

DISSERTATION ZU MASCHINEN UND GERÄTEBAU E61

Diffusionsschweißen von Werkstoffen mit unterschiedlichen Eigenschaften

STEFFEN DAHMS

TALLINN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY
Faculty of Mechanical Engineering
Department of Materials Engineering

Dissertation was accepted for the defence of the degree of Doctor of Philosophy in Engineering on February 10th, 2011

Supervisors: Prof. Renno Veinthal, Department of Materials Engineering,
Tallinn University of Technology, ESTONIA

Prof. Dr.-Ing. habil. Günter Köhler, Steinbeis Produktions- und
Fügetechnik GmbH, Jena, GERMANY

Opponents: D.Sc.Eng Ilmars Zalite, Institute of Inorganic Chemistry, Riga
Technical University, LATVIA

Prof. emeritus Rein Laaneots, Department of Mechatronics,
Tallinn University of Technology, ESTONIA

PhD Aleksei Hõbemägi, Federation of Estonian Engineering
Industry, ESTONIA

Defence of the thesis: June 15, 2011 at 11.00, Tallinn University of
Technology, Ehitajate tee 5, room V-215.

Declaration:

Hereby I declare that this doctoral thesis, my original investigation and
achievement, submitted for the doctoral degree at Tallinn University of
Technology has not been submitted for any academic degree.

/Steffen Dahms/

Copyright: Steffen Dahms, 2011

ISSN: 1406-4758

ISBN: 978-9949-23-120-1 (publication)

ISBN: 978-9949-23-121-8 (PDF)

THESIS ON MECHANICAL AND INSTRUMENTAL ENGINEERING E61

Diffusion Welding of Different Materials

STEFFEN DAHMS

TUT
PRESS

MASINA- JA APARAADIEHITUS E61

Erinevate materjalide difusioonkeevitus

STEFFEN DAHMS

Danksagungen

Die vorliegende Dissertation ist in Verbindung mit der Bearbeitung der Forschungsprojekte „Diffusionsfügen von Keramiken“ (VF080016) und „Gradient - Verfahrensentwicklung zum Diffusionsschweißen von Werkstoffen mit unterschiedlichen Eigenschaftsprofilen“ (IW091046) am Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH in Jena entstanden.

Mein Dank gilt deshalb zuerst der Institutsleitung des Günter-Köhler-Institutes, und dabei vor allem dem langjährigen Geschäftsführer, Prof. G. Köhler, die es mir ermöglichten, die Erstellung der Dissertation mit der Bearbeitung vorgenannter Forschungs-aufgabenstellungen des Institutes zu verbinden.

Die Bearbeitung der Dissertationsthematik bedingte die enge wissenschaftliche Wechselwirkung mit der Tallinn University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering – Department of Materials Engineering, Estonia, mit der das Institut bereits vor Jahren wissenschaftliche Beziehungen aufgenommen hat. Für die Möglichkeit diese zu nutzen möchte ich mich bei der Leitung beider Einrichtungen ebenso bedanken, wie ich den Kollegen beider Einrichtungen für deren ideelle und fachliche Unterstützung danke.

Insbesondere gilt mein Dank den Kollegen der Abteilung Fügetechnik, an der Spitze deren langjähriger Leiterin Frau Dr. rer. nat. Ursula Basler, für die fachliche und inhaltliche Begleitung der Dissertation. Desweiteren danke ich auch meinen ehemaligen Diplomanden Frau Anne-Kathrin-Fritze und Herrn Felix Gemse.

Mein Dank gilt auch der Arbeitsgruppe von Herrn Prof. Markus Rettenmayr vom Institut für Materialwissenschaft und Werkstofftechnologie der Friedrich-Schiller-Universität Jena, für deren fachliche Unterstützung und Herrn Frank Räbel für die Übersetzungen der zahlreichen wissenschaftlichen Publikationen und Ausarbeitungen der Fachvorträge in die englische Sprache.

Nicht zuletzt gilt der Dank meiner Familie und meinen Freunden, die mir verständnisvoll zur Seite standen wenn es erforderlich war.

INHALT

EINLEITUNG UND ZIELSTELLUNG	11
1 WISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHE BETRACHTUNGEN ZUM DIFFUSIONSSCHWEIßEN	13
1.1 Technologie des Diffusionsschweißens	13
1.2 Verfahrensparameter	16
1.2.1 Fügetemperatur	18
1.2.2 Fügedruck	19
1.2.3 Fügezeit	20
1.2.4 Fügeatmosphäre	21
1.2.5 Fügeoberflächen	22
1.3 Stoffschlüssiges Fügen von Mischverbindungen	24
1.3.1 Stand von Wissenschaft und Technik	24
1.3.1.1 Fügen von Nichtoxidkeramiken	24
1.3.1.2 Fügen von X5CrNi18-10 mit AlMg-Legierungen	27
1.3.2 Diffusionsschweißen mit und ohne Zwischenschichten	31
1.3.2.1 Diffusionsschweißen von gleichen Werkstoffen	32
1.3.2.2 Diffusionsschweißen von Mischverbindungen mit und ohne Zwischenschichten	33
2 CHARAKTERISIERUNG DER FÜGEWERKSTOFFE	35
2.1 Nichtoxidkeramiken	35
2.2 Keramische Zwischenschichten	38
2.3 X5CrNi18-10 und AlMg ₃	40
3 DIFFUSIONSPROZESSE	43
3.1 Stoffschluss und Festkörperdiffusion	43
3.2 Diffusionsprozesse in Nichtoxidkeramiken	47
3.3 Intermetallische Phasen und deren Einfluss auf die Mischverbindung X5CrNi18-10 mit AlMg ₃	51
4 EXPERIMENTELLE FÜGEUNTERSUCHUNGEN	58
4.1 Ausdehnungsverhalten der Fügepartner	58
4.1.1 Nichtoxidkeramiken	58
4.1.2 X5CrNi18-10 und AlMg ₃	60
4.2 Oberflächenvorbereitung	62
4.2.1 Nichtoxidkeramiken	63
4.2.2 X5CrNi18-10 und AlMg ₃	64

4.3	Diffusionsschweißen von Nichtoxidkeramiken mit Zwischenschichten.....	66
4.4	Diffusionsschweißen von X5CrNi18-10 mit AlMg3 ohne Zwischenschichten.....	68
5	ERGEBNISSE UND DISKUSSIONEN.....	71
5.1	Analytische Betrachtungen zu Nichtoxidkeramikverbunden.....	71
5.1.1	Charakterisierung der Verbindung LPS-SiC mit LPS-SiC.....	71
5.1.2	Charakterisierung der Verbindung SSN mit SSN.....	72
5.1.3	Charakterisierung der Verbindung AlN mit AlN.....	78
5.1.4	Charakterisierung der Mischverbindung AlN mit LPS-SiC.....	83
5.1.5	Festigkeitsuntersuchungen.....	90
5.1.6	Dichtheitsprüfung.....	95
5.2	Zusammenfassung.....	95
5.3	Analytische Betrachtungen zur Mischverbindung X5CrNi18-10 mit AlMg3.....	96
5.3.1	Charakterisierung der Mischerbindungen im Grobvakuum.....	96
5.3.2	Charakterisierung der Mischerbindungen im Hochvakuum.....	98
5.3.2.1	Qualitative Bewertung in Abhängigkeit der Fügezeit... ..	99
5.3.2.2	Qualitative Bewertung in Abhängigkeit der Fügezeit.....	103
5.3.2.3	EDX-Analysen.....	107
5.3.2.4	EBSD-Analyse.....	112
5.3.2.5	Ermittlung der Druckscherfestigkeiten.....	113
5.3.2.6	Ermittlung der Härteverläufe.....	118
5.3.3	Zusammenfassung.....	124
6	TECHNISCHE APPLIKATIONEN.....	127
7	SCHLUSSFOLGERUNGEN.....	129
	LITERATURQUELLEN.....	131
	KURZZUSAMMENFASSUNG.....	137
	SUMMARY.....	138
	KOKKUVÖTE.....	146
	PUBLICATIONS AND APPROBATION.....	154
	CURRICULUM VITAE.....	157

EINLEITUNG UND ZIELSTELLUNG

Das stoffschlüssige Fügen von Mischverbindungen aus metallischen, keramischen und silikatischen Werkstoffen mit- und untereinander ist die Herausforderung in der fügetechnischen Forschung. Wesentliche Schwerpunkte sind die Prozessstabilität, Reproduzierbarkeit und Wirtschaftlichkeit. Ziel dabei ist es, die vorteilhaften Eigenschaften der Werkstoffe in einem Verbund zu vereinen. Hierbei handelt es sich um Mischverbindungen, die ein graduelles Eigenschaftsprofil in der Verbindungszone aufweisen. Gradienteneigenschaften sind beispielsweise variierende chemische Zusammensetzungen oder unterschiedliches Ausdehnungsverhalten, Porositäten und Härteverläufe. Jedoch überwiegen zum gegenwärtigen Zeitpunkt nur artgleiche Metall-Metall- bzw. Keramik-Keramik-Verbindungen, so dass umfassende Untersuchungen zum stoffschlüssigen Fügen von Mischverbindungen noch ausstehen.

Die Herstellung und Anwendung innovativer Werkstoffkombinationen mit spezifischen Eigenschaften erfordert eine stetige Weiterentwicklung der Fügetechnik. Für viele technische Anwendungen, z.B. Werkstoffe für die Reaktortechnik oder Applikationen in der Luft- und Raumfahrt scheiden die gängigen Fügeverfahren Kleben, Weich-, Hart- und Hochtemperaturlöten aus. Die thermische Belastbarkeit der Lote ist auf Grund der Legierungselemente begrenzt und liegt unter 1200 °C. Eine weitere spezielle Anforderung ist, dass ein chemischer Fremdeintrag in der Fügezone ausgeschlossen wird.

Die differenzierten Eigenschaftsänderungen in den Fügezonen und die Festigkeit der Fügeverbunde selbst, stellen ein primäres Ziel dar. Einen innovativen Ansatz bietet das Diffusionsschweißen, wobei durch Festkörperdiffusionsprozesse hochfeste Werkstoff-verbunde herstellbar sind. Durch das Fügen im festen Zustand und durch die Optimierung der Fügeparameter können Verbundfestigkeiten und Alterungsbeständigkeiten erreicht werden, die dem Grundwerkstoff entsprechen. Dies ist eine Voraussetzung, um die hohen Qualitätsanforderungen für die oben genannten Applikationen zu erfüllen. Des Weiteren sind für eine Vielzahl von Werkstoffkombinationen keine Zwischenschichtmaterialien verfügbar.

Die vorliegende Dissertation erarbeitet Verbindungstechnologien zum Fügen von Nichtoxidkeramiken und Metall/Nichteisenmetall-Mischverbindungen. Mit Hilfe des Diffusionsschweißens werden zwei Verbindungskonzepte mit und ohne Zwischenschichten vorgestellt. Grundlage der Forschungsarbeiten ist ein Patent (DE102008040260A1-15.01.2009) des Fraunhofer Institutes IKTS in Dresden und des ifw in Jena. Dies bezieht sich auf die keramischen Zwischenschichten und auf die Fügetechnologie. An den exemplarischen Mischverbindungen:

- Nichtoxidkeramiken (Siliziumnitrid, Siliziumcarbid und Aluminiumnitrid) mit- und untereinander mit Zwischenschichten und
- X5CrNi18-10 mit AlMg3 ohne Zwischenschichten

werden werkstofftechnische und technologische Aspekte untersucht und die hergestellten Fügeverbindungen analysiert. Der wissenschaftliche Schwerpunkt liegt in der Betrachtung von Diffusionsprozessen in den Fügezonen. Hierzu erfolgte eine Charakterisierung der Diffusionsbereiche in den Fügezonen in Abhängigkeit der Fügeparameter. Weiterer Untersuchungsgegenstand ist die Gefügeausbildung in den Fügezonen, speziell die Bildung von intermetallischen Phasen und deren Einfluss auf die Verbundeigenschaften. Die experimentellen Untersuchungen bilden die Basis für reproduzierbare Verbindungskonzepte mit dem Ziel, stoffschlüssige und spannungsarme Mischverbindungen herzustellen. Durch die Weiterentwicklung des Fügeverfahrens Diffusionsschweißen für technische Anwendungen stehen einerseits die Form- und Maßhaltigkeit, andererseits der Erhalt der chemisch-physikalischen Eigenschaften, z.B. spannungsarme Verbunde oder Anwendungs-temperaturen über 1200 °C der Fügepartner im Vordergrund. Analytisch bewertet wird das thermische Ausdehnungsverhalten der Fügepartner, die mechanischen Festigkeiten und die Härteverläufe.

1 WISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHE BETRACHTUNGEN ZUM DIFFUSIONSSCHWEIßEN

1.1 Technologie des Diffusionsschweißens

Das Diffusionsschweißen ist ein Sonderschweißverfahren und hat das Ziel, stoffschlüssige Verbindungen herzustellen. Stoffschluss bedeutet, Fügen durch Stoffverbinden. Dabei ist das Stoffverbinden ein Fügen, bei dem durch den Bindemechanismus zwischen den am Fügen beteiligten Werkstoffen (Grundwerkstoffe, Zwischenschichten) ein Stoffschluss entsteht. Hierzu zählen beispielsweise die Fügeverfahren Schweißen, Löten und Kleben. Dabei wird der Stoffschluss durch Aufschmelzen des Grundwerkstoffes und/oder Schweiß- bzw. Lotwerkstoffes erzeugt. Beim Kleben erfolgt der Stoffschluss über Polymerreaktionen (Polymerisation, Polyaddition oder Polykondensation). Beim Fügen durch Schweißen erfolgt das unlösbare (stoffschlüssige) Vereinigen oder Beschichten der Werkstoffe in flüssigem oder plastischem Zustand unter Anwendung von Wärmeenergie und/oder Kraft mit oder ohne Zusatzwerkstoff. Die für den Schweißprozess benötigte Wärmeenergie wird dabei ausschließlich von außen in die Fügezone eingebracht. Gemäß DIN 1910 Teil 1 werden die schweißtechnologischen Fügeverfahren nach ihrem physikalischen Ablauf in die Verfahren des Schmelz- und Pressschweißens unterteilt. Entsprechend der Definition nach DIN 1910 Teil 2 werden beim Diffusionsschweißen die Werkstoffe im Vakuum, unter Schutzgas oder in einer Flüssigkeit erwärmt und unter Anwendung stetiger Kraft vorzugsweise ohne Schweißzusatz geschweißt. Die Bezeichnung des Sonderfügeverfahrens „Diffusionsschweißen“ impliziert bereits dessen Einordnung gemäß DIN 8593 nach dem Kriterium der „Art des Zusammenhalts unter Berücksichtigung der Art der Erzeugung“ eingeteilten Fügeverfahren in die Gruppe 4.6 „Fügen durch Schweißen“ [1]. Eine Einteilung der Schweißverfahren unter Anwendung von Wärme und Druck ist im Bild 1.1 dargestellt.

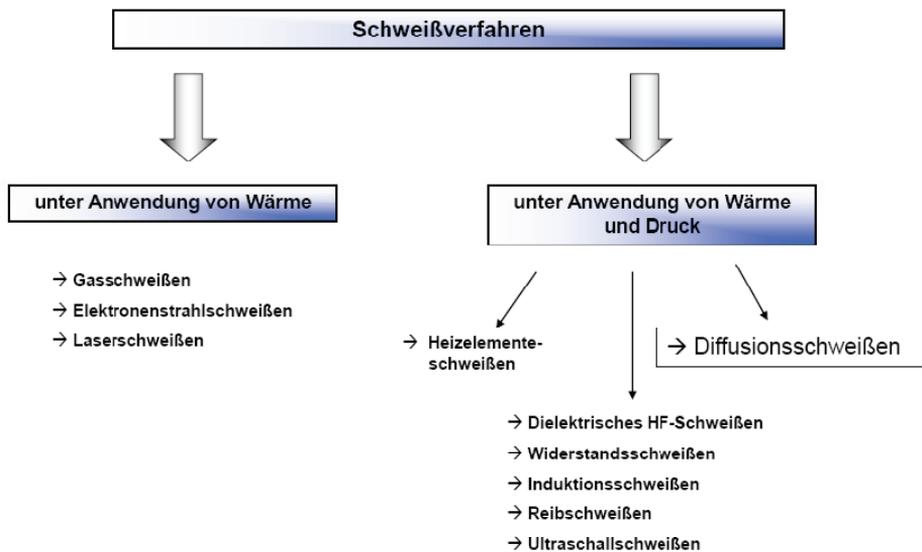


Bild 1.1 Einteilung der Schweißverfahren

Das Diffusionsschweißen ist ein Fügeverfahren, wobei die Verbindungsbildung im festen Zustand durch Atom- bzw. Ionenaustausch erfolgt. Wichtigstes Ziel ist, dass die Ausgangseigenschaften der Fügepartner erhalten bleiben. Voraussetzung für den Fügeprozess ist ein Grenzflächenkontakt zwischen den zu verschweißenden Oberflächen. Die Verbindungsbildung entsteht durch Oberflächendiffusion und Festkörperreaktionen, die in einem geeigneten Arbeitsmedium durch Anwendung von Wärme und Druck bewirkt werden.

Aus heutiger Sicht beschränkt sich das Diffusionsschweißen nicht nur auf metallische Werkstoffe. Eigene Untersuchungen haben gezeigt, dass sich dieses Verfahrenskonzept auch auf keramische oder silikatische Werkstoffe anwenden lässt. In allen durchgeführten Untersuchungen konnten stoffschlüssige Verbunde nachgewiesen werden. Wissenschaftliche Betrachtungen zur Verbindungsbildung von silikatischen Werkstoffen werden Gegenstand künftiger Grundlagenuntersuchungen sein. Es gibt wenige Literatur-hinweise, die den Bindungsmechanismus beschreiben. Hauptsächlich beschränkt sich dies auf Quarzglas und ausgewählte Glaskeramiken [2, 3]. Mit Hilfe von Zwischenschichten können Mischverbindungen, z.B. Metall/Keramikverbunde unter Beachtung der physikalischen Eigenschaften hergestellt werden (Bild 1.2). Eine wichtige physikalische Eigenschaft ist das thermische Ausdehnungsverhalten der Fügepartner.

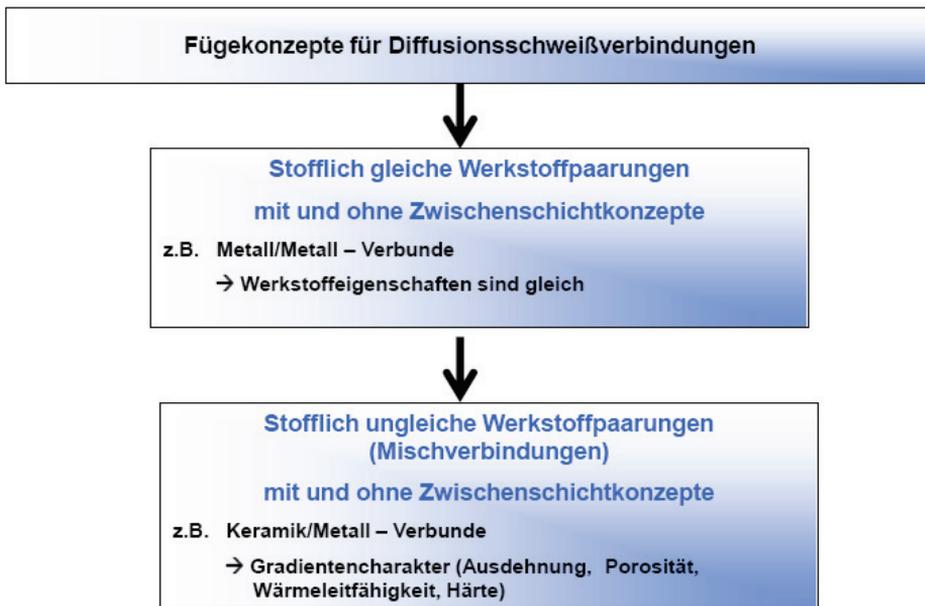


Bild 1.2 Fügekonzepte zum Diffusionsschweißen

Neben den Fügekonzepten sind wichtige Kriterien für technische Applikationen die anzustrebenden Verbundeigenschaften. Das Diffusionsschweißen erlaubt die Herstellung von gefügten Teilen mit hohen Verbundfestigkeiten oder graduell eingestellten Eigenschaftsprofilen (Ausdehnung, Porosität, Härte, Wärmeleitfähigkeit). Wichtige Verbundeigenschaften sind:

- hohe mechanische und thermische Belastbarkeit,
- hohe Alterungsbeständigkeit,
- hohe chemische Beständigkeit,
- hochvakuumdichte Fügeverbunde und die
- Herstellung eines flächigen und spannungsarmen Fügeverbundes.

Zum Fügen von Metallen, Gläsern und Glaskeramiken ist es erforderlich, dass nach dem Schweißprozess eine Wärmebehandlung durchgeführt werden muss. Abhängig vom Werkstoff liegt die Schweißtemperatur über der Rekristallisations- oder Transformationstemperatur. Durch die Wärmebehandlung tritt eine Rekristallisation und Kristallerholung ein. Verformungen und Eigenschaftsänderungen im Werkstoffgefüge werden korrigiert und schaffen somit die Voraussetzung für einen spannungsarmen Fügeverbund.

Neben den Verfahrensparametern, die im Abschnitt 1.2 näher erläutert werden, ist eine spezielle Ofentechnik für Diffusionsschweißprozesse erforderlich. Um Diffusionsprozesse auszulösen, spielt neben der

Fügetemperatur, die Oberflächenbeschaffenheit der Fügeflächen und die Fügekraft eine wichtige Rolle. Für eine Reihe technischer Applikationen ist ein präzisionsgenaues Fügen erforderlich. Im Vordergrund stehen daher die Maßhaltigkeit des Fügeverbundes und die gleichmäßige Verteilung der Fügekraft auf der gesamten Schweißoberfläche. Die Realisierung erfolgt über Schweißhilfsformen und Fügekraftverteilungselementen.

Diffusionsschweißanlagen sind komplexe technische Systeme. In Bild 1.3 und 1.4 ist ein Vakuumofen zum Fügen, Sintern, Entbindern und Wärmebehandeln dargestellt, der am Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH in Jena steht. Hier sind Schweißgeometrien von 450 x 450 mm realisierbar. Dabei handelt es sich um einen Vakuumofen, der mit einer Pressvorrichtung (1) und einem Pressstempel (2) bis 60 kN ausgestattet ist. Auf Chargierfüße (3) kann das zu verschweißende Material mit Schweißhilfsformen in der Ofenkammer positioniert werden. Für Metallverschweißungen, beispielsweise Titan- und Aluminiumlegierungen ist ein Vakuum von 10^{-5} mbar erforderlich, um Oxidationen an den Werkstoffoberflächen zu vermeiden. Die Erzeugung einer Vakuumatmosphäre erfolgt über Vakuumpumpensysteme (4) zur Ofenkammer. Über regelbare Heizzonen wird die Ofenkammer bis 1500 °C erwärmt. Heizsystem und Ofenrezipient bestehen aus Molybdän. Für Temperaturen über 2000 °C werden solche Spezialofensysteme aus Graphit gefertigt.

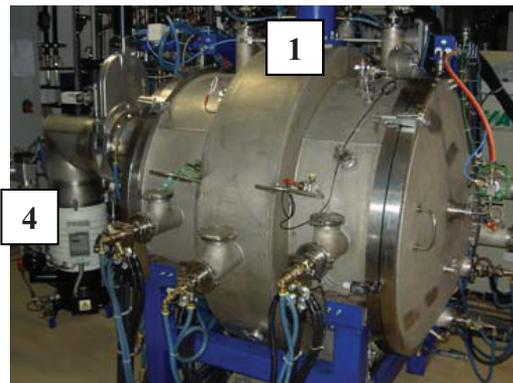


Bild 1.3 Diffusionsschweißanlage

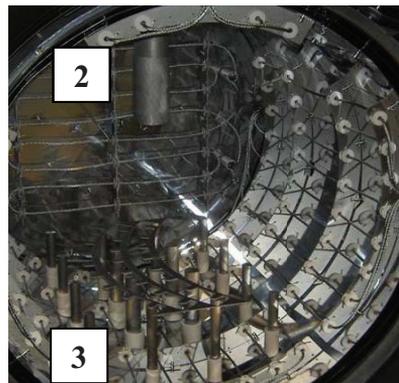


Bild 1.4 Ofenkammer

1.2 Verfahrensparameter

Theoretisch betrachtet lassen sich alle Werkstoffe Diffusionsschweißen. Abhängig von den thermischen, physikalischen und chemischen Eigenschaften der Werkstoffe gibt es verschiedene Verbindungsmechanismen. Die Optimierung der Fügeparameter und die technologischen Einflussfaktoren auf den Fügeprozess bestimmen die Verbundqualität (Bild 1.5). Im optimalen Fall heben sich die Grenzflächen auf und es entsteht ein monolithischer Körper, der

eine hohe Festigkeit aufweist. Die wichtigsten Fügeparameter sind die Füge­temperatur T_F , der Fügedruck p , die Fügezeit t_H , die Bauteil­geometrie, die Oberflächengüte und -beschaffenheit sowie die Ofenatmosphäre [4].

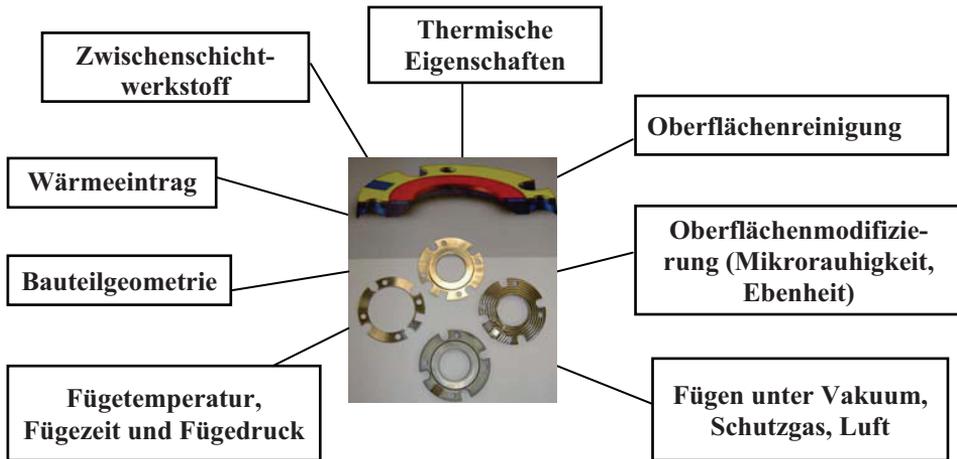


Bild 1.5 Einflussfaktoren auf den Diffusionsschweißprozess

Technologisch gesehen findet der Diffusionsschweißprozess in 2 Phasen statt. In der 1. Phase erfolgt eine Aktivierung der Fügeoberflächen. Durch die Aufbringung einer Flächen­pressung wird ein Oberflächen­kontakt geschaffen (Bild 1.6).

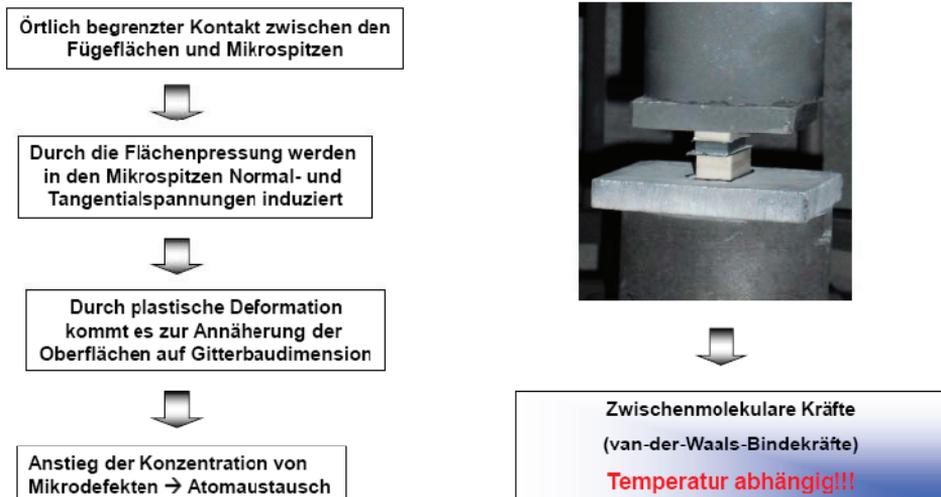


Bild 1.6 Phase 1 des Diffusionsschweißprozesses

In der 2. Phase des Fügeprozesses werden durch die Einwirkung von Wärme und einer Fügekraft Diffusionsprozesse an den Fügeoberflächen ausgelöst (Bild 1.7). Durch chemische Prozesse und Festkörperreaktionen entstehen hochbelastbare Verbunde, die eine stoffschlüssige Verbindung zum Ziel haben.

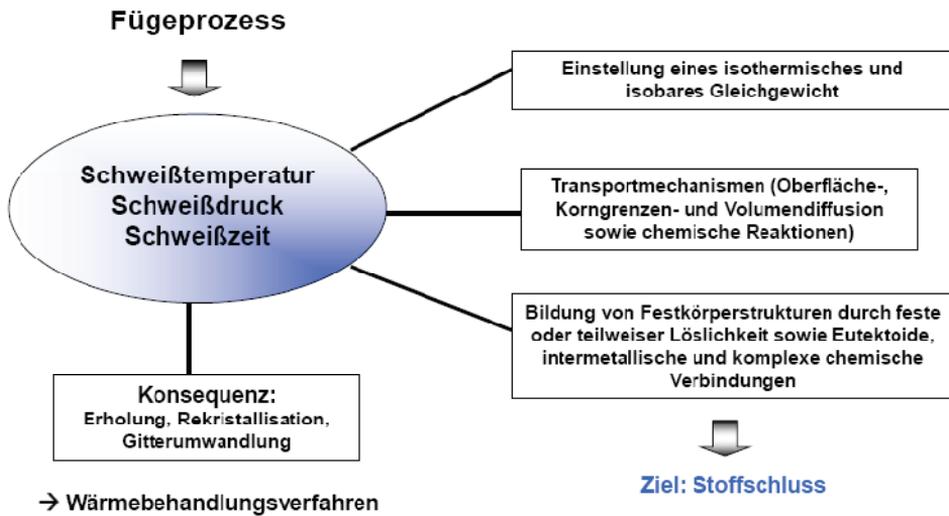


Bild 1.7 Phase 2 des Diffusionsschweißprozesses

1.2.1 Fügetemperatur

Diffusionsprozesse sind stark temperaturabhängig, wobei die temperaturabhängige Größe der Diffusionskoeffizient D ist. In [5] wird beschrieben, dass durch eine Temperaturerhöhung eine Beschleunigung des Diffusionsprozesses stattfindet. Durch die Wärmezuführung erhalten die einzelnen Atome eine höhere Energie zum Verlassen ihres Gitterplatzes. Demgegenüber steht die Tatsache, dass bei Metallen bei höheren Temperaturen als $0,8 \times T_S$ (Solidustemperatur) eine starke Rekristallisation und Kornvergrößerung eintritt, die sich nachteilig auf die mechanisch-metallurgischen Eigenschaften in der Fügezone auswirken. Bezogen auf die Technologie des Diffusionsschweißens kann man davon ausgehen, dass die Erhöhung der Thermodiffusion als direkte Aktivierungsvariante ausscheidet und im Zusammenhang mit anderen Einflussgrößen (Fügedruck, Fügezeit) zu sehen ist. Beim Verschweißen von Glas wird die Schweißtemperatur von der Transformationstemperatur T_g bestimmt. Hierbei spielt die Formstabilität des Glases durch die Erweichung eine wichtige Rolle, wobei sich die plastische Verformung im Mikrobereich auf die Verbindungsbildung auswirkt. In der Tabelle 1.1 sind auf der Grundlage eigener Untersuchungen Fügetemperaturen T_F von keramischen, metallischen und silikatischen Werkstoffen zusammengefasst.

