmechanismen wird in Abb. 7-15 gezeigt. Die auf die Gesamtfläche normierte Schweißfläche wird in Abhängigkeit von der Schweißdauer aufgetragen. Mit einer Druckspannung von 18 MPa wird die vollständige Schweißung in ca. 6,6 h erreicht, und mit 22 MPa in ca. 4,9 h. Die Kriechdehnungen betragen jeweils 0,8 und 1,4 %. Bei einer Festlegung der Schweißdauer wie bei der Referenzprobe sind die Schweißungen nicht mehr vollständig. Die normierten geschweißten Flächen beträgt 83 % für den Schweißdruck von 18 MPa und 89% für 22 MPa. Die dazu gehörigen Kriechdehnungen liegen jeweils bei 0,4 % und 1,1 %.

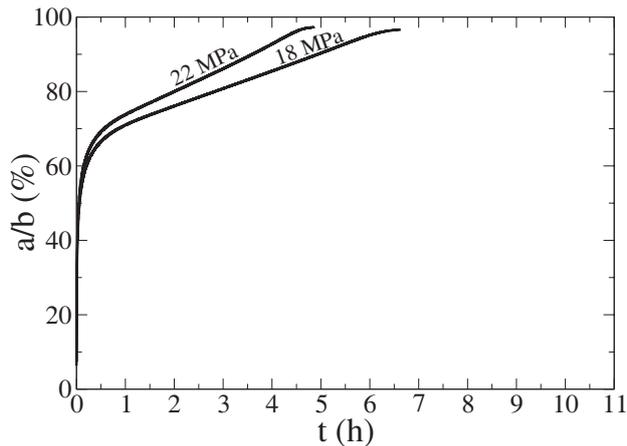


Abb. 7-15: Das Wachstum der Kontaktfläche nach der Modellberechnung für die Gesamtmechanismen

Entsprechend der Modellberechnung werden zwei Diffusionsschweißversuche durchgeführt. Nach der Schweißung werden die Kriechdehnungen gemessen. Diese betragen jeweils 0,8 % für die Probe mit 18 MPa und 1,6 % für die Probe mit 22 MPa Druckspannung. Sie weichen ca. 0,4 bis 0,5 % von den berechneten Kriechdehnungen ab. Zusätzlich wird noch ein Schweißversuch bei 30 MPa aber mit längerer Schweißdauer, die 4 h beträgt, durchgeführt. Im Diffusionsschweißdiagramm (Abb. 7-7) befindet sich dieser Parametersatz weit oberhalb des Diagramms. Nach der Berechnung soll die Kriechdehnung bei 5 % liegen. Die gemessene

Kriechdehnung nach dem Diffusionsschweißprozess ist aber 1% höher als der berechnete Wert.

Wie zuvor werden für die Auswertung zuerst die Schliffbilder der nicht geätzten Proben in Abb. 7-16 dargestellt. Bei der Probe mit 18 MPa (Abb. 7-16.1) sind die Restporen nicht gleichmäßig verteilt. Der Großteil befindet sich am Probenrand. Ein Stück weiter zwischen dem Rand und der Probenmitte sind kaum Poren zu finden. In der Nähe der Probenmitte kommen die Poren wieder nur vereinzelt vor. Das Verhältnis zwischen der mittleren Schweißlinie und der Gesamtmessstrecke von 132 μm liegt bei 97 %. Bei der Probe mit 22 MPa Schweißdruck (Abb. 7-16.2) sind die Restporen weniger zahlreich, und wie bei der Referenzprobe sind sie mehr am Probenrand als in der Probenmitte zu finden. Die gemittelte Schweißlinie beträgt 99 % der Gesamtmessstrecke und damit ungefähr so groß wie die der Referenzprobe. Bei der mit 30 MPa und in 4 h geschweißten Schweißprobe (Abb. 7-16.3) sind die Restporen vergleichbar mit den Restporen der Referenzprobe. Die gemittelte Schweißlinie liegt bei 98 % der Gesamtmessstrecke.

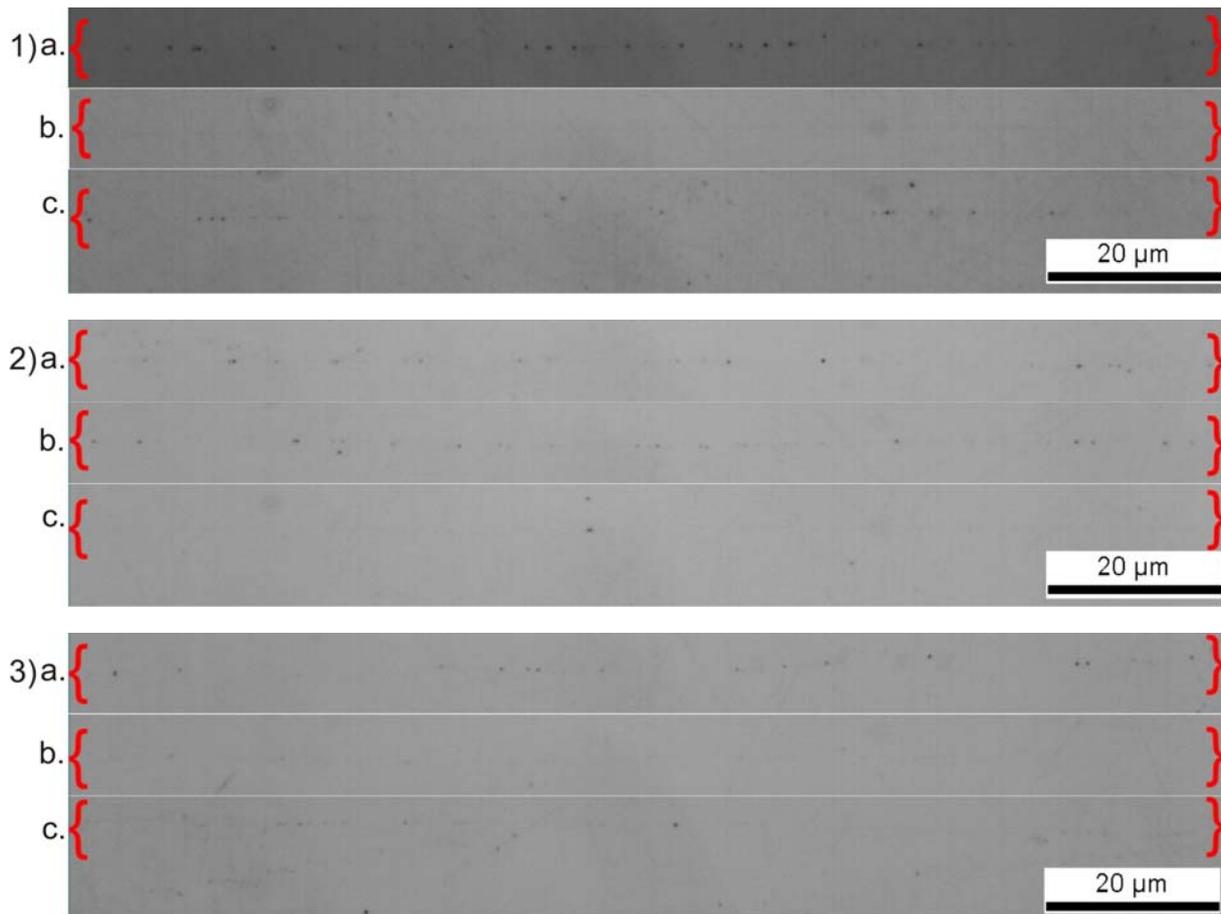


Abb. 7-16: Die Restporen an der Schweißnaht bei Schweißversuchen mit Druckspannungen von 1) 18 MPa, 2) 22 MPa und 3) 30 MPa. Die ersten beiden Schweißproben werden 3,6 h und die 3. Probe wird 4 h geschweißt. a) am Probenrand, b) zwischen Rand und Mitte, c) nah am Probenmitte

Für die Gefügeuntersuchung der Schweißnaht sind die Schliffbilder der geätzten Proben in Abb. 7-17 dargestellt. Der Aufnahmebereich liegt nah der Probenmitte. Werden die linken Bilder mit dem Bild der Referenzprobe verglichen, so lässt sich feststellen, dass die Körner im Allgemeinen dieselbe Größe haben. Die Vergrößerungsbilder verdeutlichen, dass die Grenzfläche an einigen Stellen verschoben ist und die Schweißnaht verlässt. An dieser Stelle existieren noch Gitterfehler. Dies entspricht genau der Rekristallisationserscheinung der Referenzprobe.

Für die quantitative Auswertung wurden Zugversuche und Kerbschlagversuche bei RT durchgeführt. Die Messergebnisse können dem Anhang A.7 entnommen werden, deren graphische Darstellungen jeweils in Abb. 7-19 und Abb. 7-20 gezeigt werden. Aus den Zugversuchen geht hervor, dass sich bei allen Schweißproben die gebrochene Stelle nicht an der Schweißnaht oder innerhalb des Blechmaterials befindet, sondern im Stabmaterial liegt (siehe Abb. 7-18). In Abb. 7-19 werden die Spannungs-Dehnungs-Kurvenverläufe mit dem Kurvenverlauf der Referenzprobe verglichen. Es ist erkennbar, dass die Zugproben sich nach dem Erreichen der Gleichmaßdehnung und kurz vor dem Abbruch einschnüren. Sie erreichen die Zugfestigkeit des Stabmaterials im Anlieferungszustand mit Bruchdehnungen im Bereich der Bruchdehnung der Referenzprobe.

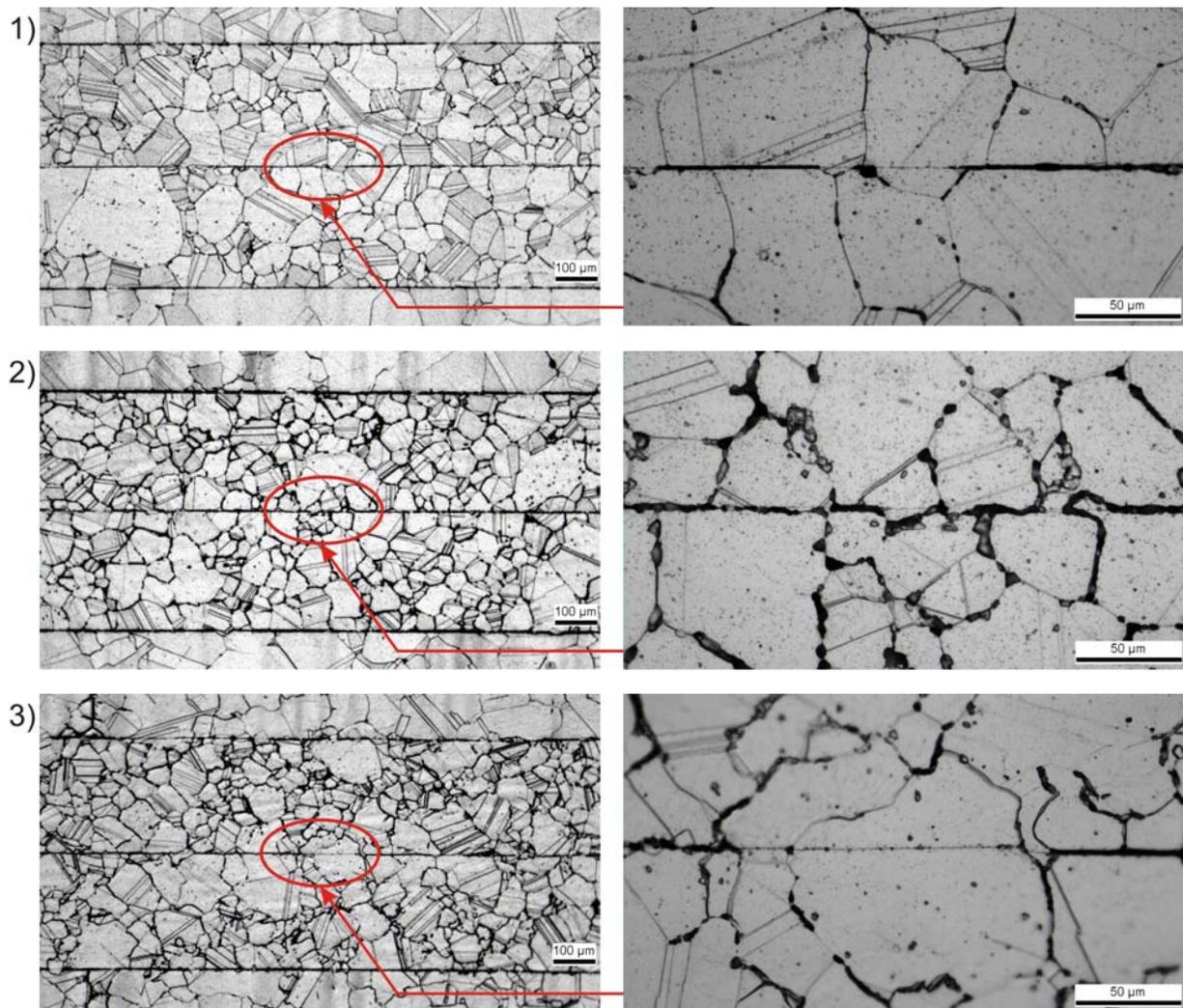


Abb. 7-17: Gefügebilder bei den Schweißversuchen mit Druckspannungen von 1) 18 MPa, 2) 22 MPa und 3) 30 MPa. Die ersten beiden Schweißproben werden 3,6 h und die 3. Probe wird 4 h geschweißt.

Die Kerbschlagversuche zeigen, dass alle Proben, die mit verschiedenen Schweißdrücken geschweißt sind, eine große Krümmung (Abb. 7-18) besitzen. Dies bedeutet, dass die Probe eine starke Verformung an der Schweißnaht erfährt. Bei der mit 18 MPa geschweißten Kerbschlagprobe sind alle Proben bei den Kerbschlagversuchen durchgebrochen. Bei der mit 22 MPa und 30 MPa geschweißten Probe ist jeweils eine Probe nicht durchgebrochen.

Die mit dem Wert des Anlieferungszustands normierten Kerbschlagenergien werden in Abb. 7-20 gezeigt. Zum direkten Vergleich werden in Abb. 7-20 die Messwerte von der Referenzprobe ebenfalls eingetragen. Die mit 18 MPa geschweißten Proben haben insgesamt die kleinste Kerbschlagenergie, zeigen aber einen gleichmäßigen Wert für den gesamten Querschnitt. Der normierte Mittelwert liegt bei 0,39 für Typ I und 0,42 für Typ II mit ungefähr derselben maximalen normierten Kerbschlagenergie von 0,42.

Mit einem Schweißdruck von 22 MPa ist die Kerbschlagenergie in der Mitte der Schweißprobe beim Typ I größer als am Probenrand. Der normierte Mittelwert liegt bei 0,43 mit einem Maximum von 0,52. Der normierte Mittelwert von Typ II ist etwas höher und beträgt 0,49 mit ungefähr der gleichen maximalen Kerbschlagenergie wie beim Typ I. Im Vergleich zur Referenz-

renzprobe sind die gemittelten Kerbschlagenergien der beiden Schweißproben (18 und 22 MPa) für die beiden Typen niedriger.

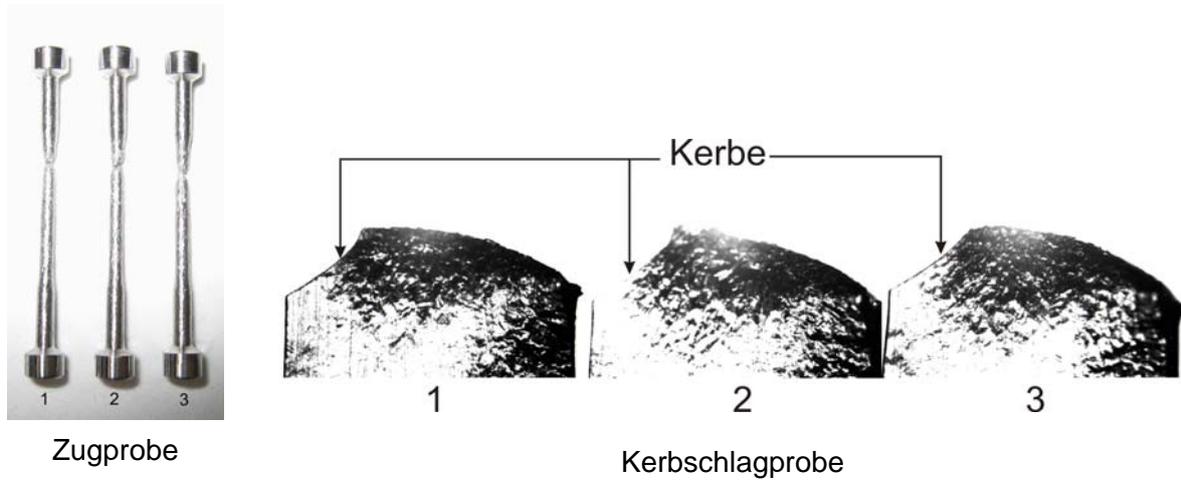


Abb. 7-18: gebrochene Zug und Kerbschlagprobe, die mit einer Druckspannung und Schweißdauer jeweils von 1) 18 MPa und 3,6 h lang, 2) 22 MPa und 3,6 h lang und 3) 30 MPa und 4 h lang geschweißt sind.

Bei der Probe, die mit 30 MPa und 4 h lang geschweißt ist, sind die Kerbschlagenergien auch nicht homogen, welche für den Typ I am Rand viel höher als in die Mitte sind. Mit einem Wert von 0,53 ist die normierte und gemittelte Kerbschlagenergie für den Typ I etwas höher als die der Referenzprobe. Im Gegensatz dazu ist sie für den Typ II mit einem Mittelwert von 0,48 aber niedriger als bei der Referenzprobe.