Tabelle 1.1 Fügtemperaturen

Werkstoffe	Fügtemperatur T_F , °C
Aluminiumoxid	1000 - 400
Siliziumcarbid und Siliziumnitrid	1400 - 1700
CrNi-Stähle	800 - 1100
Aluminium-Magnesiumlegierungen	< 500
Kupfer, Gold, Silber	600 - 800
Borosilikatglas	450 - 550
Kieselglas	1100

1.2.2 Fügedruck

Neben der Fügtemperatur ist der Fügedruck p ein wichtiger Fügeparameter, um Diffusionsvorgänge oder eine Zwangsdiffusion auszulösen. Die richtige Wahl des Fügedruckes ist entscheidend über die Maßhaltigkeit, den Verzug, die Deformation und die Festigkeit einer Verbindung. Der Fügedruck beträgt in der Regel 1 - 30 MPa, ist vom Werkstoff und der Temperatur abhängig und erfüllt folgende Funktionen:

- optimale Oberflächenangleichung (Kontakt- bzw. Grenzflächen) der Fügeflächen,
- Einebnung des Oberflächenprofils (plastische Deformation der Rauheitsspitzen zur Vergrößerung der effektiven Diffusionsfläche),
- Beseitigung und Aufreißen von Oxidations- und Fremdschichten und die
- Förderung der Mischkristallbildung in der Fügezone zur Erhöhung der Verbundfestigkeit.

Die Wahl des optimalen Fügedruckes ist immer ein zu qualifizierender Fügeparameter. Abhängig ist dieser von der Größe und der Geometrie der Fügeoberfläche und der Aufbringung der Fügekraft. Die Aufbringung des Fügedruckes kann beispielsweise mechanisch durch Gewichte, mechanisch oder elektromechanisch über eine Druckspindel, pneumatisch oder hydraulisch erfolgen. Der Fügedruck bewirkt eine Deformation der Oberflächenschichten und dadurch werden Gitterstörungen im Kristall hervorgerufen. Es kommt zu einer Erhöhung von Leer- und Fehlstellen, die mit einer verstärkten Atombewegung verbunden ist. Dies bewirkt im Zusammenhang mit anderen Verfahrensparametern zur Erhöhung der Festigkeit. Eine beliebige Fügedrucksteigerung hat keine Festigkeitserhöhung zur Folge. Bei zu hohem Fügedruck kommt es außer einer plastischen Verformung der Fügeoberflächen zu einer Verminderung der Fehlstellen im Gitter. Daraufhin wird eine Phasenbildung in der Fügezone verhindert, wobei die mechanischen-metallurgischen Eigenschaften verändert werden [6, 7].

Eine weitere Einflussgröße ist der zeitliche Verlauf des Fügedruckes. Wenn der Fügedruck vor Erreichen der Abkühlphase vermindert wird, kommt es zu

erhöhten Spannungen in der Kristallstruktur, die zu Rissbildungen in der Fügezone führen können [8]. Die reale Gitterstruktur in Festkörpern ermöglicht das Vorhandensein von Inhomogenitäten im Bereich der Oberflächen durch Risse, Hohlräume oder Fremdstoffeinlagerungen. Diese Bereiche führen zur Lockerung der Elektronenbindung an der Oberfläche und zur Spannungskonzentration. Dadurch wird die Mikrorissbildung begünstigt und kann bis zum Versagen des Werkstoffverbundes führen.

1.2.3 Fügezeit

Unter der Fügezeit t_H wird die Zeit des eigentlichen Diffusionsvorganges verstanden. Die Fügezeit ist stark abhängig von der Temperatur. Auf Grund des Fick'schen Diffusionsgesetzes, auf die im Punkt 3.3 näher eingegangen wird, besteht eine Abhängigkeit des Diffusionsprozesses von der Zeit. Die Dauer des Diffusionsvorganges hat entscheidenden Einfluss auf den Diffusionskoeffizienten und in die Eindringtiefe, die die Festigkeit eines Verbundes bestimmt. Lange Fügezeiten bedeuten nicht immer eine Maximierung der Verbundfestigkeit. Liegt bei langen Fügezeiten die Füge­temperatur über der Rekristallisationstemperatur führt dies zum Wachstum der Rekristallisationskörner. Dies bedeutet, dass die Verbundfestigkeit minimiert wird. Ein anschließendes Wärmebehandlungsverfahren wird notwendig.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass für fügetechnische Aufgaben die Verfahrensparameter Füge­temperatur, Fügedruck und Fügezeit für jeden speziellen Anwendungsfall qualifiziert werden müssen. Aus ökonomischer Sicht steht die Optimierung der Fügeprozesse immer im Vordergrund. In der Tabelle 1.2 sind die ermittelten Fügezeiten zusammengefasst. Für Metalle, Keramiken und Gläser genügen im Regelfall Fügezeiten von $t_H = 30$ min bis 120 min. Zum Verschweißen von Kieselglas sind sehr lange Fügezeiten erforderlich.

Tabelle 1.2 Fügezeiten

Werkstoffe	Fügezeit t_H, min
Aluminiumoxid	60 - 120
Siliziumcarbid und Siliziumnitrid	60 - 120
CrNi-Stähle	30 - 120
Aluminium-Magnesiumlegierungen	30 - 120
Kupfer, Gold, Silber	30 - 120
Borosilikatglas	30 - 120
Glaskeramik CERAN/ZERODUR	30 - 90
Kieselglas	660

1.2.4 Fügeatmosphäre

Beim Diffusionsschweißen ist es notwendig, die Fügeprozesse unter Vakuum oder Schutzgas durchzuführen. Wird dies nicht beachtet, bilden sich Oxid- und diffusions-hemmende Schichten auf den Oberflächen, die die Fügequalität und insbesondere die Festigkeit beeinflussen. Eine Ausnahme bilden Gläser und Glaskeramiken. Die Fügeprozesse werden unter Normalatmosphäre durchgeführt.

Die meisten Diffusionsschweißprozesse werden unter Vakuum bei 10^{-6} mbar durchgeführt. Die Vakuumatmosphäre verhindert die Bildung von neuen Oxidschichten. Dabei sollte der Restsauerstoffgehalt der Ofenkammer unter 5 ppm liegen. Durch die Einwirkung der Fügekraft und der Füge­temperatur können bestehende Oxidschichten noch zusätzlich aufgebrochen werden. Im Ergebnis dieser bleiben die Metalloberflächen blank und Anlassfarben werden vermieden. Aus heutiger Sicht gibt es qualitativ hochwertige Vakuumpumpensysteme, die die zeitliche Aktivierung des Diffusionsschweißprozesses beim Evakuieren unter 30 min reduzieren. Abhängig ist dies von der Pumpleistung und Größe des Ofenrezipienten.

Eine weitere Variante ist das Diffusionsschweißen unter Schutzgas. Hauptsächlich werden die Arbeitsmedien Stickstoff, Argon oder die Gasgemische Argon/Stickstoff + 5% Wasserstoff verwendet. Folgende Vorteile bietet das Arbeiten unter Schutzgas:

- schnelles Öffnen der Ofenkammer und dadurch Verkürzung der Prozesszeiten,
- belüften der Ofenkammer entfällt (Vakuum bis zum Atmosphärendruck),
- geeignet für große Ofenvolumen und komplexe Bauteile,
- Reinigungsglühen von Werkstoffoberflächen (Formiergas oder Wasserstoff) und
- Verkürzung der Schweißzeiten durch Herabsetzung der Arbeitstemperatur.

Eine weitere Möglichkeit, die Oxidation zu vermeiden, ist das Diffusionsschweißen in flüssigen Medien. Hierbei handelt es sich um Salz­bäder, die gleichzeitig als Wärme­überträger wirken. Hauptsächlich wird BaCl_2 oder ein Gemisch aus 70% BaCl_2 +30% KCl für die Temperaturbereiche von 700 °C bis 900 °C zum Fügen von Stählen eingesetzt. Dieses relativ unbekanntes Verfahren bietet auf Grund des geringen technischen Aufwandes Vorteile. Die Füge­qualitäten entsprechen den unter Vakuum oder Schutzgasen gefügten Werkstoffen [9]. Zum Fügen von optischen Werkstoffen ist diese Verfahrensvariante nicht geeignet, weil die optischen Funktionsflächen nachgearbeitet werden müssen. Das Diffusionsschweißen in Salz­bädern war nicht Gegenstand näherer Untersuchungen.

1.2.5 Fügeoberflächen

Um in den Bereich atomarer Wechselwirkungen zu kommen, müssen sich die zu fügenden Oberflächen bzw. deren Atome auf 10^{-6} - 10^{-7} nm annähern. Im realen Fall wird diese Annäherung durch Mikrorauigkeiten, Formfehler und Schmutz- bzw. Adsorptions-schichten verhindert. Um eine qualitativ hochwertigen Verbindung herstellen zu können, müssen alle Formen der Formabweichungen des Oberflächenprofils ausgeschlossen werden. Die Zahl der möglichen Bindungen in der Fügezone muss erhöht werden, um physikalische Wechselwirkungen an den Fügeflächen einleiten zu können. Dies wird durch die Oberflächenvorbehandlung bzw. Reinigung erreicht. Gleichzeitig wird die Oberfläche in Abhängigkeit vom Grad der Verformung erheblich umgestaltet. Das trifft auch für die auf ihr befindlichen Fremdschichten und die oberflächennahen Schichten zu.

Ziel ist es, einen innigen Kontakt der Fügeoberflächen zu schaffen. Bei sprödharten Werkstoffen kann es auf Grund der entstehenden Kerbwirkungen zu Spannungen im Werkstoff und zum Bruch kommen. Gegenüber den Metallen besitzen diese Werkstoffe keine Duktilität. Eigene Untersuchungen bestätigen diese Aussagen, wobei die Oberflächenbearbeitung für Glas/Glas- und Keramik/Keramik-Verbindungen ein wichtiges Kriterium darstellt. In der Literatur gibt es kaum Hinweise über fundierte wissenschaftliche Untersuchungen, die den Zusammenhang zwischen der Oberflächengüte und der zu erzielenden Fügequalität beschreiben. Hauptsächlich beruhen diese Erkenntnisse auf Erfahrungswerten. Die Herstellung einer hochaktivierten Oberfläche bedeutet die Beseitigung der chemischen Oberflächenfilme und die Entfernung der flüssigen, gasförmigen und organischen Substanzen, die sich hemmend auf den Diffusionsvorgang auswirken. Zur Beseitigung der Fremdschichten kommen die bekannten mechanischen, chemischen und physikalischen Methoden, z.B. Schleifen, Ätzen oder Beizen zur Anwendung. In der Tabelle 1.3 sind Richtwerte (Ra - arithmetisches Mittel der absoluten Beiträge aller Profilordinaten innerhalb der Gesamtmessstrecke) durch eigene Untersuchungen zusammengefasst.

Tabelle 1.3 Oberflächenbeschaffenheit

Werkstoffe	Qualität der Fügeoberflächen	Ra , μm
Metallfolien (< 1mm Materialstärke)	Ausgangsqualität	-
Metalle (> 1 mm Materialstärke)	geschliffen, gefräst, geläppt oder poliert	0,2
Kristalle	poliert	< 0,02
Gläser und Glaskeramiken	poliert oder feuerpoliert	< 0,02
Oxid- und Nichtoxidkeramiken	geschliffen, poliert	< 0,2

Die Aktivierung der Fügeoberflächen ist von folgenden Faktoren abhängig:

- Ebenheit der Fügeflächen zueinander,
- Oberflächenprofil der Fügeflächen,
- Beseitigung von Fremdschichten und
- die Schaffung von zusätzlichen Störstellen in der Gitterstruktur.

Es ist sinnvoll, diese Faktoren im Zusammenhang zu betrachten, da sie einzeln keine optimale Aktivierung des Diffusionsschweißprozesses bewirken. Durch die Bearbeitungs-methode, z.B. Schleifen oder Läppen wird die Fügeoberfläche durch den Korneingriff in der Kristallstruktur gestört. Es bilden sich Bereiche mit Schleifmittelresten aus, die im Restgitter eine hohe Versetzungsdichte hervorrufen und Diffusionsvorgänge zeitlich begünstigen. Bei chemisch oder elektrochemisch polierten Oberflächen bilden sich dagegen Passivierungsschichten aus, die sich diffusionshemmend auswirken.

Eine weitere Methode Oberflächen zu aktivieren, ist der Einsatz von grenzflächenaktiven Stoffen. Das Ziel dieser Aktivierungsmethode ist eine Verminderung der Ablöse- und Bindungsenergie und damit eine Erhöhung der Platzwechselreaktionen. Voraussetzung ist die Beseitigung von Oxiden und Fremdschichten in Form von Fett oder organischen Lösungsmitteln, die die Oberflächenspannung herabsetzen. Die grenzflächenaktiven Stoffe, z.B. Borax, oder Ammoniumsalze bewirken eine aktivierende und zugleich metallisch reine Oberfläche, die bis zum Diffusionsschweißprozess erhalten bleiben muss. Eine Beschreibung des Benetzungsvermögens ist durch den Benetzungswinkel θ möglich. Dieser Randwinkel wird durch die Oberfläche des ausgebildeten Flüssigkeitstropfens mit der Grenzfläche zur Fügeoberfläche gebildet und ist die Grundlage für die Beschreibung des Benetzungsverhaltens [10].

Auch die Form des Oberflächenprofils hat einen wesentlichen Einfluss auf die Verbindungsbildung während des Diffusionsschweißprozesses. Eigene Untersuchungen an Stahl, Aluminium oder Kupfer haben gezeigt, dass bei abgeschliffenen oder abgedrehten Oberflächen in Verbindung mit einer Fügekraft ein Anpressprofil entsteht. Durch das duktile Verhalten der Werkstoffe passen sich die Oberflächenkonturen an und eine starke adhäsive Bindung entsteht.

Bei nichtduktilen Werkstoffen wie Gläser, Glaskeramiken und Keramiken konnten solche Effekte nicht festgestellt werden. Untersuchungen hierzu haben gezeigt, dass mindestens polierte Oberflächen erforderlich sind. Vorteilhaft haben sich angesprengte Glasteile erwiesen. Hierbei wirken Van-der-Waals Anziehungskräfte zwischen den Glasoberflächen. Von einem „Stoffschluss“ kann hierbei nicht ausgegangen werden.

1.3 Stoffschlüssiges Fügen von Mischverbindungen

1.3.1 Stand von Wissenschaft und Technik

1.3.1.1 Fügen von Nichtoxidkeramiken

Fügeverfahren für Hochleistungskeramiken wie Si_3N_4 , AlN oder SiC werden bereits seit Jahrzehnten untersucht und weiterentwickelt. Als bewährte Verfahren stehen bisher Lötverfahren (Glaslot + Löten, Metallisieren + Löten oder Aktivlöten), Klebe- und Garnierverfahren, Diffusionsschweißen über Metallzwischen-schichten, Diffusionsschweißen ohne Zwischenschichten oder Laserfügen zur Verfügung. Die genannten Verfahren sind mit spezifischen Vor- und Nachteilen verbunden. Anwendungsanforderungen, die eine hohe Temperaturbeständigkeit an Luft mit hoher Festigkeit und Dichtheit der Verbindung vereinen, werden entweder nicht, beschränkt auf bestimmte Bauteilgeometrien oder nur mit extremen technischen Aufwand durch die bereits bekannten Verfahren gewährleistet. Insbesondere eine Temperaturbelastung über 1200 °C an Luft kann durch die meisten Lötverfahren wegen der chemischen und thermischen Instabilität der Metall- bzw. Glaslote nicht gewährleistet werden. Klebe- und Garnierverfahren erreichen keine Gasdichtheit und neigen wegen der Porosität bzw. der Struktur der Fügezone zur Degradation. Das Diffusionsschweißen mit metallischen Zwischenschichten, z.B. mit Molybdän führt zu mechanischen Schwachstellen und ist bei höheren Temperaturen nicht oxidationsstabil. Das direkte Diffusionsschweißen ohne Zwischenschicht setzt sehr hohe Fügetemperaturen und eine aufwändige Oberflächenvorbereitung voraus und ist nur für einfache Bauteilgeometrien nutzbar.

Werkstoffe aus Nichtoxidkeramiken unterliegen aufgrund der Werkstoffeigenschaften und des Herstellungsverfahrens Einschränkungen in Formgebung und Gestaltung. Die Möglichkeit diese Nachteile mit Hilfe der Fügetechnik auszugleichen, ist seit geraumer Zeit Gegenstand von Forschung und Entwicklung. Im Folgenden werden aktuelle Entwicklungen im Bereich des Fügens von Nichtoxidkeramiken vorgestellt und deren Vor- und Nachteile aufgezeigt.

Das Fügen von Keramiken mit organischen Klebstoffen kann als beherrschter Prozess angesehen werden. Haftfeste und haltbare Verbindungen sind ohne besondere Vorbehandlungsverfahren möglich. Allerdings sind die erzielbaren Festigkeiten relativ gering und selbst mit Spezialklebstoffen kann keine Temperaturbeständigkeit oberhalb von 350 °C realisiert werden [11]. Um den Einsatztemperaturbereich geklebter Keramikverbindungen zu erweitern, kommen anorganische Klebstoffe zum Einsatz. Diese enthalten in der Regel einen Binder auf Basis von Wasserglas oder Aluminiumphosphaten, welcher mit Metall- oder Keramikpulvern gefüllt wird. Diese Klebstoffe sind meist warmaushärtend. Bei Temperaturen zwischen 100 °C und 400 °C bildet sich aus dem Binder eine SiO_2 - bzw. PO_4 - Glasphase, welche durch die eingelagerten

Partikel verstärkt wird [12, 13]. Die auf diese Weise erzeugten Verbindungen besitzen eine Temperaturstabilität bis zu 2000 °C, aber die erreichbaren Scherfestigkeiten sind mit etwa 25 MPa gering. Weiterhin härten die Klebstoffe meist porös aus, so dass die Gasdichtheit der Verbindung nicht gewährleistet ist.

Laserunterstützte Fügeverfahren im Bereich der Keramik befinden sich noch im Entwicklungsstadium. Da Schweißen die Existenz einer schmelzflüssigen Phase voraussetzt, kann das Laserstrahlschweißen, wie es beispielsweise in der Metallbearbeitung angewandt wird, für die betrachtete Nichtoxidkeramik ausgeschlossen werden. Laserstrahlung ist aber als Energiequelle zum Löten und zur Strukturierung von Bauteiloberflächen von Nichtoxidkeramiken nutzbar.

Ein konventionelles Verfahren zum Fügen von Nichtoxidkeramiken ist das Löten unter Einsatz von Glasloten. Ein wesentlicher Nachteil dieser Lote ist die Festigkeit bei Temperaturen über 1000 °C. Die meisten Gläser besitzen einen Transformationspunkt T_g unterhalb der geforderten Einsatztemperatur, so dass keine Verbindungsstabilität gewährleistet werden kann [14]. Weiterhin unterscheiden sich Glas und Keramik in ihrer thermischen Dehnung. Es kommt durch Temperaturwechselbelastung zu Spannungen, die zum Bauteilversagen führen.

Das Löten mit metallischen Loten bildet zurzeit den Schwerpunkt in der Forschung. Metalle kommen vor allem aufgrund ihrer Duktilität, der elektrischen und thermischen Leitfähigkeit sowie einer einfachen Handhabung zum Einsatz. Die wichtigsten Lotwerkstoffe basieren auf Legierungen von Kupfer und Silber. Das Löten mit metallischen Loten weist zwei wesentliche Nachteile auf. Metalle benetzen Keramik im Allgemeinen nicht. Ursache hierfür ist die unterschiedliche chemische Bindung beider Werkstoffgruppen. Somit ist vor dem Löten eine Metallisierung der Oberfläche notwendig. Dies geschieht meist in einem aufwändigen PVD-Prozess. Zweiter Nachteil ist die geringe Einsatztemperatur. Die meisten Lote weisen eine Löttemperatur von unter 1000 °C auf. Sie sind also nicht für Hochtemperaturanwendungen geeignet [15, 16]. Im Folgenden werden aktuelle Entwicklungen dargestellt, die das Ziel verfolgen, die oben genannten Nachteile zu eliminieren. Ein etablierter Weg zur Umgehung des Metallisierungsschrittes ist der Einsatz von Aktivloten. Diese enthalten Elemente, meist Titan oder Chrom [17, 18], die mit der Keramik durch Bildung von Nitriden oder Siliciden eine benetzbare Oberfläche schaffen. Diese Reaktionsschichten sind jedoch sehr spröde und setzen somit die Verbundfestigkeit herab. Neben den Standardaktivelementen Titan und Chrom wurden Zirkonium und Hafnium verwendet [19]. Auch diese Aktivelemente bilden intermetallische Sprödphasen, die die Festigkeit der Verbindung extrem herabsetzen. Eine Unterdrückung dieser Phasen ist nur schwer möglich, da die Phasenausbildung neben der Lotzusammensetzung auch von den Fügeparametern abhängt.

Schwerpunkt der aktuellen Forschungstätigkeit sind die konventionellen Ti-Cu-Ag Lotlegierungen. Durch die Verwendung von Keramikpartikeln, z.B. SiC, im Lot konnten dichte Verbunde mit bis zu 770 MPa Biegefestigkeit hergestellt

werden. Der Einsatz dieser Füge­teile ist, bedingt durch die Solidustemperatur des Lotes, jedoch nur bis etwa 800 °C möglich [20, 21, 22]. Höhere Einsatz­temperaturen werden mit Loten auf Basis von Cu-Pd-Ti erreicht. Diese Lote werden bei Temperaturen von 1100 °C bis 1300 °C verarbeitet. Die Anbindung erfolgt durch Ausbildung von Ti_5Si_3 -, Pd_2Si - und $PdTiSi$ -Phasen. Die erreichbaren Biege­festigkeiten liegen bei ca. 155 MPa bei Raumtemperatur [23, 24].

Die Verbindung von Bauteilen aus Nichtoxidkeramiken durch Diffusionsschweißen ohne Zwischenschicht ist technisch und wirtschaftlich nur aufwändig realisierbar. Aufgrund des kovalenten Bindungscharakters tritt signifikante Diffusion erst bei Temperaturen oberhalb 2100 °C auf. Die wesentlichen Diffusionsmechanismen bei diesen Temperaturen sind Sublimations- und Resublimationsprozesse. Auf diese Weise entsteht ein poröses Gefüge mit verminderter Beständigkeit und reduzierten mechanischen Eigenschaften. Neben den hohen Füge­temperaturen ist eine sehr aufwändige Oberflächenpräparation notwendig, da zum Fügen Oberflächen mit $Ra < 0,02 \mu m$ benötigt werden. Aus wirtschaftlicher Sicht sprechen diese Aspekte gegen das Diffusionsschweißen von Nichtoxidkeramiken.

Ein Füge­konzept, welches auf das Diffusionsschweißen ohne Zwischenschicht aufbaut, ist die Ausnutzung der natürlichen SiO_2 -Schicht an der Oberfläche der Keramik. Hierzu wird diese Schicht zunächst durch Oxidation bei 1200 °C an Luft verstärkt. Im Anschluss erfolgt ein Diffusions­schweißprozess bei 1700 °C der die SiO_2 -Schichten beider Füge­partner verbindet. Im Ergebnis entsteht eine porenfreie Glasphasen - Füge­schicht. Eine Optimierung des Verfahrens ist durch die definierte Einstellung der SiO_2 -Schichtdicke möglich. Das Verfahren setzt jedoch eine Oberflächenrauheit $< 60 nm$ voraus. Weiterhin ist die Verbundfestigkeit durch die Glasphase in der Füge­zone eingeschränkt [25].

Einen Verfahrensweg für das Diffusionsschweißen mit Zwischenschicht stellt der Einsatz von Metallfolien dar. Es existieren Forschungsarbeiten zum Einsatz von reinen Metallen als Zwischenschicht zum Fügen von Si_3N_4 . Untersucht wurden Titan- [26] und Nickelfolien [27]. Beide Varianten sind zum Fügen von Keramiken geeignet. Es bilden sich aber auch hier sehr spröde Phasen aus, die die Festigkeitsanforderungen an die Füge­verbindung nicht erfüllen.

Die Verwendung von Sinterhilfsmitteln als Zwischenschichten stellt eine weitere Möglichkeit zum Diffusionsschweißen von Nichtoxidkeramiken dar. Ähnlich wie bei Keramiken haben sie die Funktion, eine schmelz­flüssige Phase zu bilden. Dadurch werden Kornwachstum und Diffusion in der Füge­zone unterstützt. Auf diese Weise lassen sich nach [28] hochfeste Keramikverbunde herstellen. Die Autoren verwendeten ein Pulver mit der stöchiometrischen Zusammensetzung $(Y_2O_3+Yb_2O_3) \cdot 2 SiO_2$. Bei der Sintertemperatur von 1650 °C bildet sich eine schmelz­flüssige Glasphase in der Füge­zone, die während der Haltzeit von 60 min in die Keramik diffundiert. Nachteilig ist die Applikation der Pulver auf die Füge­oberflächen. Homogene Schicht­dicken konnten nicht

gewährleistet werden. Auch Magnesiumoxid wurde hinsichtlich seiner Eignung als Zwischenschichtwerkstoff überprüft. In diesen Untersuchungen wurde das Oxid aus einem metallorganischen Precursor (Magnesiummethoxid) auf den Fügeflächen abgeschieden und in einem Diffusions-schweißprozess bei 1600 °C und einem Fügedruck von 15 MPa gefügt. In der Fügezone bildete sich eine Mg-Si-O-N Glasphase mit einem Eutektikum bei 1518 °C. Die gefügten Proben wiesen eine 4-Punkt Biegefestigkeit von 140 MPa auf.

Die Variante, keramische Zwischenschichten in Form von ungesinterten Keramikfolien (green-tapes) einzusetzen, wurde bereits am ifw untersucht. Folien mit ähnlicher Zusammensetzung wie die zu fügende Keramik wurden im Fügespalt unter Druck gesintert. Dadurch wurde eine Anbindung an die zu fügenden Bauteile erzielt. Mit diesem Verfahren wurden erfolgreich verschiedene Keramiken gefügt. Problematisch war das Ausheizen der organischen Bestandteile, da dies zu Porenbildung und schwindungs-induzierten Spannungen führte. Weiterhin muss mit hohen Prozesstemperaturen (150 K unterhalb der Keramiksintertemperatur) gearbeitet werden. Die erzielten Festigkeiten waren mit 25 - 35% des Grundwerkstoffes (4-Punktbiegung) relativ gering [29, 30].

1.3.1.2 Fügen von X5CrNi18-10 mit AlMg-Legierungen

Nichtthermische Prozesse zum Verbinden von Stahl und Nichteisenmetallen wie Schrauben, Nieten oder Kleben stehen zur Verfügung und die Verbunde zeichnen sich oftmals durch gute mechanische Eigenschaften aus. Der wesentliche Nachteil dieser Verbunde besteht aber in der ungünstigen Gewichtsbilanz aufgrund der erforderlichen Überlappung der Fügepartner [31]. Aufgrund der großen Schmelzpunktdifferenz ist es schwierig, eine Aluminium-Legierung mit einem Edelstahl zu verbinden. In letzter Zeit wurden verschiedene Verbindungstechnologien, wie Ultraschallfügen [32], Fügen über elektrische Entladung [33], Laserstrahlfügen [34], Widerstandspunktschweißen [35] und Cold Metal Transfer (CMT-Verfahren) [36] bezüglich ihrer Eignung zum stoffschlüssigen Fügen von Aluminium-Legierungen mit Stahl erforscht. Alle diese Verfahren weisen spezifische Nachteile auf. So ist bei der Anwendung des CMT-Verfahrens, einem Schweißlötprozess, zum stoffschlüssigen Fügen von Stahl mit Aluminiumlegierungen die Anwendung eines Zusatzwerkstoffes erforderlich. Der Stahlgrundwerkstoff muss verzinkt werden und nur geringe Blechdicken sind verschweißbar [36]. Gleiches gilt auch für das Laserstrahlfügen [34]. Insbesondere beim Laser-MIG-Hybridfügen können lediglich Verbunde im Blechdicken-bereich bis zu drei Millimeter gefügt werden [36]. Beim Ultraschallstumpfschweißen, bei dem beide Materialien unter Druck und mit Hilfe von Ultraschallschwingungen aneinander geschweißt werden, liegen repräsentative Ergebnisse bis zu einer Probendicke von sechs Millimeter vor [32]. Das Rührreibschweißen [37] stellt ein weiteres Verfahren zum Verbinden von Edelstahl mit Aluminiumlegierungen dar. Es verbindet den Vorteil des Schweißens in der festen Phase mit der Möglichkeit, lange

Stumpfstöße auch bei dickwandigem Material und Überlappstöße herzustellen [37]. Ein Nachteil dieses Verfahrens sowie auch der zuvor vorgestellten Verfahren gegenüber dem konventionellen Reibschweißen besteht darin, dass keine flächigen Verbunde hergestellt werden können. Das Rührreibschweißen unterliegt zudem einer aufwendigen Spanntechnik und ist in Richtung geringer Wanddicken begrenzt. Weiterhin wurde in Untersuchungen zum Rührreibschweißen von X5CrNi18-10 und Al-Legierungen festgestellt, dass nur unzureichende Diffusionsvorgänge zwischen den zu fügenden Grundwerkstoffen nachzuweisen sind [38]. Die wesentlichen Vorteile des Verfahrens, die kurzen Schweißzeiten und geringen Schweißtemperaturen gehen zu Lasten der temperatur- und zeitabhängigen Diffusionsvorgänge zwischen beiden Grundmaterialien. Durch die Entstehung von Mikrorissen, insbesondere im Bereich der Nahtwurzel, zeigen die hergestellten Verbunde eine verkürzte Lebensdauer, die ca. 30% unter der der Aluminium-Grundlegierung liegt. Messungen des Härteverlaufes zeigen, dass es vor allem innerhalb der Wärmeeinflusszone zum Härteabfall kommt [38]. Beim wärmeintensiven Fügen von Stahl mit Aluminium spielt vor allem die sich in der Grenzschicht beider Materialien bildende intermetallische Phase eine wesentliche Rolle. Je größer der Wärmeeintrag, desto umfangreicher bildet sich die intermetallische Phase aus und umso schlechter gestalten sich die mechanisch-technologischen Eigenschaften der gefügten Verbindung.

Beim Löten von Aluminium mit rostfreiem Stahl (X5CrNi18-10) unter der Nutzung einer eutektischen Al-Si-Lotlegierung entstehen in der Grenzschicht zwischen dem aluminiumreichen Lot und dem Edelstahl die intermetallischen Schichten FeSiAl_5 und FeAl_3 . Beide Schichten erreichen eine Härte von bis zu 600 HV und tragen damit wesentlich zur Versprödung des Verbundes bei [39]. Die zu Anfang des Prozesses noch diskontinuierliche FeAl_3 -Phase bildet mit zunehmender Haltezeit eine regelmäßige Schicht, in welcher das Versagen des Verbundes unter Beanspruchung auftritt [39]. Weiterhin führen die sehr unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der beiden Materialien zur Bildung eines Spannungsfeldes im Fügebereich.

Das Reibschweißen bietet sich neben herkömmlichen Metallen in besonderer Weise zum Verbinden von Sonderwerkstoffen und Mischverbindungen an, die nicht durch Schmelzschweißen herzustellen sind. Beispiele hierfür sind u.a. hochfeste Aluminium/Stahl- oder Titan/Stahl-Verbindungen [40]. Zum Reibschweißen wird mindestens eines der beiden Fügebauteile drehend oder schwingend eingespannt. Die Werkstoffe werden nicht aufgeschmolzen, sondern durch Reibung bis in einen weichen, plastifizierfähigen Zustand erhitzt. Durch den abschließenden Stauchvorgang entsteht ein feinkörniges, hochfestes Werkstoffgefüge - vergleichbar dem Schmieden. Die sich durch Materialverdrängung bildende Schweißwulst kann prozessintegriert oder extern bearbeitet werden. Das Rotationsreibschweißen mit drehender Relativbewegung ist bewährt und kommt für die überwiegende Anzahl aller Anwendungen zum Verbinden metallischer Werkstoffe zum Einsatz.

Aus Veröffentlichungen [41] ist bekannt, dass der Prozess des Reibschweißens zur Verbindung von verschiedenen Aluminiumlegierungen mit X5CrNi18-10 zahlreiche Probleme birgt. Die optimalen Prozessparameter, wie Reibzeit und Reibdruck, können erst durch aufwändige statistische Prozessanalysen gefunden werden. Des Weiteren ist bekannt, dass es bei der Überschreitung einer definierten Reibzeit zum Abfall der Festigkeit, bedingt durch die Größe der sich bildenden intermetallischen Phasen kommt. Weiterhin ist keine signifikante Zunahme der Festigkeit des Aluminiums in der Grenzschicht zum X5CrNi18-10 zu verzeichnen. Durch Härtemessungen wurde dies bestätigt.

Bei der Betrachtung der Mikrostruktur innerhalb der Grenzfläche wurde deutlich, dass durch die große Deformation der Aluminiumlegierung beim Reibschweißen verstreckte, gerichtete Aluminium-Körner nahe der Schweißgrenzfläche entstehen. Diese Anisotropie stellt eine Schwachstelle des Verbundes dar. Die Festigkeit des Verbundes wird durch das Vorliegen der spröden intermetallischen Phase herabgesetzt. Bestandteile beider Grundmaterialien diffundieren entlang der Grenzfläche und Verbindungen wie FeAl und Fe₃Al werden innerhalb der Grenzfläche gebildet [41].

Da die Anwendung eines Schweißverfahrens für die Serienproduktion ganz wesentlich von den Einsatzmöglichkeiten, der Verfügbarkeit, der Prozesssicherheit, der Wirtschaftlichkeit und der Qualität abhängt, stellt das Reibschweißen zur Herstellung von Werkstoffverbunden aus Stahl mit Aluminium ein bislang praktisch konkurrenzloses Verfahren dar [40]. Zum Reibschweißen von Aluminium mit Stahl wurden an der Schweißtechnischen Lehr- und Versuchsanstalt München eine Vielzahl von Untersuchungen durchgeführt. Es wurde festgestellt, dass die hergestellten Verbunde unter der Berücksichtigung einer geringen Festigkeitsreduzierung in der Verbindungszone nahezu die Festigkeit des Aluminiumgrundwerkstoffes erreichen [40].

Das Reibschweißen von Stahl mit Aluminium ist inzwischen Stand der Technik und in Serien erprobt. Allerdings ist aus Untersuchungen bekannt, dass beispielsweise die Legierung EN AW-AlMg4,5Mn0,7 nur artgleich mit guten Festigkeitseigenschaften durch Reibschweißen zu verbinden ist, nicht aber in Kombination mit Stahl [42].

In diesem Zusammenhang stellt das Diffusionsschweißen eine innovative Technologie zum Fügen von AlMg3 und X5CrNi18-10 dar. Durch das Fügen werden Zusammensetzungsgradienten zwischen artungleichen Werkstoffen angestrebt. Ziel ist es, die unterschiedlichen Eigenschaften, z.B. Härte, Korrosionsbeständigkeit und Wärmeleitfähigkeit von unterschiedlichen Werkstoffen zu kombinieren und einen kontinuierlichen Übergang der Eigenschaften zu erreichen, um Rissbildung oder Abplatzen von Schichten zu vermeiden [43]. Grundlegende Untersuchungen stehen hierzu noch aus.

Aus Patenten ist zu entnehmen, dass das Fügen von Aluminium-Legierungen mit Edelstahl über artfremde Zwischenschichten angestrebt wird [EP 0513 646 B1; GB-PS 1 462 772]. In diesem Fall ist es allerdings nicht möglich einen

kontinuierlichen Übergang der Eigenschaften zu erzielen. Demzufolge muss auch der Einsatz von Zwischenschichten vermieden werden. Das Diffusionsfügen von Metallen stellt einen Verbindungsprozess dar, der im festen Zustand bei angemessenen Temperaturen und unter geringem Druck erfolgt. Da die Verbindung durch Diffusionsprozesse zwischen den Grenzflächen der beteiligten Basiswerkstoffe erfolgt, ist diese Technologie für das Fügen artgleicher Metalle und Legierungen und artungleicher Verbunde geeignet. Die Herstellung flächiger Verbunde ist möglich. Diffusionsschweißen hat den Vorteil, dass das Ausmaß der Diffusion der Elemente in der Fügezone kontrolliert werden kann, da die Grundmetalle den festen Zustand während des Prozesses beibehalten. Allerdings dürfen auch hier die Entstehung von spröden intermetallischen Al-Fe-Phasen, die eine Schwachstelle des erzeugten Verbundes darstellen und so in vielen Fällen zum Versagen führen, sowie das Vorhandensein eines störenden Oxidfilms auf dem Aluminium nicht vernachlässigt werden [44]. Untersuchungen zum Diffusionsschweißen von Aluminium (1050) mit Baustahl haben gezeigt, dass es in der Grenzschicht zwischen der intermetallischen Phase und dem Aluminium-Grundwerkstoff wiederholt zum Versagen des Verbundes kam [49]. Auch die Nutzung von Zwischenschichten in Form von Silber-Folien, Nickel-Zwischenschichten und Multi-Zwischenschichten mit Be-Zusatz konnte die Festigkeiten der hergestellten Verbunde nicht wesentlich verbessern [45]. Ein weiterer Nachteil bei der Nutzung von Zwischenschichtkonzepten besteht darin, dass artfremde Bestandteile in der Fügezone angereichert werden.

Durch das Diffusionsschweißen können Werkstoffverbunde hergestellt werden, die eine gute Korrosionsbeständigkeit, wie der Stahlwerkstoff X5CrNi18-10 aufweist, mit ausreichender Verschleißbeständigkeit und Zähigkeit, durch die AlMg3 charakterisiert wird, kombinieren. Werkzeug- und Edelmehle erhalten ihre Korrosionsbeständigkeit durch hohe Cr-Anteile, wodurch jedoch die Zähigkeit herabgesetzt wird und die Rissanfälligkeit steigt. Durch die Kombination von X5CrNi18-10 mit AlMg3 würde diese Problematik gelöst. Weiterhin kann durch das Aufbringen hochharter, in der Regel auch artfremder Schichten auf Aluminiumbauteile zur Verbesserung der Verschleißbeständigkeit und zur Erhöhung der Härte führen. Durch die vielfältigen Möglichkeiten der Eigenschaftskombinationen und des Gefügedesigns sind solche Mischverbindungen für zahlreiche Anwendungsfelder interessant. So können thermomechanisch beanspruchte Bauteile für die Luft- und Raumfahrt hergestellt werden. Auch im Werkzeugbau ist die Nachfrage nach Verbunden aus ungleichartigen Werkstoffen sehr groß. So stellt die Entwicklung von Werkzeugen mit immer komplexeren Anforderungsprofilen und verbesserten Funktionseigenschaften ein vorrangiges Ziel im Werkzeug- und Formenbau dar. Die Entwicklung von Gradientenwerkstoffen erlaubt es, verschiedene Eigenschaften in einer Schicht zu realisieren [46].

1.3.2 Diffusionsschweißen mit und ohne Zwischenschichten

Eine Voraussetzung für den Diffusionsprozess ist die Mischkristallbildung zwischen den zufügenden Werkstoffen. Wird dieses Kriterium nicht erfüllt, müssen Zwischenschichten eingesetzt werden, die mit dem zu fügenden Werkstoffen mischbar sind und auf diese Weise eine stoffschlüssige Verbindung erzielen. Der Zwischenschichtwerkstoff wird auf eine der Fügeoberflächen aufgebracht und während des Diffusionsvorganges unter Einwirkung von Temperatur und Druck verformt. Sie füllen somit auch größere Rauigkeitsbereiche der Kontaktoberflächen aus (Bild 1.8).

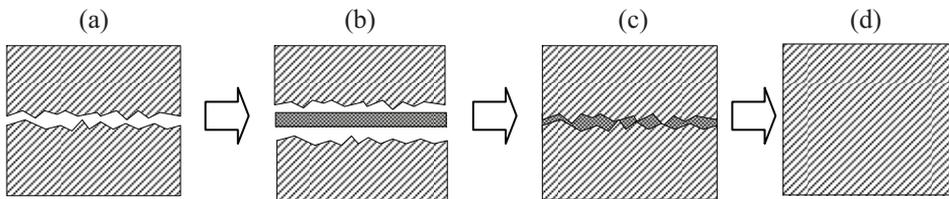


Bild 1.8 Werkstoffverbund mit Zwischenschichten; reale Werkstoffoberfläche (a); Integration einer Zwischenschicht (b); Einformen in die Werkstoffoberfläche (c); Werkstoffverbund (d)

Die Möglichkeit der Aufbringung von Zwischenschichten hängt stark von der fügetechnischen Aufgabe und der Fügegeometrie ab. Folgende Varianten zur Aufbringung von Zwischenschichten werden beim Diffusionsschweißen eingesetzt:

- als Pulver,
- als Pasten oder Emulsionen,
- als Folien,
- galvanisches Abscheiden,
- Bedampfen oder
- durch Aufspritzen.

Zwischenschichten erfüllen folgende Funktionen:

- Senkung der Fügetemperatur,
- Verringerung der thermischen Belastung der Fügewerkstoffe,
- Erhöhung des Diffusionsvermögens,
- Ausgleich von unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten zur Spannungskompensierung,
- Einstellung physikalischer Eigenschaften, z.B. elektrische Leitfähigkeit und
- Verhinderung einer Phasenbildung, z.B. intermetallische Phasen oder Phasen, die durch Aufhärtung entstehen.

1.3.2.1 Diffusionsschweißen von gleichen Werkstoffen

Das Diffusionsschweißen von stofflich gleichen Werkstoffen ist aus fütetechnischer Sicht gut beherrschbar. Als Vorteil ist zu sehen, dass die physikalischen und chemischen Eigenschaften der Fügepartner gleich sind. Die Eigenschaften der Fügepartner verlaufen vom Werkstoff A zum Werkstoff A konstant (Bild 1.9). Abhängig von den Werkstoff-eigenschaften oder der Fügeverfahrensparametern können Eigenschaftsänderungen auf Grund von Mischkristallbildungen in der Fügezone auftreten. Beispielsweise betrifft dies die Bildung von intermetallischen Phasen bei metallischen Werkstoffen, die die Verbund-festigkeiten minimieren.

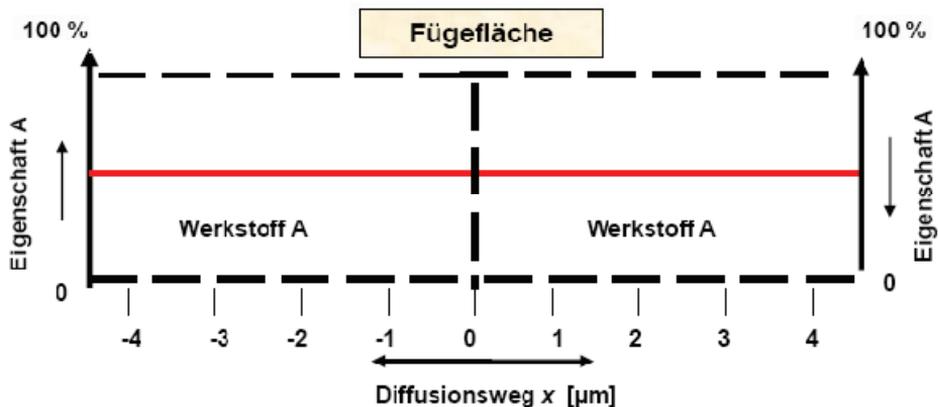


Bild 1.9 Eigenschaftsverlauf von stofflich gleichen Werkstoffverbunden ohne Zwischenschichten

Dieses Verfahrenskonzept bietet auch die Möglichkeit, Gläser, Glaskeramiken und Oxid- und Nichtoxidkeramiken ohne Zwischenschichten zu fügen. Beim Fügen von silikatischen Werkstoffen ist ein wichtiges Kriterium, dass an der Grenzfläche keine Streu- bzw. Reflexionsverluste auftreten und somit die optischen Eigenschaften nicht beeinflusst werden. Voraussetzung zur optimalen Verbundausbildung sind hohe Oberflächengüten. Jede Festkörperoberfläche zeichnet sich, im Gegensatz zum Volumen, durch freie Valenzen aus. Werden Oberflächen hinreichend einander angenähert, kommt es zu einer Absättigung der freien Bindungen und damit zu einer Verbindung durch Adhäsion und es wirken Van-der-Waals-Kräfte. Dieser Zustand entspricht dem Ansprengevorgang und ermöglicht ein Fügen ohne Zwischenschichten. Durch die mechanische Bearbeitung der Fügeoberflächen und dem nachfolgenden Fügeprozess kommt es zu einem Werkstoffverbund (Bild 1.10).

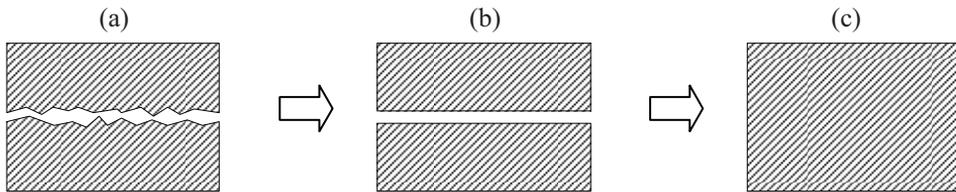


Bild 1.10 Werkstoffverbund ohne Zwischenschichten; reale Werkstoffoberfläche (a); bearbeitete Werkstoffoberfläche (b); Werkstoffverbund (c)

1.3.2.2 Diffusionsschweißen von Mischverbindungen mit und ohne Zwischenschichten

Die Herstellung von Mischverbindungen kann mit oder ohne Zwischenschichten erfolgen. Die Wahl mit einer Zwischenschicht oder in Kombination mit einem Zwischen-schichtsystem zu fügen, ist vom graduellen Eigenschaftsprofil im Werkstoffverbund abhängig. An den Grenzflächen der Mischverbindungen treten graduelle Eigen-schaftsänderungen auf. Diese sind abhängig von den Fügeparametern und der chemischen Zusammensetzung der Fügepartner. Untersuchungen haben gezeigt, dass die Änderungen der Eigenschaften vom Werkstoff A zum Werkstoff B in Stufen, exponential oder parabolisch verlaufen und somit die Eigenschaften in der Fügezone maßgeblich beeinflussen. Die lineare Änderung der Eigenschaften stellt einen Idealfall dar (Bild 1.11). Durch die Ausbildung einer Diffusionszone wird ein stofflicher Konzentrationsausgleich in Abhängigkeit der Fügeparameter angestrebt. Dadurch werden die Eigenschaftsänderungen eingestellt oder ausgeglichen.

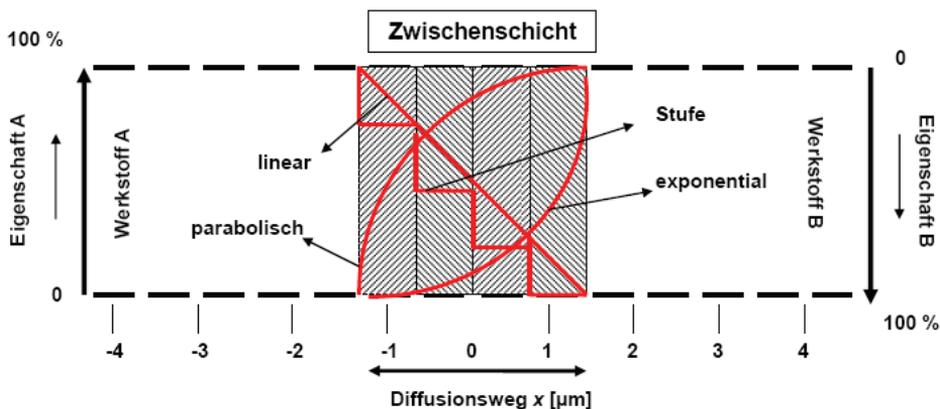


Bild 1.11 Eigenschaftsverläufe von stofflich ungleichen Werkstoffverbunden mit Zwischenschichten

Ein wesentlicher Gradient in der Fügechnik ist der Ausdehnungskoeffizient der Fügeworkstoffe. Die Anpassung der Ausdehnungskoeffizienten über Zwischen-

schichten ist das primäre Ziel zur Herstellung von Mischverbindungen. Diese beeinflussen den Einbau oder Abbau von Spannung in der Fügezone. In der Literatur sind kaum Hinweise zu finden, die das Ausdehnungsverhalten der Fügepartner bis zur Füge­temperatur und umgekehrt (Hystereseeffekt) beschreiben. Füge­untersuchungen von silikatischen, keramischen und metallischen Mischverbindungen haben gezeigt, dass auf Grund des duktilen oder sprödharten Werkstoffcharakters mit unterschiedlichem Ausdehnungsverhalten in Grenzen spannungsarme Werkstoffverbunde herstellbar sind. In der folgenden Tabelle 1.4 sind die Differenzen der Ausdehnungskoeffizienten $\Delta\alpha$ mit und ohne Zwischenschichten (Richtwerte) zur Herstellung von Mischverbindungen aufgeführt, die auf eigenen Erfahrungswerten beruhen.

Tabelle 1.4 Ausdehnungsdifferenzen von unterschiedlichen Werkstoffverbunden

Werkstoffkombination	$\Delta\alpha, 10^{-6} \text{ K}^{-1} (20 \text{ °C})$
Glas A / Glas B	0,2 - 0,4
Glaskeramik A / Glaskeramik B	0,2 - 0,4
Keramik A / Keramik B	2,0
Metall / Nichteisenmetall	5,0
Metall A / Metall B	10

2 CHARAKTERISIERUNG DER FÜGEWERKSTOFFE

2.1 Nichtoxidkeramiken

Siliziumcarbid, Siliziumnitrid und Aluminiumnitrid zählen zur Gruppe der Nichtoxidkeramiken. Generell weisen Nichtoxidkeramiken einen hohen Anteil an kovalenten Bindungen auf, die ihnen, auch bei hohen Einsatztemperaturen, sehr gute mechanische Eigenschaften verleihen. Alle Rohstoffe dieser Keramiken werden synthetisch hergestellt. Diese technischen Keramiken verfügen über Eigenschaften und Eigenschaftskombinationen, die in vielen anderen Werkstoffen nicht erreicht werden.

Bei der in den Fügeuntersuchungen verwendeten SiC-Keramik handelt es sich um flüssigphasengesintertes SiC (LPS-SiC). Siliziumcarbid zersetzt sich bei 2300 °C. Wegen der schlechten Sinterfähigkeit von reinem SiC müssen sehr hohe Temperaturen kurz unterhalb der Zersetzungstemperatur aufgewendet werden und geringe Zusätze wie B, Al, C beigelegt werden [47]. Im Gegensatz dazu werden bei der Flüssigphasensinterung oxidische Additive eingesetzt, die tiefschmelzende Eutektika bilden und so zu einer Versinterung führen. Dadurch kann die Sintertemperatur in den Bereich von 1800 °C bis 2000 °C gesenkt werden. Gemische aus Al_2O_3 und Y_2O_3 oder AlN und Y_2O_3 haben sich als Sinteradditive bewährt und werden vorrangig eingesetzt [48]. Thermodynamisch stabile Phasen im Additivsystem Al_2O_3 - Y_2O_3 sind Yttrium-Aluminium-Granat (YAG), Yttrium-Aluminium-Perowskit (YAP) und die monokline Oxidverbindung (YAM), wie im Bild 2.1 zu sehen. Bei hohen Al_2O_3 -Gehalten bildet sich die Phase $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ aus. LPS-SiC zeigt ein praktisch porenfreies feinkristallines Gefüge (mittlere SiC-Korngröße *ca.* 1 μm), eine Biegefestigkeit von *ca.* 600 MPa, eine gegenüber festphasengesintertem SiC (SSiC) um 40 bis 60 % höhere Bruchzähigkeit und höheres elektrisches Isolationsvermögen (Bild 2.2) [88].

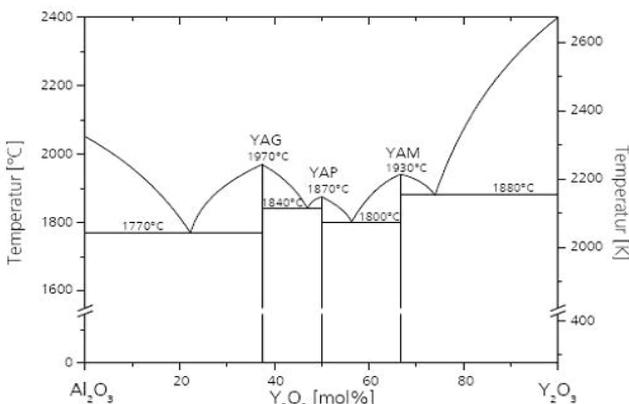


Bild 2.1 Stoffsystem Al_2O_3 - Y_2O_3 [89]

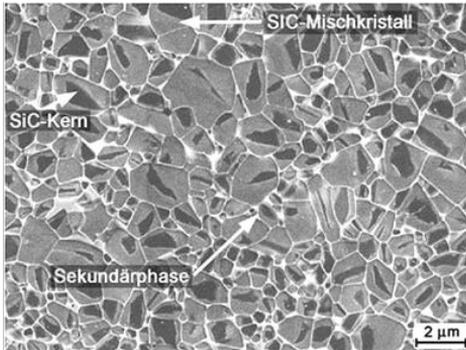


Bild 2.2 Phasen der LPS-SiC-Keramik [49, 89]

Aluminiumnitridkeramik wird üblicherweise bei Temperaturen von ca. 1800 °C drucklos gesintert. Mit Hilfe von Sinteradditiven kommt es zur Flüssigphasensinterung, ähnlich den Prozessabläufen bei der Flüssigphasensinterung von LPS-SiC. In der Praxis hat sich die Dotierung mit Calcium- und Yttriumoxid als Standardverfahren weitgehend durchgesetzt. Bei der Verwendung von CaO als Sinterhilfsmittel sind niedrigere Prozesstemperaturen erforderlich als bei der Zugabe von Y_2O_3 . Im System CaO- Al_2O_3 tritt die erste Schmelze schon bei 1365 °C auf, im System Y_2O_3 - Al_2O_3 erst bei ca. 1750 °C. Der Vorteil bei Zugabe von Y_2O_3 als Sinteradditiv liegt in der höheren erreichbaren Wärmeleitfähigkeit der AlN-Keramik. Y_2O_3 hat eine höhere chemische Affinität zu Aluminiumoxid als CaO, weshalb Al_2O_3 stärker gebunden und so das Eindiffundieren von Sauerstoff in die AlN-Körner vermindert wird [50]. Wird AlN mit Yttriumoxid dotiert, bildet sich bei der Sinterung aus Y_2O_3 und dem stets im AlN vorhandenen Al_2O_3 eine yttriumreiche Schmelze. Aus dieser Schmelze kristallisieren während des Abkühlprozesses verschiedene Yttrium-Aluminat-Phasen (siehe auch LPS-SiC).

Das thermische Verhalten von AlN ist mit dem von LPS-SiC vergleichbar, wodurch thermische Fügeverfahren für diese Werkstoffkombination geeignet sind, da die resultierenden mechanischen Spannungen zwischen beiden Werkstoffen besonders klein sind. Durch das Diffusionsschweißen können keramische Bauteile hergestellt werden, die bei sehr hohen Temperaturen, unter starken mechanischen Beanspruchungen und in Umgebung korrosiver Medien eingesetzt werden [89].

Ausgangsstoff zur Herstellung von drucklos gesintertem Si_3N_4 -Keramik (SSN) ist hochreines Si_3N_4 -Pulver, das durch Nitridierung von Silizium gewonnen wurde. Reines SiC besitzt unterhalb von 2100 °C praktisch keine Sinteraktivität. Bei Temperaturen oberhalb von 1700 °C beginnt bereits die Zersetzung von Si_3N_4 zu Silizium und Stickstoff. Aus diesem Grund werden dem Si_3N_4 -Pulver die Sinteradditive Aluminiumoxid (Al_2O_3) und Yttriumoxid (Y_2O_3) mit einem Anteil von 5 -15 Gew.-% zugesetzt. Um die Reaktivität der Rohstoffe zu erhöhen und das Sinterverhalten zu verbessern, werden die Ausgangsstoffe als Submikrometerpulver eingesetzt. Die Formgebung erfolgt durch Kaltpressen

oder kalisostatisches Pressen. Die Sinterung der endkonturnahen Grünlinge erfolgt bei Temperaturen von 1750 °C bis 1950 °C in Stickstoffatmosphäre mit bis zu 3 bar Überdruck. [51]. Auf diese Weise wird der Zersetzung des Siliziumnitrids weitestgehend entgegengewirkt. Abgesehen vom Stickstoffgasdruck erfolgt keine Druckbeaufschlagung während des Sinterprozesses. Die Additive bilden während des Sintervorgangs eine schmelzflüssige Phase aus, die durch Ausbildung von Kapillarkräften eine Verdichtung der Si₃N₄-Partikel bewirkt und die Diffusionswege zwischen den Keramikpartikeln verringert. Weiterhin dient die Schmelze als Transportmedium für gelöste Atome, was den Diffusionsprozess zusätzlich beschleunigt und das Kornwachstum der Si₃N₄-Partikel ermöglicht. Im Ergebnis entsteht ein zweiphasiges Netzgefüge (Bild 2.3) aus Si₃N₄-Körnern in einer Matrix aus oxinitridischer Sekundärphase, die neben Kristallphasen wie Aluminium-Yttrium-Granat (YAG) und α-Al₂O₃ auch teilkristalline Bestandteile wie Y-SiAlON enthält [52, 53, 88].

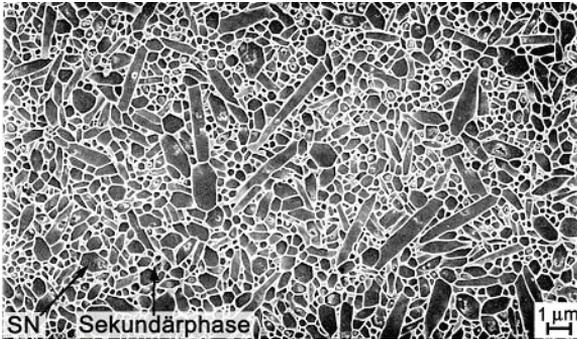


Bild 2.3 Gefüge von LPS-Si₃N₄ [54, 88]

In der nachfolgenden Tabelle 2.1 sind die thermisch - mechanischen Eigenschaften der untersuchten Nichtoxidkeramiken zusammengefasst:

Tabelle 2.1 Eigenschaften der untersuchten Nichtoxidkeramiken

Eigenschaften/Nichtoxidkeramiken	SiC (SSiC)	Si ₃ N ₄ (SSN)	AlN
Dichte ρ, g/cm ³	3,2	3,2	3,0 - 3,3
Offene Porosität OP, %	0	0	0
Elastizitätsmodul E, GPa	400	300	320
Härte (Vickers)	25	15,5	11
Max. Anwendungstemperatur (Schutzgas, Luft), °C	1700	1450	1000
Ausdehnungskoeffizient α (20...1000) °C, 10 ⁻⁶ K ⁻¹	4,1	3,25	5,0
Temperaturwechselbeständigkeit TWB, K	350-450	450	400

2.2 Keramische Zwischenschichten

Wie im vorangegangenen Abschnitt erläutert, ist das Diffusionsschweißen von Nichtoxidkeramiken ohne Zwischenschichten nur mit erheblichem Aufwand möglich. Temperaturen im Bereich der Sintertemperatur werden benötigt. Um den Fügeprozess effizienter zu gestalten, kommen Zwischenschichten zum Einsatz, die den Diffusionsprozess erleichtern und somit die Fügetemperatur senken. Der zweite wichtige Aspekt beim Diffusionsschweißen von Keramik sind die bereits beschriebenen hohen Ansprüche an die Oberflächenqualität. Ausgehend vom gesinterten Bauteil, welches herstellungsbedingt eine raue Oberfläche aufweist, besteht die Möglichkeit einer Oberflächenpräparation durch Schleifen und Polieren. Dieser Prozess ist aufgrund der hohen Härte der Nichtoxidkeramiken nur mit Diamantwerkzeugen und hohem Zeitaufwand möglich. Deformierbare Zwischen-schichten bieten die Möglichkeit, Rauheiten in begrenztem Umfang auszugleichen, was den Vorbehandlungsaufwand reduziert und somit Kosten senkt

Die Herstellung von keramischen Folien erfolgt in der Regel nach dem Doctor-Blade-Verfahren. Hierzu werden die keramischen Rohstoffe in Pulverform durch Zugabe von Binde- und Plastifizierungsmitteln zu einem gießfähigen Schlicker verarbeitet. Dieser wird in einer Foliengießmaschine aus einem Vorratsbehälter (Gießschuh) auf eine Trägerfolie aufgerakelt. Die Dicke der Keramikfolie wird durch den Abstand des Rakels zur Trägerfolie eingestellt. Nach dem Auftragen des Schlickers auf die Trägerfolie wird dieser getrocknet. Im Anschluss wird die Keramikfolie zu einer Rolle aufgewickelt. In dieser Form ist die Grünfolie transport- und lagerfähig. Das Verfahrensprinzip ist in Bild 2.4 dargestellt [55, 88].

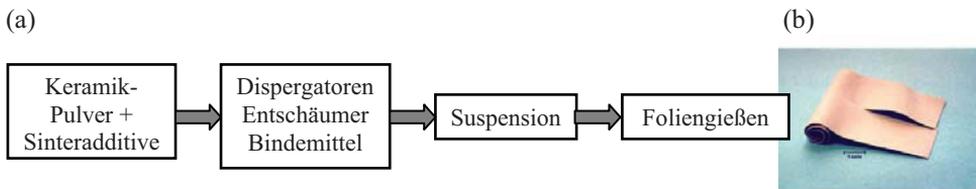


Bild 2.4 Schematische Darstellung der Foliengießmaschine (a); flexible Grünfolie (b)

Die Applizierung wird deutlich erleichtert, da Folien eine ausreichende Festigkeit und Flexibilität bieten. Konstruktiv bzw. fügegerecht angepasst können diese auf die Fügefläche aufgelegt werden. Ein weiterer Vorteil besteht in der Strukturierbarkeit. Durch Stanzen oder Schneiden lassen sich beliebige Strukturen in die Folie einbringen, so dass neben der Verbundausbildung auch multifunktionelle Aufgaben realisiert werden können, z.B. durch Laminieren.