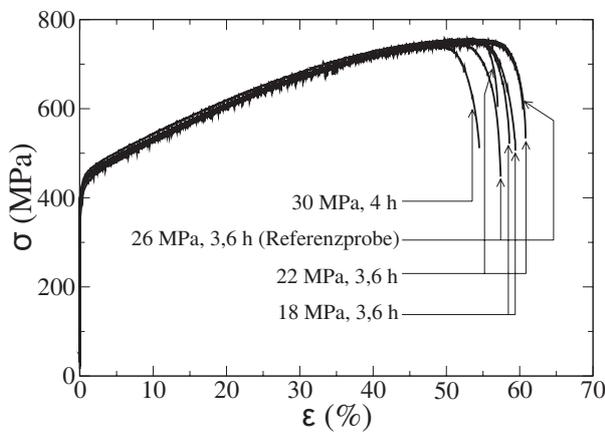


Abb. 7-19: σ - ϵ -Kurve von geschweißten Proben verglichen mit dem Referenzprobe

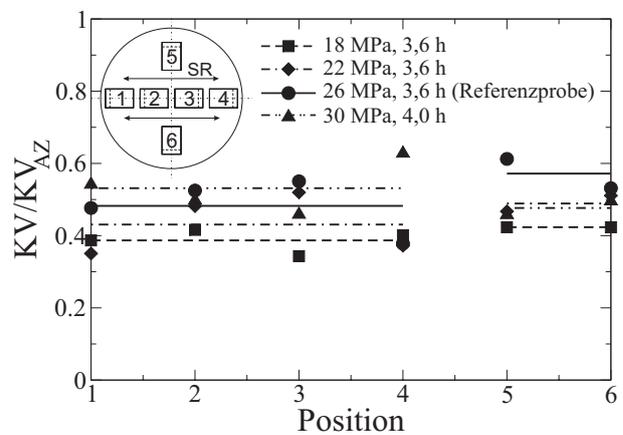


Abb. 7-20: Kerbschlagarbeit normiert auf die des Plattenmaterials im Anlieferungszustand in Abhängigkeit von der Position, SR: Schleifrichtung

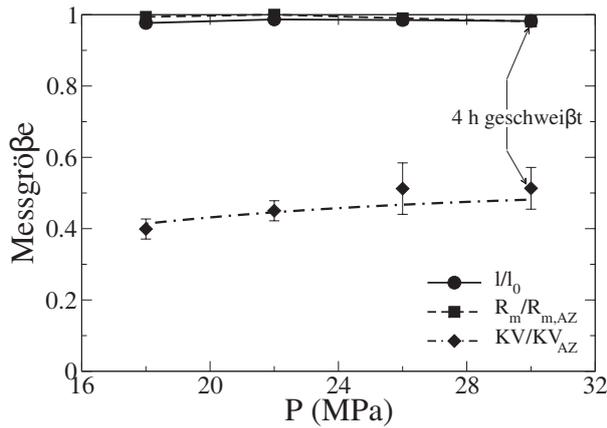


Abb. 7-21: Die normierte Messgröße in Abhängigkeit von Schweißdruck

Um die Wirkung des Schweißdrucks auf die Qualität der Schweißung zu verstehen, werden alle Messgrößen in Abhängigkeit von den Schweißdrücken in Abb. 7-21 aufgetragen. Für den Kurvenverlauf der normierten Kerbschlagenergie werden die Messergebnisse von beiden Typen der Kerbschlagprobe zusammengerechnet.

Es ist deutlich zu sehen, dass die auf die Gesamtmesslänge normierte Schweißlinie mit der normierten Zugfestigkeit der Schweißprobe übereinstimmt. Im Allgemeinen sind die beiden Kurven zwischen 18 MPa bis 30 MPa unabhängig von den Schweißdrücken und liegen zwischen 97 % bis 99 % ihrer jeweiligen Bezugsgrößen. Im Gegensatz dazu nehmen die gemittelten Kerbschlagenergien mit dem Schweißdruck bis ca. 26 MPa zu und bleiben bei weiterer Erhöhung des Schweißdruckes unverändert. Der Kurvenverlauf der Kerbschlagenergie lässt sich gut mit einer empirischen Gleichung für eine Schweißdauer von ca. 3,6 h wie folgt beschreiben:

$$\frac{KV}{KV_{AZ}} = 0,51(1 - e^{-0,102 P})^{1,2} \tag{7-1}$$

7.3.4 Schweißversuche mit Variation der Schweißdauer

An dieser Stelle wird die Schweißdauer variiert, wobei die Temperatur und die Druckspannung bzw. die Oberflächenrauheit unverändert bleiben soll. Drei Schweißzeiten werden gewählt. Zwei davon sind niedriger als die der Referenzprobe und betragen 0,4 h und 2 h. Die dritte Schweißdauer ist höher und beträgt 8 h. Im Diffusionsschweißdiagramm Abb. 7-7 wird festgestellt, dass für die beiden kürzeren Schweißzeiten die Schweißungen mit jeweils einer normierten Schweißfläche von jeweils 70 % und 84 % nicht vollständig sind und der dominanteste Mechanismus die Oberflächendiffusion im Hohlraum ist. Die berechneten Kriechdehnungen betragen jeweils 0,25 % und 1,23 %. Für die bis 8 h geschweißte Probe liegt der Punkt oberhalb des Diagramms und hat nach der Berechnung eine Kriechdehnung von 5%.

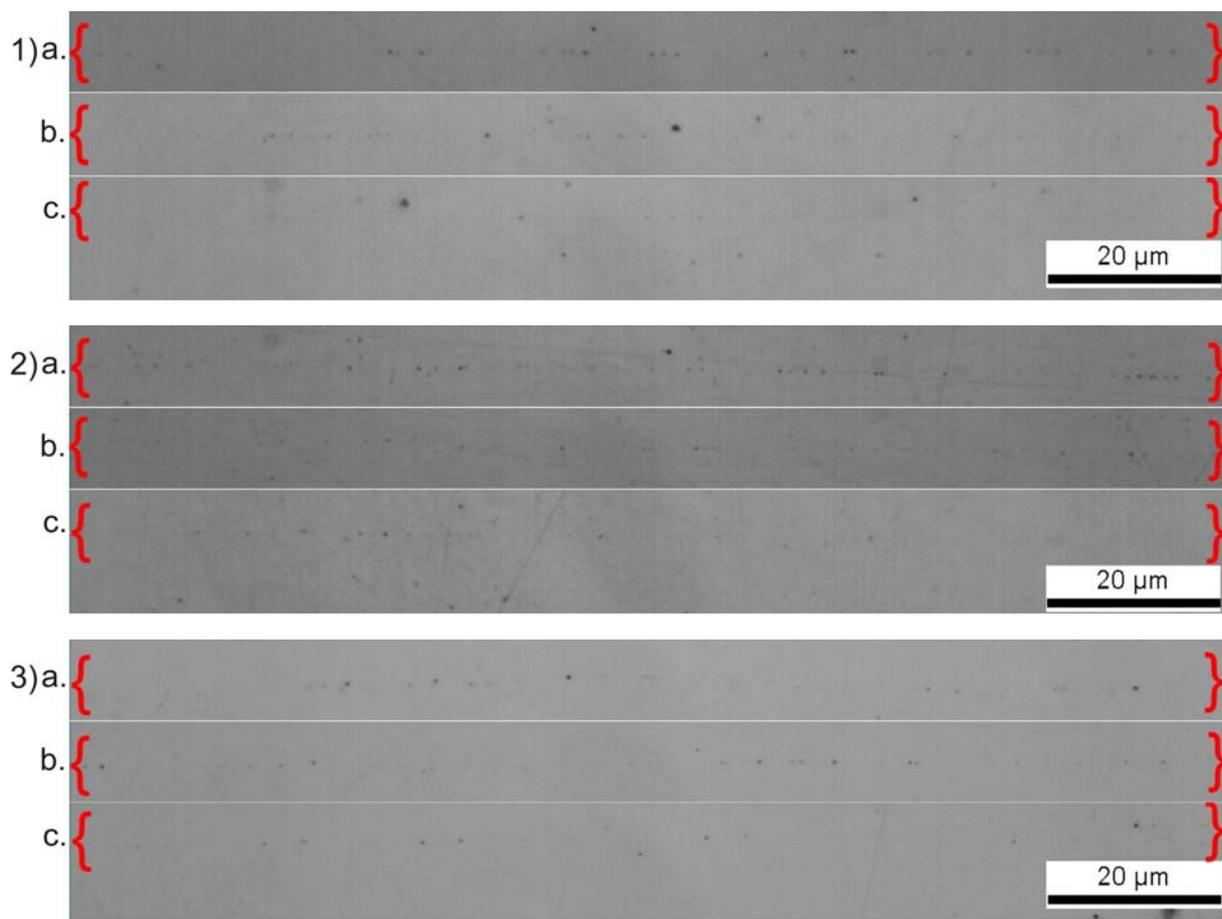


Abb. 7-22: Die Restporen an der Schweißnaht bei Schweißversuchen mit Schweißdauer von 1) 0,4 h und 2) 2 h und 3) 8 h. a) am Probenrand, b) zwischen Rand und Mitte, c) nahe der Probenmitte

Die gemessenen Kriechdehnungen nach der Schweißung sind etwas höher als die berechneten Kriechdehnungen und liegen bei jeweils 0,4 % (0,4 h), 2 % (2 h) und 5,8 % (8 h).

Die Schlibfbilder der ungeätzten, unterschiedlich lang geschweißten Proben in Abb. 7-22 zeigen insgesamt geringe Restporen an der Schweißnaht. Der Porendurchmesser liegt zwischen 0,1 bis 0,3 µm. Im Allgemeinen ist zu erkennen, dass für die bei 0,4 h und 2 h geschweißten Proben die Poren am Probenrand intensiver als im mittleren Bereich sind. Bei der 3. Probe sind die Poren aber gleichmäßiger verteilt.

Aus den Schlifffbildern der geätzten Proben in Abb. 7-23 geht hervor, dass die Korngröße bei der verschiedenen lang geschweißten Probe visuell vergleichbar mit der Referenzprobe ist. Auf den Vergrößerungsbildern auf der rechten Seite ist zu sehen, dass an bestimmten Stellen die Grenzfläche, wie bei der Referenzprobe in Abb. 7-11.1, aufgrund des Rekristallisationsprozesses die Schweißnaht verlässt. Die Dicke des gebliebenen Grenzbereiches hat im Allgemeinen eine zur Korngröße des Werkstoffes vergleichbare Größe.

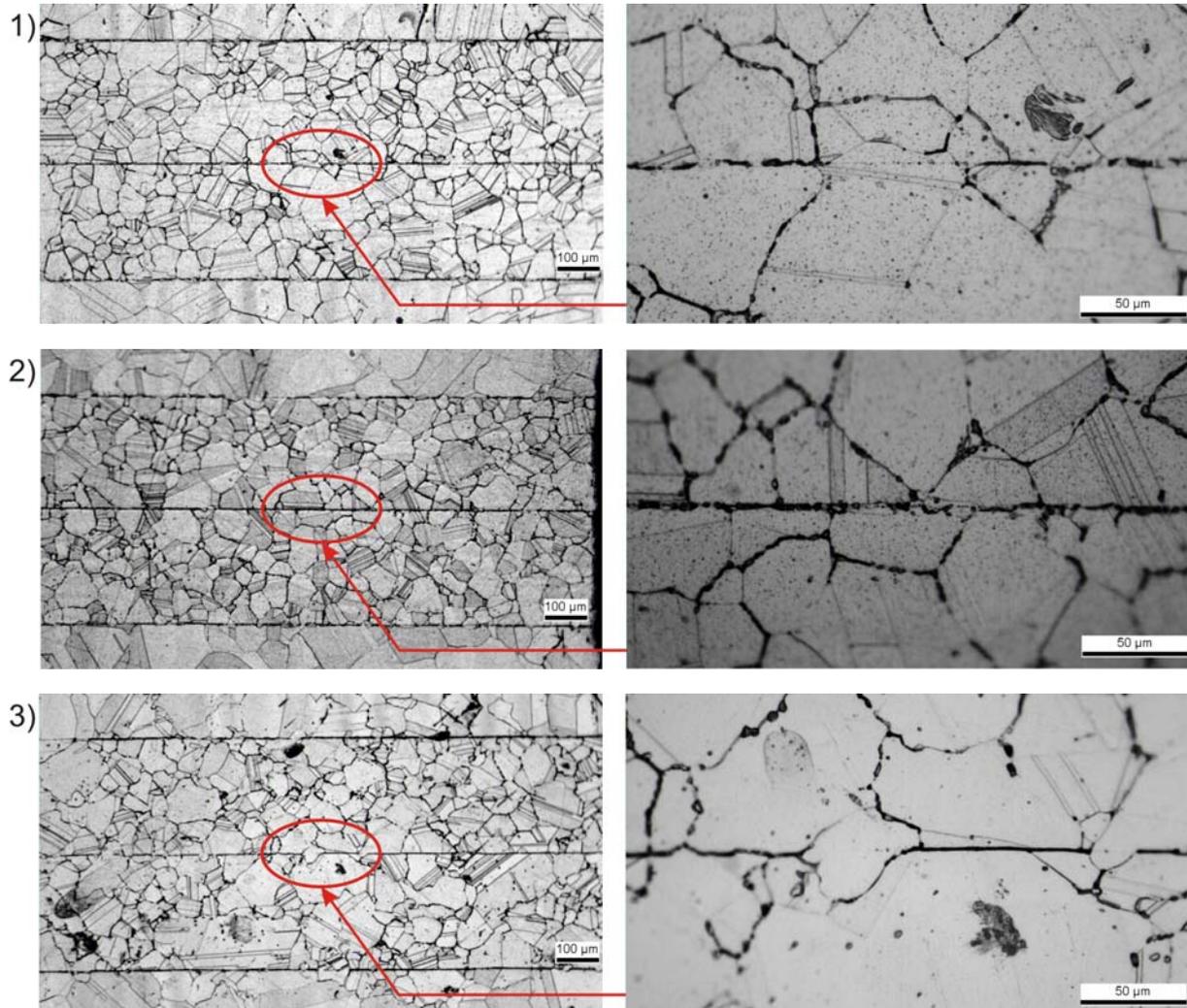


Abb. 7-23: Gefügebilder bei den Schweißversuchen mit Schweißdauer von 1) 0,4 h, 2) 2 h und 3) 8 h.

Bei den Zugversuchen zeigt sich, dass eine der beiden Zugproben mit nur 0,4 h Schweißdauer in die Mitte der Probe oder an der Schweißnaht durchgebrochen ist (Abb. 7-24). Die mit längerer Zeit geschweißten Zugproben sind alle außerhalb der Schweißnaht gebrochen. Die gebrochenen Kerbschlagproben (Abb. 7-24) zeigen aber unterschiedliche Krümmungen auf der Bruchfläche. Bei der 8 h lang geschweißten Probe ist die Steigung der Bruchfläche etwas größer.

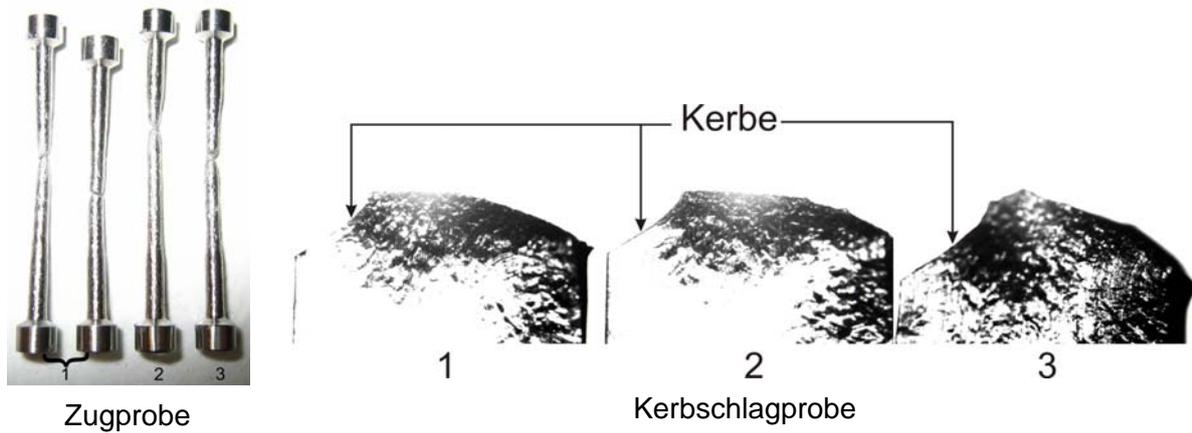


Abb. 7-24: gebrochene Zug und Kerbschlagprobe, die jeweils 1) 0,4 h 2) 2 h und 3) 8 h lang geschweißt sind

Die Spannungs-Dehnungskurven der Zugversuche werden in Abb. 7-25 dargestellt. Eine der 0,4 h lang geschweißten Probe, die in die Mitte bricht, hat eine deutlich niedrigere Festigkeit und eine Gleichmaßdehnung gleich der Bruchdehnung. Die Bruchdehnungen liegen aber viel niedriger als die der Referenzprobe. Die Zugproben aus den Schweißproben, die länger als 0,4 h geschweißt wurden, sind nach Erreichen der Gleichmaßdehnung eingeschnürt. Die Bruchdehnungen liegen im Bereich der Referenzprobe.

Die normierte Kerbschlagenergie wird in Abb. 7-26 gezeigt. Die mit kürzester Zeit geschweißte Probe hat gleichmäßige Kerbschlagenergien entlang des Probenquerschnitts sowohl für Typ I als auch Typ II. Die anderen Proben zeigen aber wie die Referenzprobe inhomogene Kerbschlagenergien.

Die numerischen Messwerte der Zug- und Kerbschlagversuche können dem Anhang A.8 entnommen werden.