Im Rahmen der Fügeuntersuchungen standen unterschiedliche Foliengießzusammensetzungen zu Verfügung. Diese Folien enthielten etwa 20 Gew.-% organische Bestandteile (Binde- und Plastifizierungsmittel), die zur Herstellung

und Handhabung notwendig sind. Grundlage der Keramikfolien ist ein Patent [56] zwischen dem ifw Jena und dem Fraunhofer Institut Keramische Technologien und Systeme - Dresden. Der anorganische Anteil orientiert sich an der Zusammensetzung des Grundwerkstoffes. Dementsprechend stellt ein Gemisch aus Aluminiumoxid und Yttriumoxid ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$) eine wichtige Komponente der Folien dar. Diese Stoffe kommen als Sinteradditive bei der Herstellung von Nichtoxidkeramiken zum Einsatz und ermöglichen die Bildung einer Schmelzphase, um Diffusionsprozesse zu ermöglichen. Der Hauptbestandteil der Folien ist Siliziumcarbid (SiC). Die SiC-Körner dienen der mechanischen Verstärkung der Zwischenschicht. Weiterhin wird durch diese Partikel der Diffusionsgradient zwischen Folie und Grundwerkstoff erhöht und somit die Verbundausbildung beschleunigt. Eine weitere Funktion der SiC-Körner ist die Senkung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten, so dass Grundwerkstoff und Zwischenschicht im Ausdehnungsverhalten angepasst sind. Die Folien F20, F21 und F22 enthalten zusätzlich einen Anteil an Siliziumdioxid (SiO_2), um die Fügetemperatur durch die Bildung einer schmelzflüssigen Phase zu senken, Tabelle 2.2. Für die Herstellung der Folien wurden Keramikpulver mit Korngrößen im Submikrometerbereich verwendet [88].

Tabelle 2.2 Zusammensetzungen von LPS-SiC-Folien

Folie	SiC, Gew.-%	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$, Gew.-%	SiO_2 , Gew.-%
F04	60	40	
F18	30	70	
F19	70	30	
F20	60	20	20
F21	60	35	5
F22	60	32	8

Zum Fügen von Silizium- und Aluminiumnitrid wurden Folien auf der Basis von AlN und einer Mischfolie in Kombination von SiC und Si_3N_4 entwickelt, Tabelle 2.3. Zur Verbindung von AlN mit AlN sowie auch AlN mit LPS-SiC wird der Fügefolie ein höherer Anteil an Sinteradditiven ($\text{Y}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$) als dem Grundwerkstoff vor der Sinterung beigefügt. Während des Sinterprozesses bildet sich aus Y_2O_3 und Al_2O_3 und dem vorhandenen Siliziumdioxid eine yttriumreiche Schmelze. Im nachfolgenden Abkühlprozess kristallisieren verschiedene Yttrium-Aluminat-Phasen aus. Durch die eutektische Schmelze, die sich ab ca. 1350 °C bildet, wird die Fügetemperatur gesenkt [88].

Tabelle 2.3 Zusammensetzung der Si_3N_4 - und AlN-Folie und Si_3N_4 /LPS-SiC-Folien

Folie	Si_3N_4 , Gew.-%	AlN, Gew.-%	SiC, Gew.-%	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$, Gew.-%
SN-F02	60			40
AlN-F02		60		40
LPS-SN-F01	30		30	40

2.3 X5CrNi18-10 und AlMg3

Bei dem in den Fügeuntersuchungen verwendeten Edelstahl handelt es sich um den Stahltyp X5CrNi18-10. Dieser Stahl ist ein austenitischer Chrom-Nickel-Stahl. Durch seinen C-Gehalt von 0,07 % neigt dieser im geschweißten Zustand zur Korrosionsempfindlichkeit. Die Bildung von Chromcarbiden und die damit verbundenen chromverarmten Bereiche in der Umgebung dieser Ausscheidungen machen diesen Stahl anfällig für interkristalline Korrosion, die vor allem nach dem Schweißen oder bei hohen Temperaturen einsetzen kann [57]. Der Nickelanteil im X5CrNi18-10 erhöht die Zähigkeit, der Chromanteil ist für die erhöhte Härte und die verbesserten Korrosionseigenschaften verantwortlich. X5CrNi18-10 wird durch ein austenitisches Gefüge charakterisiert. Austenit ist eine feste Lösung von Kohlenstoff und γ -Eisen, in welchem die C-Atome die oktaedrischen Lücken im γ -Eisen teilweise besetzen. Aus dem Phasendiagramm des Eisen-Kohlenstoff-Systems geht hervor, dass Austenit in Abhängigkeit des Kohlenstoffanteils nur bei Temperaturen $T > 738 \text{ }^\circ\text{C}$ stabil existieren kann [58]. Aus dem Gefügeschaubild der CrNi-Stähle mit 0,2 % C ist zu erkennen, dass der hier verwendete Stahl mit einem Anteil von ca. 10 Gew.-% Nickel und 18 Gew.-% Chrom bei schneller Abkühlung an Luft oder Wasser ein austenitisches Grundgefüge annimmt. Dazu haben STRAUß und MAURER die Ausbildung des Grundgefüges für Chrom-Nickel-Stähle mit einem Gehalt von 0.2 % C bei Abkühlung von 1100 $^\circ\text{C}$ an Luft angegeben [59]. Stähle mit dieser Eigenschaft werden als austenitische Chrom-Nickel-Stähle bezeichnet, wobei der Nickelanteil stabilisierend auf das Austenitgebiet wirkt. Aufgrund der fehlenden martensitischen Phasenumwandlung lassen sich diese Stähle nicht Härten und gehören damit zur Gruppe der nichthärtbaren Stähle. Sie zeichnen sich durch eine Kombination von Verarbeitbarkeit, mechanischen Eigenschaften und Korrosions-beständigkeit aus, was sie für viele Anwendungsmöglichkeiten interessant macht. Die hohe Festigkeit und das hohe Dehnungsvermögen führen zu einer guten Kaltverformbarkeit. Dieser Werkstoff weist die folgenden mechanischen und physikalischen Eigenschaften auf, Tabelle 2.4 [87].

Tabelle 2.4 Physikalische und mechanische Eigenschaften X5CrNi18-10

Eigenschaften	Kennwert
Dichte ρ , g/cm ³	7,93
Gittertyp	kfz
Schmelzpunkt T_s , $^\circ\text{C}$	1400 – 1455
Ausdehnungskoeffizient $\alpha(20\dots100) \text{ }^\circ\text{C}$, 10^{-6} K^{-1}	18
Wärmeleitfähigkeit λ , $\text{Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}$ bei 20 $^\circ\text{C}$	16,3
Härte (Vickers)	175HV
Elastizitätsmodul E , GPa	190 – 210
Zugfestigkeit R_m , MPa	460 – 100

Durch eine Reihe von Eigenschaften spielen Aluminium und dessen Legierungen eine besondere Rolle in der Industrie. Aluminium zeichnet sich besonders durch seine geringe Dichte aus (Reinaluminium: $2,8 \text{ g/cm}^3$ und AlMg3: $2,66 \text{ g/cm}^3$), die einem Drittel von X5CrNi18-10 entspricht. Insbesondere in der Fahrzeugtechnik wird dies zum großen Vorteil genutzt. Verschiedene Komponenten können, angefangen vom Motor bis hin zum Fahrwerk, aus Aluminium bzw. dessen Legierungen eingesetzt werden. Durch den gezielten Einsatz von Legierungselementen werden die Festigkeitseigenschaften von Aluminium gesteigert, so dass Mindestfestigkeiten zwischen 60 und 530 N/mm^2 hergestellt werden. AlMg3 hat R_m von 190 N/mm^2 [60]. Ein weiterer Vorteil von Aluminium sowie Aluminiumlegierungen besteht in der hohen Elastizität bzw. dem niedrigen Elastizitätsmodul. Als Aluminiumknetlegierung werden alle Aluminiumlegierungen bezeichnet welche vor allem durch Umformen (Walzen Strangpressen) bearbeitet werden. Bereits geringe Zusätze der Legierungselemente Magnesium, Silizium, Kupfer, Zink und Mangan ändern sehr stark die Eigenschaften des reinen Aluminiums. Insbesondere werden Festigkeit und Härte gesteigert, die elektrische Leitfähigkeit gesenkt, während die Umformbarkeit nur gering nachlässt. Magnesium ist eines der wichtigsten Legierungselemente in den meisten mittelfesten und in einigen hochfesten Aluminium-Knetlegierungen. In Kombination mit Silizium verleiht es den Legierungen Eigenschaften, die sie für Hochtemperaturanwendungen attraktiv machen. Aluminium besitzt ein temperaturabhängiges Lösungsvermögen für Magnesium (System mit Mischungslücke im festen Zustand). Bei 450 °C werden $17,5 \%$, bei 20 °C nur $2,5 \%$ Mg im Al-Mischkristall gelöst. Allerdings ist eine wesentliche Festigkeitssteigerung durch Aushärten bei den üblichen Legierungen mit bis zu 7% Mg-Anteil nicht zu erreichen, was dementsprechend auch auf AlMg3 zutrifft [61]. Die Aluminium-Magnesiumlegierung (AlMg3) weist die folgenden mechanischen und physikalischen Eigenschaften auf, Tabelle 2.5 [87].

Tabelle 2.5 Physikalische und mechanische Eigenschaften AlMg3

Eigenschaften	Kennwert
Dichte ρ , g/cm^3	2,7
Gittertyp	kfz
Schmelzpunkt T_s , $^{\circ}\text{C}$	620
Ausdehnungskoeffizient $\alpha(20\dots100) \text{ }^{\circ}\text{C}$, 10^{-6} K^{-1}	23,5
Wärmeleitfähigkeit λ , $\text{Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}$ bei $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$	75
Härte (Vickers)	175HV
Elastizitätsmodul E , GPa	71
Zugfestigkeit R_m , MPa	300 – 450

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Werkstoffeigenschaften die Prozessparameter bestimmen. Beide Fügwerkstoffe bieten eine gute Verformbarkeit auf Grund der übereinstimmenden kubisch-flächenzentrierten Gitter. Die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten bei $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$

beträgt $\Delta\alpha \sim 5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Spannungsarme Verbunde sind herstellbar. Die Fügetemperatur T_F orientiert sich an der niedrigsten Schmelztemperatur der Fügepartner. In diesem Falle bei $T_F < 600 \text{ °C}$ des AlMg3.

3 DIFFUSIONSPROZESSE

3.1 Stoffschluss und Festkörperdiffusion

Das Ziel jeder Verbindung ist die Herstellung des Stoffschlusses. Entsprechend der Größe der Bindungsenergien zählen Atom-, Ionen-, Metall- und Mischbindungstypen zu den Bindungen, die Stoffschluss ermöglichen. Die Größe der Bindungsenergie in der Fügezone muss dem Grundwerkstoff entsprechen. Die Van-der-Waals-Bindung ist wesentlich schwächer und würde keinen Stoffschluss verursachen.

Aus der Literatur sind verschiedene Hypothesen für die Verbindungsbildung beim Diffusionsschweißen bekannt, so die Dünnschicht-, die Energie-, die Rekristallisations-, die Diffusions- und Leerstellenhypothese [62, 63]. Untersuchungen zum Verbinden an Werkstoffpaarungen ergab, dass die Hypothesen die Prozesse nicht ausreichend erklären, weil diese auf die jeweiligen Werkstoffpaarungen beschränkt bleiben. Auch wenn durch das Fehlen entsprechender experimenteller Daten thermodynamische Voraussagen über die Möglichkeit oder Unmöglichkeit einer Verbindung oder reaktionskinetische Betrachtungen heute noch erschwert werden, so sind Abschätzungen anhand thermodynamischer Gesetze möglich.

Beim Erwärmen zweier im Kontakt stehenden Festkörperoberflächen setzt bei entsprechend hoher Temperatur und Flächenpressung ein viskoses Fließen ein. Bei silikatischen Werkstoffen sind dabei Temperaturen im Transformationsgebiet T_g notwendig. Dabei werden Oberflächenschichten zerrissen oder auch im Grundwerkstoff gelöst. Es finden Diffusionsprozesse (Leerstellenbildung und -wanderung) an den Oberflächen oder im Volumen statt. Dabei passen sich die Fügeoberflächen einander an, bis der Zustand des physikalischen Kontakts erreicht ist. Dies beruht auf Van-der-Waals-Wechselwirkung. Durch Temperatur, Flächenpressung, Werkstoff- und Oberflächenzustand ist dieser Prozess von der Zeit abhängig. Dabei bilden sich an der Oberfläche freie Valenzen (aktivierte Zentren), wobei sich Festkörperoberflächen stets „heterogen reaktiv“ verhalten [64, 65, 66]. Damit Bindungen entstehen, die zu einem Stoffschluss führen, muss eine Aktivierungsenergie E_A so lange aufgebracht werden, bis an den aktivierten Zentren Chemisorptionsprozesse ablaufen. Es bilden sich dann zwischen den Fügeflächen Cluster oder Keime aus. Dort liegt praktisch schon ein Stoffschluss vor. Beim Übergang physikalischer Kontakt-Chemisorption muss eine weitere Annäherung der Oberflächenatome erfolgen. Dadurch bilden sich weitere Cluster oder Keime, die sich als Stoffschlussinseln durch weitere Zufuhr von Energie an der Oberfläche vergrößern. Immer mehr Atome reagieren miteinander, wobei durch den Energieüberschuss auch Volumendiffusionsprozesse einsetzen.

Wie schon beschrieben, sind die physikalisch-technischen Grundlagen der Festkörperdiffusion noch nicht umfassend geklärt. Die Platzwechselfvorgänge in

Festkörpern bedingen eine gegenseitige vollständige bzw. teilweise Mischbarkeit der zu verbindenden Werkstoffkomponenten. Dies bedeutet, dass das Gitter eines Werkstoffes A in der Lage sein muss, fremde Atome eines Werkstoffes B in einer bestimmten Verteilung aufzunehmen und Mischkristalle zu bilden. Diese Platzwechselfvorgänge beruhen auf energetischen Ausgleichsvorgängen, für die hauptsächlich die statistischen Wärmebewegungen der Atome und die thermodynamischen Potenzialunterschiede maßgebend sind. Die so entstehende Übergangszone wird durch atomare und molekulare Bindungskräfte zwischen den Festkörperoberflächen bestimmt und führt zu einer stoffschlüssigen Verbindung in Abhängigkeit der Verfahrensparameter. Im Bereich beispielsweise zweier metallischer Kontaktflächen entsteht eine Legierungszone, deren Eigenschaften in erster Linie davon abhängen, welche Stoffkomponenten am Diffusionsprozess beteiligt waren und welche Platzwechselfvorgängen stattgefunden haben. Man unterscheidet daher zwei Arten der Mischkristallbildung, die Einlagerungsmischkristallbildung und die Austausch- bzw. Substitutionsmischkristallbildung.

Stoffschluss und gleichzeitige Erhaltung der Formgenauigkeit der zufügenden Werkstoffe sind im Realfall schwierig. Um dieses Ziel zu erreichen, ist die Präparation einer Fügeoberfläche durch mechanische bzw. chemische Bearbeitungsprozesse eine Voraussetzung. Bei Betrachtung des 2. Hauptsatzes der Thermodynamik strebt jedes System den thermostabilsten (energieärmsten) Zustand an. Es ist bekannt, dass durch kinetische Hemmungen metastabile Zustände auftreten können. Physikalisch gesehen entspricht die Fügeoberfläche einer Phasengrenze. Diese wird charakterisiert durch einen kondensierten (festen) Stoff und einer Gasphase. In der Umgebungsphase stellt sich durch Adsorption ein thermodynamisch stabiler Zustand ein. Am bekanntesten ist das Ein-diffundieren von Sauerstoff in eine Metalloberfläche, die zu einer Oxidationsschicht führt. Diese Oxidationsschicht wird auch als „technische Oberfläche“ bezeichnet (Bild 3.1).

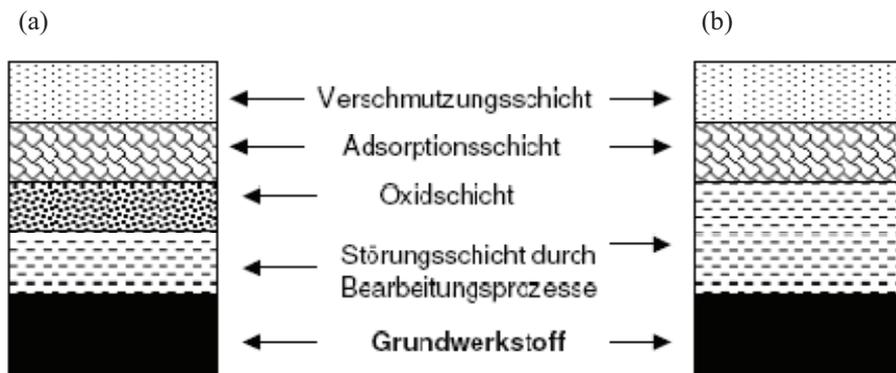


Bild 3.1 Querschnitt durch eine technische Oberfläche: Metall (a), Keramik/Glas (b)

Die Literatur beschreibt verschiedene Verbindungsmechanismen und Hypothesen, die in zwei Gruppen eingeteilt werden können:

- Energiehypothese von SEMENOV, Dünnschichthypothese von AIBINDER und WHITEHEAD sowie die Rekrystallisationshypothese von PARKS
→ stoffschlussverursachender Prozess ist diffusionslos,
- Diffusionshypothese von KASAKOV, LASCHKO und LASCHKO/AVAKIAN sowie die Leerstellenhypothese von KOSTEZKI und IVSCHENKO [67].

Die Entwicklung des Diffusionsschweißens begann mit Metall/Metall-Verbindungen. Die darauf beruhenden Theorien orientierten sich am Diffusionsraum in der Fügezone. Beim Diffusionsschweißen von Mischverbindungen können die Verbindungsmechanismen nicht nur durch Diffusionsprozesse beschrieben werden. Mit Entstehen weiterer Theorien aus der Festkörperphysik und -chemie, Sinter- und Oberflächenprozesse wird die Komplexität stoffschlussverursachender Prozesse vertieft. So kann beispielsweise das Kaltpress-schweißen als verwandtes Verfahren hinsichtlich der Wirkungsweise der Energieübertragung betrachtet werden. Der Stoffschluss entsteht ohne Zuführung von Wärme, dafür mit hoher Flächenpressung. Im Ergebnis dieser werden bei Metall/Metallverbindungen keine Diffusionszonen nachgewiesen, weisen aber hohe Festigkeiten auf. Bei Mischverbindungen entstehen sowohl stöchiometrisch als auch strukturell neue Schichten in der Fügezone, deren entstehen auf Diffusionsprozesse durch Energiepotenziale zurückzuführen sind.

Ähnliche Effekte sind auch bei der Energie- und der Dünnschichthypothese festzustellen. Durch die Annäherung der Fügeoberflächen bis in den Bereich zwischenmolekularer Wechselwirkungen entsteht der Stoffschluss nach Überwindung der Energiebarriere, danach finden Diffusionsprozesse statt. Dieser Prozess wird als ein „Abbinden“ bezeichnet. Die Dünnschichthypothese basiert auf diesem Prozess als Phasengrenzreaktion. Das Abbinden wird hierbei als ein Absättigen von freien Valenzen an der Fügeoberfläche verstanden. Differenziert man diese Aussage, würde eine Oxidschicht den Verbindungsprozess nicht stören. Experimentelle Fügeuntersuchungen an Oxidkeramiken zeigten, dass dies in Abhängigkeit der Fügeparameter teilweise stimmt. Unter reduzierenden Ofenatmosphären konnten Fügeverbindungen mit ausreichenden Festigkeiten nachgewiesen werden.

Eine weiter theoretische Beschreibung zum Bindungsmechanismus erfolgt durch RIKALIN, SCHORSCHOROV, KRASULIN, MASUR und METELKIN [67]. Diese Theorie beschreibt den Diffusionsschweißprozess in Übereinstimmung mit quantenmechanischen Erkenntnissen bezüglich aktivierter Zentren in zwei Phasen:

- in der ersten Phase erfolgt die physikalische Kontaktbildung durch Annäherung der Fügeflächen bis Bindungskräfte wirken können vom van-der-Waals-Typ. Dies wird durch eine lokale und plastische Deformation des Oberflächenprofils erreicht (Wichtige Voraussetzung zum Fügen von Glas, um präzisionsgenaue → Schweißqualitäten zu erreichen) und
- in der zweiten Phase können an den aktivierten Zentren durch Überwindung der Energiebarrieren durch thermodynamischen und kinetischen Gegebenheiten stoffschlussverursachende Wechselwirkungen unter Bildung starker Bindungstypen eintreten.

Erst im Ergebnis der zweiten Phase finden durch die neuen Bindungen und das thermodynamische Gleichgewicht Diffusionsprozesse statt. Der einsetzende Massen- und Ladungsträgertransport bewirkt die Gleichgewichtseinstellung. Diese bleibt nicht auf Oberflächen und innere Grenzflächen beschränkt, sondern umfasst auch das Volumen. Dadurch bilden sich Diffusionszonen aus.

Stoffschlussführende Elementarprozesse finden durch Wechselwirkungen in atomaren Bereichen statt. Voraussetzung für Metall-, Ionen-, Atom- oder Mischbindungen sind Wechselwirkungen in den Elektronenhüllen notwendig, wobei folgende Bedingungen erfüllt sein müssen [68, 69]:

- ähnliche Energieinhalte → Energiebedingung
- Elektronenhüllen müssen sich überlappen → Interferenzbedingung und
- Elektronenhüllen müssen gleiche Symmetrie aufweisen → Symmetriebedingung.

Sind die Bedingungen gegeben, kommt es zwischen den Atomkernen zur Elektronen-dichteverchiebung. Diese charakterisieren den Bindungstyp. Bringt man beim Fügen die Werkstoffe mit unterschiedlichen Elektronenstrukturen in Kontakt, kommt es zur Ladungsverchiebung und zur Energieminimierung. Dieser Prozess läuft nur unter folgenden Voraussetzungen ab:

- keine isolierenden Schichten zwischen den Werkstoffen,
- ähnliche Energieniveaus und
- Kontaktstellen müssen vorhanden sein.

Die Diffusion von Ladungsträgern ist funktionell abhängig von der Temperatur (kinetische Energie), der chemischen Zusammensetzung und vom strukturellen Aufbau der Werkstoffe. Das Wirkprinzip für einen Stoffschluss ist die Bildung atomarer Bindungen durch die Verschiebung der Elektronendichte im Festkörper und ist mit der Elektronen- bzw. Defektelektronendiffusion gleichzusetzen.

Betrachtet man zwei Oberflächen, die bei unterschiedlichen Werkstoffen vorliegen, sind in der Gitterstruktur Leerstellen und damit verbundene Stofftransportbedingungen gegeben. Nachteilig sind Adsorptionsschichten oder

unterschiedliche Gitterstrukturen bzw. Gitterorientierungen, die zu Spannungen und zu keiner stoffschlüssigen Verbindung führen. Es entstehen Keime mit hoher Mikrohärtigkeit und Versetzungen, die als Strukturdefekte selbst wieder Ausgangspunkt von Leerstellen- bzw. Stoffströmen werden. Eine hohe Versetzungsdichte setzt unterschiedliche Gitterstrukturen mit hoher Oberflächenenergie voraus. Neben Diffusionsprozessen spielt auch ein plastisches Fließen im Kontaktbereich eine wesentliche Rolle. Untersuchungen zeigten, dass geschliffene Oberflächen einer Fügeverbindung eine höhere Festigkeit aufweisen gegenüber gebeizten oder polierten Oberflächen [70, 71]. Folgende Schlussfolgerungen ergeben sich daraus:

- Die Entstehung des Stoffschlusses ist abhängig vom Werkstoff (Bindungen, Elektronenorbitale, Gitter) und ist durch die Energiebilanz mit der Temperatur verknüpft.
- Stoffschluss kann entstehen, wenn eine Phase der Kontaktbildung zur Bildung chemisch aktivierter Zentren bei optimaler Oberflächenannäherung vorliegt.
- Die Ausdehnung der Prozesse erfolgt in das Volumen entsprechend der Aktivierungsenergie. Diffusionszonen sind nicht immer Bedingung, sondern die Folge der Einstellung des Gleichgewichts.

Im Praxisfall zeigt sich aber, dass beim Fügen von Keramiken, Nichtmetallen oder Metallen Adsorptionsschichten meistens vorhanden sind und von einer reinen physikalischen Kontaktoberfläche nicht ausgegangen werden kann. Solche „inerten“ Schichten nehmen am stoffschlussverursachenden Prozess nicht teil. Durch die Vergrößerung des Gleichgewichts-abstandes erhöht sich die Aktivierungsenergie und wird gleich der Dissoziationsenergie (mittlere Bindungsenergie, um kovalente Bindungen zu spalten). Im Ergebnis dieses Zustandes kommt es höchstens zum Anhaften der Fügeoberflächen durch Formschluss in der Mikrogeometrie oder durch physikalischen Kontakt. Der gleiche Verbindungs-mechanismus ist auch beim Löten zu beobachten, wenn Flussmittel die Oxidschichten nicht aufspalten oder die Löttemperatur zu gering ist.

Das thermodynamische Gleichgewicht ist abhängig vom Werkstoff und den Fügeparametern. Diese entscheiden, ob ausgehend von der Oberfläche Stoffschluss-Keime wachsen. Dabei kommt der Reinigung und Aktivierung der Oberfläche eine zentrale Bedeutung zu. Davon hängt die Zahl der aktivierten Zentren ab und somit die prozentual durch Stoffschluss verbundene Fläche.

3.2 Diffusionsprozesse in Nichtoxidkeramiken

Der Begriff Diffusionsschweißen oder Diffusionsfügen muss hier voneinander abgegrenzt werden, da beim Einsatz von Zwischenschichten partiell flüssige

Phasen während des Fügeprozesses entstehen können und es sich dadurch nicht mehr um einen reinen Diffusionsschweißprozess handelt. Damit Diffusionsprozesse in Keramiken ablaufen können, werden Sinteradditive Al_2O_3 , Y_2O_3 oder SiO_2 zugesetzt. Bei hohen Fügetemperaturen bildet sich aus diesen eine partielle Schmelzphase, in der die Keramik teilweise löslich wird. Dadurch werden die Bindungen reduziert und die notwendige Aktivierungsenergie sinkt. Die Verbundausbildung zwischen Grundwerkstoff und Fügefolie wird hauptsächlich durch den Anteil der Schmelzphase in der Zwischenschicht bestimmt, der wiederum von der Folienzusammensetzung und den Prozessparametern abhängig ist.

Durch die während des Fügeprozesses aufgebrauchte Fügekraft, wird eine Anformung der Folie an den Grundwerkstoff erreicht. Desweiteren wird die Verdichtung der anorganischen Folienbestandteile unterstützt, was Grundvoraussetzung für den Ablauf von Diffusionsprozessen ist. Die Verdichtung des keramischen Gefüges beeinflusst die Verbundfestigkeit. Bild 3.1 zeigt schematisch den Verbindungsmechanismus [88].

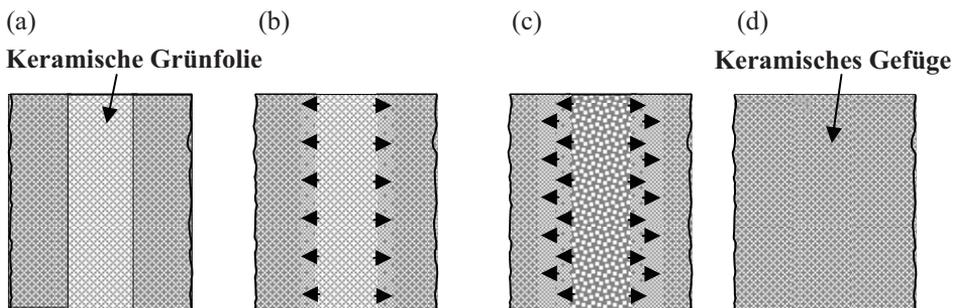


Bild 3.1 Diffusionsmechanismus in Nichtoxidkeramiken durch Konzentrationsausgleich mit Zwischenschichten: Phase 1 (a), Phase 2 (b), Phase 3 (c) und Phase 4 (d)

Der Ausgangspunkt des Verbindungsprozesses sind gleiche oder unterschiedliche Keramiken (z.B. LPS - SiC mit LPS - SiC) und einer dazwischen liegenden Fügefolie, die ebenfalls aus den Fügeworkstoffen besteht, aber eine graduell andere Zusammensetzung hat. Beispielsweise besitzt eine LPS - SiC - Fügefolie 30 Gew.-% Sinteradditive und die zu fügende Keramik einen Sinteradditivgehalt von 5 Gew.-% (Phase 1). Durch Temperatur-erhöhung wird die Ausbildung einer partiellen Schmelze ermöglicht, wodurch die Diffusion zwischen Folie und Keramik deutlich erhöht wird. Ein zusätzlicher Druck auf die zu fügenden Keramik verbessert die Anbindung (Phase 2). Beim Erreichen der Fügetemperatur kommt es zu einer Diffusion der Schmelzphase in die Keramik und zu einem Konzentrationsausgleich der Sinteradditive. Es bildet sich eine Diffusions- bzw. Fügezone aus (Phase 3). Nachdem weitgehend ein Konzentrationsausgleich der Sinteradditive stattgefunden hat, ist die Folie im Grundwerkstoff assimiliert worden. Gefügeuntersuchungen zeigen praktisch

keine werkstoff-lichen Unterschiede zwischen Fügezone und Grundwerkstoff (Phase 4).

Das Fügen von Nichtoxidkeramiken mit keramischen Grünfolien kann in zwei Prozessen beschrieben werden:

- Entbinderungsprozess und
- Fügeprozess.

Den ersten Schritt zum Fügen von Keramiken stellt die Entbinderung der Folie dar. In der Fügefolie sind ca. 20 Gew.-% organische Binde- und Plastifizierungsmittel enthalten, die vor dem eigentlichen Fügeprozess entfernt werden müssen. Bei der Keramikherstellung erfolgt der Entbinderungsprozess der Grünlinge in der Regel an Luft durch Oxidation der organischen Bestandteile bei Temperaturen bis zu 500 °C. Diese Verfahrensweise erfordert jedoch eine zusätzliche thermische Behandlung in einem Entbinderungssofen. Im Bild 3.2 ist der Verlauf der Masseänderung von der LPS-Grünfolie F21 (60 Gew.-% SiC, 35 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃ und 5 Gew.-% SiO₂) während des Aufheizprozesses dargestellt (TG-Kurve/Thermogravimetrie). Ab einer Temperatur von etwa 200°C ist eine deutliche Masseabnahme zu erkennen. Dieser Punkt kennzeichnet den Beginn des Entbinderungsprozesses. Ab 500 °C ist die Probenmasse nahezu konstant. Die Gewichtsveränderung in diesem Temperaturintervall beträgt etwa 17%, was beweist, dass die Folie bei Temperaturen oberhalb von 500 °C weitestgehend frei von organischen Bestandteilen ist. Der in der Folie verbleibende organische Restanteil wird bei Temperaturen bis etwa 900 °C [72] pyrolytisch gespalten. Die Reaktionsprodukte der Pyrolyse sind Gase, die aus der Folie entweichen und elementarer Kohlenstoff [88].

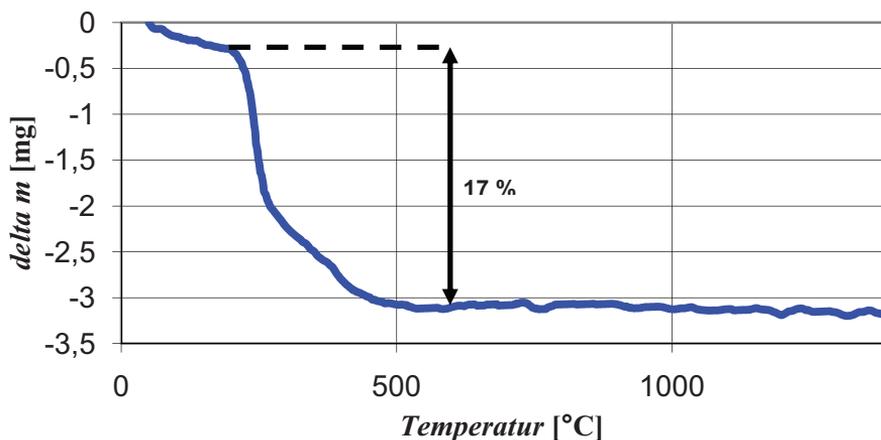


Bild 3.2 Entbinderungsprozess einer LPS-Grünfolie mit 60 Gew.-% SiC, 35 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃ und 5 Gew.-% SiO₂, Entbinderungsbereich 200 °C bis 500 °C [88]

Der in der Folie verbleibende Kohlenstoff wirkt als Sinterhilfsmittel. In geringen Mengen wirkt er sich fördernd auf die Verbundausbildung aus [73, 55]. Grundvoraussetzung für das Entbindern sind Kanäle zwischen den Keramikpartikeln in der Folie, durch welche die gasförmigen Bestandteile entweichen können. Bei Foliendicken $> 100 \mu\text{m}$ wird der Entbinderungsprozess durch längere Diffusionswege behindert. Aus diesem Grund ist es notwendig, eine Haltezeit oberhalb der Entbinderungstemperatur einzufügen. Alternativ kann die Druckbeaufschlagung erst nach dem Entbindern eingesetzt werden. Dadurch wird erreicht, dass die flüchtigen Bestandteile über die Folienoberseite entweichen können. Diese Variante war jedoch anlagenbedingt nicht realisierbar. Die während des Aufheizprozesses aufgebrachte Presskraft bewirkt kontinuierlich eine Anformung der Folie an den Grundwerkstoff. Damit wird eine Verdichtung der anorganischen Bestandteile erreicht und die zur Diffusion notwendigen Kontaktstellen werden geschaffen. Eine Schwierigkeit hierbei stellt die Schwindung der Folie dar. Da die Folie während der gesamten Schweißzeit zwischen den Fügeteilen eingespannt ist, kann sich die Folie nicht lateral zusammenziehen. Dies kann insbesondere bei dickeren Folien zur Rissbildung führen. An diesen Rissen geht der Kontakt zwischen den Keramikpartikeln verloren. Dementsprechend kann hier keine Diffusion stattfinden, was dazu führt, dass ein Ausheilen der Risse im Fügeprozess nicht möglich ist. Eigene Untersuchungen haben gezeigt, dass Fügefolien mit einer Dicke von $< 50 \mu\text{m}$ vorteilhaft sind, um eine optimale Stabilität und Dichtheit der Verbindung zu erzielen.

An die Entbinderungsphase schließt sich die Festkörperdiffusion zwischen den Oxidbestandteilen an, welche durch eine eutektische Reaktion zwischen Al_2O_3 , Y_2O_3 und SiO_2 zur Ausbildung einer viskosen Schmelze bei $1351 \text{ }^\circ\text{C}$ führt [74]. Dieses Eutektikum weist eine Zusammensetzung von 22 Gew.-% Al_2O_3 , 12,18 Gew.-% Y_2O_3 und 65,82 Gew.-% SiO_2 auf. Da die Nominalzusammensetzungen der Folien weit außerhalb der eutektischen Zusammensetzung liegen, wird die Schmelzphase zunächst nur lokal ausgebildet und weitet sich mit steigender Temperatur aus. Das gebildete Schmelzevolumen ist hierbei vom SiO_2 -Gehalt in der Folie abhängig. Ohne den Zusatz von SiO_2 steht nur die auf den SiC-, AlN- und Si_3N_4 -Partikeln vorhandene Oxidschicht für eine eutektische Reaktion zur Verfügung, was sich in einem geringen Schmelzanteil äußert. Um den Schmelzanteil zu erhöhen, enthalten die Folien einen geringen SiO_2 -Anteil. Mit weiter steigender Temperatur erhöht sich der Anteil an Flüssigphase und es kommt zur Benetzung der nicht geschmolzenen Partikel. Hierbei werden Kapillarkräfte wirksam, welche eine Verdichtung der festen Keramikpartikel zur Folge haben. Während der Schweißzeit diffundieren die gelösten Bestandteile durch die Schmelze und bewirken Umordnungs- und Kornwachstumsprozesse. Basis ist die kontinuierliche Lösung und Wiederausscheidung von Feststoff in bzw. aus der Schmelzphase. Die Diffusionsrichtung wird durch die Konzentrationsgradienten zwischen Werkstoff und Folie bestimmt. Die Oxide und die Keramikpartikel aus der Folie

diffundieren in den Grundwerkstoff, da die Konzentration hier geringer ist. In welchem Umfang diese Vorgänge stattfinden, ist von den Parametern Schweißtemperatur, Haltezeit und vom vorhandenen Schmelzeanteil abhängig. Da SiC, Si₃N₄ und AlN nur in geringem Umfang in der Schmelze löslich sind und zudem eine sehr geringe Diffusionsneigung aufweisen, ist für die Verbundausbildung die Diffusion der Sinteradditive maßgeblich. Bei hinreichend hoch gewählten Schweißparametern ist ein Abbau des Konzentrationsgefälles realisierbar. In der Folie bildet sich ein keramisches Gefüge, welches strukturell dem des Grundwerkstoffes entspricht. In der sich anschließenden Abkühlphase erfolgt zunächst die Ausscheidung der gelösten Nichtoxidanteile aus der Schmelzphase und dessen Anlagerung an die nicht gelösten Partikel. Dieser Entmischungsprozess erfolgt unvollständig. An den Korngrenzen der Partikel wird ein Mischkristall aus Nichtoxid und Matrixelementen abgeschieden. Die Matrixphase erstarrt vorwiegend in Form von Yttrium-Aluminium-Granat - (YAG) und α -Al₂O₃ – Kristallphasen. Neben den Kristallphasen entsteht die Y-Si-Al-O-N – Glaskeramik-phase [48, 55, 56, 75, 88].

3.3 Intermetallische Phasen und deren Einfluss auf die Mischverbindung X5CrNi18-10 mit AlMg3

Das Diffusionsverhalten von Stoffsystemen mit mehr als zwei chemischen Komponenten stellt ein komplexes Problem dar. Mit der Anzahl der chemischen Komponenten wächst auch die Schwierigkeit, das Diffusionsverhalten im Ganzen zu beschreiben.

In den meisten binären Legierungssystemen existieren intermetallische Phasen. Betrachtet man ein Diffusionspaar aus den Komponenten A und B, im vorliegenden Fall Aluminium und Eisen, kann bei der Füge­temperatur jede aus dem Gleichgewichts-Phasendiagramm ersichtliche Phase in der Diffusionszone entstehen. Resultierend aus dem Wärmeeintrag beim Fügen von Eisen mit Aluminium kommt es zu Gittertransformationen und der Bildung von Mischphasen, die vor allem durch hohe Härte­werte und eine geringe Duktilität charakterisiert sind. Diese intermetallischen Phasen zeichnen sich durch komplexe Gitter-Strukturen und erhöhte Mikro­härte­werte aus.

In den folgenden Ausführungen wird der Begriff der intermetallischen Phasen definiert, um anschließend die Eigenschaften solcher Phasen näher zu betrachten, speziell im System Al-Fe. Aus zahlreichen Veröffentlichungen zum Reibschweißen [76] und zum Diffusionsfügen [77] von artungleichen Verbunden aus Edelstahl und Aluminium sowie dessen Legierungen ist bekannt, dass sich während des Fügeprozesses eine Diffusionszone bildet, die durch das Auftreten von intermetallischen Phasen bestehend aus Aluminium und Eisen charakterisiert sind.

Als intermetallische Phasen werden binäre und polynäre Kombinationen metallischer Elemente bezeichnet. Sie zeigen im Unterschied zu Legierungen Gitterstrukturen, die sich von denen der konstituierenden Metalle unterscheiden. Diese Verbindungen folgen aber nur selten dem Gesetz der konstanten Proportionen. In ihrem Gitter liegt eine Mischbindung aus metallischen Bindungsanteilen und geringen Atombindungs- bzw. Ionenbindungsanteilen vor. Als intermetallische Phasen werden Phasen mit einer anderen Struktur als die Randphasen bezeichnet. Intermetallische Phasen sind in der Klasse der anorganischen Festkörper diejenigen, die hinsichtlich ihrer Bindungseigenschaften am wenigsten verstanden sind. Im Unterschied zu ionischen oder kovalenten Verbindungen ist es im Fall der intermetallischen Phasen nahezu unmöglich aus den beteiligten Elementen und der Valenzelektronenkonzentration (VEC) mittels einfacher Konzepte verlässlich auf ihre Zusammensetzung oder die strukturellen Eigenschaften zu schließen. Verantwortlich dafür ist, dass Merkmale, die vor allem die chemische Bindung betreffen (Grad des Valenzelektronenübergangs) sehr stark mit der Zusammensetzung und Natur der beteiligten Elemente variieren. Man unterscheidet intermetallische Verbindungen mit stöchiometrischer Zusammensetzung entsprechend den üblichen Wertigkeiten der Metalle, von intermetallischen Phasen, die ausgedehnte Homogenitätsbereiche im Phasendiagramm besitzen. Dabei gibt die Phasenbreite den Bereich an, in dem das Mengenverhältnis der verschiedenen Metalle variieren kann. Intermetallische Phasen bilden sich bei einem bestimmten Konzentrationsniveau. Aufgrund der definierten stöchiometrischen Zusammensetzung bei intermetallischen Verbindungen werden diese als „Strichphasen“ bezeichnet. Intermetallische Phasen zeichnen sich durch Eigenschaften wie hohe Härte, daraus resultierende Sprödigkeit und hohe Festigkeit aus. Des Weiteren sind sie korrosionsbeständig. Intermetallische Phasen besitzen ein eigenständiges Raumgitter, das meist sehr kompliziert aufgebaut ist. Aufgrund der eingeschränkten Möglichkeiten zur Versetzungsbewegung sind sie kaum verformbar. Eine klare Trennung verschiedener Gruppen intermetallischer Phasen ist nicht einfach möglich. Jedoch lassen sich eine Reihe von Verbindungstypen abgrenzen. Als Grundlage dafür wird die Kombination bestimmter Gruppen von Metallen betrachtet. Eine Einteilung der Elemente des Periodensystems (PSE) erfolgt in zwei Hauptgruppen A und B. Die Metalle der A-Gruppe werden als echte Metalle bezeichnet. Die B-Gruppe beinhaltet Metalle mit zunehmend kovalenten Bindungsanteilen. Diese zeichnen sich durch besondere Strukturen aus und kristallisieren in weniger dichten Packungen (Bild 3.3) [87].

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn

Bild 3.3 Einteilung der Elemente in A-Gruppe (hellgrau) und B-Gruppe (dunkelgrau) im Periodensystem (PSE) [87]

Eisen gehört zu den Übergangsmetallen, die ähnliche Metallradien und gleiche Elektronegativitäten aufweisen, sich aber in der Zahl der Valenzelektronen unterscheiden. Aluminium hingegen ist stärker elektronegativer und kristallisiert in den meisten Fällen in besonderen Strukturen, aber nicht in echten kovalenten Bindungen. Dementsprechend wird bei der Eisen-Aluminium-Kombination auf die Entstehung von Hume-Rothery-Phasen verwiesen. Diese zeigen kleinere bis mittlere Phasenbreiten.

Ein wichtiger Gesichtspunkt bei der Betrachtung der chemischen Eigenschaften der elementaren Metalle ist die Bildung einer oxidischen Deckschicht, wie es bei Aluminium der Fall ist. Eisen wird durch eine kubisch innenzentrierte Struktur charakterisiert, wohingegen Aluminium kubisch flächenzentriert ist. Chemisch ähnliche metallische Elemente bilden in vielen Fällen auch in fester Phase homogene Substitutionsmischkristalle. Dabei verteilen sich die verschiedenen Atomsorten statistisch auf die Atompositionen in einfachen Strukturtypen. Wenn sich die beiden Verbindungspartner nur wenig unterscheiden, treten auch Ordnungsphasen dieser einfachen Packungen auf. Bei niedrigeren Temperaturen kommt es zur Bildung von Überstrukturen. Diese werden als Ordnungsvarianten einfacher Strukturtypen angesehen. Eine wichtige Überstruktur der bcc-Packung zeichnet sich durch die AB_3 -Zusammensetzung (DO_3 -Ordnungsphase) aus. Daraus resultiert der Fe_3Al -Typ (Bild 3.4) [87].

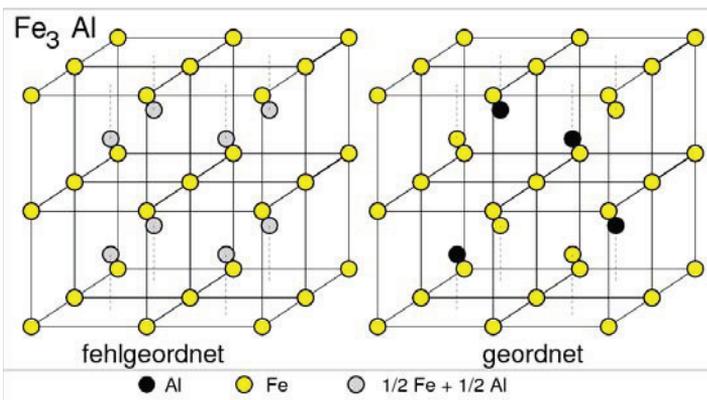


Bild 3.4 Ordnungsphase des Fe_3Al [87]

Das binäre System Eisen-Aluminium ist durch zwei kubische intermetallische Phasen charakterisiert: Fe_3Al (DO_3 -Struktur) und FeAl (B2 -Struktur). Durch das Zulegieren höherer Aluminiumkonzentrationen zum kubisch raumzentrierten Eisengitter kommt es zu einer verbesserten Mischkristallhärtung. Im ferritischen FeAl -Mischkristall steigt mit zunehmenden Aluminiumgehalt die Festigkeit auf Grund der Mischkristallverfestigung um 20 MPa pro at.-% Al. Das Auftreten der intermetallischen Phase Fe_3Al oberhalb 18 at.-% Al verursacht eine abnehmende Kaltumformbarkeit. Bei Al-Gehalten von 25 at.-% oberhalb von 552 °C transformiert die DO_3 -Ordnungsphase in die B2 -Überstruktur. Die B2 -Struktur weist bei äquiatomarer Zusammensetzung eine günstige negative Bindungsenergie unter den geordneten Strukturen auf. Die B2 -Phase ist die dominante Phase im Fe-Al-System. Das folgende Bild 3.5 stellt die Besetzung der Atompositionen mit Fe- und Al-Atomen in diesen Überstrukturen dar. Bei einem Al-Gehalt von 23 bis 30 at.-% liegt zunächst der ungeordnete raumzentrierte α -Mischkristall (A2 -Struktur) vor, der sich in Abhängigkeit von der Zusammen-setzung zwischen 600 und 1000 °C in das B2 -geordnete FeAl und bei 550 °C in Fe_3Al umwandelt (DO_3 -Struktur) [87].

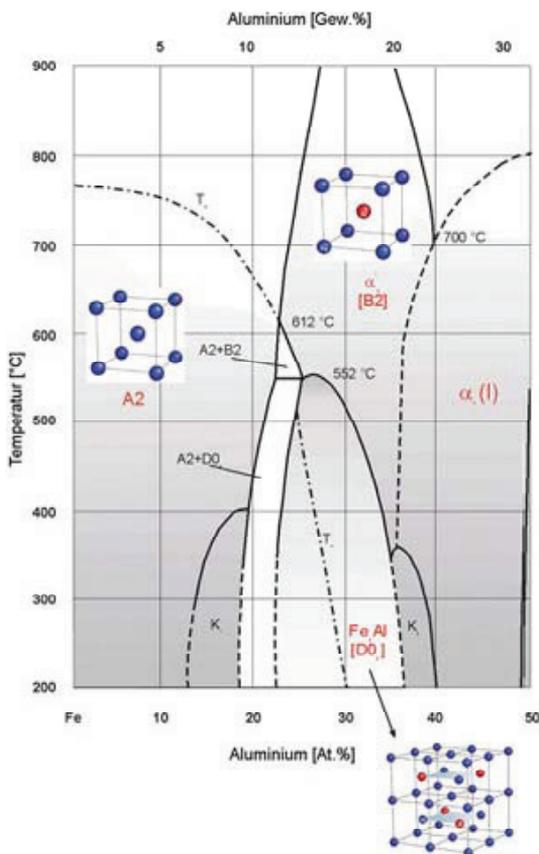


Bild 3.5 Fe-Al-Phasendiagramm mit Überstrukturen [87]

Durch die Substitution von Eisenatomen durch Aluminiumatome im kubisch raumzentrierten Wirtsgitter erweitert sich mit zunehmenden Aluminiumgehalt die Gitterkonstante des Mischkristalls, auf Grund des größeren Atomradius des Aluminiums ($r_{Al} = 1,43 \times 10^{-10}$ m) im Vergleich zum Eisen ($r_{Fe} = 1,26 \times 10^{-10}$ m). Bis 14 at.-% Al steigt der Gitterparameter des Mischkristalls nahezu linear an. Auftretende Ordnungsphasen verursachen Abweichungen vom linearen Anstieg. Die Bildung der intermetallischen Phasen im Fe-Al-System beruht auf der nahezu vollkommenen Unlöslichkeit von Eisen und Aluminium im festen Zustand. Bei einem kurzzeitigen Wärmeeinfluss bilden sich vor allem die intermetallischen Sprödphasen $FeAl_3$ und Fe_2Al_5 . Zur Bildung von Überstrukturen wie Fe_3Al und $FeAl$ kommt es erst nach größeren Zeitintervallen, da dafür Umordnungsvorgänge erforderlich sind. Am wahrscheinlichsten erfolgt aluminiumseitig die Bildung von $FeAl_3$ und stahlseitig die Bildung von Fe_2Al_5 . Oberhalb von ca. 350 °C bildet sich zunächst $FeAl_3$ in Form einer dichten Schicht in der Übergangszone. Steigt die Temperatur auf über 500 °C an, bildet sich Fe_2Al_5 . Diese Phase zeichnet sich durch eine charakteristische Stängelkristallform aus. $FeAl_3$ wird auch bei der Abkühlung gebildet und im Temperaturbereich von 500 °C bis 350 °C löst sich Fe_2Al_5 zugunsten von $FeAl_3$ auf. Fe_2Al_5 enthält zwischen 69,7 und 73,2 at.-% Aluminium hat eine kubisch raumzentrierte orthorhombische Struktur, eine Mikrohärte von HV1000 bis HV1100 und eine Dichte von 4,11 g/cm³. Dagegen weist $FeAl_3$ einen Aluminiumgehalt von 74 at.-% bis 76 at.-% auf, hat eine sehr komplexe monokline krz-Struktur, eine Mikrohärte von HV820 bis HV980 und eine Dichte von 3,95 g/cm³ [78]. Bei Betrachtung eines binären Systems können mit Hilfe des Zustandsdiagramms Aussagen getroffen werden, welche Phasen bei der Diffusion zweier Metalle auftreten. Dazu sind in der Tabelle 3.1 die möglichen intermetallischen Phasen im System Fe-Al mit ihren charakteristischen Eigenschaften zusammengefasst [87].

Tabelle 3.1 Intermetallische Fe-Al-Phasen [79, 87]

Intermetallische Phasen	Al-Konzentration, at.-%	Gitterstruktur	Mikrohärte, HV0,05	Dichte ρ , g/cm ³
Fe_3Al	25	krz geordnet	250 - 350	6,67
$FeAl$	50	krz geordnet	400 - 520	5,37
Fe_2Al_7	63	krz komplex	650 - 680	-
$FeAl_2$	66-67	Rhomboedrisch komplex	1000 - 1050*	4,36
Fe_2Al_5	69,7-73,2	krz orthorhombisch	1000 - 1100*	4,11
$FeAl_3$	74-76	krz monoklin hochkomplex	820 - 980	3,95

* ermittelt mit HV0,005

Wie aus den einzelnen Phasen in Tabelle 3.1 ersichtlich ist, zeigen FeAl_3 und Fe_2Al_5 hohe Härtewerte, die sich auf die Verbundfestigkeiten auswirken. Die Bildung und das Wachstum der intermetallischen Phasen kann wie folgt beschrieben werden.

- Die Diffusion der Elemente der angrenzenden Metalle führt zur Bildung erster Cluster der intermetallischen Phase.
- Entlang an der Fügezone setzt das Wachstum der intermetallischen Phase ein.
- Nach dem Zusammenwachsen der einzelnen Cluster beginnt das Wachstum quer durch die Fügezone.

Das Wachstum der einzelnen Phasen erfolgt nach einem parabolischen Zeitgesetz, wenn die Volumendiffusion der geschwindigkeitsbestimmende Faktor ist. Zur Bestimmung der Schichtdicke x kann deshalb näherungsweise folgende Gleichung (1) mit dem Diffusionskoeffizienten D und der Zeit t herangezogen werden:

$$x \approx \sqrt{2Dt} \quad (1)$$

Welche Phase in einem System am schnellsten wächst, hängt von der Größe, der Struktur sowie der Bindungswärme der auftretenden Phasen ab. Da sich die Ausführungen auf binäre Systeme beschränken, kann kein Anspruch auf Vollständigkeit erhoben werden. SCOTT und SQUIRES fanden heraus, dass beim Erhitzen dieser intermetallischen Schicht nach etwa vier Stunden bei 500 °C erhebliches Wachstum einsetzt. Elektronenmikrosondenanalysen der intermetallischen Schicht haben gezeigt, dass diese aus Eisen, Aluminium, Chrom und Nickel zusammengesetzt ist. Die Struktur der intermetallischen Schichten entspricht der von FeAl_3 und Fe_2Al_5 [80]. Aus weiteren Untersuchungen zur Diffusion zwischen AISI 316 Edelstahl und Aluminium ist bekannt, dass in einem Temperaturbereich von 490 °C bis 640 °C Wachstum der Diffusionszone verstärkt stattfindet. Ein bei 525 °C und 50 Std. gefügter Verbund weist eine Diffusionszone am Stahl auf, aber eine unregelmäßige Anbindung an den Aluminium-Grundwerkstoff. Die Diffusionszone, die beim Fügeversuch im Temperaturbereich zwischen 600 und 640 °C hergestellt wurde, kann in zwei spezifische Bereiche eingeteilt werden. Fügepaare, die bei niedrigeren Temperaturen hergestellt wurden, zeigen nur eine einschichtige Diffusionszone. Anhand von Mikrohärtmessungen entlang der Basiswerkstoffe über die Fügezone hinweg wurde festgestellt, dass die Diffusionszone eine deutlich höhere Härte aufweist als die Grundwerkstoffe. Darüber hinaus ist die an den Stahl angrenzende Zone härter als diejenige, die an das Aluminium angrenzt. Durch Mikroanalysen der Diffusionszone wurden die intermetallischen Phasen $\text{Al}_3(\text{Fe,Cr})$; $\text{Al}_9(\text{Fe,Cr})_2$ und $\text{Al}_6(\text{Fe,Cr})$ detektiert [77]. Die

durchschnittliche Dicke der Diffusionszone wurde als Funktion der Zeit und Temperatur aus dem Fügeprozess dargestellt. Das Wachstum der Diffusionszone folgt dabei einem parabolischen Gesetz. Aus weiteren Untersuchungen ist bekannt, dass sich beim Benetzen von X5CrNi18-10 mit flüssigem Aluminium (99,995% Al) der Stahl im Aluminium löst und das Wachstum von intermetallischen Schichten zwischen den beiden Ausgangsmaterialien zu beobachten war [81]. Diese Vorgänge, die diese Untersuchungen beinhalten, sind mit den Abläufen beim Diffusionsschweißen von AlMg3 und X5CrNi18-10 vergleichbar, da sie sich nicht nur auf Aluminium und Eisen beschränken, sondern auch die Legierungselemente Chrom und Nickel mit einbeziehen [87].

4 EXPERIMENTELLE FÜGEUNTERSUCHUNGEN

4.1 Ausdehnungsverhalten der Fügepartner

Ein Körper dehnt sich unter Wärmeeinfluss aus. Der Grund dafür liegt in den mit steigender Temperatur zunehmenden Schwingungen der Atome. Es kommt also zu einer Atomabstandsvergrößerung im Festkörper. In Werkstoffen können reversible und irreversible Dehnungen auftreten, wobei die reversible Dehnung die eigentliche thermische Dehnung darstellt. Irreversible Dehnungen sind Nachschwinden und Nachwachsen. Letzteres kann durch irreversible Phasenumwandlungen auftreten, wohingegen ein Nachschwinden in der Regel durch Nachsintern verursacht wird. Die thermische Dehnung in Werkstoffen ist im Allgemeinen isotrop, also nicht räumlich orientiert. Die thermische Dehnung ist von der stofflichen Zusammensetzung abhängig, Poren im Werkstoff haben keinen Einfluss [55].

Ein wichtiger Aspekt für die Stabilität von Fügeverbindungen ist die thermische Dehnung der Fügepartner. Durch Unterschiede in der thermischen Dehnung ergeben sich bereits im Abkühlprozess nach dem Fügen innere Spannungen in den Übergangsbereichen zwischen Fügezone und Grundwerkstoff. Diese Spannungen können durch Temperaturwechselbelastung noch weiter verstärkt werden. Sobald diese Spannungen einen kritischen Wert übersteigen, werden sie durch Bruch des Werkstoffes abgebaut. Insbesondere bei spröden Werkstoffen führt dies zum schlagartigen Versagen. Aus oben genannten Gründen ist es erforderlich, dass bei der Werkstoffauswahl auf angepasste thermische Ausdehnungskoeffizienten geachtet werden muss. Eine Faustregel besagt, dass die Diskrepanz im Ausdehnungsverhalten zwischen den Fügepartnern nicht mehr als $\Delta\alpha = 2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ betragen sollte [30]. Die Messung der thermischen Längenänderung mit Bestimmung des linearen thermischen Längenausdehnungskoeffizienten wurde mittels eines Absolut-Dilatometers LINSEIS (L 75/33 C bis maximal 1550 °C) nach DIN-EN 821-1 durchgeführt [87].

4.1.1 Nichtoxidkeramiken

Untersucht wurden LPS-SiC-Folien mit variierenden Sinteradditiven Al_2O_3 und Y_2O_3 . Hierzu wurden Folienlamine bei 1700 °C unter Argon gesintert und die Ausdehnungs-koeffizienten ermittelt (Bild 4.1).

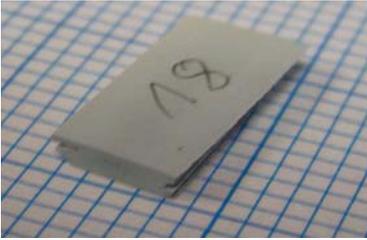


Bild 4.1 Folienlaminat zur Ermittlung des Ausdehnungsverhaltens [88]

Wie aus Bild 4.2 ersichtlich, ist die Ausdehnung von der chemischen Zusammen-setzung der Fügefolien abhängig. Die Ausdehnung der Folie F19 mit hohem SiC-Gehalt ist der zu fügenden Keramik (SiC oder Si₃N₄) sehr ähnlich. Dagegen zeigen die Folien mit hohen Additivgehalten an Al₂O₃ und Y₂O₃ deutlich höhere Ausdehnungskoeffizienten. Im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 900 °C liegt die Dehnungsdifferenz aller Folien jedoch unter dem Grenzwert von $\Delta\alpha = 2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Somit ist eine spannungsarme Fügeverbindung in diesem Temperaturbereich gewährleistet [88].

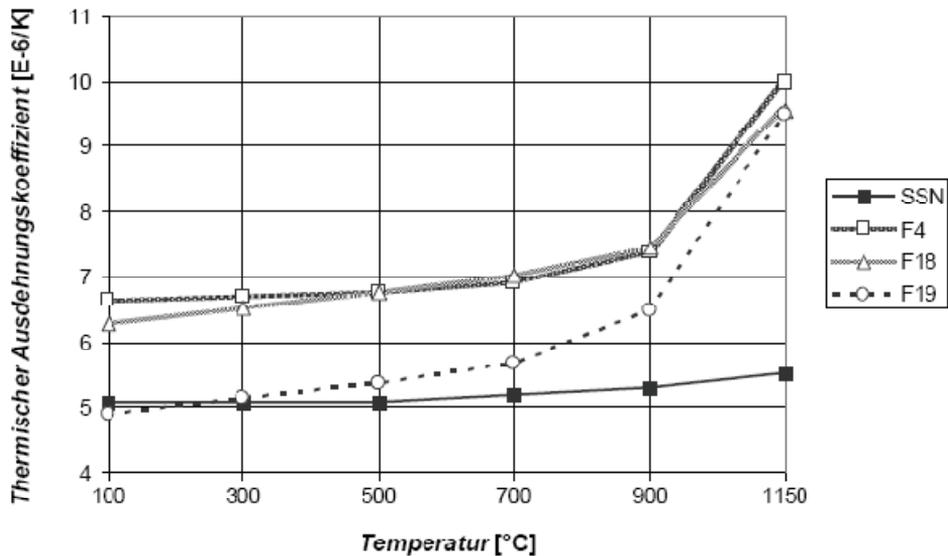


Bild 4.2 Thermische Ausdehnungskoeffizienten von LPS-SiC-Folien (F4, F18 und F19) im Vergleich mit gesintertem Si₃N₄ mit 5 Gew.-% Sinteradditive (SSN), [88]

F04 – 60 Gew.-% SiC und 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃

F18 – 30 Gew.-% SiC und 70 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃

F19 – 70 Gew.-% SiC und 30 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃

In weiteren Untersuchungen wurde das Ausdehnungsverhalten von LPS-SiC und AlN betrachtet. Wie im Bild 4.3 zu sehen, bleibt der thermische Ausdehnungskoeffizient bis zu einer Temperatur von 480 °C konstant

($\alpha_{LPS-SiC} = 5,65 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $\alpha_{AlN} = 6,3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), unterliegt dann bis ca. 700 °C geringen Schwankungen und steigt anschließend stetig an. Die maximalen thermischen Ausdehnungskoeffizienten betragen $\alpha_{LPS-SiC} = 5,97 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (1260 °C bis 1300 °C) und $\alpha_{AlN} = 6,55 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (1180 °C bis 1330 °C). Mit zunehmender Temperatur sinken beide Ausdehnungskoeffizienten wieder [89].