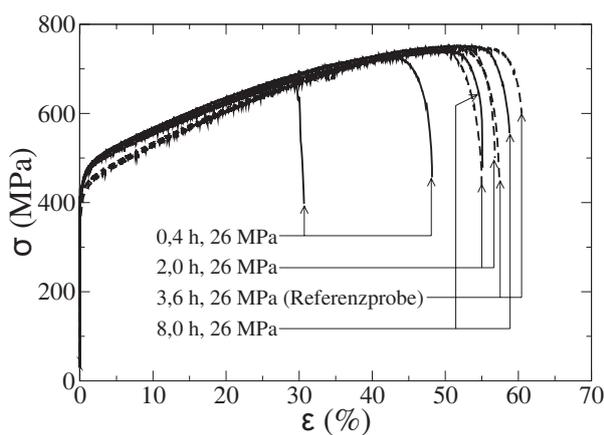


Abb. 7-25: σ - ϵ -Kurve von geschweißten Proben verglichen mit dem Referenzprobe

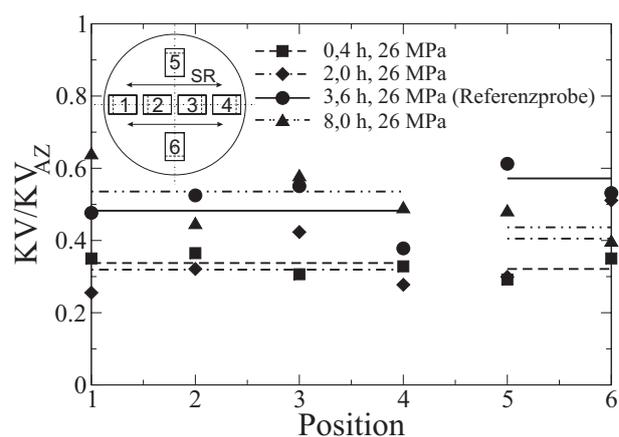


Abb. 7-26: Kerbschlagarbeit normiert auf die des Plattenmaterials im Anlieferungszustand in Abhängigkeit von der Position, SR: Schleifrichtung

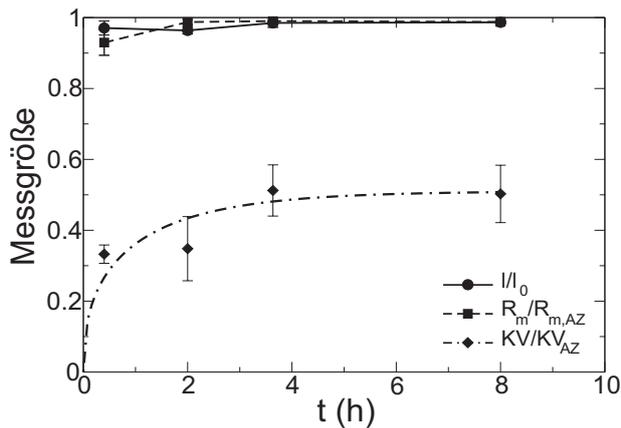


Abb. 7-27: Die normierte Messgröße in Abhängigkeit von Schweißdauer

Die Abhängigkeit der Messgrößen von der Schweißdauer wird in Abb. 7-27 dargestellt. Hier ist zu sehen, dass die Zugfestigkeiten der Proben mit sehr kleinen Abweichungen im Bereich des Grundwerkstoffes liegen. Mit einer Standardabweichung von 3,6 % erreicht sogar die 0,4 h lang geschweißte Probe 93 % der Zugfestigkeit des Stabmaterials im Anlieferungszustand. Die gemessenen Restporen zeigen aber für die gesamte Schweißdauer keinen großen Unterschied. Die normierten Schweißlinien liegen bei ca. 97 %. Beide Messgrößen zeigen eine gute Übereinstimmung

miteinander. Die gemittelten Kerbschlagenergien sind aber ganz unterschiedlich für die verschiedenen Schweißzeiten. Die bei 0,4 h und 2 h geschweißten Proben haben niedrige Kerbschlagenergien, deren normierte Mittelwerte jeweils bei 0,333 und 0,348 liegen. Der Unterschied zwischen den beiden normierten Werten liegt bei 0,015. Im Vergleich zur Referenzprobe ist der normierte Mittelwert des Letzten um 0,164 niedriger. Bei der Erhöhung der Schweißdauer auf 8 h gibt es aber bezüglich der Kerbschlagenergie keine Änderung mehr. Die Abhängigkeit der Kerbschlagenergie von der Schweißdauer kann mit der folgenden empirischen Gleichung für einen konstanten Schweißdruck von 26 MPa angenähert werden:

$$\frac{KV}{KV_{AZ}} = 0,51(1 - e^{-0,55t})^{0,4} \quad (7-2)$$

Trotz geringer Schweißdauer besitzt die mit 0,4 h geschweißte Probe eine gute Schweißlinie, die vergleichbar mit der der Referenzprobe ist, aber eine niedrigere Kerbschlagenergie aufweist. Deshalb wurde die AES-Analyse an der Schweißnaht zwischen zwei Blechen gemacht. Zum Vergleich wurde die Analyse auch an der Referenzprobe durchgeführt.

Zuerst werden die Ergebnisse der Referenzprobe in Abb. 7-28 dargestellt. Auf dem REM-Bild (Abb. 7-28.a) sind vereinzelt weiße Punkte an der Schweißlinie zu sehen, die aber nicht in der Korngrenze der Körner liegen. Im Korn gibt es noch einen ähnlichen Punkt an der rechten unteren Seite des Bildes. Anhand dieser Befunde werden verschiedene Mappings gemacht.

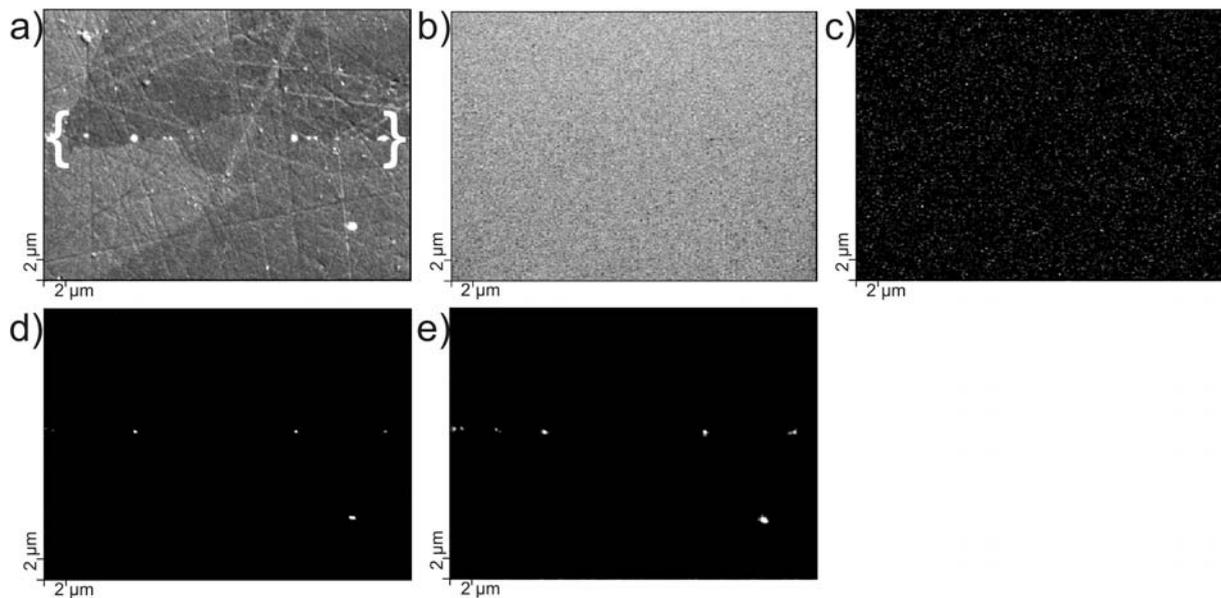


Abb. 7-28: AES- Analyse an der Referenzprobe, a) REM-Bild (im geschweiften Klammer: Schweißlinie), b) Mo-Map, c) Al-Map, d) Mg-Map und d) O-Map

Die Untersuchungsergebnisse deuten darauf hin, dass die Punkte nicht aufgrund der Ausscheidung der Mo-reichen Phase oder der bekannten Verunreinigung wie Al_2O_3 abgebildet sind. Bei der weiteren Untersuchung ist klar, dass die Punkte hauptsächlich aus Magnesium und Sauerstoff bestehen, die zusammen MgO bilden. Vermutlich werden diese Oxidpartikel wie beim Al_2O_3 bei der Herstellung des Materials benötigt, die aber später tief in das Material und sogar teilweise in die Körner eingedrückt werden.

Anschließend wurde die Schweißnaht der bei 0,4 h geschweißten Probe in Abb. 7-29 betrachtet. Auf dem REM-Bild in Abb. 7-29.a sind inselförmige weiße Flecken in der Schweißnaht und zwei weiße Punkte im Material unterhalb der Schweißzone zu sehen. Diese Flecken sind aber nicht in den Korngrenzen zu finden. Anhand der Mo- und C-Maps wird festgestellt, dass es sich um Ausscheidungen von Metallkarbid aus Molybdän handelt.

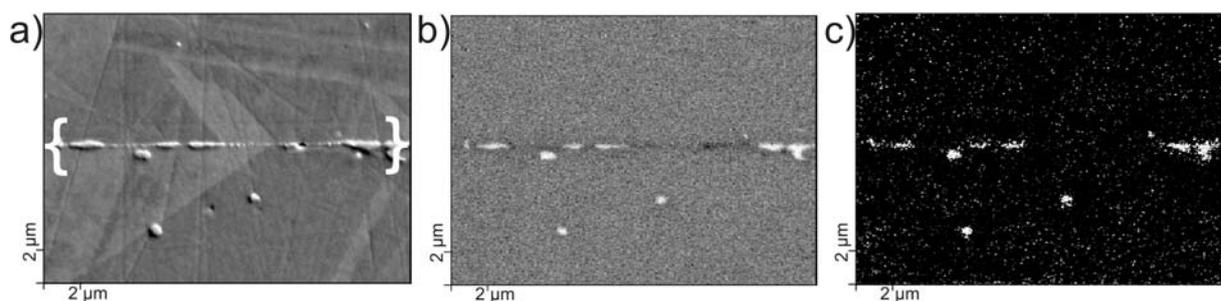


Abb. 7-29: AES- Analyse an der 0,4 h geschweißten Probe, a) REM-Bild (in geschweifeter Klammer: Schweißlinie), b) Mo-Map, c) C-Map

7.3.5 Schweißversuche mit Variation der Oberflächenrauheit

Die Modellberechnung für die Proben, die jeweils mit P-500 und P-1000 SP geschliffen sind, werden in Abb. 7-30 und Abb. 7-31 dargestellt. Die h - und b -Werte betragen jeweils 3,907 μm und 6 μm für die Probe mit P-500 SP bzw. 1,016 μm und 4,5 μm für die Probe mit P-1000 SP.

Bei der mit P-500 SP geschliffenen Probe ist die Oberflächendiffusion sehr gering im Vergleich zum Anteil der Korngrenzendiffusion. Bei der mit P-1000 SP geschliffenen Probe ist der Anteil der Oberflächendiffusion viel größer. Der Unterschied liegt daran, dass der Reduktionsfaktor, $1/r_i$ bei der mit P-500 SP geschliffenen Probe sehr klein ist, und bei 0,28 liegt. Bei den beiden Proben ist zu sehen, dass die Korngrenzendiffusion über die Korngrenzen sehr dominant ist. Ihr Anteil ist vergleichbar mit dem des Kriechens. Für eine Schweißdauer von 3,6 h beträgt die normierte Schweißlinie der mit P-500 und P-1000 SP geschliffenen Proben jeweils ca. 79 % und 90 %. Die Kriechverformung beträgt wie bei der Referenzprobe ca. 2,5 %.

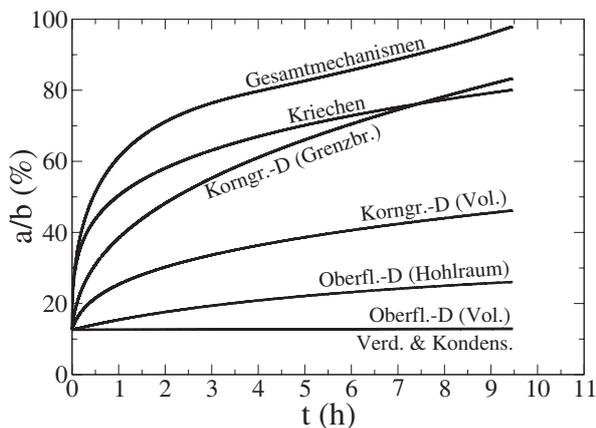


Abb. 7-30: Modellberechnung für Probe, deren Oberflächen mit P-500 SP behandelt werden

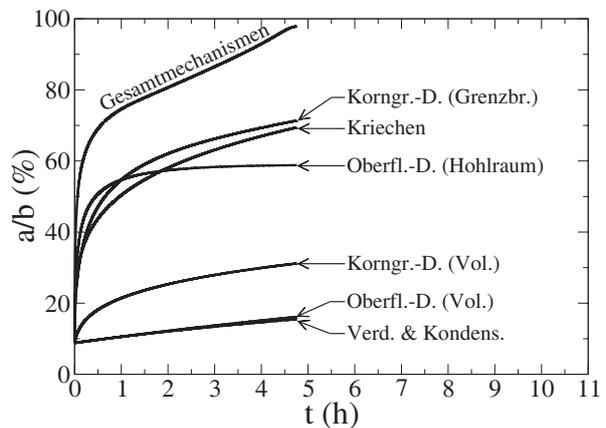


Abb. 7-31: Modellberechnung für Referenzprobe, deren Oberflächen mit P-1000 SP behandelt werden

Entsprechend der Modellberechnung werden zwei Proben geschweißt. Es werden zuerst die nicht geätzten Schlifffbilder in Abb. 7-32 gezeigt. Ersichtlich sind die Restporen der beiden Proben, die relativ gleichmäßig verteilt sind. Im Vergleich zur Referenzprobe sind die Poren intensiver. Der Mittelwert der normierten Schweißlinie beträgt jeweils 93 % bzw. 94%.

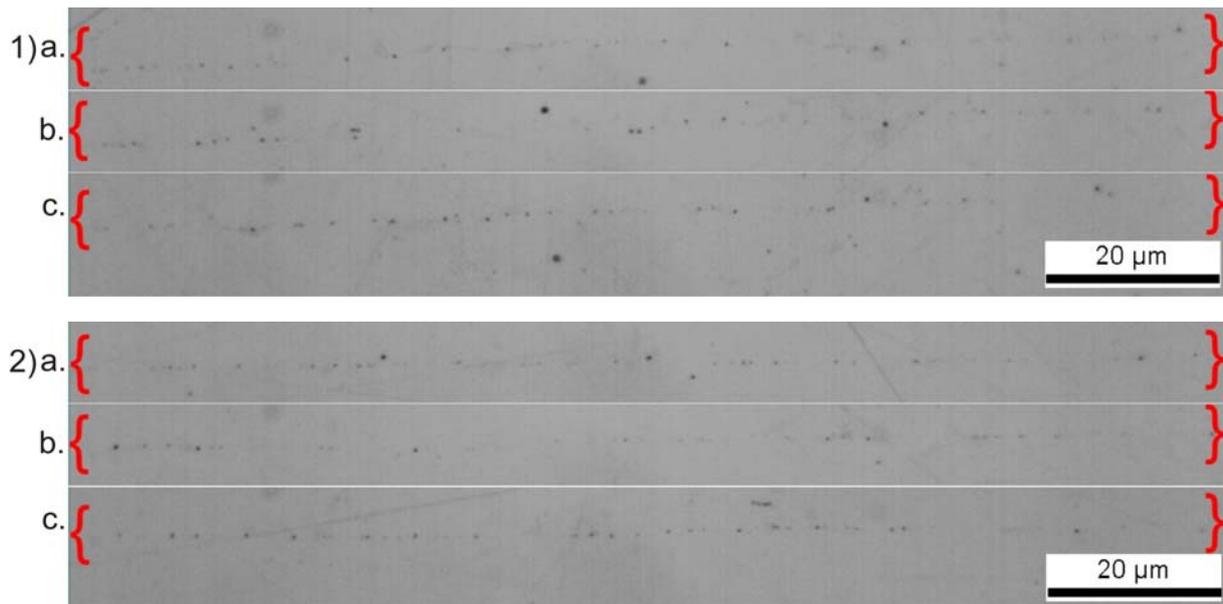


Abb. 7-32: Die Restporen an der Schweißnaht. Die Proben sind mit 1) P-500 SP und 2) P-1000 SP geschliffen. a) am Probenrand, b) zwischen Rand und Mitte, c) nahe der Probenmitte

Wird das geätzte Schlibfbild der beiden Proben, wie in Abb. 7-33 gezeigt, betrachtet, wird ersichtlich, dass die Körner nicht deutlich gewachsen sind. Die Korngröße und der Zustand der Schweißnaht, wie auf der linken Seite der Abbildung gezeigt, sind vergleichbar mit der Referenzprobe. Deutlich ist zu sehen, dass an einigen Stellen die Grenzfläche die Schweißnaht verlässt. Der verbleibende Grenzbereich hat eine ähnliche Dicke wie die Korngrenze.