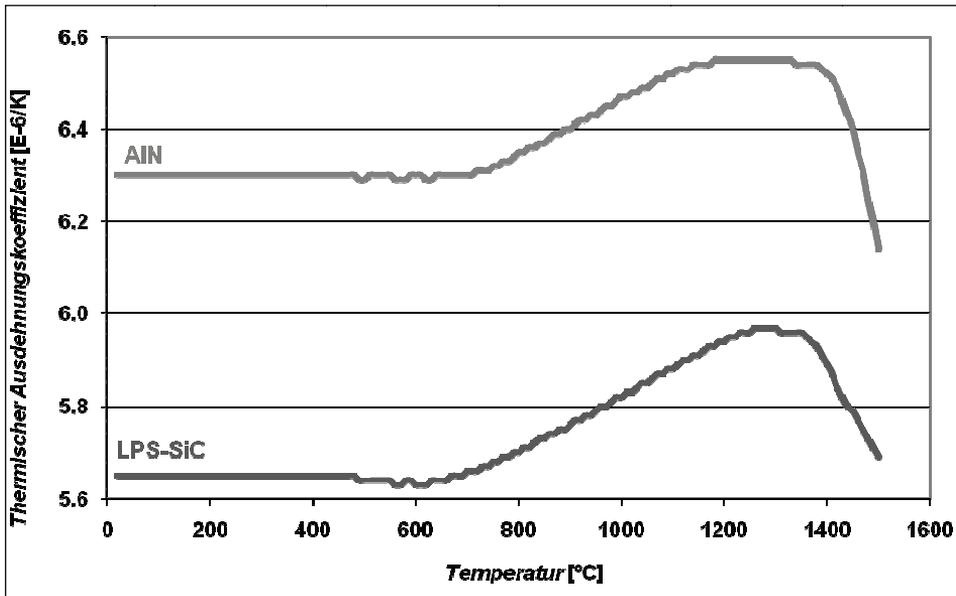


Bild 4.3 Änderung des thermischen Längenausdehnungskoeffizienten von AlN und LPS-SiC in Abhängigkeit der Temperatur [89]

Aus dem Bild 4.3 ist ersichtlich, dass die Differenz der beiden thermischen Ausdehnungskoeffizienten von $\Delta\alpha \leq 2,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ im betrachteten Temperaturintervall nicht überschreitet und die Differenz bei einer Temperatur von 1500 °C am geringsten ist. Dieser Umstand wirkt sich günstig auf einen spannungsarmen Verbund aus. Mit zunehmender Temperatur werden die Keramiken und eingesetzten Fügefolien auf Grund der Sinteradditive plastischer und der Einfluss der Dehnung geht zurück. Durch die Anpassung des thermischen Ausdehnungsverhaltens sind spannungsarme Mischverbindungen aus Keramiken realisierbar [89].

4.1.2 X5CrNi18-10 und AlMg3

Die Proben hatten eine Dimension von (3 x 5 x 20) mm³. Die Messungen wurden in einem Temperaturbereich von 20 °C bis 550 °C durchgeführt. In die Auswertung der Messungen wurde der Temperaturbereich von 200 °C bis 550 °C einbezogen. Für die beiden Fügeworkstoffe liegen jeweils gemittelte Messergebnisse für unterschiedliche Temperaturen vor. Die Aufheiz- und

Abkühlgeschwindigkeit betrug 5 K/min. In Tabelle 4.1 sind die Ergebnisse zusammengefasst [87].

Tabelle 4.1 Thermische Ausdehnungskoeffizienten von AlMg3 und X5CrNi18-10, Aufheiz- und Abkühlkurven [87]

Temperatur T , °C	α (AlMg3), 10^{-6} K^{-1}	α (AlMg3), 10^{-6} K^{-1}	α (X5CrNi18-10), 10^{-6} K^{-1}	α (X5CrNi18-10), 10^{-6} K^{-1}
	Aufheizkurve	Abkühlkurve	Aufheizkurve	Abkühlkurve
200	34,4	33,1	23,7	22,5
250	36,4	33,9	24,3	23,0
300	35,8	34,0	23,6	23,6
350	36,1	34,8	25,0	23,1
400	34,8	34,8	22,7	22,1
450	34,5	34,6	22,0	23,2
500	36,1	37,0	23,2	21,2
550	39,7	42,0	22,6	18,6

Im Bild 4.4 sind die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der beiden Fügewerkstoffe X5CrNi18-10 und AlMg3 in Abhängigkeit von der Temperatur graphisch dargestellt. Es wurden sowohl die Aufheiz- als auch Abkühlkurven aufgenommen, um den Einfluss des thermischen Ausdehnungsverhaltens auf die Herstellung spannungsarmer Verbunde betrachten zu können. Dabei wurden die Probekörper auf eine Temperatur von 550 °C aufgeheizt, bei dieser für 10 min gehalten und anschließend wieder abgekühlt.

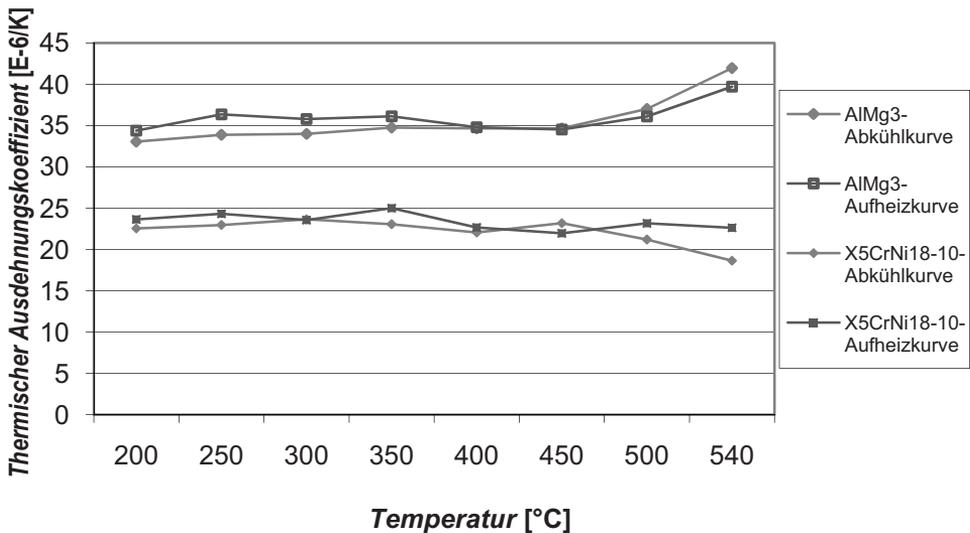


Bild 4.4 Ausdehnungskoeffizienten von X5CrNi18-10 und AlMg3 [87]

Aus den Kurvenverläufen ist zu entnehmen, dass nach der Verweilzeit bei einer Temperatur von 550 °C auch die gemessenen thermischen Ausdehnungskoeffizienten innerhalb der Aufheiz- und Abkühlkurven bei entsprechender Temperatur geringfügig voneinander abweichen. Der thermische Längenausdehnungskoeffizient von AlMg3 steigt innerhalb der Verweilzeit von 10 min bei 550 °C noch weiter an, wohingegen der thermische Längenausdehnungskoeffizient von X5CrNi18-10 sinkt. Da der thermische Längenausdehnungskoeffizient eine Materialkonstante darstellt, ist die geringfügige Diskrepanz zwischen den Messwerten auf das Messverfahren zurückzuführen. Bei Betrachtung der Aufheiz- und Abkühlkurven wird demzufolge deutlich, dass diese für die Grundwerkstoffe nur geringfügige Abweichungen und keine Hystereseeffekte zeigen.

Festgestellt wurde aber eine erhebliche Diskrepanz des thermischen Ausdehnungsverhaltens der Grundwerkstoffe. Bei einer Temperatur von ca. 500 °C, die auch einer der festgelegten Füge Temperaturen entspricht, liegt der thermische Längenausdehnungskoeffizient des X5CrNi18-10 der Aufheizkurve bei ca. $23 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und der Abkühlkurve bei ca. $21 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, während sich der thermische Längenausdehnungskoeffizient vom AlMg3 im Bereich von ca. $36 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei Betrachtung der Aufheizkurve und ca. $37 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ der Abkühlkurve bewegt [87]. Bei einer Temperatur von 500 °C liegt eine Ausdehnungsdifferenz von ca. $\Delta\alpha_{(20 \dots 500)^\circ\text{C}} = 13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ vor. Diese wirkt sich ungünstig auf den Spannungs-zustand der Mischverbindung aus.

4.2 Oberflächenvorbereitung

Die Oberflächen von Werkstoffen weisen in den meisten Fällen eine unregelmäßige Struktur auf. Das stoffschlüssige Verbinden von Werkstoffen ohne Zwischenschichten kann nur unter der Voraussetzung einer geringen Oberflächenrauigkeit und Planparallelität der Fügeflächen zueinander erfolgen. Die Oberflächenbeschaffenheit nimmt beim Diffusions-schweißen, wie bereits beschrieben, eine besondere Rolle ein. Die Charakterisierung der Oberflächen erfolgte mit einem Oberflächenmessgerät der Firma OPM Messtechnik. Dabei handelt es sich um ein optisches 3D Messgerät zur berührungslosen Messung und Darstellung von Oberflächentopographien, indem ein Laser von 2 µm Fokusdurchmesser die Oberfläche abtastet. Der in vertikaler und lateraler Richtung hoch auflösender Sensor AF16 stellt die Messdaten bereit. Wichtige Rauigkeitsparameter nach DIN 4768 sind [87]:

- R_a - arithmetischer Mittenrauwert [µm],
- R_z - gemittelte Rautiefe [µm] und der
- M_r - Materialanteil [%].

4.2.1 Nichtoxidkeramiken

Für die Fügeversuche standen zwei verschiedene Lieferformen der Nichtoxidkeramiken zur Verfügung. Die gemessenen Flächen betragen jeweils (20 x 20) mm². Die Keramikplatten wurden nicht bearbeitet. Sie befinden sich im „as-sintered“ Zustand (OF-as). Die Flächen weisen neben der hohen Rauheit auch eine Welligkeit von bis zu 80 µm auf. Die Keramikplatten mit geschliffener Oberfläche (OF-ge) wurden plan geschliffen und weisen herstellungsbedingt eine texturierte Oberfläche auf. Die Welligkeiten im Profil sind mit maximal 3 µm vernachlässigbar. In Tabelle 4.2 und 4.3 sind beispielgebend die Rauheitsparameter und Oberflächenprofile der verwendeten Nichtoxidkeramiken aufgeführt [88].

Tabelle 4.2 Rauheitsparameter von SSN-Keramik [88]

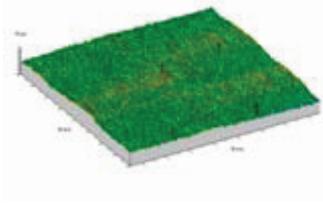
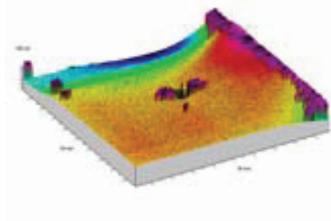
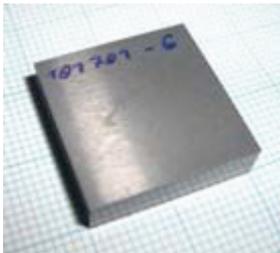
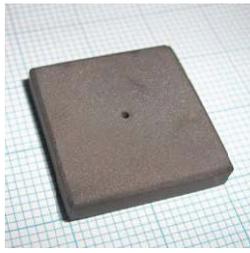
Bezeichnung	Oberfläche geschliffen (OF-ge)	Oberfläche rau (OF-as)
Abmessungen	(20 x 20 x 5) mm ³	(20 x 20 x 4) mm ³
R_a , µm	0,53	1,97
R_{max} , µm	5,53	24,05
R_z , µm	4,59	20,35
Merkmale	geschliffen, texturiert	wie gesintert, wellig
Oberflächenprofil (Flächenscan)		
Reale Oberfläche		

Tabelle 4.3 Oberflächencharakteristik von AlN und LPS-SiC-Keramik

Keramik	R_a , µm	R_z , µm
AlN	1,31 ± 0,35	11,74 ± 1,23
LPS- SiC	0,87 ± 0,21	5,95 ± 0,53

4.2.2 X5CrNi18-10 und AlMg3

Im Vorfeld der Diffusionsschweißversuche von AlMg3 mit X5CrNi18-10 wurden die Oberflächen bearbeitet. Hierzu wurden die Probenoberflächen zunächst mit Diamant-schleifscheiben unterschiedlicher Körnungen (340, 600, 800) plan und fein geschliffen. Anschließend erfolgte mit einer Diamantsuspensionen (15, 9, 6, 3, 1) und nachfolgendem Endpoliturmittel (OPS) und unterschiedlichen Poliertüchern (15 µm bis 9 µm: mittelhartes Kunstfasertuch; 6 µm bis 3 µm: mittelhartes Kunstseidetuch; 1 µm-Final: feinfloriges Synthetiktuch) die Endpolitur (Bild 4.5). Um die Oxidation an der Oberfläche zu minimieren, wurden die Proben anschließend vakuumdicht verpackt (Bild 4.6) [87]. Die Abmessungen der bearbeiteten Oberflächen betragen jeweils (20 x 20) mm².

(a) (b)



Bild 4.5 Präparierte Oberflächen der Fügewerkstoffe; AlMg3 (a); X5CrNi18-10 (b) [87]



Bild 4.5 Vakuumdicht verpackte Probe [87]

Der anzustrebenden Mittenrauwerte R_a für metallische Werkstoffe liegen erfahrungsgemäß bei $R_a = 0,5$ bis $20 \mu\text{m}$. Die ermittelten Mittenrauwerte R_a liegen für das AlMg3 bei $0,06 \mu\text{m} \pm 0,02 \mu\text{m}$ und für den X5CrNi18-10 bei $0,04 \mu\text{m} \pm 0,01 \mu\text{m}$, Tabelle 4.4 [87].

Tabelle 4.4 Rauheitsparameter von AlMg3 und X5CrNi18-10

Werkstoff	$R_a, \mu\text{m}$	$R_{max}, \mu\text{m}$	$R_z, \mu\text{m}$
AlMg3	$0,06 \pm 0,02$	$1,54 \pm 0,78$	$0,70 \pm 0,22$
X5CrNi18-10	$0,04 \pm 0,01$	$0,91 \pm 0,93$	$0,24 \pm 0,15$

In den folgenden Bildern 4.7 und 4.8 sind die Ebenheiten der Fügeoberflächen dargestellt. Dazu werden die gemessenen Mittenrauwerte über die Distanz der Linienmessung über die gesamte Werkstoffoberfläche aufgetragen.

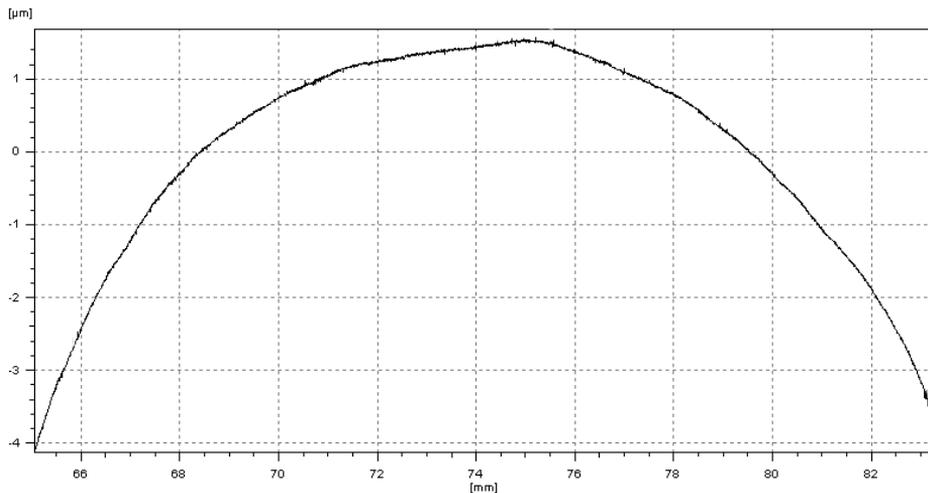


Bild 4.7 Ebenheitsprofil des X5CrNi18-10 - Oberfläche [87]

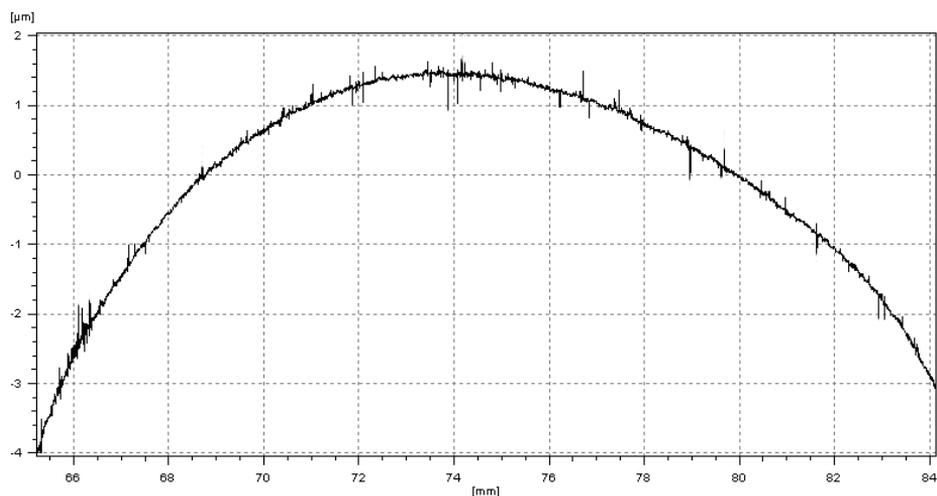


Bild 4.8 Ebenheitsprofil der AlMg3 – Oberfläche [87]

Bei der Betrachtung der Ebenheitsprofile wird deutlich, dass eine absolute Ebenheit der Oberflächen präparationstechnisch nicht zu gewährleisten ist. So liegt die Ebenheit der betrachteten AlMg3-Oberflächen bei durchschnittlich $\pm 2,75 \mu\text{m}$ und der der X5CrNi18-10 Oberflächen bei durchschnittlich $\pm 2,875 \mu\text{m}$. Charakteristisch ist eine Konvexität der Oberflächen. Jedoch spielt diese Konvexität beim Diffusionsschweißen eine untergeordnete Rolle. Aufgrund der Duktilität der Fügewerkstoffe und durch die aufzubringende Presskraft während des Diffusionsschweißens in Verbindung mit hohen Temperaturen werden diese geringfügig deformiert und passen sich so den Fügeoberflächen an [87].

4.3 Diffusionsschweißen von Nichtoxidkeramiken mit Zwischenschichten

In den Fügeversuchen wurden flächige und überlappende Nichtoxidkeramikverbunde in den Abmessungen $(20 \times 20) \text{ mm}^2$ und $(20 \times 10) \text{ mm}^2$ hergestellt. Zwischen den Keramikoberflächen wurden die keramischen Fügefolien positioniert (Bild 4.9).

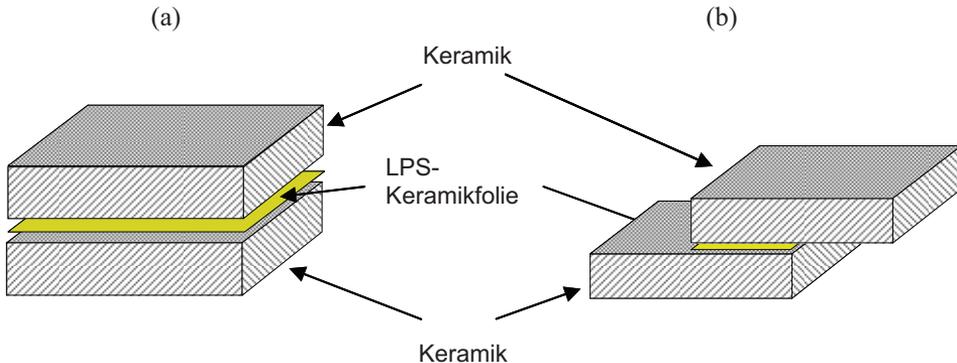


Bild 4.9 Fügeanordnung; flächig (a); überlappend (b)

Die Diffusionsschweißuntersuchungen wurden in einem Hochtemperaturgraphitofen unter einer Argonatmosphäre durchgeführt. Durch einen im Ofenraum integrierten Graphit-stempel kann eine uniaxiale Flächenpressung mit einer stufenlosen Kraftregelung im Bereich von 0 bis 2000 N aufgebracht werden. Die Prozesssteuerung und -regelung erfolgte vollautomatisch über eine SPS-Steuerung (Bild 4.10 und 4.11).

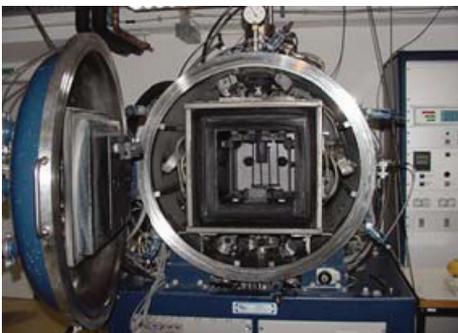


Bild 4.10 Hochtemperaturgraphitofen der Firma Gero (Neuhausen)



Bild 4.11 Fügeanordnung mit positionierten Pressstempel [89]

Zu Beginn des Fügeprozesses erfolgt die Entbinderung der Fügefolien. Die Fügefolien enthalten ca. 20 Gew.-% organische Bindemittel, die vor dem eigentlichen Fügeprozess entfernt werden. Die Entbinderungsphase setzt in der

Regel bei einer Temperatur von ca. 200 °C ein. Bis einer Temperatur von 900 °C werden die verbleibenden organischen Bestandteile pyrolitisch gespalten. Damit Entbinderung stattfinden kann, müssen die gasförmigen Bestandteile, die während der Pyrolyse neben elementarem Kohlenstoff entstehen, aus der Folie entweichen. Dazu wurde während des Fügeprozesses bei einer Temperatur von 900 °C die Druckbeaufschlagung für 10 Minuten unterbrochen. Im Anschluss wird bis auf die Füge­temperatur mit einer Aufheizrate von 10 K/min erwärmt, wobei dort die primäre Verbundausbildung stattfindet. Nach einer definierten Haltezeit wurde die gefügte Keramik mit 15 K/min auf Raumtemperatur abgekühlt. Während des gesamten Fügeprozesses wirkte eine Füge­kraft von 2 kN. Im Bild 4.12 sind das Temperatur-Zeitregime und die Phasen des Fügeprozesses dargestellt [88].

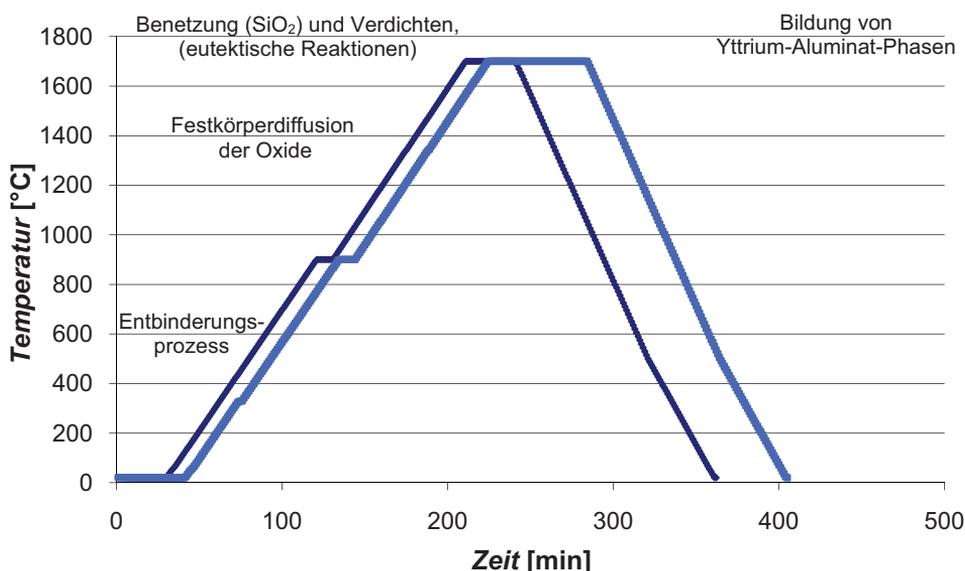


Bild 4.12 Temperatur-Zeit-Regime zum Diffusionsschweißen von Nichtoxidkeramiken [89]

Sinteruntersuchungen haben gezeigt, dass Folien mit den Foliendicken von 50 bis 150 µm den Vorteil einer schnelleren Entbinderung bieten. Die organischen Bestandteile und Abbauprodukte können auf Grund der geringeren Foliendicken einen kürzeren Weg zur Folienoberfläche zurücklegen. Dadurch sind die Diffusionswege in der Fügephase kleiner der Fügeprozess wird beschleunigt und die Festigkeit nimmt zu. Folgende experimentelle Fügeversuche sind in der Tabelle 4.5 zusammengefasst.

Tabelle 4.5 Experimentelle Fügeuntersuchungen

Keramikverbund	Keramische Fügefolie	Füge- temperatur T_{F_2} , °C	Fügezeit t_H , min
LPS-SiC mit LPS-SiC	F04 – 60 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	1800	30, 60
LPS-SiC mit LPS-SiC	F18 – 30 Gew.-% SiC / 70 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	1800	60
LPS-SiC mit LPS-SiC	F19 – 70 Gew.-% SiC / 30 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	1800	60
SSN mit SSN	F02 - 60 Gew.-% Si ₃ N ₄ / 40 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	1600	60
SSN mit SSN	F04 – 60 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	1500, 1600, 1700	30
SSN mit SSN	F18 – 30 Gew.-% SiC / 70 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	1500, 1600, 1700	30
SSN mit SSN	F19 – 70 Gew.-% SiC / 30 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	1500, 1600, 1700	30
SSN mit SSN	F20 – 60 Gew.-% SiC / 20 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃ / 20 Gew.-% SiO ₂	1500, 1600, 1700	30
SSN mit SSN	F21 – 60 Gew.-% SiC / 35 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃ / 5 Gew.-% SiO ₂	1500, 1600, 1700	30
SSN mit SSN	F22 – 60 Gew.-% SiC / 32 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃ / 8 Gew.-% SiO ₂	1500, 1600, 1700	30
AlN mit AlN	AlN - F02 - 60 Gew.-% AlN / 40 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	1500, 1600, 1700, 1750	30, 60, 120
AlN mit LPS-SiC (Folienlaminat)	1. Folie - SN - F02 - 60 Gew.-% Si ₃ N ₄ / 40 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃ 2. Folie - LPS-SN - F01 - 30 Gew.-% Si ₃ N ₄ / 30 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃ 3. Folie - F04 - 60 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% Al ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	1700, 1750	30, 60

4.4 Diffusionsschweißen von X5CrNi18-10 mit AlMg3 ohne Zwischenschichten

In den Fügeversuchen wurden flächige und überlappende X5CrNi18-10 mit AlMg3 - Verbunde in den Abmessungen (20 x 20) mm² und (20 x 10) mm² hergestellt (Bild 4.13).

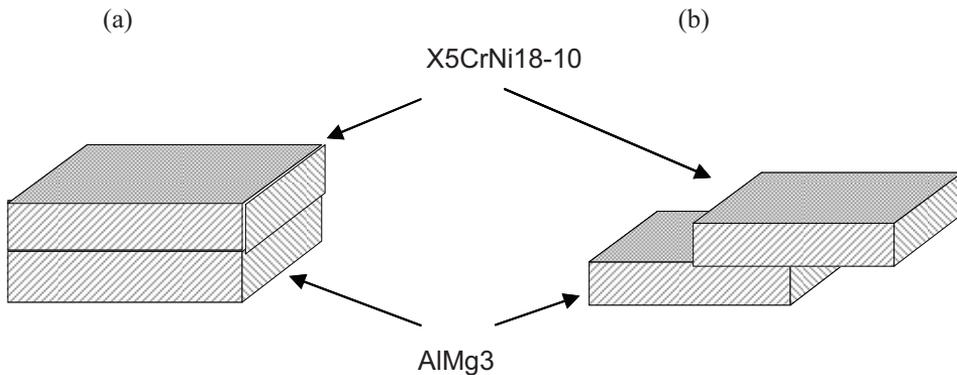


Bild 4.13 Fügeanordnung; flächig (a); überlappend (b)

Um den Einfluss des Vakuums auf die Verbindungsbildung zu betrachten, wurden die Untersuchungen in verschiedenen Diffusionsschweißanlagen durchgeführt. Die Fügeuntersuchungen im Grobvakuum wurden im Hochtemperaturgraphitofen (siehe Seite 49), die für den Hochvakuumbereich in einem Hochtemperaturmolybdänofen (Bild 4.14) durchgeführt.



Bild 4.14 Hochtemperaturmolybdänofen am ifw der Firma MUT (Jena)



Bild 4.15 Fügeanordnung mit positionierten Pressstempel [87]

Vor den Fügeversuchen wurden die präparierten Fügeoberflächen mit Isopropanol gereinigt und im Ofen positioniert (Bild 4.15). Während des gesamten Fügeprozesses wirkte eine Fügekraft von 1-2 kN, der in allen Versuchen als Fügeparameter konstant gehalten wurde. Voruntersuchungen haben gezeigt, dass es bei Fügekräften über 2 kN zur Deformierung des AlMg3 kam. Bei einer Fügekraft von 1 kN entspricht dies bezogen auf die Probenoberfläche von 400 mm² einer Flächenpressung von 2,5 N/mm². Variiert wurden die Fügeparameter Temperatur und Haltezeit. In der Tabelle 4.6 sind die

Fügeparameter zusammengefasst. Bild 4.16 zeigt beispielgebend das reelle Temperatur-Zeitregime. Die Aufheiz- und Abkühlraten betragen 5 K/min [87].