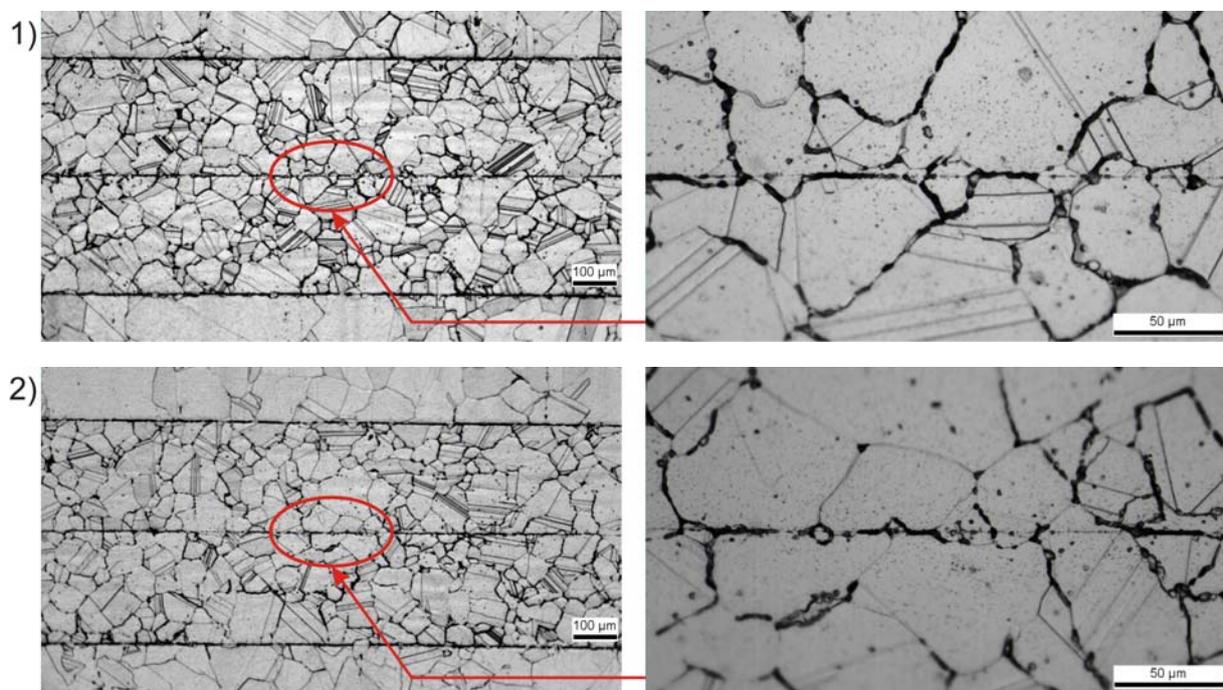


Abb. 7-33: Gefügebilder von Schweißproben, die mit 1) P-500 SP und 2) P-1000 SP geschliffen sind.

Aus den Zugversuchen ist ersichtlich, dass alle Proben, die mit beiden Arten von SP bearbeitet wurden, nicht an der Schweißnaht, wie in den Bildern in Abb. 7-34 gezeigt, sondern an

der Seite des Stabmaterials abgerissen sind. Die gemessenen Spannungs-Dehnungs-Kurvenverläufe in Abb. 7-35 sind identisch mit dem Kurvenverlauf der Referenzprobe. Die Bruchdehnungen der Proben liegen im selben Bereich wie die der Referenzprobe. Die gemittelte Zugfestigkeit erreicht die des Anlieferungszustandes und ist deshalb vergleichbar mit der Referenzprobe. Die gebrochenen Kerbschlagproben in Abb. 7-34 zeigen ungefähr die gleichen Krümmungen auf der Bruchfläche. Es deutet darauf hin, dass die Schweißnaht die gleiche Duktilität und deshalb auch eine ähnliche gemittelte Kerbschlagenergie besitzt. Im Vergleich zur Referenzprobe sind die Krümmungen deutlich kleiner. Die numerischen Messwerte dieser Zug- und der Kerbschlagversuche befinden sich im Anhang A.9.

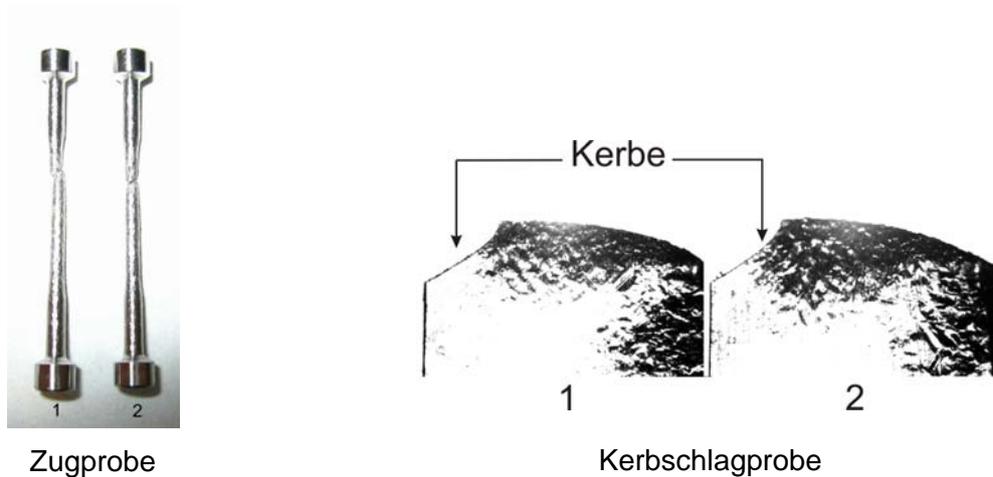


Abb. 7-34: gebrochene Zug- und Kerbschlagprobe aus Diffusionsschweißproben, deren Oberfläche vor der Schweißung mit 1) P-500 und 2) P-1000 Schleifpapiere geschliffen sind

Die Kerbschlagenergien sind bei der mit P-500 SP geschliffenen Schweißprobe gleichmäßig sowohl für Typ I als auch für Typ II (siehe Abb. 7-36). Die Kerbschlagenergien der mit P-1000 SP geschliffenen Schweißprobe sind für den gesamten Querschnitt, wie die der Referenzprobe, ungleichmäßig.

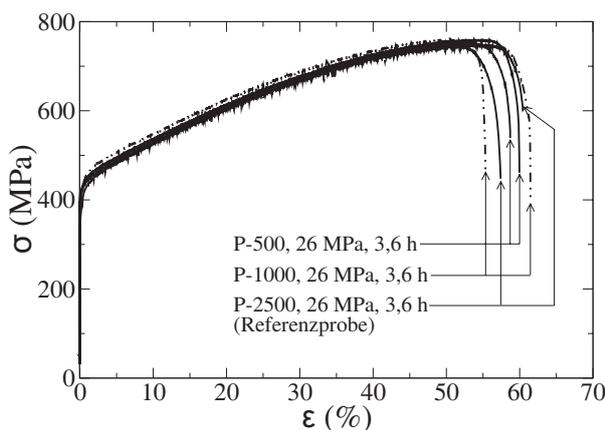


Abb. 7-35: σ - ϵ -Kurve von geschweißten Proben verglichen mit dem Referenzprobe

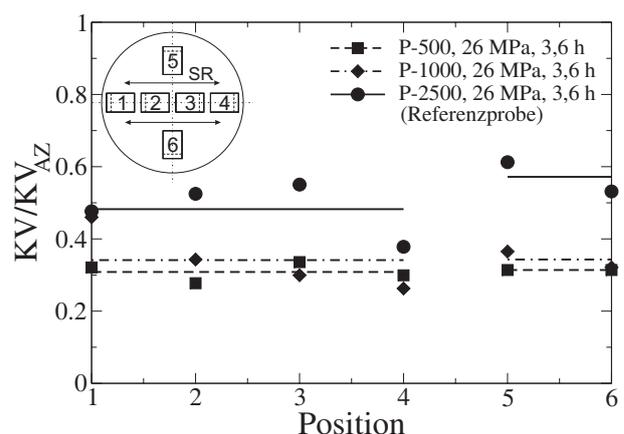


Abb. 7-36: Kerbschlagarbeit normiert auf die des Plattenmaterials im Anlieferungszustand in Abhängigkeit von der Position, SR: Schleifrichtung

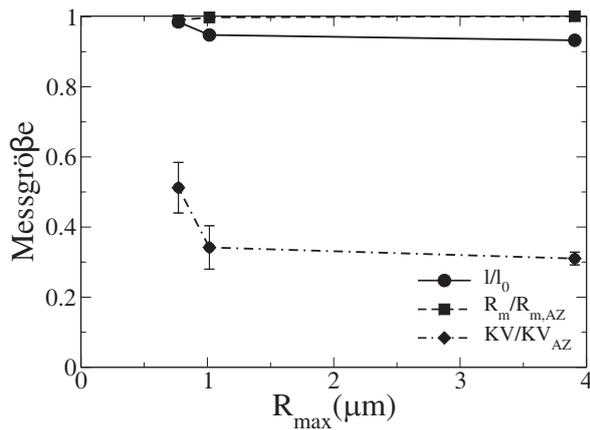


Abb. 7-37: Die normierte Messgröße in Abhängigkeit von maximaler Oberflächerauheit

Die Abhängigkeit der Messgröße von der Rauheit der Oberfläche wird in Abb. 7-37 gezeigt. Im Bereich des verwendeten Schleifpapiers ist zu ersehen, dass die Zugfestigkeit der Proben relativ unempfindlich gegen Oberflächenrauheit ist, dabei fällt der mittlere Wert der Schweißlinien mit steigender Rauheit geringfügig ab. Die Schweißlinie für die gesamte Probe bezogen auf die Messstrecke beträgt zwischen 93 % bis 99 %. Die gemittelte bzw. normierte Kerbschlagenergie fällt drastisch von 0,51 auf 0,34 oder um ca. 33 % ab, obwohl die zu schweißenden Oberflächen, die mit P-1000

SP geschliffen wurden, nur ca. 0,3 μm rauer als die Oberflächen der Referenzprobe (P-2500 SP) waren. Bei Verwendung noch gröberer Schleifpapiere (P-500) nimmt die Kerbschlagenergie nur geringfügig (ca. 9 %) ab, obwohl die maximale Rauheit sich vervierfacht.

7.4 Übertragen des optimierten Parametersatzes auf ein dem Kreuzstrom-Mikrowärmetauscher ähnliches Bauteil

Aufgrund der vorherigen Diffusionsschweißuntersuchungen lässt sich schlussfolgern, dass der optimierte Diffusionsschweißprozess bei einer Schweißtemperatur von 1050 °C mit einem Schweißdruck von 26 MPa und einer Schweißdauer von ca. 3,6 h liegt. Zur Oberflächenabtragung wird ein P-2500 SP verwendet.

Dieser Parametersatz lässt sich aber aufgrund der ungünstigen Krafteinleitung durch die Stege der strukturierten Bleche, welche die Dehnung an den Stegen stark behindert, leider nicht direkt zum Herstellen eines Kreuzstrom-Wärmetauschers nutzen. Hierfür ist eine FEM-Berechnung nötig, um die Druckspannung zu korrigieren.

7.4.1 FEM-Berechnung

Es wird zuerst eine elastische Berechnung durchgeführt. Aufgrund der Symmetrie des Bauteils wird nur ein Viertel vom gesamten Bauteil simuliert. Das Bauteil entspricht der späteren Diffusionsschweißprobe. Es besteht aus vier strukturierten Blechen in der Mitte und zwei Stabmaterialien an jedem Ende der Probe. Insgesamt besteht das FE-Modell aus 223896 Elementen. Aufgrund des sehr hohen Rechenzeitaufwandes bei der Berechnung mit so vielen Elementen wird für die viskoplastische Berechnung unter Nutzung der periodischen Anordnung der Kanäle ein stark reduziertes Bauteil genommen. Zur Verifizierung der Spannungsverteilung zwischen dem reduzierten und dem rechenzeitaufwendigen Bauteil wurde eine elastische Berechnung durchgeführt.

Bei dieser Berechnung wird auf der oberen Fläche eine einachsige Druckspannung angelegt, die 11,7 MPa beträgt. Bezüglich der minimalen Fügefläche von 51,84 mm² beträgt sie aber 44,2 MPa, was noch unterhalb des $R_{p0,2}$ -Wert des Werkstoffes bei dieser Schweißtemperatur liegt. Der Elastizitätsmodul wird von Abb. 4-3 extrapoliert und beträgt 139075 MPa bei einer Temperatur von 1050 °C. Die Querkontraktionszahl beträgt 0,3. Die Randbedingung ist so festgelegt, dass sich die Bauteile in Richtung 1 und 3 (siehe Abb. 7-38) frei bewegen können. Die Bewegung an der Kontaktfläche der Bleche wird als reibungsfrei festgelegt.

Die Berechnungsergebnisse werden für beide Bauteile in Abb. 7-38 dargestellt. Die Spannungsverteilung bezieht sich auf die Spannung in Richtung der Druckbelastung (σ_{22}). Bei den beiden Bauteilen zeigt sich, dass im Allgemeinen in den strukturierten Blechen im Vergleich zum Stabmaterial höhere Druckspannungen auftreten. Die Spannungsverteilung des Stabmaterials ist gleichmäßiger als die der Bleche. Bei den Blechen ist die Druckspannung am Kanalboden am geringsten, während die höchste Druckspannung im Stegbereich liegt, wo die Kraft direkt eingeleitet wird.

Wird die Spannungsverteilung in der Mitte des Bauteils a betrachtet, und mit der des reduzierten Bauteils b verglichen, wird ersichtlich, dass die Spannungsverteilung der beiden Bauteile vergleichbar ist.

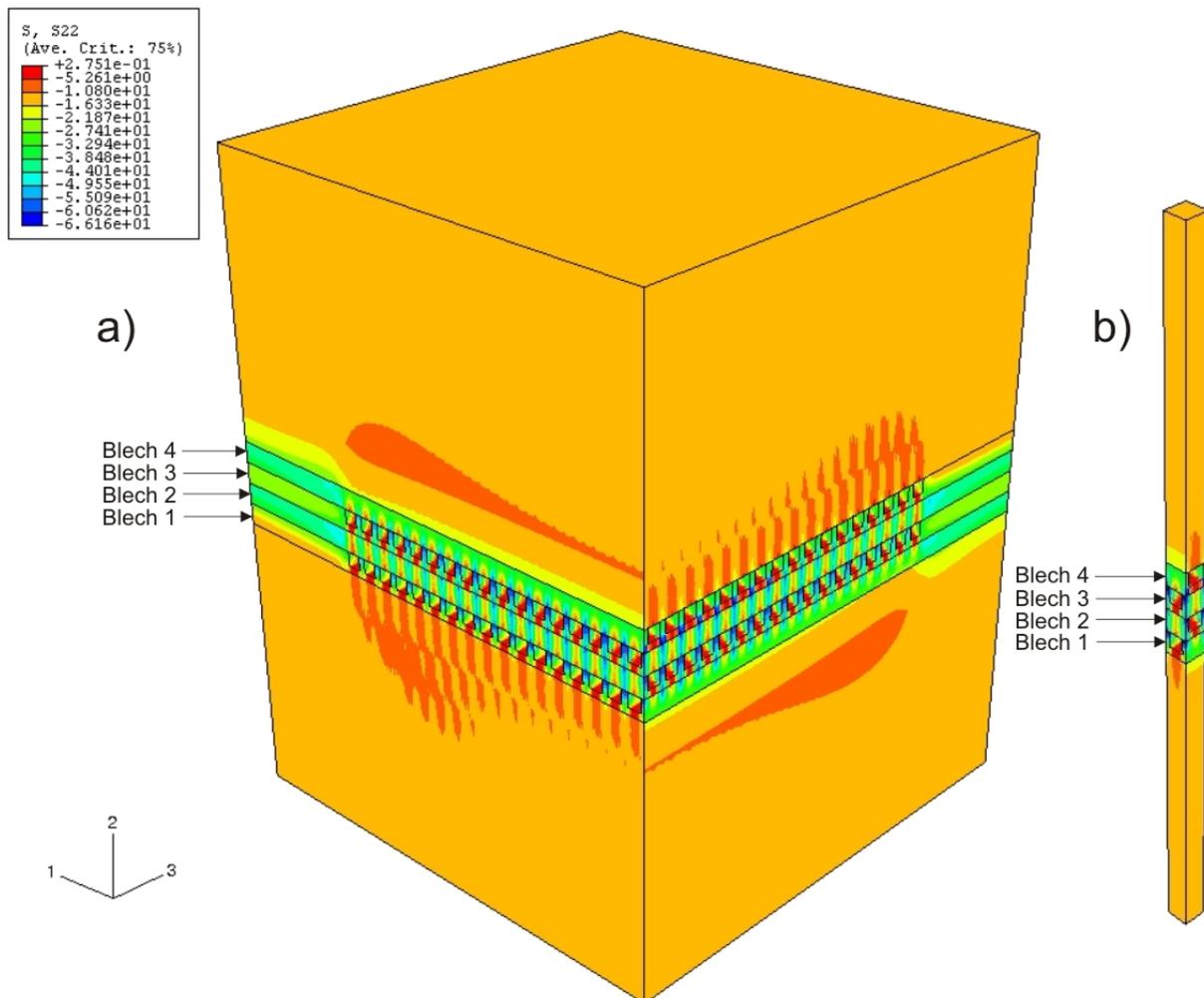


Abb. 7-38: Elastische FEM-Berechnung von a) 1/4 des Kreuzstrom-Mikrowärmetauschers und b) ein stark reduziertes Modell

Zur genaueren Betrachtung werden die Spannungsverteilungen beider Bauteile für jedes Blech an zwei Bereichen jeweils an der Außenkante der Stege (oben) und an der unteren Kante des Kanalbodens (unten) betrachtet. Diese werden in Abb. 7-39 dargestellt. Die Druckkraft verteilt sich in den gesamten Stegbereichen und Kanalböden nicht gleichmäßig. Ersichtlich ist die Abnahme der Druckspannung von dem Punkt der Fügefläche aus, wo die Druckkraft am besten eingeleitet ist, und läuft bis in die Mitte jeder Einheit der Stege und Kanalböden ab. Im Vergleich mit den Kanalstegen ist die Druckspannungsverteilung an den Kanalböden niedriger. Besonders in der Mitte der beiden Kanten ist dieser Unterschied deutlicher.

Es zeigt sich, dass die Spannungsverteilungen der beiden Bauteile an den Kanten der einzelnen Bleche miteinander vergleichbar sind. Deshalb ist es gerechtfertigt, das reduzierte Modell für die viskoplastische Berechnung weiter zu verwenden.

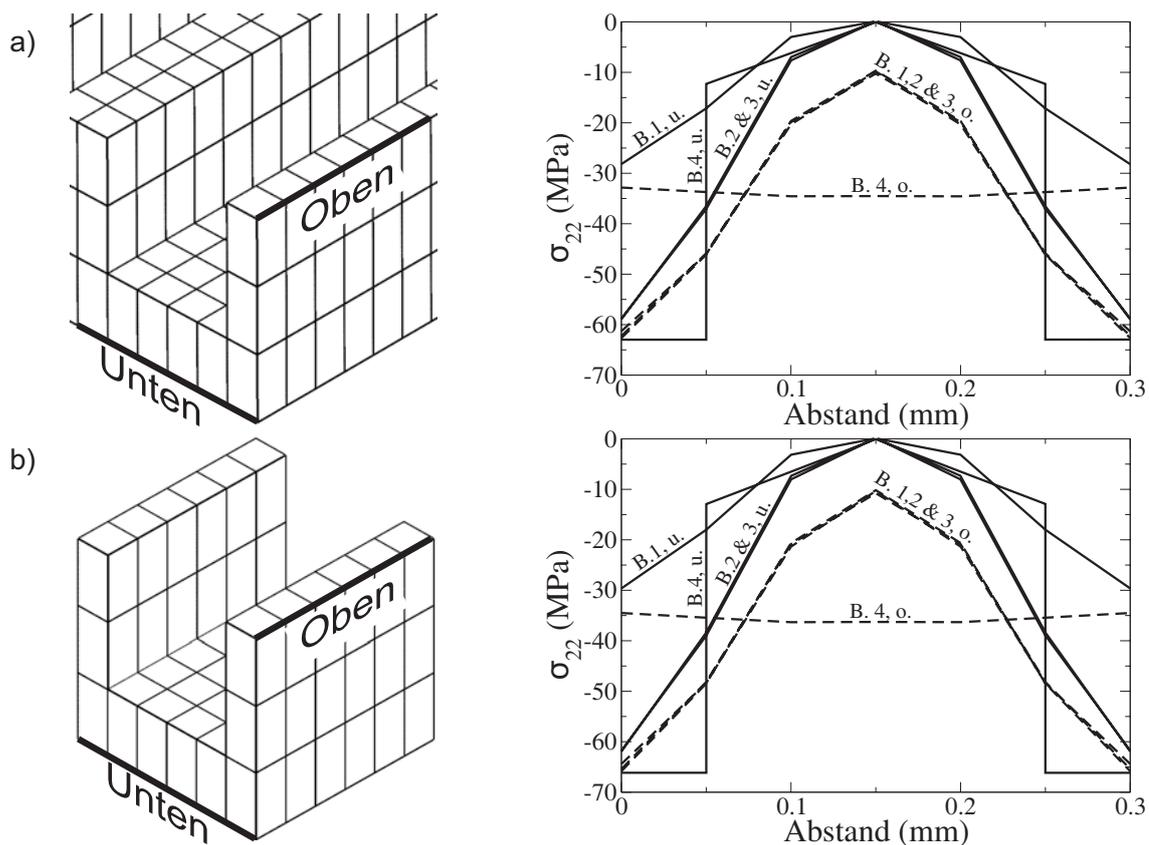


Abb. 7-39: Spannungsverteilungen an Kanalboden und Stege von jedem Blech. a) 1/4 Kreuzstrom-Mikrowärmetauscher, b) reduziertes Modell. Dabei steht B. für Blech, u. für unten und o. für oben.

Für die viskoplastische Berechnung werden die Kriechparameter des ermittelten Potenzkriechgesetzes in Kap. 6.2 benötigt. Die Zeit für den Kriechprozess wird wie bei der optimalen Diffusionsschweißdauer, nämlich auf 3,6 h, eingestellt. Für die erste Berechnung wird eine 26 MPa Druckspannung an der minimalen Fügefläche verwendet, die auf der gesamten oberen Druckfläche einer Spannung von 6,9 MPa entspricht. Die Spannungsverteilungen für jedes Blech am Ende der FEM-Berechnung, die aus der oberen Kante des Steges (oben) und der unteren Kante des Kanalbodens (unten) bestehen, werden in Abb. 7-40 gezeigt. Hier wird auch nur die Druckspannung σ_{22} aufgetragen. Die Druckverteilung am Kanalboden des 1. Bleches ist am niedrigsten, während die der anderen Bleche übereinander stehen. Im Allgemeinen sind sie besser verteilt als bei der elastischen Berechnung. Sehr homogen verteilt ist die Spannung an der Stegfläche, die sogar bis tief in den Bereich geht, wo die Druckkraft nicht direkt eingeleitet wird. Der Grund für die Unterschiede zwischen beiden Kanten ist die Steifigkeit. Der Kanalboden verfügt über weniger Material in Richtung der Druckspannung als der Steg. Diese bessere Spannungsverteilung verringert die Druckspannung an der Fügefläche, die letztendlich die Dehnung vermindert. Es ist ersichtlich, dass die Dehnung an den Stegen nur bei ca. 0,5 % liegt. Nach der Kriechberechnung des Vollmaterials soll die Kriechdehnung mit diesem Schweißparametersatz jedoch 2,5 % betragen.

Aus dem oben genannten Grund wird die einachsige Druckbelastung an der oberen Gesamtfläche auf 11,7 MPa erhöht. Die Druckverteilungen von σ_{22} werden in Abb. 7-41 gezeigt. Die Druckspannung an der Fläche der direkten Kräfteinleitung ist deutlich höher als die der vorherigen Berechnung. Die Kriechdehnung der Stege liegt bei 2,9 %, was der berechneten Kriechdehnung entspricht.

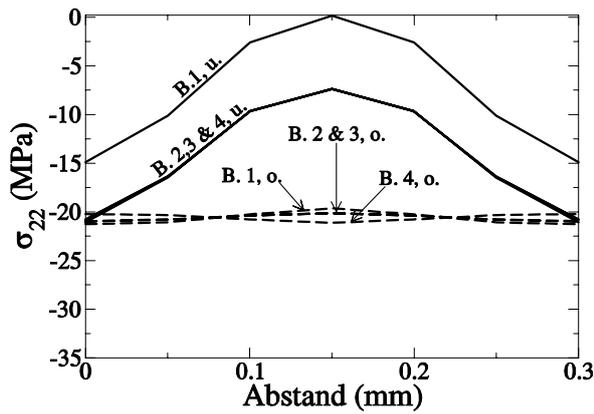


Abb. 7-40: Spannungsverteilung einer viskoplastischen Berechnung mit einer Druckspannung von 6,9 MPa

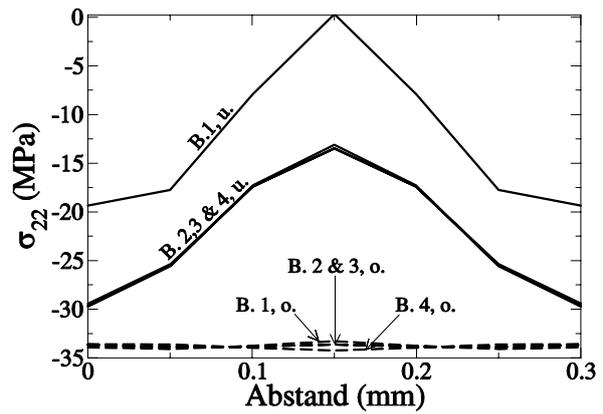


Abb. 7-41: Spannungsverteilung einer viskoplastischen Berechnung mit einer Druckspannung von 11,7 MPa

7.4.2 Diffusionsschweißen einer dem Kreuzstrom-Mikrowärmetauscher ähnlichen Probe

Es wurden 3 Diffusionsschweißungen mit strukturierten Blechen, wie in Kap. 4.4.4.3 beschrieben, durchgeführt. Die Schweißtemperatur und Schweißdauer betragen jeweils 1050 °C und 3,6 h. Zur Herstellung einer Probe für metallographische Untersuchungen und für einen Zugversuch wurde die korrigierte Druckspannung aus der FEM-Berechnung eingesetzt, die bezogen auf die Gesamtprobenfläche von 196 mm² bei 11,7 MPa liegt. Für die Kerbschlagprobe wird aber eine Druckspannung von 26 MPa auf der effektiven Fläche von 100,8 mm² angelegt. Umgerechnet auf die Gesamtprobenfläche beträgt die Druckspannung 13,37 MPa.

7.4.2.1 Metallographische Untersuchung

Die Ergebnisse der metallographischen Untersuchung sind in Abb. 7-42 für die nicht geätzte Probe und in Abb. 7-43 für die geätzte Probe dargestellt.

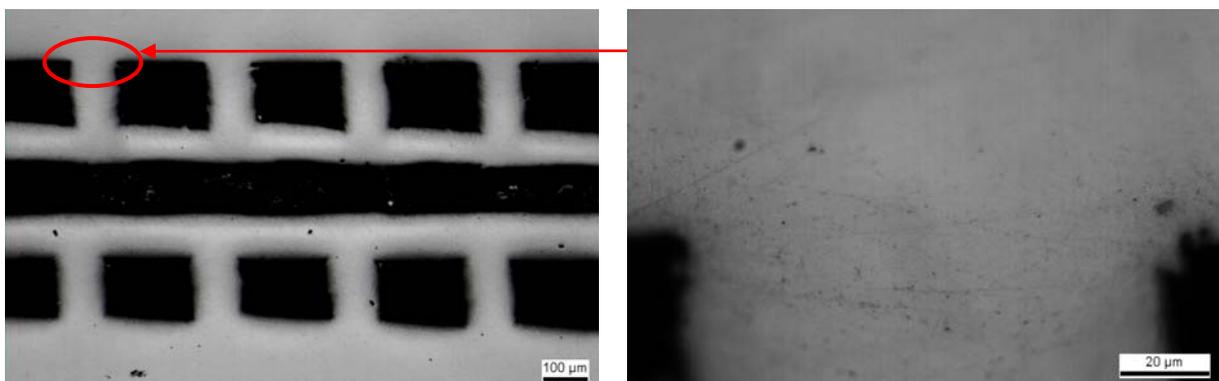


Abb. 7-42: Schlißbilder im mittleren Bereich der Probe.

In Abb. 7-42 sind Kanäle von nur drei Blechen zu sehen, wobei das vierte Blech ganz oben liegt. Zu erkennen sind die Stege von verschiedenen Ebenen der Bleche, die trotz der Verwendung einer Justierungshilfe nicht fluchten. Der Versatz liegt zwischen 50 μm bis 80 μm. Werden die Kanäle betrachtet, ist ersichtlich, dass die Kanalgröße des ersten Bleches im

Vergleich zu der des dritten Bleches unregelmäßig ist, welche auf der linken Seite kleiner als auf der rechten Seite ist. Diese kommt aufgrund des Schleifvorganges des gekrümmten Bleches zustande. An den Stegen ist keine Ausbauchung bemerkbar. Die Stege sind ganz leicht nach links geschert. Vermutlich sind die Probesteller nicht genau planparallel, so dass eine gewisse Schubspannung zustande kam, die die Scherung der Stege verursacht. Auf dem rechten Vergrößerungsbild wird die Stelle der Schweißnaht gezeigt, in dem kaum Restporen wie auf der Referenzprobe in Kap. 7.3.2 zu finden sind.

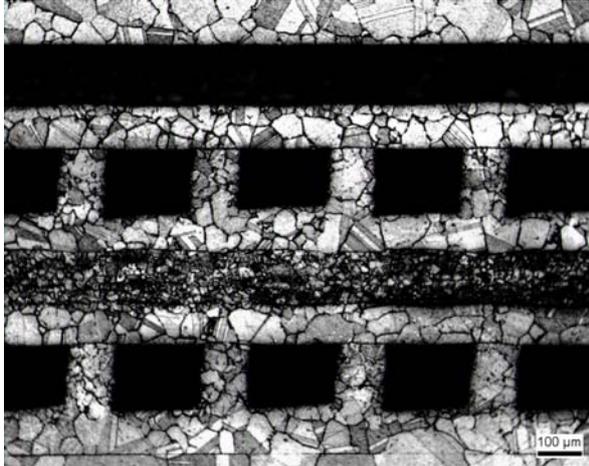


Abb. 7-43: Geätztes Schlifffbild im mittleren Bereich der Probe

Aus dem geätzten Schlifffbild in Abb. 7-43 ist ersichtlich, dass noch ein bis drei Körner in der bis 100 µm dicken Stegen an den meisten Stellen zu finden sind. Genau so verhält es sich auch am Kanalboden. Die Schweißnaht auf den Stegen ist noch zu sehen, und hat eine vergleichbare Dicke wie die Korn-grenze. Wie in Abb. 7-42 sind die Stege auch leicht geschert, aber diesmal auf die rechte Seite, da es sich um die 2. Hälfte der anderen Probe handelt.

7.4.2.2 Ergebnis des Zugversuchs

Das Ergebnis des Zugversuches wird in Abb. 7-44 dargestellt. Da die verwendete Anlage keinen Extensometer besitzt, und es keine Möglichkeit gibt, die Dehnung der Kanalstege direkt zu messen, wird die Spannung gegen die Verschiebung des Querhaupts aufgetragen. Aufgrund der inhomogenen Spannungsverteilung auf die gesamte Kontaktfläche kann die effektive Kontaktfläche nicht genau festgestellt werden. Für die Sicherheit wurde zur Berechnung der Zugspannung die gesamte Kontaktfläche gewählt, welche 100,8 mm² beträgt. Die in der Abbildung gezeigte maximale Zugspannung, die bei 495 MPa liegt, ist nicht die Zugfestigkeit, die die Probe zum Versagen bringen könnte. Die Zugfestigkeit der Probe ist in Wirklichkeit noch höher als dieser Wert. Sie ist nicht zu erreichen, weil aufgrund der auf 50 kN eingeschränkten Kraftmessdose der Versuchsablauf abgebrochen werden muss. Die Zugprobe sieht nach dem Versuch aber wie zuvor aus und keine Schädigung ist an dem Schweißbereich bemerkbar.

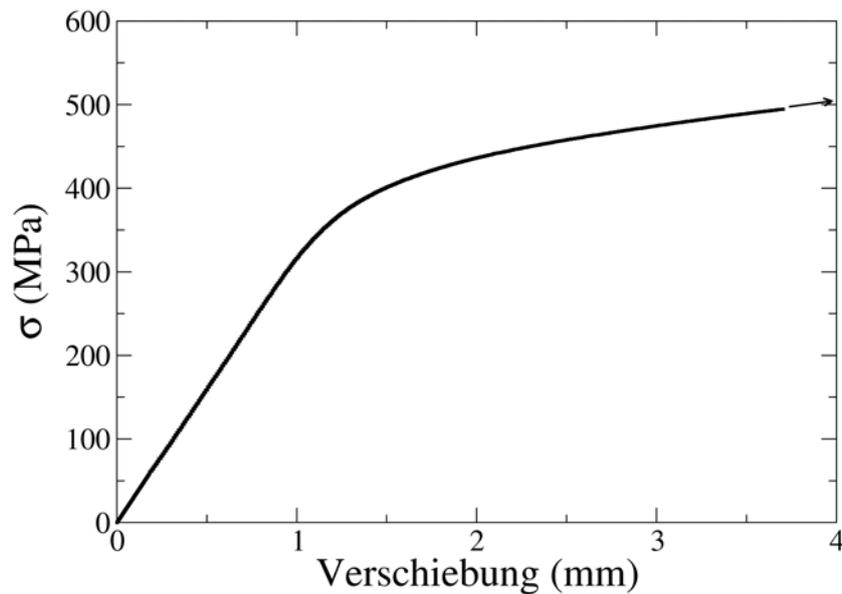


Abb. 7-44: Spannungs-Verschiebungskurve einer dem Kreuzstrom-Mikrowärmetauscher ähnlichen Probe

7.4.2.3 Kerbschlagversuch

Es wurde eine Kerbschlagprobe über das Diffusionsschweißen wie in Kap. 4.4.4.3 hergestellt. Die Probe hat in der Mitte nur jeweils ein strukturiertes und ein nicht strukturiertes Blech. Ein lichtmikroskopisches Bild nach der Schweißung wird am Kerbgrund aufgenommen und ist in Abb. 7-45 dargestellt. Zum späteren Vergleich werden zwei Kerbschlagbiegeproben, welche dieselbe Größe und Form wie die des strukturierten Bleches haben, hergestellt. Die erste Probe wird direkt aus dem Stabmaterial angefertigt. Die zweite Probe ist mit zwei unstrukturierten Blechen in der Mitte diffusionsgeschweißt.

Tab. 7-2: Ergebnisse der Kerbschlagversuche aus verschiedenen Baugemetrien

	ISO-V			KLST	
	Anlieferungszustand	Geschweißt, zwei Bleche ohne Kanalstrukturen	Geschweißt, ein Blech mit Kanalstruktur	Anlieferungszustand	Geschweißt, mit zwei Blechen ohne Kanalstrukturen
KV (J)	435	123	18	13,7	7
A_{eff} (mm ²)	112	112	57,6	9	9
a_k (J/mm ²)	3,88	1,10	0,31	1,52	0,78

Die Versuchsergebnisse für die Proben mit verschiedenen Geometrien sowohl im Anlieferungszustand als auch im geschweißten Zustand werden in Tab. 7-2 aufgelistet, wobei A_{eff} die effektive Fügefläche ist. Aus den Werten der Kerbschlagzähigkeit a_k ist ersichtlich, dass die verbrauchte Kerbschlagenergie nicht nur abhängig von dem gekerbten Probenquerschnitt sondern auch geometrieabhängig ist.

Beim Kerbschlagbiegeversuch der ISO-V Probe im Anlieferungszustand ist die Probe an der Kante des Widerlagers so tief gedrückt, dass sie aufgrund der starken Reibung eine große Schlagenergie absorbiert und das Widerlager nicht passieren kann. Damit wurde die maximal erhaltene kinetische Energie des Pendels gemessen. Bei der geschweißten Probe ohne Kanalstrukturen ist die Bruchfläche stark gebogen und zeigt ein duktiles Werkstoffverhalten. Bei der Probe mit Kanalstrukturen (siehe Abb. 7-45) ist die Kerbschlagzähigkeit am kleinsten. Dies bedeutet aber nicht, dass die Schweißnaht nicht tauglich ist. Die lichtmikroskopische Aufnahme in Abb. 7-46 zeigt die gebrochenen Stege am Kerbgrund. Die Bruchstellen liegen nicht in der Schweißnaht sondern in den Stegen selbst. An der oberen Hälfte der Probe, die eigentlich aus einem Blech ohne Strukturen besteht, hängt ein Teil der gebrochenen Stege.