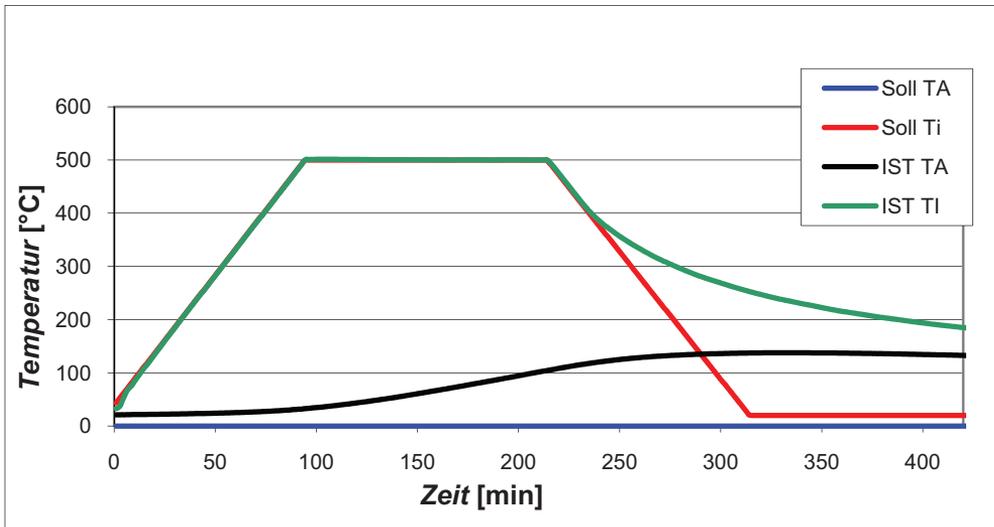


Bild 4.16 Temperatur-Zeit-Regime zum Diffusionsschweißen von X5CrNi18-10 mit AlMg3 [87]

Tabelle 4.6 Experimentelle Fügeuntersuchungen

Bezeichnung	Fügetemperatur $T_F, \text{°C}$	Fügezeit t_H, min	Fügekraft F, kN	Vakuum, mbar
450/120/2/10 ⁻¹	450	120	2	10 ⁻¹
500/120/2/10 ⁻¹	500	120	2	10 ⁻¹
550/120/2/10 ⁻¹	550	120	2	10 ⁻¹
450/720/1/10 ⁻¹	450	720	1	10 ⁻¹
500/720/1/10 ⁻¹	500	720	1	10 ⁻¹
550/720/1/10 ⁻¹	550	720	1	10 ⁻¹
450/60/1/10 ⁻⁵	450	60	1	10 ⁻⁵
450/120/1/10 ⁻⁵	450	120	1	10 ⁻⁵
500/5/1/10 ⁻⁵	500	5	1	10 ⁻⁵
500/15/1/10 ⁻⁵	500	15	1	10 ⁻⁵
500/30/1/10 ⁻⁵	500	30	1	10 ⁻⁵
500/60/1/10 ⁻⁵	500	60	1	10 ⁻⁵
500/75/1/10 ⁻⁵	500	75	1	10 ⁻⁵
500/90/1/10 ⁻⁵	500	90	1	10 ⁻⁵
500/120/1/10 ⁻⁵	500	120	1	10 ⁻⁵
500/360/1/10 ⁻⁵	500	360	1	10 ⁻⁵
550/60/1/10 ⁻⁵	550	60	1	10 ⁻⁵

5 ERGEBNISSE UND DISKUSSIONEN

Zur Evaluierung der Fügeparameter Füge­temperatur T_F und Haltezeit t_H wurden von den gefügten Nichtoxidkeramiken und AlMg3 mit X5CrNi18-10 Mischverbindungen Quer­schliffe hergestellt. An den Querschliffen wurden rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen (REM) durchgeführt. Hierzu erfolgte eine qualitative Bewertung der REM­Untersuchungen hinsichtlich der Ausbildung bzw. Homogenität der Füge­zonen sowie der Entstehung des Gefüges und der Phasen in den Füge­zonen. Dabei wurde die Abhängigkeit der Verbundausbildung sowohl von der Füge­temperatur T_F als auch von der Haltezeit t_H betrachtet. Desweiteren erfolgte auch eine qualitative Bewertung der Verbunde auf ihre Festigkeit [87].

5.1 Analytische Betrachtungen zu Nichtoxidkeramikverbunden

Die Verbundausbildung zwischen Nichtoxidkeramik und Füge­folie wird primär durch den zur Diffusion notwendigen Anteil an Schmelzphase in der Zwischenschicht bestimmt. In welchem Umfang diese Phase ausgebildet wird, wird vor allem durch die Folien­zusammensetzung und das Temperatur - Zeit - Regime im Füge­prozess bestimmt. Dabei gilt grundsätzlich, dass mit steigendem Schmelzphasenanteil der Konzentrationsausgleich zwischen Folie und Grundwerkstoff beschleunigt wird. Weiterhin wird durch einen hohen Schmelzanteil das Sintern der Zwischenschicht begünstigt.

5.1.1 Charakterisierung der Verbindung LPS-SiC mit LPS-SiC

Im folgenden Bild 5.1 ist die Füge­zone eines LPS-SiC-Verbundes mit einem Sinteradditivgehalt von 93 Gew.-% SiC / 7 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃ dargestellt. Die Füge­temperatur betrug 1800 °C, bei einer Haltezeit von $t_H = 30$ min und einer Füge­kraft von 1 kN. Als keramische Füge­folie wurde eine stofflich artgleiche Variante gewählt mit der Zusammensetzung F04 - 60 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃ und einer Foliendicke von 50 µm. Die Ausbildung eines homogenen, keramischen Gefüges wurde nachgewiesen. Gegenüber der gefügten LPS-SiC-Keramik weist die Füge­zone keine Porosität auf und lässt auf eine hohe Festigkeit des Verbundes schließen. Die Füge­zone ist ca. 35 µm. Die Sinterschwindung der Füge­folie beträgt ca. 30 %. EDX-Analysen belegen, dass in der Füge­zeit von 30 min ein Konzentrationsausgleich der Sinteradditive stattgefunden hat. Diese Füge­untersuchungen bildeten die Basis zum stoffschlüssigen Fügen von Siliziumnitrid und Aluminiumnitrid auf der Grundlage der entwickelten Keramikfuge­folien.

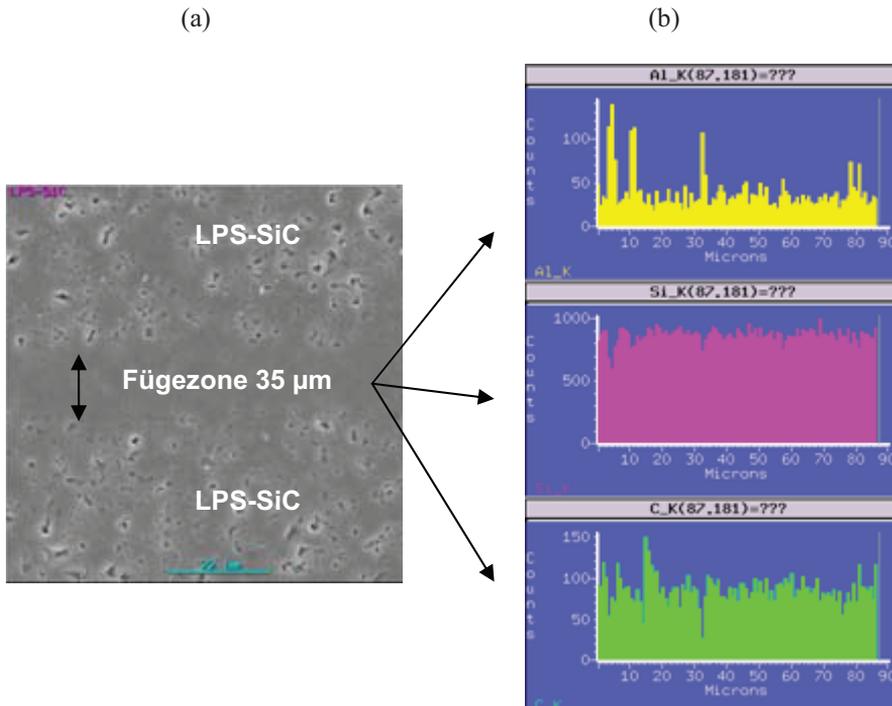


Bild 5.1 REM-Bild der Fügezone (LPS-SiC-Keramikverbund mit einer LPS-SiC-Folie – flächig); $T_F = 1800\text{ °C}$ (a); EDX- Analyse (b)

5.1.2 Charakterisierung der Verbindung SSN mit SSN

Das Diffusionsschweißen von SSN mit stofflich unterschiedlichen Zwischenschichten (Fügefolien) war ein Schwerpunkt in den Forschungsarbeiten. Eine Bewertung der Diffusionsbereiche erfolgte vor allem anhand des Verlaufes der Silizium- und der Yttriumkonzentration. Silizium stellt den Hauptbestandteil der untersuchten Werkstoffe dar. Die Aluminium- und Yttriumkonzentration kann stellvertretend für die Oxidphase betrachtet werden. Um zuverlässige Daten aus den EDX-Analyse zu gewinnen, war eine qualitativ hohe Präparation der Proben notwendig. Hauptanforderung war dabei die Gewährleistung einer ebenen Probenoberfläche. Dies stellte eine Schwierigkeit dar, da die Keramik aufgrund ihrer Härte und dem zweiphasigen Gefügebau nur schwer bearbeitbar ist. Die angefertigten Gefügevergleichsproben wurden mit Hilfe einer Diamanttrennscheibe halbiert, um eine Probe aus der Werkstückmitte zu erhalten. Die hergestellten Abschnitte wurden zunächst manuell auf einer Kunststoff gebundenen Diamantscheibe mit 125 µm Körnung plan geschliffen, wobei Wasser als Kühlmittel verwendet wurde. Im Anschluss daran wurden die Proben in Phenolharz heiß eingebettet, um die weiteren Präparationsschritte maschinell durchführen zu können. Das Feinschleifen erfolgte in drei Schritten, mit Diamantsuspensionen der Korngrößen 16, 6, und 1 µm auf einer harten

Kunststoffpolierscheibe. Die abschließende Politur wurde mit SiO_2 -Suspension der Korngröße 50 nm durchgeführt. Um Aufladungs-effekte der Proben im REM zu vermeiden, müssen diese leitfähig sein. Deshalb wurde auf den Proben eine etwa 15 nm dicke Kohlenstoffschicht abgeschieden. Diese Schicht ist hinreichend dünn, um die EDX-Analyseergebnisse nicht zu beeinträchtigen.

Im Bild 5.2 ist eine Fügezone mit Folie F19 (70 Gew.-% SiC / 30 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$) dargestellt. In der Fügezone sind sehr viele Poren innerhalb der Zwischenschicht erkennbar. Diese Probe wurde bei einer Temperatur von 1500 °C und einer Haltezeit von 30 min geschweißt. Die Poren sind Beweis dafür, dass der ausgebildete Schmelzanteil nicht ausreichend war, um die festen Folienbestandteile vollständig zu benetzen. Aus diesem Grund konnte innerhalb der zur Verfügung stehenden Schweißzeit kein Dichtsintern der Folie erreicht werden. Die Anbindung der Folie an den Grundwerkstoff ist trotz der geringen Schweißtemperatur vollflächig und porenarm erfolgt. Ursache hierfür ist in der Oxidschicht auf der Keramikoberfläche zu sehen. Diese SiO_2 -Schicht minimiert durch eutektische Reaktionen die Schmelztemperatur der Additive, so dass an der Grenzfläche der Fügepartner ein höheres Schmelzevolumen zu Verfügung steht. Aufgrund der Gefügestruktur ist eine geringe Festigkeit der Verbindung zu erwarten [88].

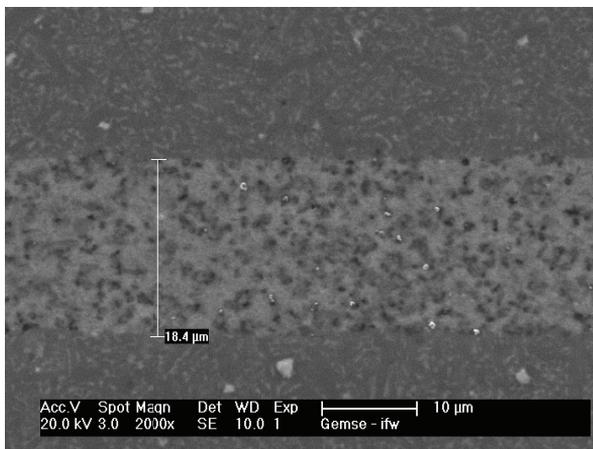


Bild 5.2 Verbund SSN / Folie F19 / SSN; $T_F = 1500$ °C; $t_H = 30$ min (REM-Bild) [88]

Ein hoher Sinteradditivgehalt verbessert das Sinter- und Diffusionsverhalten der Fügefolien. Diese Tatsache wird durch den im Bild 5.3 dargestellten Fügeverbund bestätigt. In diesem Versuch wurde die Folie F18 (30 Gew.-% SiC / 70 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$) verwendet. Gefügt wurde bei $T_F = 1500$ °C und $t_H = 30$ min. Die Gefügestruktur ist praktisch porenfrei, lediglich an der Grenzfläche zum Si_3N_4 sind wenige Poren vorhanden. Aus dem REM-Bild ist erkennbar, dass die Ausbildung der Schmelzphase nur lokal erfolgt ist. Die oxidischen Anteile (hell) sind noch in Form einzelner Körner zu sehen. Zwischen den einzelnen Oxidpartikeln befindet sich eine homogene Phase, welche durch

partielles Aufschmelzen der Folienbestandteile gebildet wurde. Der Schmelzanteil war somit ausreichend, um eine Verdichtung der Partikel und ein Ausfüllen der Poren zu erreichen [88].

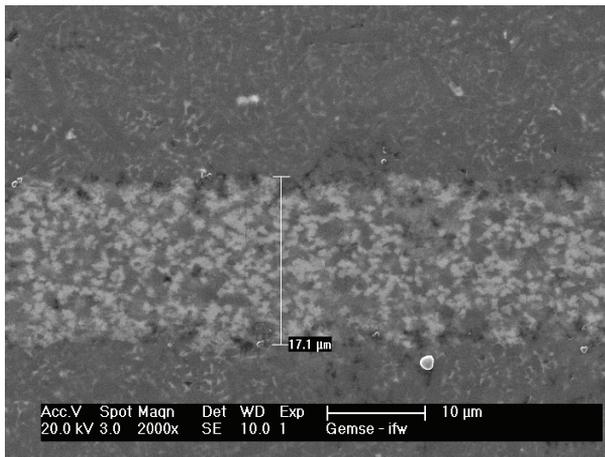


Bild 5.3 Verbund SSN / Folie F18 / SSN; $T_F = 1500\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ (REM-Bild) [88]

In den Folien F20 – F22 wurde neben Al_2O_3 und Y_2O_3 auch SiO_2 als Sinteradditiv verwendet. Dieser Zusatz begünstigt die Ausbildung einer eutektischen Schmelze, so dass bei gegebener Temperatur ein größerer Anteil an Schmelzphase zu Verfügung steht. Die im Bild 5.4 dargestellte Folie F21 wurde bei $T_F = 1500\text{ °C}$ und $t_H = 30\text{ min}$ gefügt. Dieser Folie wurde ein Anteil von 5 Gew.-% SiO_2 zugesetzt. Dementsprechend ist das Gefüge mit dem der Folien ohne SiO_2 -Zusatz vergleichbar. Das Gefüge erscheint jedoch deutlich homogener, was in der verbesserten Diffusion aufgrund des höheren Schmelzanteils begründet liegt. Im Vergleich zur Folie F18 sind jedoch deutlich mehr Poren in der Folie vorhanden [88].

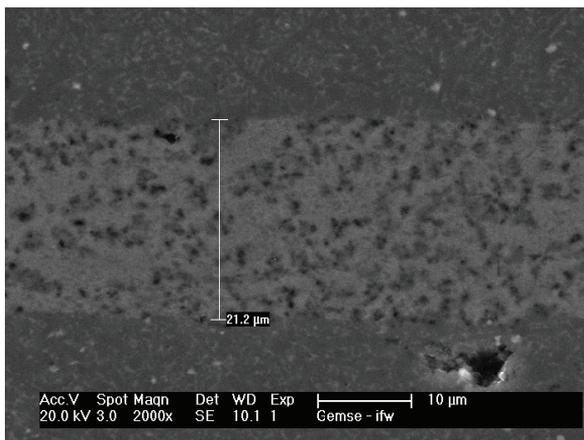


Bild 5.4 Verbund - SSN / Folie F21 / SSN; $T_F = 1500\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ (REM-Bild)[88]

Im Bild 5.5 a-c sind die Fügezonen der Folien mit unterschiedlichem SiO₂-Anteil gegenübergestellt. Der SiO₂-Gehalt nimmt von links nach rechts zu. Eine deutliche Verbesserung der Diffusionseigenschaften durch Erhöhung des SiO₂-Anteils kann anhand der Gefügebilder nicht nachgewiesen werden. Auch die EDX-Analyse der Diffusionszone ergibt keine signifikanten Unterschiede im Diffusionsverhalten der Folien. Es wird jedoch deutlich, dass der Porenanteil mit dem SiO₂-Gehalt ansteigt.

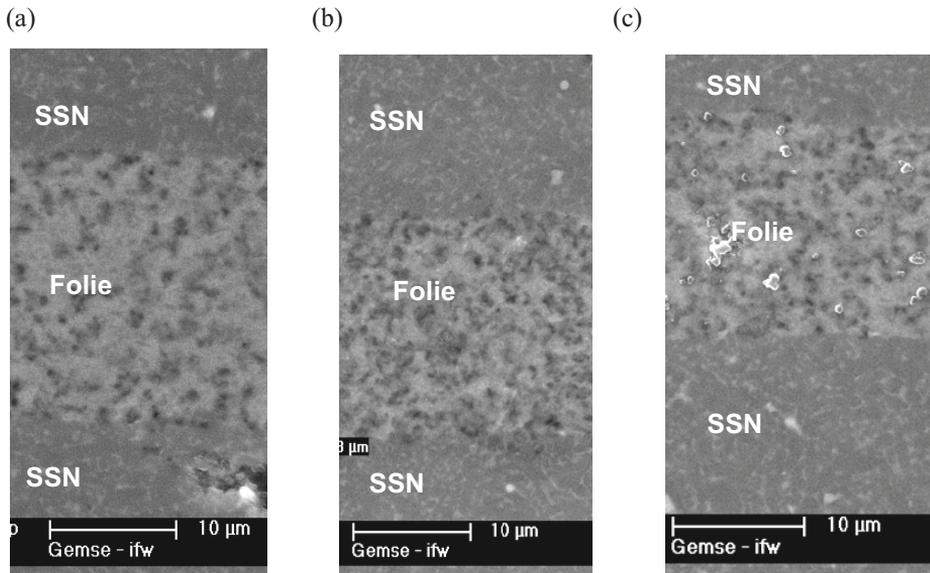


Bild 5.5 Porenbildung in Abhängigkeit vom SiO₂-Gehalt (REM-Bild) [88]

- a) F21 – 60 Gew.-% SiC / 35 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃ / 5 Gew.-% SiO₂;
- b) F22 – 60 Gew.-% SiC / 32 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃ / 8 Gew.-% SiO₂;
- c) F20 – 60 Gew.-% SiC / 20 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃ / 20 Gew.-% SiO₂

Die bei niedriger Füge­temperatur fest­ge­stellte Porosität wird entgegen der theo­re­tischen Über­legungen bei höhe­ren Füge­temperat­uren nicht abgebaut (Bild 5.6). In diesem REM-Bild ist eine Füge­verbin­dung mit Folie F20 (20 Gew.-% SiO₂) bei einer Füge­temperatur $T_F = 1700$ °C und $t_H = 30$ min Fügezeit dargestellt. Die Zwischen­schicht ist voll­ständig und ohne Fehl­stellen an der Keramik ange­bunden, was auf den erhöhten Schmelz­anteil und damit eine erhöhte Diffusions­geschwin­digkeit der Folien­bestand­teile zurück­zuführen ist. Das Poren­volumen inner­halb der Zwischen­schicht ist jedoch erheb­lich ange­stie­gen. Die Ursache kann mit der Bil­dung vom gas­förmigen Silizium­monoxid (SiO) und Kohlen­monoxid (CO) bei Temperat­uren ab 1400 °C erklärt werden [82]. Die Poren in der Schicht beeinträch­ti­gen die Festig­keit der Füge­ver­bunde, da diese Poren eine Schwächung der Keramik dar­stellen. Dementspre­chend sind für die Füge­ver­bunde mit SiO₂-haltigen Folien geringere Festig­keiten zu erwarten als bei Folien ohne SiO₂-Zusatz [88].

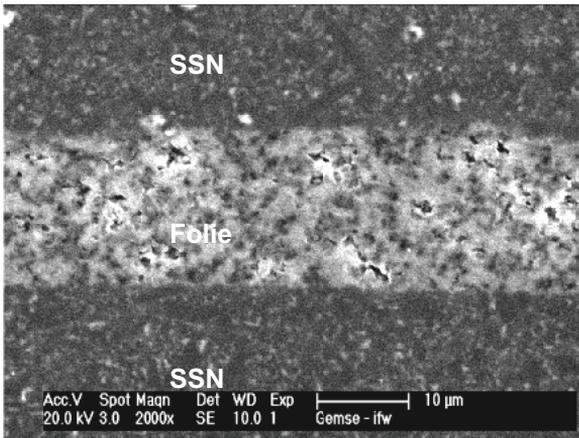


Bild 5.6 Verbund - SSN / Folie F20 / SSN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ (REM-Bild) [88]

Neben der Folienzusammensetzung spielt das Temperatur – Zeit - Regime des Fügeprozesses eine wichtige Rolle bei der Verbundausbildung. Vor allem die Diffusionsgeschwindigkeit wird wesentlich von der Füge­temperatur bestimmt. Um diesen Einfluss weiterführend zu untersuchen, wurden EDX-Linescans über den Übergangsbereich Keramik-Folie durchgeführt (Bild 5.7 a). Im Bild 5.7 b ist die Elementverteilung am Übergang SSN und Folie F04 dargestellt. Im Diagramm ist der steile Abfall des Siliziumanteils von 60 Gew.-% in der Keramik auf 40 Gew.-% in der Zwischenschicht erkennbar. Deutlich ist die Diffusion der Oxidanteile erkennbar. Die Konzentration von Yttrium und Aluminium steigt über die gesamte Messlänge nahezu linear an. Die Diffusionszone der Sinteradditive beträgt ca. 15 µm. Damit wird nachgewiesen, dass die Verbundausbildung bei niedriger Füge­temperatur im Wesentlichen auf dem Konzentrationsausgleich zwischen den Sinteradditiven in der Folie und den Grundwerkstoffen beruht [88].

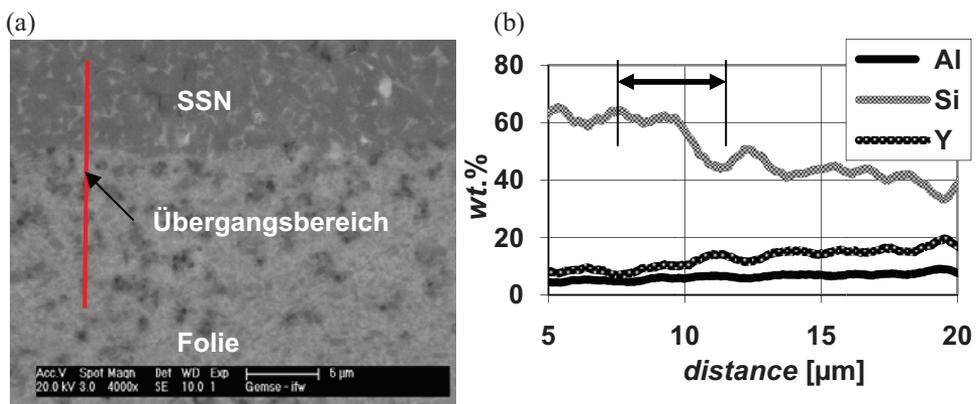


Bild 5.7 Lage des EDX-Linescans am Beispiel von Folie F04 (a); Elementverteilung am Übergang Verbund - SSN / Folie 04; $T_F = 1500\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ (b) [88]

Im Bild 5.8 ist der Linescan der Fügeverbindung (Fügetemperatur 1600 °C) dargestellt. Entsprechend der theoretischen Betrachtungen sind die Diffusionswege vergrößert. Die Konzentration von Yttrium und Aluminium liegt am Ende des Messbereiches noch unterhalb der Folienzusammensetzung. Die Diffusionszone der Schmelzphase ist größer als 15 µm. Der Verlauf der Siliziumkonzentration im Verbund zeigt eine geringfügige Diffusion des SiC in die Fügezone. Die Breite des Übergangsbereiches von der Keramik zur Folie hat sich im Vergleich zu Bild 5.7 b vergrößert. Unter Berücksichtigung des Messverfahrens kann dennoch von einem allmählichen SiC/Si₃N₄-Konzentrationsausgleich ausgegangen werden [88].

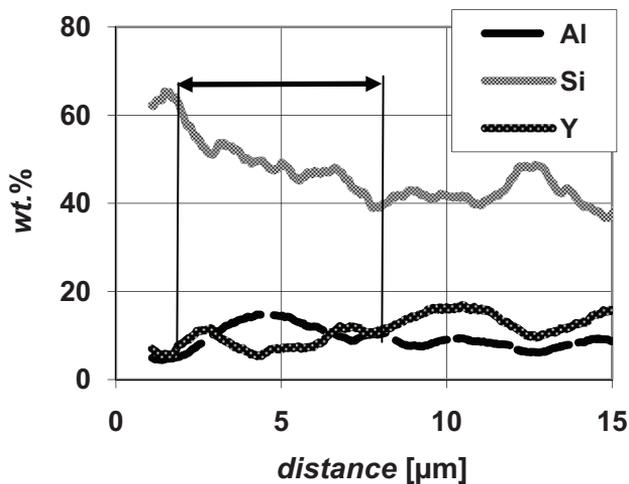


Bild 5.8 Elementverteilung am Übergang SSN - Folie F04; $T_F = 1600$ °C; $t_H = 30$ min [88]

Anhand der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen konnte nachgewiesen werden, dass sich in Abhängigkeit der Fügeparameter ein dichtes keramisches Gefüge in der Fügezone ausbildet. Das Gefüge ist homogen und rissfrei. Ein Ausgleich des Konzentrationsgefälles in Abhängigkeit der Fügeparameter konnte nachgewiesen werden. Dies bedeutet eine Verdichtung des Gefüges. Eine optimale Anbindung zwischen Folie und Keramik wird mit hohen Additivanteilen oder durch hohe Fügetemperaturen bei $T_F = 1600$ °C erzielt. Die Ergebnisse zeigen jedoch, dass der Sinteradditivgehalt vor allem die Sintereigenschaften der Fügefolien beeinflusst. So wird ein dichtes porenarmes Gefüge insbesondere mit den Folien F04 und F18, die sich durch einen hohen Anteil an Al₂O₃ und Y₂O₃ auszeichnen, erreicht. Der Einfluss der Diffusionsgeschwindigkeit ist deutlich schwächer ausgeprägt. Diffusion der Nichtoxide in Grundwerkstoff und Folie konnte nachgewiesen werden. Die Ergebnisse zeigen jedoch, dass die Verbundausbildung im Wesentlichen durch

Diffusion der oxidischen Additive realisiert wird. Die Diffusion von SiC und Si₃N₄ spielt bei der Verbundausbildung eine untergeordnete Rolle. Die Abmessungen der Diffusionszone der einzelnen Folien sind bei gleichen Fügeparametern nur geringfügig verschieden und liegen im Bereich zwischen 15 und 20 µm für die Additivkonzentration. Der Zusatz von SiO₂ in den Folien verbessert die Benetzung der Keramikoberfläche, so dass mit diesen Folien ein vollflächiger Kontakt bei niedrigen Füge Temperaturen geschaffen wurde. Diese Folien weisen jedoch eine Porenphase auf, die sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirkt [88].

5.1.3 Charakterisierung der Verbindung AlN mit AlN

An gefügten AlN-AlN Verbunden mit der Folie AlN - F02 - 60 Gew.-% AlN / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃ wurden Schlitze zur Charakterisierung der Füge zonen angefertigt. Die keramografische Schliffherstellung umfasste mehrere Stufen. Nach den Probenahmen wurden die gefügten Verbunde mit einer Diamanttrennscheibe getrennt. Der Mittenbereich der gefügten Proben wurde präpariert. Die Proben wurden auf eine Diamantscheibe der Körnungen 75 µm plan geschliffen. Anschließend wurden die später unter dem REM sichtbaren Oberflächen aufgekittet und mit einer Diamantscheibe der Körnung 40 µm auf einheitliche Höhe geschliffen. Wegen der hohen Härte der Keramiken haben sich Diamantsuspensionen als Poliermittel bewährt. Bei der vorliegenden Präparation konnten jedoch mit mono- sowie polykristallinen Diamantsuspensionen verschiedener Korngrößen keine qualitativ hochwertigen Oberflächen erzeugt werden. Erst durch das vollautomatische Polieren mit Ceroxidsuspension und mit einem Endpoliermittel OPS konnten Oberflächen hoher Qualität hergestellt werden. Anschließend wurden die Proben wieder abgekittet und mit einem Gemisch aus Aceton und Spiritus gereinigt. Zur Gefügedarstellung wurde zunächst das Lichtmikroskop im Auflicht eingesetzt. In den Bildern 5.9 bis 5.13 sind die Gefüge zonen dargestellt [89].

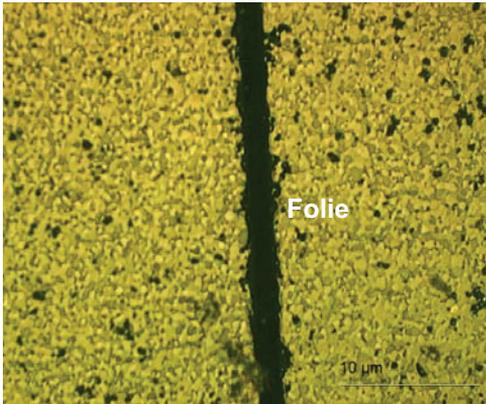


Bild 5.9 Verbund AlN-AlN;
 $T_F = 1500\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ [89]

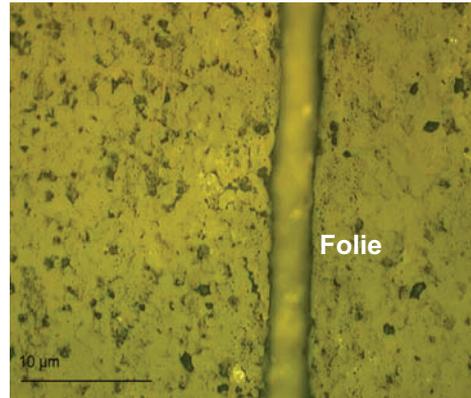


Bild 5.10 Verbund AlN-AlN;
 $T_F = 1600\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ [89]

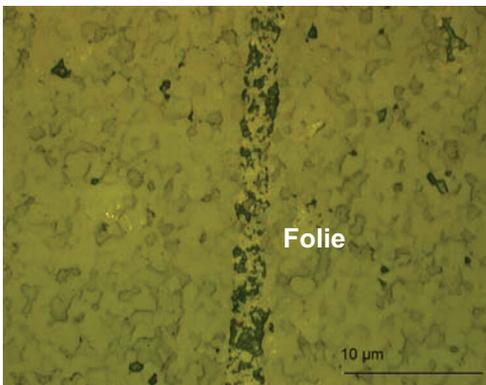


Bild 5.11 Verbund AlN-AlN;
 $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ [89]

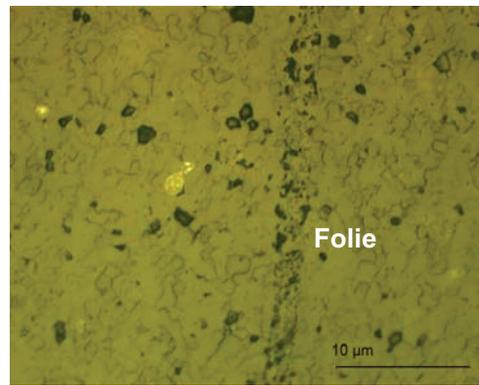


Bild 5.12 Verbund AlN-AlN;
 $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ [89]

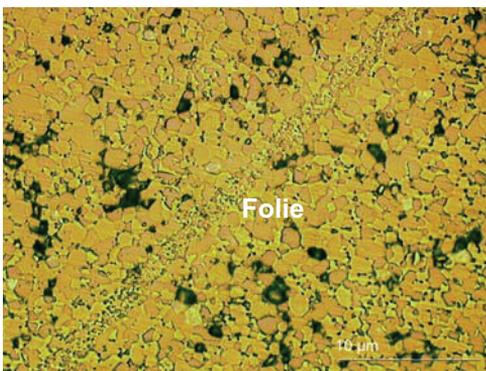


Bild 5.13 Verbund AlN-AlN;
 $T_F = 1750\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ [89]

Wie in den Bildern 5.9 und 5.10 zu erkennen ist, konnte bei den Füge­temperatu­ren $T_F = 1500\text{ °C}$ und 1600 °C keine Anbin­dung zwi­schen den AlN-Kerami­ken und der kerami­schen Folie errei­cht wer­den. Bei einer Füge­temperatu­r von $T_F = 1700\text{ °C}$ trat eine Verbun­dausbil­dung ein. Es ist zu erken­nen, dass sich mit fortschrei­ten­der Fügezeit ein kompaktes kerami­sches Gefüge ausbil­det (Bilder 5.11 bis 5.13). Bei einer Füge­temperatu­r von $T_F = 1700\text{ °C}$ und 1750 °C und einer Haltezeit von $t_H = 60\text{ min}$ bzw. 30 min unter­schei­det sich die Folie kaum noch von der Kerami­k. Hier liegt eine stoffschlüs­si­ge Verbin­dung vor. In den nachfol­gen­den Betrach­ten­gen wur­den REM-Untersuchun­gen durch­ge­führt.