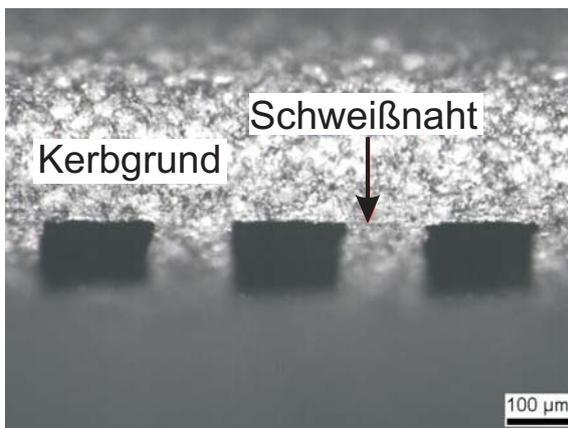


Abb. 7-45: Lichtmikroskopische Aufnahme am Kerbgrund vor dem Kerbschlagbiegeversuch

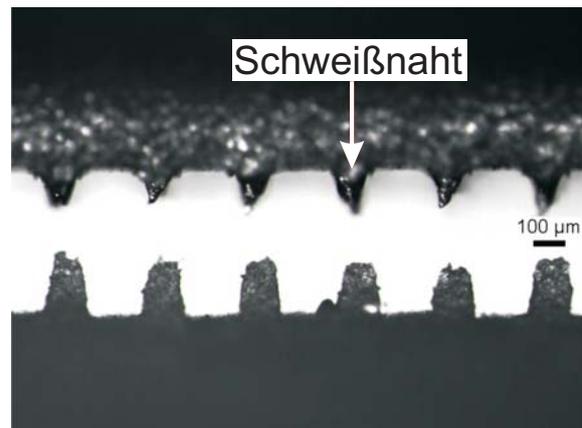


Abb. 7-46: Lichtmikroskopische Aufnahme am Kerbgrund nach dem Kerbschlagbiegeversuch

Die obere Hälfte der Kerbschlagprobe wird mit einem Rasterelektronenmikroskop auf der gebrochenen Stegfläche und in dem Randbereich beobachtet. Die Bilder sind jeweils in Abb. 7-47 und Abb. 7-48 zu sehen. Bei dem ersten Bild ist zu erkennen, dass ein Teil der Stege auf dem unstrukturierten Blech bleibt. Es scheint, dass die Stege so gezogen werden, dass sie sich einschnüren. Auf dem rechten Vergrößerungsbild zeigt sich, dass die Verformung an einem Steg so groß ist, dass die Struktur in der Mitte des Steges hochgezogen ist.

Eine REM-Aufnahme an der Bruchfläche des Probenrandes in Abb. 7-48 zeigt die typischen Grübchenstrukturen, die durch die Porenbildung bei der Verformung entstanden sind. Dies ist eine Indikation dafür, dass das Material duktil bricht.

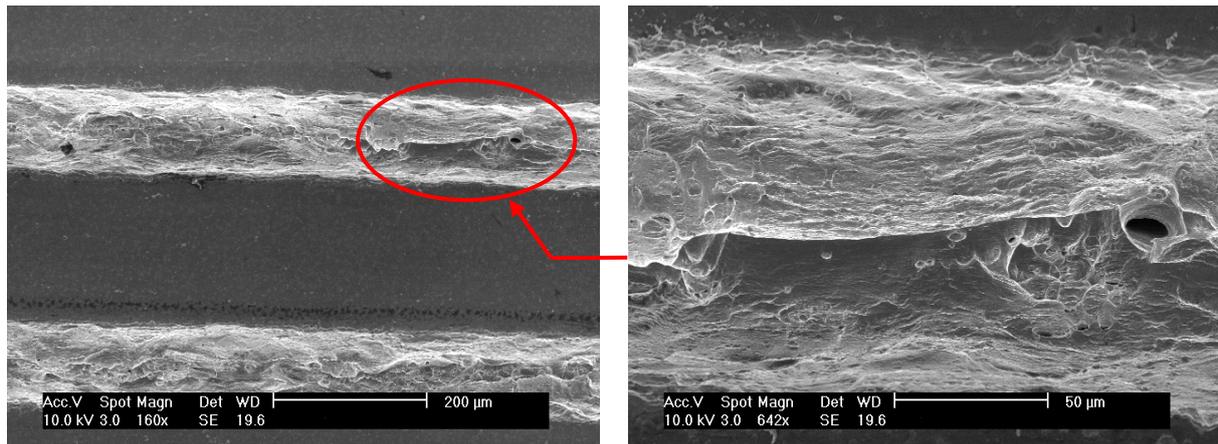


Abb. 7-47: REM-Aufnahme der oberen Probenhälfte (Stegfläche)

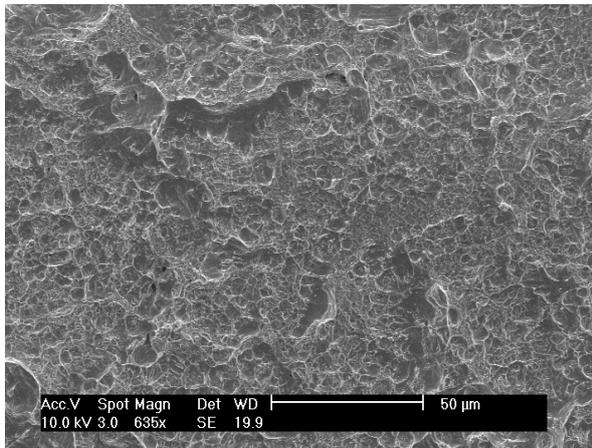


Abb. 7-48: REM-Aufnahme der oberen Probenhälfte (Randbereich)

7.5 Diskussion

Beim Diffusionsschweißen unter alleiniger Verwendung des Stabmaterials konnte herausgefunden werden, dass die übrig gebliebenen Restporen teilweise noch sehr groß und besonders im mittleren Probenbereich zahlreich sind. Dies ist auf die großen Oberflächenrauheitswerte und die Unebenheiten des Oberflächenprofils zurückzuführen. Besonders groß sind die Restporen der Probe, die mit dem ersten Parametersatz 1100 °C, 20 MPa und 1 h geschweißt ist. Die Schweißdauer bei diesen Temperatur- und Druckverhältnissen ist zu gering gewählt, und sollte laut der Modellberechnung 19 h dauern. Dies bewirkt, dass die Schweißflächen nicht nah genug aufeinander gebracht werden, so dass, wie im Bild der geätzten Probe gezeigt, keine Bewegung des Grenzgebietes stattfindet, obwohl laut der Untersuchung der Kinetik des Kornwachstums diese Schweißtemperatur ziemlich hoch im Rekristallisationsbereich liegt. Der andere Schweißversuch mit der Schweißtemperatur von 1080 °C hat gezeigt, dass der Diffusionsschweißprozess auch bei niedrigerer Temperatur möglich ist. Bei der Verwendung eines höheren Schweißdruckes von 30 MPa wird die Schweißdauer nach der Modellberechnung auf 6 h reduziert. Das verbesserte Ergebnis ist schon beim geätzten Schliffbild zu sehen, wobei die Fügeflächen so nah aufeinander gebracht werden, dass die Bildung der neuen gemeinsamen Körner an der Schweißnaht ermöglicht wird bzw.

die thermisch aktivierten Diffusionssprünge zwischen den beiden Hälften der zu schweißenden Proben an der Schweißnaht stattfinden können und somit die Bewegung des Grenzgebietes bewirken. Diese Verbesserung ist auch in den mechanischen Eigenschaften festzustellen. Insbesondere bei den Kerbschlagbiegeversuchen, wobei die mittlere Kerbschlagenergie doppelt so hoch wie bei der Probe mit dem ersten Parametersatz ist. Dieser große Unterschied ist aber bei Zugversuchen nicht so deutlich zu erkennen, weil die Proben in der Regel die Zugfestigkeit des Grundwerkstoffes erreichen. Ein kleines Indiz für die Qualität bei der ersten Schweißprobe ist, dass eine der Zugproben kurz vor dem Erreichen der Gleichmassdehnung in der Schweißnaht gebrochen ist.

Der Parametersatz 1080 °C, 30 MPa und 6 h kann leider bei den Diffusionsschweißprozessen des Blechmaterials nicht verwendet werden, weil bei dieser Temperatur die Körner stark wachsen. Um dies zu verhindern, wird eine Schweißtemperatur gewählt, bei der sich ein Übergang zwischen Materialausscheidung und der Kornvergrößerung einstellt. In diesem Bereich sollen die Ausscheidungen der Mo-reichen Phase bzw. der Metallkarbide nicht mehr oder nur vereinzelt am Grenzgebiet stattfinden, und gleichzeitig die mittlere Korngröße nicht massiv wachsen. Nach der Ausscheidungs- und Kornwachstumsuntersuchung wurde diese Temperatur zu 1050 °C bestimmt, welche dem Rekristallisationsbeginn dieses Werkstoffes entspricht [56]. Nach dem Diffusionsschweißdiagramm, das für eine mit P-2500 SP geschliffene Oberfläche berechnet wird, wird ein Parametersatz gewählt, bei dem der Kriechprozess nicht sehr dominant ist. Er liegt bei 1050 °C, 26 MPa und 3,6 h, und wird als Referenzprobe angenommen.

Aus dem Vergleich zwischen der Referenzprobe und der ungeschliffenen Probe geht folgendes hervor: Obwohl bei der ungeschliffenen Probe ein vollständiger Schweißprozess, der nach der Modellberechnung 11 h dauerte, durchgeführt wurde, gab es im Vergleich zur Referenzprobe deutlich mehr Restporen in der Schweißnaht. Vergleichend mit der nicht geschliffenen Probe, die bei 3,6 h geschweißt wurde, gab es bei der mit 11 h geschweißten Probe nur 4 % Verbesserung in der Schweißlinie. Dies zeigt die Wirkung einer ca. 600 nm dicken Al_2O_3 -Schicht auf der Blechoberfläche, die den Stofftransport durch Diffusionsvorgänge in die Oberflächen der Hohlräume verhindert. Der Schweißprozess wird praktisch durch plastische Verformung, die nach dem Erreichen des entsprechenden $R_{p0,2}$ -Wertes abläuft, und durch das Kriechen gefördert. Weil bei der unverschmutzten Oberfläche die Korngrenzendiffusion entlang dem Grenzgebiet verstärkt durch die Oberflächendiffusion im Hohlraum sehr dominant ablaufen kann, verläuft der Schweißprozess bei der nicht geschliffenen Probe viel langsamer als die Modellberechnung vorhersagt. Die diffusionshemmende Wirkung der Al_2O_3 -Schicht ist auch bei der geätzten Probe offensichtlich, bei der im Vergleich zu der Referenzprobe keine Kornneubildungen bzw. Diffusionssprünge zwischen den zu schweißenden Proben an der Schweißnaht stattfinden, so dass die Bewegung des Grenzgebietes unwahrscheinlich ist. Trotz der Al_2O_3 -Schicht und des verbleibenden Porenanteils bis über 10 % liegen die Zugfestigkeiten der ungeschliffenen Proben, die aber während der Versuche in der Schweißnaht gebrochen sind, immerhin noch bei ca. 93 % des Grundwerkstoffes. Dies zeigt die Unempfindlichkeit der Zugfestigkeit gegenüber den Restporen und stimmt deshalb mit der Beobachtung von Hamilton [40] überein. Bei den Kerbschlagbiegeversuchen ist ersichtlich, dass die ungeschliffene Probe eine viel niedrigere Zähigkeit als die Referenzprobe besitzt. Die gemittelte Kerbschlagenergie liegt bei 20 % der Kerbschlagenergie des Grundwerkstoffes oder sogar darunter.

Bei der Variation der Druckspannung und bei sonst konstanten Werten der übrigen Schweißparameter wie bei der Referenzprobe zeigen die Modellberechnungen, dass es bei niedrigerer Druckspannung als bei der Referenzprobe keine vollständige Schweißung gibt. Dies ist bei der Untersuchung der Restporen nicht feststellbar, weil die auf die gesamte Messstrecke gemessene Schweißlinie im Bereich der Referenzprobe liegt. Die Schlibbilder der geätzten Proben sind vergleichbar mit denen der Referenzprobe, wobei die Bewegung des Grenzbereiches ersichtlich ist, und darauf hinweist, dass die zu schweißende Oberfläche nah genug zusammengebracht wird. Obwohl alle Versuchsproben die Zugfestigkeiten des Grundwerkstoffes erreichen, unterscheiden sie sich aber bei den Kerbschlagversuchen. Die gemittelte Kerbschlagenergie nimmt mit dem im Vergleich zur Referenzprobe niedrigeren Schweißdruck ab. Wie in der Modellberechnung beschrieben, bleibt sie bei höherem Schweißdruck aber unverändert. Dies liegt daran, dass bei niedriger Druckspannung mehr kleine Poren entstehen, die aus verschiedenen Gründen nicht nachgewiesen werden können. Dies liegt zum einen an der mit $0,1 \mu\text{m}$ eingeschränkten Auflösung des verwendeten Lichtmikroskops. Zum anderen werden, wie King und Owczarski [38] herausgefunden haben, die kleinen Poren beim Schleif- und Poliervorgang verschmiert.

Bei der Variation der Schweißdauer mit sonst konstanten Werten der restlichen Schweißparameter wie bei der Referenzprobe sind die Schweißungen mit geringeren Schweißzeiten als die der Referenzprobe laut der Modellberechnung auch nicht vollständig. Die Anzahl und Größe der Restporen sind vergleichbar mit denen der Referenzprobe. Die Bewegung des Grenzbereiches ist sogar bei der Schweißung mit der niedrigsten Schweißdauer (0,4 h) ersichtlich. Diesmal bricht eine mit 0,4 h geschweißte Probe, die eine Zugfestigkeit von 90 % des Grundwerkstoffes hat, an der Schweißnaht, obwohl die gemessene Schweißlinie vergleichbar mit der Referenzprobe ist. Deutlich unterschiedlich ist die Kerbschlagenergie, wobei der Mittelwert der Kerbschlagenergie der mit 2 h geschweißten Probe nur ca. 10 % höher als die Kerbschlagenergie der mit 0,4 h geschweißten Probe ist. Eine schlagartige Erhöhung der Kerbschlagenergie ist zwischen der mit 2 h geschweißten Probe und der Referenzprobe (3,6 h geschweißte), welche ca. 40 % beträgt, zu beobachten. In diesem Fall liegt die Ursache nicht nur bei den sehr kleinen Poren sondern auch am Ausscheidungsverhalten der in kurzer Zeit geschweißten Probe. Wie die meisten Oberflächen werden die zu schweißenden Oberflächen mit Kohlenstoff überzogen. Bei der Aufheizphase, welche eine Aufheizgeschwindigkeit von $1537 \text{ }^\circ\text{C/h}$ besitzt und deshalb eine Aufheizzeit von ca. 15 min bei einer Temperatur zwischen $700 \text{ }^\circ\text{C}$ und $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ gebraucht wird, reagieren die Kohlenstoffatome am Grenzbe- reich mit den Molybdänatomen aus der Matrix und bilden dort Metallkarbide. Dies wird bei der über kürzere Zeit geschweißten Probe anhand einer AES-Analyse nachgewiesen. Dabei zeigt die Mo- und C-Map viele inselförmige Strukturen am Grenzbe- reich, die erhöhte Anteile von Mo- und C-Atome enthalten. Die Metallkarbide sind ziemlich spröde, und deshalb zeigt die geschweißte Probe eine geringere Duktilität sogar schon bei Zugversuchen. Die Karbid- verbindungen lösen sich wieder auf, wenn die Probe bei dieser Schweißtemperatur ($1050 \text{ }^\circ\text{C}$) genügend lang gehalten wird, und diffundieren in die Metall-Matrix hinein. So zeigt die Mo-Map der Referenzprobe keine konzentrierten Mo-Atome mehr am Grenzbe- reich. Bei der weiteren Erhöhung der Schweißdauer, wobei laut Modellberechnung die maximale Schweiß- fläche schon längst erreicht ist, ist erwartungsgemäß keine Änderung der Kerbschlagenergie mehr zu ersehen.

Bei der Variation der Oberflächenrauheit mit konstanter Schweißdauer und konstantem Druck ist deutlich zu sehen, dass die Restporen umso zahlreicher werden, je rauer die zu schweißende Oberfläche ist. Wie bei der Variation der Druckspannung ist der Duktilitätsverlust auf die geringe Schweißlinie zurückzuführen, die in diesem Fall durch die Größe der Poren einfacher zu erkennen ist.

Zudem ist beim Diffusionsschweißen von Blechen zu bemerken, dass die Kerbschlagenergie bei Variation der Schweißdauer und Schweißdruck asymptotisch auf 51 % der Kerbschlagenergie des Grundwerkstoffes geht. Dies liegt zum einen wahrscheinlich daran, dass die Proben bei der Anordnung vor dem Diffusionsschweißen genügend lang mit der Luft in Berührung kommen, so dass sich auf den zu schweißenden Flächen eine dünne Oxidschicht aus einigen atomaren Lagen bildet. Dies ist sehr wahrscheinlich, weil Hastelloy® C-22® hauptsächlich aus Ni und Cr besteht. Beide Elemente haben eine große Affinität zu Sauerstoff. Wie Kvasnitsky et. al. [26] feststellte, bleibt die Cr-Oxidschicht trotz des Aufreißens bei der plastischen Deformation ziemlich stabil auf dem Grenzbereich, welche die zu erreichende Kerbschlagenergie und damit die Duktilität der Schweißnaht vermindert. Diese Schicht kann so dünn sein, dass ihre Existenz anhand einer AES-Analyse nicht nachweisbar ist. Zum anderen sind hierfür noch bestehende Verunreinigungen wie z.B. MgO ursächlich, die noch vereinzelt auf den zu schweißenden Oberflächen übrig bleiben.

Bei der unterschiedlich orientierten Kerbe der Kerbschlagproben (Typ I und Typ II) gibt es kein Anzeichen dafür, dass die Kerbschlagenergie der Diffusionsschweißprobe von der Schleifrichtung abhängig ist. Weiterhin ist die inhomogene Verteilung der Kerbschlagenergien über den gesamten Querschnitt der Diffusionsschweißproben bemerkbar. Es liegt an dem ungleichmäßigen Oberflächenprofil der Probe nach dem Schleifvorgang. Dies verursacht während des Diffusionsschweißvorganges eine ungleichmäßige Druckverteilung über den gesamten Probenquerschnitt.

Bei der FEM-Berechnung mit Kanalstrukturen wird herausgefunden, dass der vorher optimierte Schweißdruck von 26 MPa an der minimalen Schweißfläche oder 6,9 MPa auf der oberen Druckfläche nicht verwendet werden kann. Dies liegt darin begründet, dass bei der Kreuzstromanordnung die Druckkraft nicht direkt durch die minimale Kontaktfläche der Stege eingeleitet, sondern teilweise an den Stegbereichen, wo die Kanäle entstehen, umgeleitet wird. Dies ist aus der Druckverteilung der gesamten Stegfläche ersichtlich, und bedeutet, dass die Stegfläche, die diese Kraft mitträgt, größer ist als die minimale Kontaktfläche, so dass die Druckspannung kleiner als 26 MPa sein muss. Eine Folge ist die Verminderung der Kriechdehnung an den Stegen. Durch die Anpassung der Kriechdehnung zeigt sich, dass die benötigte Druckspannung auf der obere Druckfläche 11,7 MPa betragen muss.

Bei der diffusionsgeschweißten Probe mit Kanalstrukturen ist ersichtlich, dass an der Verbindungsstelle kaum Poren mehr zu finden sind. Über die Stegdicke von 100 µm sind zwischen ein und drei Körner zu finden, die im Anlieferungszustand einen mittleren Korndurchmesser von 50 µm haben. Die meisten Grenzbereiche bilden noch eine Gerade. Weil sich über die Stegdicke nur einige Körner befinden, ist die Länge des Grenzbereiches nicht viel kleiner als die Länge der Korngrenze des Werkstoffes entlang der Stegdicke.

Der Zugversuch zeigt, dass die aufgrund der eingeschränkten Kraftmessdose erreichte Zugspannung 495 MPa beträgt. Diese Zugspannung bezieht sich auf die Gesamtkontaktfläche von 100,8 mm². Der Kerbschlagversuch hat gezeigt, dass die Kerbschlagzähigkeit a_k der Probe mit Strukturen nicht mit der der Probe ohne Strukturen verglichen werden kann. Zum einen weil die Kerbschlagbiegeversuche mit Proben unterschiedlicher Geometrie durchgeführt wurden und die Kerbschlagenergie abhängig von der Probengeometrie ist. Zum anderen hat die Probe mit Mikrokanälen keine zusammenhängenden Strukturen, so dass die Kerbschlagzähigkeit geringer als die der geschweißten Probe ohne Strukturen ist.

8 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit werden Diffusionsschweißparameter für Hastelloy® C-22® mit Hilfe eines Diffusionsschweißmodells untersucht und optimiert. Ein optimierter Parametersatz soll bestimmt werden, womit es bei einem Diffusionsschweißprozess keine großen mikrostrukturellen Veränderungen gibt. Die Gesamtverformung der geschweißten Probe soll nicht größer als 5 % sein. Darüber hinaus sollen die mechanischen Eigenschaften möglichst hoch sein. Dieser optimale Parametersatz wird beispielhaft mittels einer FEM-Berechnung auf das Diffusionsschweißen einer dem Kreuzstrom-Mikrowärmetauscher ähnlichen Probe übertragen.

Zuerst werden metallographische Untersuchungen wie Kornwachstum-, Ausscheidungsuntersuchungen und Untersuchungen der Oberflächenchemie an Blechproben in einem für den Diffusionsschweißprozess relevanten Temperaturbereich zum besseren Verständnis der mikrostrukturellen Eigenschaften des Werkstoffes durchgeführt. Bei der Korngrößenuntersuchung zeigt sich, dass die Körner als isotrop angenommen werden können. Die Kornwachstumsuntersuchung bis zur Lösungsglühungstemperatur des Werkstoffes bei 1122 °C mit einer konstanten Wärmebehandlungszeit von 4 h zeigt, dass die Rekristallisation bei einer Temperatur von ca. 1000 °C beginnt. Bei einer Temperatur von 1050 °C vergrößert sich der mittlere Korndurchmesser mit langsamer Wachstumsgeschwindigkeit bis auf 15 % vom Anlieferungszustand (ca. 50 µm) bei 4 h Wärmebehandlungszeit bzw. auf 26 % bei 8 h. Wird die Temperatur um nur 2 K erhöht, vergrößern sich die Körner bei 4 h Wärmebehandlungszeit aufgrund der im Blech gespeicherten inneren Energie schlagartig bis auf 74 % vom Anlieferungszustand. Diese Kornvergrößerung verringert die Zugfestigkeiten des Werkstoffes. Bei einer Temperatur von 1100 °C ist der mittlere Durchmesser um ca. 144 % größer als der im Anlieferungszustand. Damit ist die von IMVT angegebene Schweißtemperatur zum Diffusionsschweißen von Blechmaterial nicht optimal.

Die AES-Analyse bei Temperaturen zwischen 800 °C bis 1100 °C zeigt, dass Hastelloy® C-22® bei ca. 800 °C bis 1050 °C eine Mo-reiche Phase an der Korngrenze bildet. Im Temperaturbereich zwischen $900\text{ °C} < T < 1050\text{ °C}$ werden neben der Mo-reichen Phase auch noch Metallkarbide in der Korngrenze ausgeschieden. Bei 1050 °C gibt es nur noch vereinzelte Ausscheidungen der Mo-reichen Phase an den Korngrenzen, und das Metallkarbid ist nicht mehr zu finden. Die Ausscheidungen verschlechtern nicht nur die Korrosionsbeständigkeit des Werkstoffes, sondern auch die mechanischen Eigenschaften, insbesondere die Duktilität an der Korngrenze oder später am Grenzbereich der Diffusionsschweißprobe. Bei den Kerbschlagbiegeversuchen von wärmebehandelten Proben wird der Effekt dieser Ausscheidungen festgestellt, bei der in einem Temperaturbereich zwischen 700 °C und 1050 °C die Kerbschlagenergie drastisch abnimmt, so dass bei Temperaturen zwischen 900 °C und 1000 °C nur noch ca. 43 % der Kerbschlagenergie der Probe im Anlieferungszustand übrig bleibt. Bei den Zugversuchen haben die Ausscheidungen keine Wirkung auf die Zugfestigkeit. Im Gegensatz dazu zeigt die Bruchdehnung die gleiche Tendenz wie die Kerbschlagenergie aber in geringerem Ausmaß. Mit der AES-Analyse wird auch die Oberflächenchemie senkrecht zur Blechoberfläche im Anlieferungszustand untersucht. Das Ergebnis zeigt, dass sich ein erhöhter Anteil von C-Atomen auf der Oberfläche befindet. Eine Verunreinigung von Al₂O₃ wird bis zu einer Tiefe von 600 nm der Oberfläche festgestellt.

Auf der Basis der in dem Diffusionsschweißmodell betrachteten Transportmechanismen über die plastische Verformung und das Kriechen werden die 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$) und das Kriechgesetz des Werkstoffes ermittelt. Statt Blechproben wird für diese Untersuchung Plattenmaterial verwendet. Die Kennlinie der $R_{p0,2}$ -Werte wird in einem Temperaturbereich zwischen RT bis 1122 °C mit einem Polynom angenähert. Diese $R_{p0,2}$ -Werte gelten auch als Anhaltswerte für die Kriechversuche, die bei verschiedenen Temperaturen zwischen 700 °C und 1100 °C und mit verschiedenen Drücken zwischen 15 MPa bis 500 MPa durchgeführt werden. Die Kriechversuche zeigen, dass die sekundäre Kriechrate von Hastelloy® C-22® einem Potenzgesetz folgt. Diese beiden Hochtemperaturversuche zeigen, dass Diffusionsschweißprozesse unterhalb von 700 °C hohe Schweißdrücke und Schweißzeiten benötigen, weil die $R_{p0,2}$ -Werte noch sehr hoch sind und keine Kriechneigung unterhalb des $R_{p0,2}$ -wertes bemerkbar ist.

Aus den oben erwähnten Untersuchungsergebnissen ist ersichtlich, dass zum Einen zur Befreiung von der 600 nm tiefen Al_2O_3 -Schicht die Probenoberfläche vor dem Diffusionsschweißen abgetragen werden soll. Zum Oberflächenabtragen werden Schleifverfahren bevorzugt. Nach der Untersuchung der geschliffenen Oberfläche zeigt sich, dass sich die mit dem P-2500 Schleifpapier geschliffene Oberfläche am besten für das Diffusionsschweißen eignet. Zum Anderen soll die optimale Diffusionsschweißtemperatur 1050 °C betragen. Diese Temperatur liegt bei ca. 79 % der absoluten Schmelztemperatur dieses Werkstoffes und befindet sich im üblichen Temperaturbereich eines Diffusionsschweißprozesses ($0,5 T_m - 0,8 T_m$).

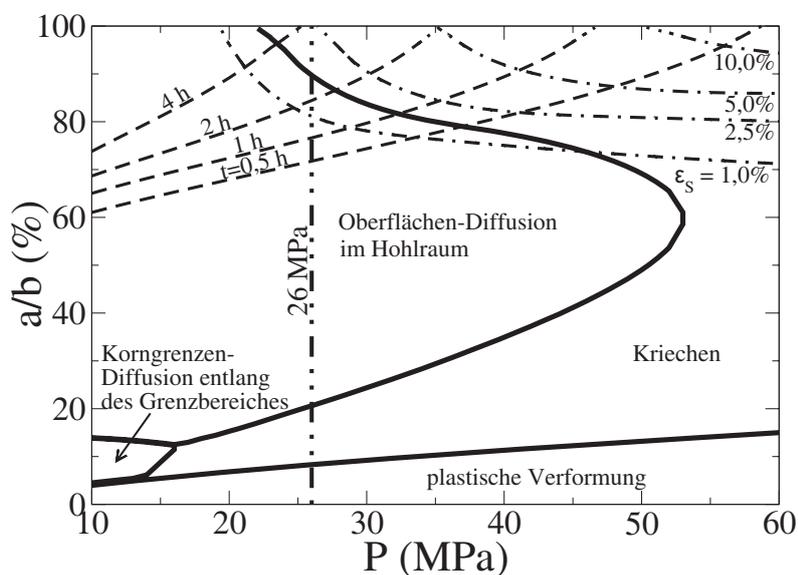


Abb. 8-1: Diffusionsschweißdiagramm. Gerechnet bei 1050 °C mit $h = 0,771 \mu\text{m}$ und $c = 4 \mu\text{m}$

Das Diffusionsschweißmodell ist ein elliptisches Hohlraummodell, das alle sieben Transportmechanismen beinhaltet, welche auch bei Sinterverfahren zu finden sind. Zur Berechnung der Diffusionsschweißparameter wird das Modell in einem Computerprogramm implementiert. Die notwendigen Werkstoffdaten für die Transportmechanismen durch den Diffusionsvorgang werden aus der Literatur übernommen. Die Werkstoffdaten für die Transportmechanismen durch die plastische Verformung und das

Kriechen werden von den oben erwähnten Laborversuchen genommen. Bei einer Diffusionsschweißtemperatur von 1050 °C wird für die mit dem P-2500 Schleifpapier geschliffenen Blechproben ein Diffusionsschweißdiagramm (Abb. 8-1) erstellt, in dem die dominanten Transportmechanismen in bestimmten Bereichen existieren. In einem Druckbereich zwischen 10 MPa und 60 MPa sind die Oberflächendiffusion in Hohlräumen, die Korngrenzendiffusion entlang dem Grenzbereich und das Kriechen nach der plastischen Verformung die

dominanten Transportmechanismen. Es wird ein Schweißdruck gewählt, bei dem das Kriechen nicht der dominante Mechanismus ist. Daraus folgt ein Parametersatz von 1050 °C, 26 MPa und 3,6 h, womit bei einem Diffusionsschweißprozess eine Kriechdehnung von 2,5 % erzielt wurde. Dieser wird als Referenzparametersatz angenommen.

Zwei Arten von Diffusionsschweißversuchen werden mit den Proben ohne Kanalstrukturen durchgeführt. Bei den nur mit Stabmaterial durchgeführten Schweißversuchen ergibt sich, dass der aus der Erfahrung gewonnene Parametersatz von IMVT (1100 °C, 20 MPa und 1 h) wegen der niedrigen Zähigkeit nicht der Optimale ist. Laut der Modellberechnung soll die Schweißdauer ca. 20 h betragen. Mit dem Parametersatz der Modellberechnung (1080 °C, 30 MPa und 6 h) erhöht sich die Duktilität der Schweißprobe um mehr als das Doppelte. Die gemittelte Kerbschlagenergie liegt bei 7,94 J oder ca. 62 % des Anlieferungszustands.

Aus den Diffusionsschweißversuchen mit dem Blechmaterial geht hervor, dass durch die 600 nm dicke Al_2O_3 -Schicht auf der Probenoberfläche der Transportmechanismus durch Diffusion verhindert wird, so dass die Kerbschlagenergie nur bei ca. 20 % des Anlieferungszustandes liegt, oder um 61 % niedriger als die der Referenzprobe ist. In diesem Fall kann die Modellberechnung die Schweißqualität nicht vorhersagen.

Wie die Modellberechnung gezeigt hat, ist die Schweißqualität bezogen auf die Kerbschlagenergie abhängig von den Diffusionsschweißparametern wie dem Schweißdruck, der Schweißdauer und der Oberflächenrauheit. Bei der Variation des Schweißdrucks und der Schweißdauer zeigen die Schweißproben die maximale Kerbschlagenergie, wenn die maximale Schweißfläche bei der Modellberechnung erreicht ist. Bei einer weiteren Erhöhung der Schweißdauer oder des Schweißdruckes bleibt die Kerbschlagenergie konstant bei ca. 51 % des Grundwerkstoffes. Diese Einschränkung liegt vermutlich an der Anwesenheit von Oxidpartikeln an der Schweißnaht. Bei der Variation der Schweißdauer zeigt sich, dass ein Diffusionsschweißprozess mit Hastelloy[®] C-22[®] bei einer Schweißdauer weniger als ca. 3,6 h ohne drastische Verringerung der Duktilität der Schweißnaht nicht möglich ist, weil sich bei niedriger Schweißdauer Metallkarbide am Grenzbereich bilden. Bei ausreichend langer Schweißdauer löst sich die Verbindung wieder auf und diffundiert in die Matrix hinein.

Die Zugversuche der geschweißten Proben ergeben, dass die Zugfestigkeiten im Allgemeinen sehr hoch sind und im Zugfestigkeitsbereich des Grundwerkstoffes liegen. Selbst bei der nicht geschliffenen Probe sowie bei der Probe mit kurzer Schweißdauer liegen die Zugfestigkeiten mindestens bei 90 % der Zugfestigkeit des Anlieferungszustandes.

Aus den Versuchsergebnissen geht hervor, dass die Modellberechnung die Schweißqualität gut vorhersagen kann. Der optimale Parametersatz nach der Modellberechnung stimmt mit den Versuchsergebnissen überein und beträgt 1050°C, 26 MPa und 3,6 h. Die Kriechdehnung liegt bei 3,2 %. Aufgrund der Dehnungsbehinderung wurde der Schweißdruck zum Diffusionsschweißen von einer dem Mikrowärmetauscher ähnlichen Probe anhand einer FEM-Berechnung angepasst. Dieser beträgt 11,7 MPa bezogen auf die Gesamtfläche.

Das Diffusionsschweißen von Mikrokanalstrukturen zeigt, dass es ein bis drei Körner in Richtung sowohl der Stegdicke als auch der Kanalbodendicke gibt, die jeweils nur 100 µm dick ist. Die dem Kreuzstrom-Mikrowärmetauscher ähnlichen Diffusionsschweißprobe kann eine

einachsige Zugbelastung > 50 kN ertragen, welche einer Zugfestigkeit, die sich auf die Gesamtkontaktfläche bezieht, von > 495 MPa entspricht. Die Kerbschlagenergie beträgt 18 J. Bei den licht- und rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen an den Stegen ist zu erkennen, dass die Stege eingeschnürt sind, und die Bruchstelle nicht an der Schweißnaht liegt. Damit konnte demonstriert werden, dass diese Arbeit mit dem gewählten Optimierungskonzept zu einer wesentlichen Verbesserung des Diffusionsschweißprozesses von Wärmetauschern aus Hastelloy® C-22® beigetragen hat.

9 Literatur

- [1] K. Schubert, *Metallische Mikrostrukturapparate- neue Wege in der Verfahrenstechnik*, Nachrichten (Forschungszentrum Karlsruhe), Mikrotechnik, 34 (2002), 119-127.
- [2] V. Toth, persönliche Mitteilung, IMVT, Forschungszentrum Karlsruhe, 2007
- [3] A Shirzadi, *Diffusion Bonding*, <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2005/Amir/bond.html>
- [4] J. Disam, Lemwerder und D. Mietrach, *Diffusionsschweißen von Bauteilen in der Luft- und Raumfahrt*, Hart- und Hochtemperaturlöten und Diffusionsschweißen, 69 (1981), 160-165
- [5] B. Derby, E.R. Wallach, *Joining method in space: a theoretical model for diffusion bonding*, Acta Astronautica, 7 (1980), 685-698
- [6] P.F. Mendez, T.W. Eager, *Welding processes for aeronautics*, Advanced Materials and Processes (2001), p. 39-43
- [7] A. von der Weth, H. Kempe, *HIP joint development*, Forschungszentrum Karlsruhe (Interner Bericht), Fusion Nr. 217 (2003)
- [8] A. von der Weth, *Influence of material deviations in the new Eurofer batch 97/2 and U-DW process parameter deviations on a U-DW process*, Forschungszentrum Karlsruhe (Interner Bericht), Fusion Nr. 282 (2006)
- [9] A. von der Weth, *Manufacturing of HCPB cooling plates by diffusion welding*, Forschungszentrum Karlsruhe (Interner Bericht), Fusion Nr. 306 (2007)
- [10] E. Macherauch, *Praktikum in Werkstoffkunde*, Vieweg, 5. Auflage (1984).
- [11] Robert E. Reed-Hill, *Physical metallurgy principles*, PWS Publishing Company, 3. Ausgabe (1994)
- [12] G. Merckling, D. Viereck, D. Löhe, O. Vöhringer, E. Macherauch, *Festigkeitsverhalten von Brennkammerwerkstoffen unter statischer und quasistatischer Beanspruchung*, SFB 167 (2. Halbjahr 1984 – 1. Halbjahr 1987)
- [13] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer-Verlag, 3. Auflage, Berlin, Heidelberg (2007)
- [14] B. Pegel, *Diffusion in Metallischen Werkstoffen: Physikalische Grundlagen der Diffusion*, VEB Deutsche Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1970)

-
- [15] N.F. Kazakov, *A theory of diffusion bonding*, Diffusions bonding of Materials, Mir Publisher, Moscow (1985)
- [16] B. Ilschner, *Hochtemperatur-Plastizität: Warmfestigkeit und Warmverformbarkeit metallischer und nichtmetallischer Werkstoffe*, Springer-Verlag, Berlin (1973)
- [17] R.W. Hertzberg, *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, John Wiley & Sons Inc., 4th Edition (1996).
- [18] T.H. Courtney, *Mechanical behaviour of materials*, McGraw-Hill Publishing Company, International Edition, ISBN 0-07-013265-8, Singapore (1990).
- [19] F.R.N. Nabarro, *Deformation of crystals by the motion of single ions*, Report of a conference on strength of solids, Physical Society, London (1948), p. 75-90
- [20] C. Herring, *Diffusional viscosity of a polycrystalline solid*, Journal of Applied Physics, Vol. 21 (1950), p. 437-445
- [21] R.L. Coble, *A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials*, Journal of Applied Physics, Vol. 34, No. 6 (1963), p. 1679-1682
- [22] N.F. Kazakov, *An outline of diffusion bonding in vacuum*, Diffusion Bonding of Material, Mir Publishers (1985).
- [23] P.M. Bartle, *Introduction to diffusion bonding*, Metal Construction and British Welding Journal (1969), p. 241-244
- [24] E.R. Wallach, *Intermetallics in solid phase welds*, Advances in Welding Processes, Paper No. 20 (1978), p. 11-21
- [25] S. Elliot, E.R. Wallach, *Joining aluminium to steel, Part 1: Diffusion Bonding*, Metal Construction, 13 (3) (1981), p. 167-171
- [26] V.F. Kvasnitsky, N.A. Mashkova, *Bonding of high-temperature alloys, nickel and nickel alloys*, Diffusions bonding of Materials, Mir Publisher (1985)
- [27] A.A. Shirzadi, E.R. Wallach, *New method to diffusion bond superalloys*, Science and Technology of Welding and Joining, Vol. 9, No.1 (2004), p. 37-40
- [28] A.A. Shirzadi, E.R. Wallach, *Surface treatment of oxidizing materials*, US Patent 6669534 (2003)
- [29] J. Frenkel, *Viscous flow of crystalline bodies under the action of surface tension*, Journal of Physics, Vol. IX, No.5 (1945), 385-391
- [30] W. Schatt, *Sintervorgänge, Die Grundlagen*, VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf (1992)

- [31] R.M. German, *Sintering theory and practice*, John Wiley & Sons Inc (1996)
- [32] W.D. Kingery and M. Berg, *Study of the initial stages of sintering solids by viscous flow, evaporation-condensation, and self-diffusion*, Journal of Applied Physics; Vol. 26, No. 10 (1955), p. 1205-1212
- [33] G.C. Kuczynski, *Self-diffusion in sintering of metallic particle*, Trans. AIME 185 (1949), 169
- [34] F.A. Nichols and W.W. Mullins, *Morphological changes of a surface of revolution due to capillarity-induced surface diffusion*, Journal of Applied Physics, Vol. 36, No. 6 (1965), p. 1826-1835.
- [35] G.C. Kuczynski, *The mechanism of densification during sintering of metallic particles*, Acta Metallurgica, Vol. 4 (1956), p. 58-61.
- [36] T.L. Wilson and P.G. Shewmon, *The role of interfacial diffusion in the sintering of copper*, Transaction of the Metallurgical Society of AIME, Vol. 236 (1966), p. 49-57.
- [37] L. Seigle, *Role of grain boundaries in sintering*, Kinetics of high-temperature processes, edited by W.D. Kingery, Technology Press, MIT, and Wiley, New York (1959), p. 172-178.
- [38] W.H. King, W.A. Owczarski, *Diffusion welding of commercially pure titanium*, Weld J. Res. Suppl., 46 (1967), 289
- [39] A. Hill, E.R. Wallach, *Modelling solid-state diffusion bonding*, Acta Metall., Vol 37, No. 9 (1989), p. 2425-2437
- [40] C.H. Hamilton, *Pressure requirements for diffusion bonding titanium*, Titanium science and technology, edited by R.I. Jaffee and M.M. Barte, Vol. 1 (1973), p. 625-648.
- [41] J.M. Gerken and W.A. Owczarski, *A review of diffusion welding*, Welding Research Council, No. 109 (1965).
- [42] M.W. Mahoney, C.C. Bampton, *Fundamental of diffusion bonding*, ASM Handbook, Vol. 6: Welding, Brazing and Soldering (1993)
- [43] G. Garmong, N.E. Paton and A.S. Argon, *Attainment of full interfacial contact during diffusion bonding*, Metallurgical Transaction A, Vol. 6A (1975), p. 1269-1279.
- [44] B. Derby and E.R. Wallach, *Theoretical model for diffusion bonding*, Metal Science, Vol. 16 (1982), p. 49-56.
- [45] B. Derby and Wallach, *Diffusion bonding: development of theoretical model*, Metal Science, Vol.18 (1984), p. 427-431

- [46] J. Pilling, D.W. Livesey, J.B. Hawkyard and N. Ridley, *Solid state bonding in superplastic Ti-6Al-4V*, Metal Science, Vol. 18 (1984), p. 117-122.
- [47] B. Derby and E.R. Wallach, *Diffusion bonds in Copper*, Journal of Materials Science 19 (1984), p. 3140-3148
- [48] B. Derby and E.R. Wallach, *Diffusion bonds in iron and a low-alloy steel*, Journal of Materials Science 19 (1984), p. 3149-3158
- [49] M.T. Salehi, J. Pilling, N. Ridley, D.L. Hamilton, *Isotatic diffusion bonding of superplastic Ti-6Al-4V*, Materials Science and Engineering, A150 (1992), p. 1-6
- [50] L. Issler, H. Ruoß und P. Häfele, *Festigkeitslehre-Grundlagen*, Springer Verlag, 2. Auflage (1997)
- [51] W. Johnson, R. Sowerby and R.D. Venter, *Plain-strain slip-line fields for metal-deformation processes*, Pergamon Press, Oxford (1982)
- [52] D.L. Johnson, *New method of obtaining volume, grain boundary and surface diffusion coefficients from sintering data*, Journal of applied physics, Vol. 40, No. 1 (1968), p. 192-200
- [53] J.W. Hancock, *Creep cavitation without a vacancy flux*, Metal Science (1976), p. 319-325.
- [54] Harwell Subroutine Library, AERE Harwell, Oxfordshire (1984).
- [55] J.L. Everhart, P.E., *Engineering properties of nickel and nickel alloys*, Plenum Press (1971)
- [56] V.F. Kvasnitsky, Nikolajev, *Diffusion bonding and brazing of modern heat-proof materials*, Hart- und Hochtemperaturlöten und Diffusionsschweißen, DVS-Verlag, DVS-Berichte Band 148 (1992), p. 183-148.
- [57] Haynes International; Hastelloy® C-22® alloy, Nr: H-2019F
- [58] Elgiloy Specialty Metals; Werkstoffzeugnis
- [59] E.A. Clark, R. Yeske and H. K. Birnbaum, *The effect of hydrogen on the surface energy of nickel*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 11, No. 11 (1980), p. 1903-1908.
- [60] J. Kudrman, J. Cadek, *Relative grain boundary free energy and surface free energy of some metals and alloys*, Czech. J. Phys. B, 19 (1969), p. 1337-1342.
- [61] H.P. Bonzel, *Surface diffusion on metals*, Landolt-Börnstein, Group III, Vol. 26, edited

- by O. Mandelung, Springer Verlag (1990)
- [62] I. Kaur, W. Gust, *Grain and interphase boundary diffusion*, Landolt-Börnstein, Group III, Vol. 26, edited by O. Mandelung, Springer Verlag (1990).
- [63] C.E. Mortimer und U. Müller, *Chemie: Das Basiswissen der Chemie*, Thieme Verlag, 8. Auflage, ISBN 3-13-484308-0, Stuttgart (2003).
- [64] *Nickel: Eigenschaften, Verarbeitung und Verwendung*, Nickel Informationsbüro GmbH, 1. Auflage (1964)
- [65] C. Schroer und J. Konys, *Materialwissenschaftliche Aspekte bei Herstellung und Betrieb metallischer Mikrostrukturapparate*, KOR-Notiz 01/2004; Forschungszentrum Karlsruhe (2004)
- [66] P. Villars, A. Prince and H. Okamoto, *Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams*, ASTM International (1995)
- [67] M. Streicher, *Effect of composition and structure on crevice, intergranular and stress corrosion of some wrought Ni-Cr-Mo-alloys*, Corrosion 32 (1976), p. 79-93
- [68] M. Raghavan, B.J. Berkowitz, J.C. Scanlon, *Electron microscopic analysis of heterogeneous precipitates in Hastelloy C-276*, Met. Trans. 13 A (1982), p. 979-984
- [69] U. Heubner, M. Köhler, *Das Zeit-Temperatur-Ausscheidungs- und das Zeit-Temperatur-Sensibilisierungs-Verhalten von hochkorrosionsbeständigen Nickel-Chrom-Molybdän-Legierungen*, Werkstoff und Korrosion 43 (1992), VCH Verlagsgesellschaft mbH, p. 181-190
- [70] Schumann, *Metallographie*, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1960).
- [71] M. Kopf, G. Haufler, H.G. Mayer, N. Reheis, D. Sporer, *Diffusionsschweißen einer ferritischen ODS-Superlegierung mit artgleichen sowie nicht artgleichen Schweißpartnern*, Hart- und Hochtemperaturlöten und Diffusionsschweißen, DVS-Berichte Band 148 (1992), p. 50-53.
- [72] J. Kleicker, *Fügen von ODS-Legierungen mittels Diffusionsschweißen*, Hart- und Hochtemperaturlöten und Diffusionsschweißen, DVS-Berichte Band 125 (1989), p. 53-53-56.
- [73] M.F. Ashby, *A first report on sintering diagrams*, Acta Metallurgica, Vol. 22 (1974), p. 275-289

Anhang A

Anhang A.1 : Messwerte der mittleren Korndurchmesser

a.) 4 h lang wärmebehandelt

Temp.(°C)	RT	700	750	800	900	1000	1050	1052	1057
1*	49,2	48,7	49,6	48,3	48,1	50,9	56,7	87,2	95,1
2*	42,2	39,5	40,3	38,5	40,9	45,6			
3*	41,2	39,4	41,7	40,4	38,3	43,7			
4*			38,9	39,1	41,7				
5*			44,2	39,6	38,2				

Temp.(°C)	1067	1080	1100	1122
1*	104,8	107,8	121,7	122,2
2*			117,5	
3*			111,9	

1* : Walzebene (Kreisverfahren)

2* : Walzrichtung (Durchmesserverfahren)

3* : Quer zur Walzrichtung (Durchmesserverfahren)

4* : Walzrichtung auf der Probendicke (Durchmesserverfahren)

5* : Quer zur Walzrichtung der Probendicke (Durchmesserverfahren)

b.) Wärmebehandelt in verschiedenen langen Zeiten und jeweils bei konstanten Temperaturen. Ausgewertet mit Kreisverfahren

Zeit (h)	0,5	1	2	3	4	6	8
1050°C					56,7	59,1	62,9
1052°C		68,3	63,7	71,2	87,2		
1057°C	75,8	76,1	73,9	75,7	95,1		
1067°C		80,9			104,8		

Anhang A.2 : Messwerte der Zugversuche

a.) $\dot{\varepsilon} = 0,01$ 1/s

Temp.(°C)	RT	306	513	704	806	897	1005	1105	1123
$R_{p0,2}$ (MPa)	464	297	297	270	244	220	195	123	72
R_m (MPa)	845	684	632	588	464	285	202	123	76

b.) $\dot{\epsilon} = 0,03$ 1/s

Temp.(°C)	RT	334	706	806	938	1001	1121
$R_{p0,2}$ (MPa)	437	294	249	243	217	174	88
R_m (MPa)	826	658	571	494	314	197	89

Anhang A.3 : Messwerte der Kriechversuche

	Kriechrate, $\dot{\epsilon}_s$ $\left(\frac{\%}{h}\right)$								
	700°C	750°C	800°C	850°C	900°C	950°C	1000°C	1050°C	1100°C
15 MPa									0,213
20 MPa									1,469
25 MPa									3,970
30 MPa									9,011
40 MPa							1,753	8,100	24,003
55 MPa							4,876		
70 MPa					1,347	5,719	16,083		
100 MPa					5,313	20,711	88,252		
120 MPa					13,322				
150 MPa			1,234	8,237	33,282				
200 MPa			4,261						
245 MPa			11,736						
300 MPa	0,585	4,730	29,548						
375 MPa	1,474								
450 MPa	3,653								
500 MPa	5,449								

Anhang A.4 : Messwerte der wärmebehandelten Zug- und Kerbschlagprobe

Temp. (°C)	RT	700	800	900	1000	1050	1080
$R_{p0,2}$ (MPa)	464	430	441	423	397	354	334
R_m (MPa)	845	829	830	831	831	780	735
A_B (%)	51,65	59,34	55,41	51,45	52,96	60,09	63,85
KV (J)	13,7	15,1		6,0	6,3	12,9	14,6

Anhang A.5 : Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Stabmaterial mit Stabmaterial)

		1.Probe	2.Probe	3.Probe	4.Probe
1	R_m (MPa)	743,1	734,8		
	KV (J)	5,70	2,56	2,58	4,25
2	R_m (MPa)	749,2	756,8		
	KV (J)	7,80	7,31	7,33	9,34

wobei: 1. Parametersatz: 1100 °C, 20 MPa, 1 h (IMVT)

2. Parametersatz: 1080 °C, 30 MPa, 6 h

Anhang A.6 : Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Referenzprobe und nicht geschliffene Probe)

		1.Probe	2.Probe	3.Probe	4.Probe	5.Probe	6.Probe
1	R_m (MPa)	746,8	744,3				
	KV (J)	6,53	7,19	7,54	5,18	8,39	7,28
2	R_m (MPa)	704,8	701,2				
	KV (J)	1,60	1,56	1,46	1,47	1,55	1,58
3	R_m (MPa)	699,7	701,0				
	KV (J)	2,50	2,08	2,87	3,83	2,76	1,93

wobei: 1. Referenzprobe

2. nicht geschliffene Probe und 3,6 h lang geschweißt

3. nicht geschliffene Probe und 11 h lang geschweißt

Anhang A.7 : Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Variation der Druckspannung)

		1.Probe	2.Probe	3.Probe	4.Probe	5.Probe	6.Probe
1	R_m (MPa)	749,2	748,4				
	KV (J)	5,3	5,7	4,7	5,5	5,8	5,8
2	R_m (MPa)	753,8	753,3				
	KV (J)	4,8	6,6	7,1	5,1	6,4	7,0
3	R_m (MPa)	738,8					
	KV (J)	7,4	6,8	6,3	8,6	6,3	6,8

wobei: 1. mit einer Druckspannung von 18 MPa und 3,6 h lang geschweißt
 2. mit einer Druckspannung von 22 MPa und 3,6 h lang geschweißt
 3. mit einer Druckspannung von 30 MPa und 4,0 h lang geschweißt

Anhang A.8 : Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Variation der Schweißdauer)

		1.Probe	2.Probe	3.Probe	4.Probe	5.Probe	6.Probe
1	R_m (MPa)	727,2	672,8				
	KV (J)	4,8	5,0	4,2	4,5	4,0	4,8
2	R_m (MPa)	749,1	738,3				
	KV (J)	3,5	4,4	5,8	3,8	4,1	7,0
3	R_m (MPa)	748,8	739,2				
	KV (J)	8,7	6,1	7,9	6,7	6,6	5,4

wobei: 1. 0,4 h lang geschweißt
 2. 2,0 h lang geschweißt
 3. 8,0 h lang geschweißt

Anhang A.9 : Messwerte von der Zug- und Kerbschlagversuche der geschweißten Probe (Variation der Oberflächenrauheit)

		1.Probe	2.Probe	3.Probe	4.Probe	5.Probe	6.Probe
1	R_m (MPa)	757,7	750,1				
	KV (J)	4,4	3,8	4,6	4,1	4,3	4,3
2	R_m (MPa)	758,3	744,8				
	KV (J)	6,3	4,7	4,1	3,6	5,0	4,4

wobei: 1. mit 500-tem Schleifpapier
2. mit 1000-tem Schleifpapier

Anhang B

Anhang B.1 : Kurvenverläufe der 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$) und der Zugfestigkeit (R_m)