Wie im Bild 5.14 erkenn­bar ist, sind bei dem unter $T_F = 1600\text{ °C}$ und $t_H = 60\text{ min}$ her­ge­stellt­em Verbund keine Ausbrü­che inner­halb der Fügezone zu ver­zeich­nen. Vereinzelt sind Poren zu erken­nen. Es ist fest­zu­stel­len, dass auch bei dieser Füge­temperatu­r die Partikel­struk­tu­r der Zwi­schen­schicht noch erhal­ten ist [89].

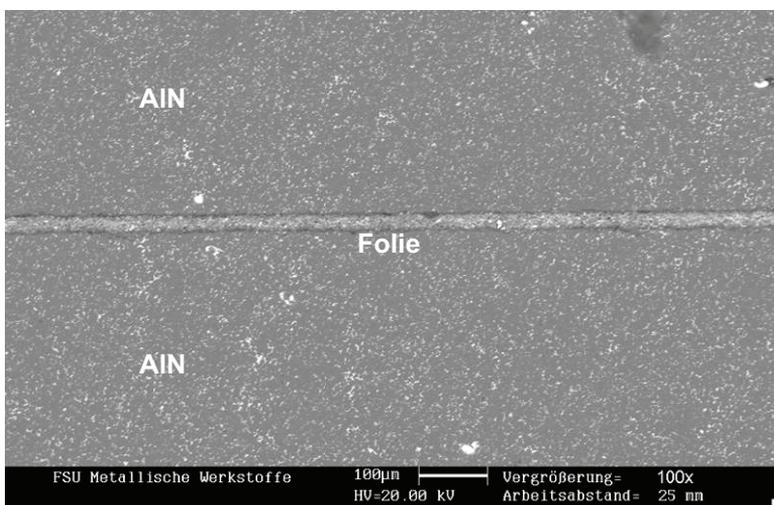


Bild 5.14 Verbund - AlN / Folie AlN F02 / AlN; $T_F = 1600\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ (REM-Bild) [89]

In den schwarz gekenn­zeich­ne­ten Berei­chen (Bild 5.15) sind die Yttrium-Alumi­nat-Pha­sen bzw. Partikel, die im Ver­gleich zu ihrer Aus­gangs­größe von ca. 250 nm gewach­sen sind, zu sehen. Dies wie­derum bestä­tigt, dass inner­halb der Folie Reak­ti­onen abge­lau­fen sind. Bei höherer Tempe­ra­tu­r reagieren Alumi­niumoxi­d (Al_2O_3), Yttriumoxi­d (Y_2O_3) und Siliziumdioxi­d (SiO_2) in einer eutek­ti­schen Reak­ti­on zu einer yttriumrei­chen Schmelze. Anhand der gekenn­zeich­ne­ten Berei­che ist dem­zu­fol­ge die Ausbil­dung der partiellen Schmelzphase zu erken­nen. Jedoch ist die Füge­temperatu­r nicht ausrei­chend, um genügen­d Schmelzphase zu bilden, dass Diffu­si­onspro­zesse statt­fin­den können [89].

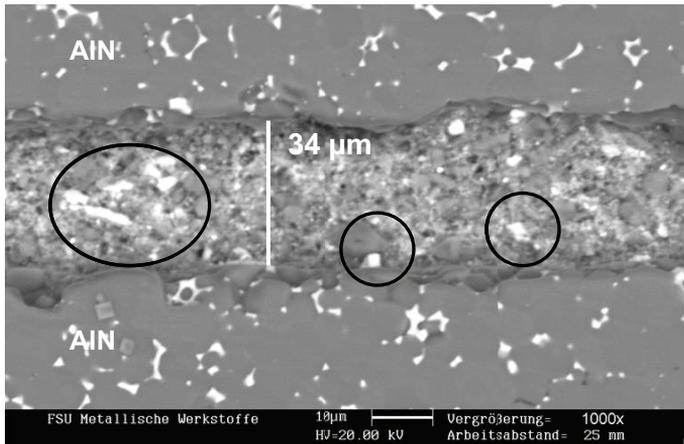


Bild 5.15 Verbund - AlN / Folie AlN F02 / AlN; $T_F = 1600\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ (REM-Bild) [89]

Mit Hilfe der REM-Aufnahme bei 1000facher Vergrößerung des bei $T_F = 1700\text{ °C}$ und $t_H = 30\text{ min}$ durchgeführten Fügeversuches ist eine stoffschlüssige Verbindung entlang des gesamten Fügebereiches erkennbar (Bild 5.16). Weiterhin sind innerhalb der vorliegenden Fügezone deutlich Poren zu erkennen. Eine partielle Schmelzphase hat sich in großem Umfang gebildet und ist während der Abkühlung zu Yttrium-Aluminat-Phasen kristallisiert. Diffusionsprozesse haben stattgefunden. Innerhalb der Fügezone sind deutlich AlN-Körner im μm -Bereich zu erkennen [89].

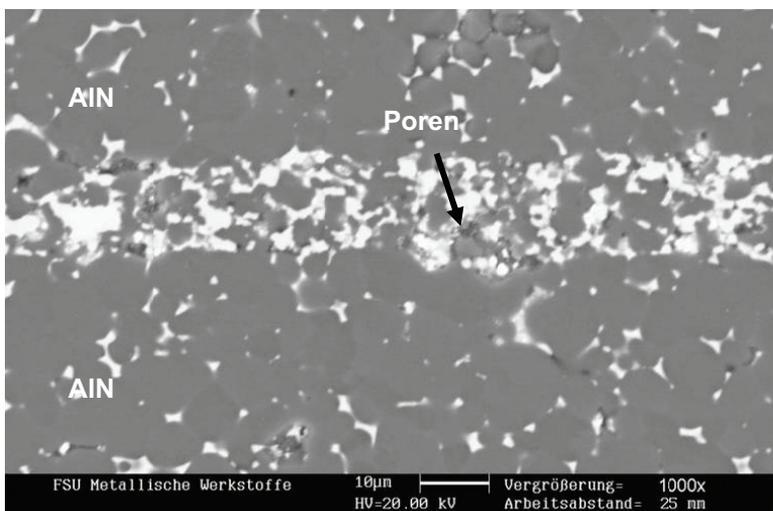


Bild 5.16 Verbund - AlN / Folie AlN F02 / AlN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ (REM-Bild) [89]

Bei $T_F = 1700 \text{ °C}$ und $t_H = 60 \text{ min}$ konnte die vollständige Anbindung der Fügefolie an die Keramik erreicht werden (Bild 5.17). Aufgrund der höheren Füge­temperatur hat sich in der Fügezone ein homogenes keramisches Gefüge ausgebildet, das sich von der Keramik nur unwesentlich unterscheidet. Eine Porenphase ist kaum noch nachweisbar.

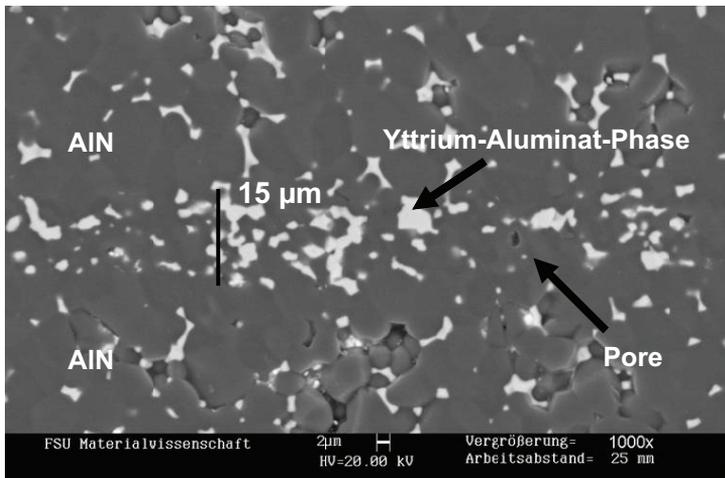


Bild 5.17 Verbund - AlN / Folie AlN F02 / AlN; $T_F = 1700 \text{ °C}$; $t_H = 60 \text{ min}$ (REM-Bild) [89]

Mit Hilfe des qualitativen Linescans konnte eine nahezu regelmäßige Gefügestruktur im betrachteten Bereich nachgewiesen werden, die durch AlN-Körner und einer entstandenen Yttrium-Aluminat-Phase charakterisiert wird. Die EDX-Analyse zeigt prinzipiell an denselben Stellen Countmaxima, was die Schlussfolgerung zulässt, dass an diesen Stellen die Yttrium-Aluminat-Phase vorliegt. Die kontinuierlich größere Countzahl bei der Analyse von Aluminium wird dadurch begründet, dass auch in der Keramik Aluminium vorliegt [89].

Im Ergebnis der Fügeuntersuchungen bei $T_F = 1750 \text{ °C}$ und $t_H = 30 \text{ min}$ haben im Vergleich zu $T_F = 1700 \text{ °C}$ und $t_H = 60 \text{ min}$ gezeigt, dass qualitativ die gleiche Morphologie im keramischen Fügeverbund vorliegt.

5.1.4 Charakterisierung der Mischverbindung AlN mit LPS-SiC

Zum Fügen der keramischen Mischverbindung LPS-SiC mit AlN wurde ein dreilagiges Folienlaminat verwendet. Im Bild 5.19 ist schematisch der Schichtaufbau dargestellt. Die Schichtdicke des Folienlaminates betrug 100 μm . Gefügt wurde bei $T_S = 1700\text{ }^\circ\text{C}$ und $1750\text{ }^\circ\text{C}$ mit Haltezeiten von $t_H = 30\text{ min}$ und 60 min . Die einzelnen Folienschichten weisen die folgenden Zusammensetzungen auf:

- 1. Folie - F04 - 60 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$
- 2. Folie - LPS-SN - F01 - 30 Gew.-% Si_3N_4 / 30 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$
- 3. Folie - SN - F02 - 60 Gew.-% Si_3N_4 / 40 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$

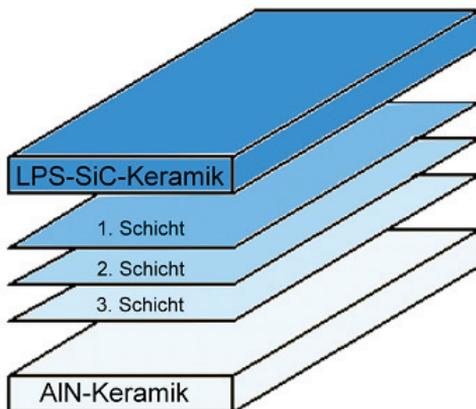


Bild 5.18 Aufbau des Fügeverbundes AlN / Folienlaminat / LPS-SiC [89]

Die Präparation der gefügten AlN und LPS-SiC-Verbunde erfolgte wie im Punkt 5.1.3 beschrieben. Ausgehend von den lichtmikroskopischen Untersuchungen ist eine partielle Anbindung des Folienlaminates an die LPS-SiC-Keramik zu erkennen (Bild 5.19). Eine Anbindung der Zwischenschicht an die AlN-Keramik konnte jedoch nicht erreicht werden. Bei den Fügeparametern $T_F = 1700\text{ }^\circ\text{C}$; $t_H = 60\text{ min}$ und $T_F = 1750\text{ }^\circ\text{C}$; $t_H = 30\text{ min}$ (Bild 5.20 und 5.21) war eine vollständige Anbindung des Folienlaminates an den unterschiedlichen Keramiken zu beobachten. Nadelförmige Kristalle wurden in der Fügezone festgestellt (Bild 5.21).

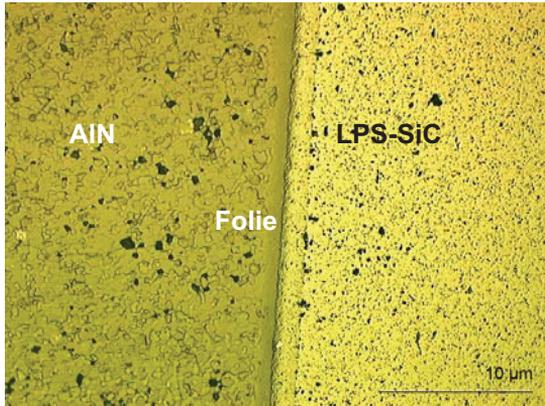


Bild 5.19 Verbund AlN-LPS-SiC; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ [89]

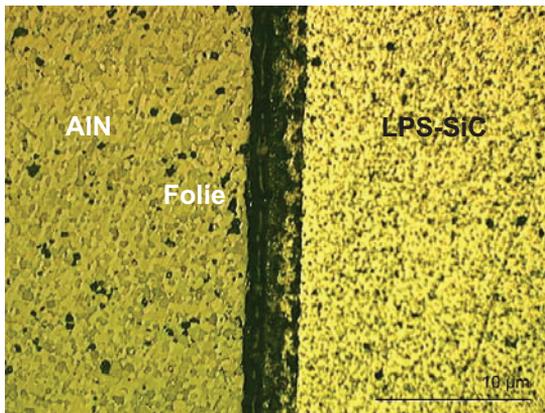


Bild 5.20 Verbund AlN-LPS-SiC; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ [89]

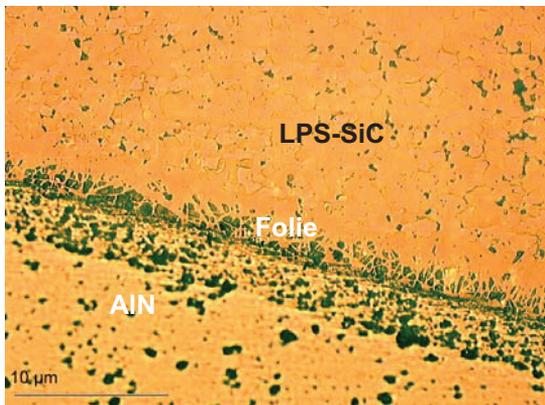


Bild 5.21 Verbund AlN-LPS-SiC; $T_F = 1750\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ [89]

Für die Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop wurden die gefügten keramischen Mischverbindungen mit Kohlenstoff im Edwards Sputter Coater

S150B beschichtet, wobei eine Kohlenstoffschicht von 18 nm aufgebracht wurde [89].

Wie im Bild 5.22 zu sehen ist, konnte bei einer Füge­temperatur $T_F = 1700\text{ °C}$ und einer Haltezeit $t_H = 60\text{ min}$ keine vollständige Anbindung der Folie an die Keramiken, insbesondere der dritten Schicht an die AlN-Keramik, erreicht werden. Es sind deutlich Poren bzw. Ausbrüche am AlN und des Folienlaminates zu erkennen.

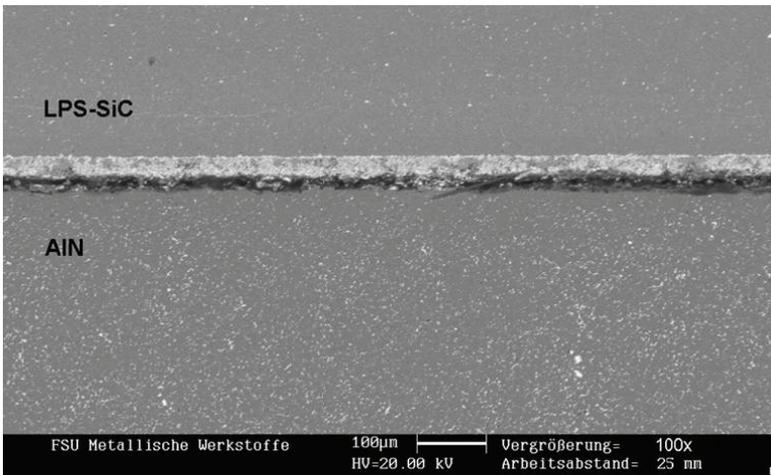


Bild 5.22 Verbund – LPS-SiC / Folienlaminat / AlN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ (REM-Bild) [89]

Bei diesen Fügeparametern konnten keine ausreichend mechanisch feste Verbunde hergestellt werden. Die Füge­zonen sind inhomogen. Resultierend aus dem unterschiedlichen thermischen Verhalten entstanden im Verbund Spannungen. Diese führten zum Versagen des Verbundes in der Fügezone selbst (Bild 5.23).

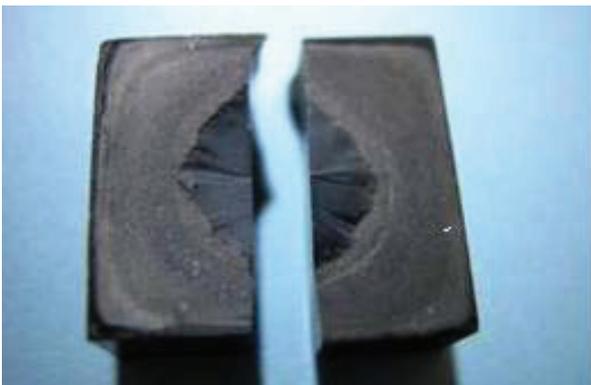


Bild 5.23 Bruchbild des Verbundes LPS-SiC / Folienlaminat / AlN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ [89]

Die Anbindung des LPS-SiC an die Schicht der Fügefolie ist erfolgt. Vereinzelt sind jedoch Poren in der Fügezone zu erkennen (Bild 5.24). Mit Hilfe einer EDX-Analyse der nachweisbaren Elemente wird ersichtlich, dass die Aluminium-Konzentration von der AlN-Keramik über die Zwischenschicht hin zur LPS-SiC-Keramik deutlich abnimmt (Bild 5.25). Es ist in allen Schichten Aluminium enthalten. Durch diese EDX-Analyse lassen sich aber keine Aussagen darüber treffen, in welchem Umfang Diffusion stattgefunden hat, denn jeder Bestandteil des Verbundes enthält Aluminium gebunden in Al_2O_3 , das sowohl der Mischfolie als auch der LPS-SiC-Keramik als Sinteradditiv beigelegt wurde. Dies trifft auch für Yttrium zu, das ebenfalls als Sinteradditiv sowohl für die Folien als auch für AlN eingesetzt wurde. Silizium lässt sich in geringen Mengen auch in der AlN-Keramik nachweisen, da die anliegende Schicht der Folie aus Siliziumnitrid und einem Teil Sinteradditiven besteht.

Weiterhin wurde festgestellt, dass Sauerstoff kaum und nur gebunden in den jeweiligen Yttrium-Aluminat-Phasen vorhanden ist. Es ist qualitativ eine höhere Konzentration der Sinteradditive in der Fügezone vorhanden. Gleiches gilt auch für Yttrium. Aufgrund der feineren Verteilung der Sekundärphasen im LPS-SiC liegt auch die qualitativ nachweisbare Konzentration niedriger als im AlN. Die EDX-Analysen von Aluminium und Silizium zeigen einen un stetigen Konzentrationsabfall entlang der Fügezone [89].

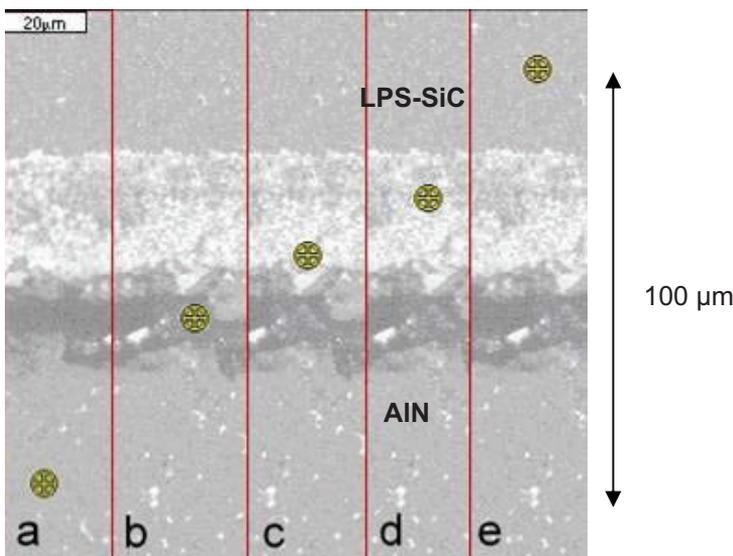


Bild 5.24 Verbund – LPS-SiC / Folienlaminat / AlN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ (Messpunkte der EDX-Analyse) [89]

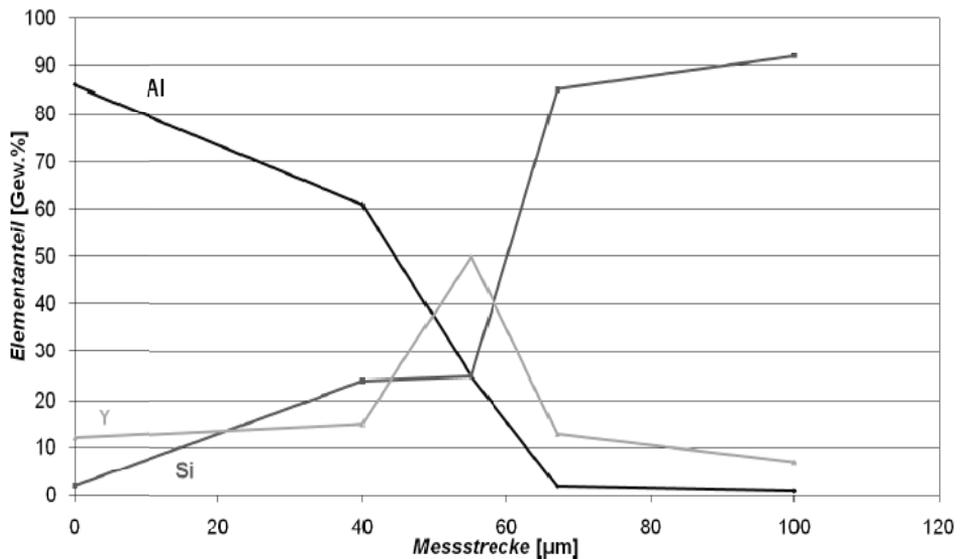


Bild 5.25 Verbund – LPS-SiC / Folienlaminat / AlN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ (EDX-Analyse der nachweisbaren Elemente Al; Y und Si) [89]

Im Bild 5.26 ist die gleiche keramische Mischverbindung bei der Füge­temperatur $T_F = 1700\text{ °C}$ aber bei einer kürzeren Haltezeit $t_H = 30\text{ min}$ dargestellt. Die einzelnen Schichten des Folienlaminates sind noch deutlich zu erkennen, aber es ist sowohl eine homogene Anbindung an die LPS-SiC-Keramik als auch an die AlN-Keramik über den gesamten Fügebereich erfolgt.

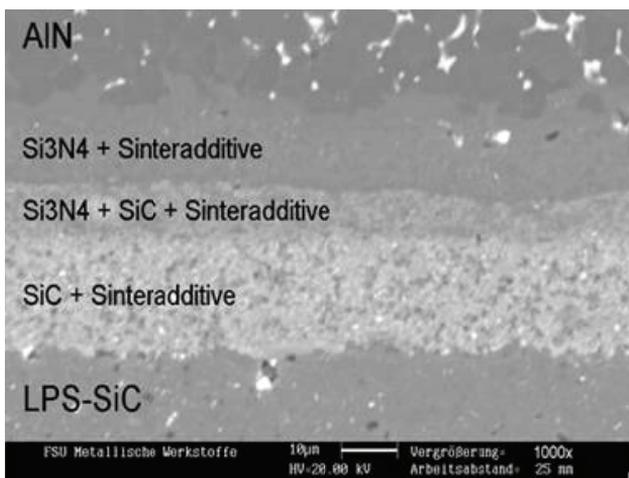


Bild 5.26 Verbund – LPS-SiC / Folienlaminat / AlN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ (REM-Bild) [89]

Um eine Übersicht über den Verlauf der nachweisbaren Elemente zu erhalten, wurde ein Mapping (Bild 5.27) durchgeführt. Mit Hilfe eines Mappings, d.h. einer flächigen EDX-Analyse der nachweisbaren Elemente, wird die örtliche Verteilung der Elemente dargestellt. Die Häufigkeit wird mit Hilfe der entsprechenden Counts, die durch eine Farbskala abgestuft werden, charakterisiert. Wie im Bild 5.27 a zu erkennen ist, sinkt die Al-Konzentration innerhalb der Fügezone stetig. Aluminium liegt gebunden in der AlN-Keramik als Sinteradditiv Al_2O_3 vor. Während des Sinterprozesses bildet sich in der Folie eine Yttrium-Aluminat-Phase. Die Silizium-Konzentration sinkt innerhalb von der LPS-SiC-Keramik hin zur AlN-Keramik (Bild 5.27 d). Es wurde festgestellt, dass Si in der Grenzschicht zwischen AlN-Keramik und der Fügefolie als SiAlON gebunden ist. Dieses hat sich während des Fügeprozesses in einer Reaktion des Si_3N_4 - Anteiles aus dem Folienlaminat und den Sinteradditiven Al_2O_3 und Y_2O_3 gebildet. Mit Hilfe des Mappings von Yttrium (Bild 5.27 b) und Sauerstoff (Bild 5.27 c) wird der Verlauf der sich bildenden Yttrium-Aluminat-Phasen nachgewiesen [89].

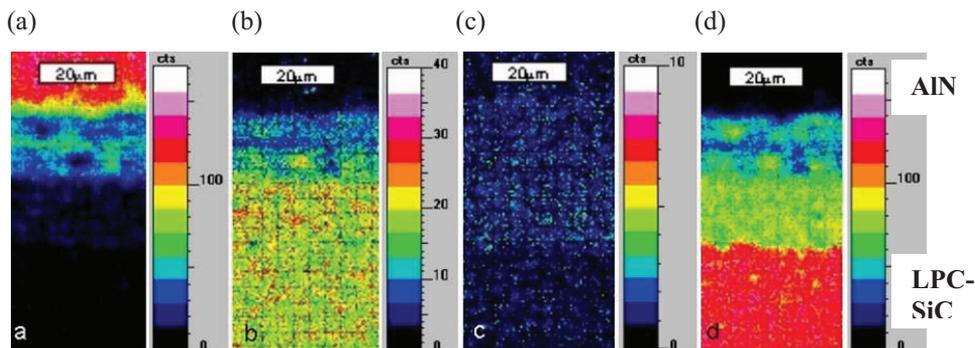


Bild 5.27 Qualitative EDX-Analyse/Mapping vom Verbund – LPS-SiC / Folienlaminat / AlN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$; Al (a); Y (b); O (c) und Si (d) [89]

Bild 5.28 zeigt den Fügeverbund bei einer Füge­temperatur $T_F = 1750\text{ °C}$ und einer Haltezeit $t_H = 30\text{ min}$. Deutlich ist eine nadelförmige Kristallstruktur zur AlN-Keramik zu erkennen. Aus der Literatur ist bekannt, dass sich aus SiAlON nadelförmige Kristalle bilden [55, 83]. Es wurde festgestellt, dass eine vollständige Anbindung des Folienlaminates an die Keramiken stattgefunden hat. Es sind vereinzelt Poren in der Fügezone zu erkennen. Die einzelnen Bestandteile des Folienlaminates sind nicht mehr genau voneinander abzugrenzen, was auf umfangreiche Diffusionsprozesse schließen lässt.

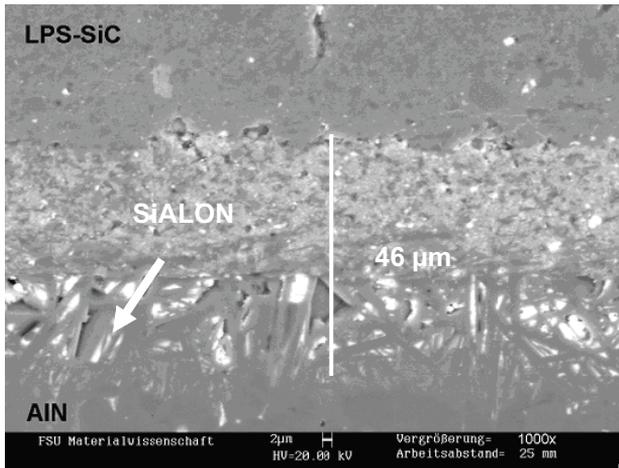


Bild 5.28 Verbund – LPS-SiC / Folienlaminat / AlN; $T_F = 1750\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ (REM-Bild) [89]

Allerdings wiesen diese Verbunde geringe Festigkeiten auf. Zu erkennen sind unterschiedliche keramische Gefügestrukturen, die im Verbund Spannungen aufbauen. Unter der Bezeichnung SiALON werden von Siliziumnitrid und Aluminiumoxid abgeleitete Mischphasen zusammengefasst, die zusätzlich zu den Elementen Silizium, Aluminium, Sauerstoff und Stickstoff auch weitere Kationen, wie Yttrium enthalten können. Der thermische Ausdehnungskoeffizient des SiALON beträgt $3,2 \times 10^{-6}\text{ K}^{-1}$. Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Aluminiumnitrids und des Siliziumcarbids liegen bei 6 und $5 \times 10^{-6}\text{ K}^{-1}$. Yttriumoxid und Aluminiumoxid sind jeweils durch einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von $8 \times 10^{-6}\text{ K}^{-1}$ gekennzeichnet. Die aufgebauten Spannungen führten zum Bruch in der LPS-SiC-Keramik (Bild 5.29).

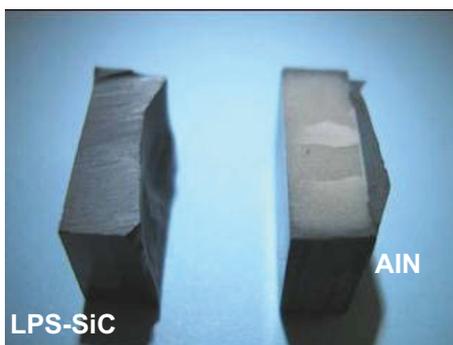


Bild 5.29 Bruchbild des Verbundes LPS-SiC / Folienlaminat / AlN; $T_F = 1750\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ [89]

5.1.5 Festigkeitsuntersuchungen

Die Ermittlung der Druckscherfestigkeiten erfolgte in Anlehnung der DIN ISO 13445 [84]. Diese Norm wurde ursprünglich für die Festigkeitsbestimmung von Klebeverbindungen entwickelt. Dieses Prüfverfahren bietet den Vorteil einer direkten Belastung auf die Fügefläche. Die Festigkeitsuntersuchungen erfolgten an einer Druck-/ Zugprüfmaschine (Instron 8503). In einer speziellen Probehalterung wurde die Probe parallel zur Fügefläche mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min bis zum Bruch belastet (Bild 5.30). Mit Hilfe der ermittelten Maximalkraft erfolgte unter Annahme einer gleichmäßigen Spannungsverteilung über die Fügezone die Berechnung der Druckscherfestigkeit (Gleichung 2):

$$\tau = \frac{F_{\max}}{A} = \frac{F_{\max}}{l_{\text{Ü}} \cdot b} \quad (2)$$

wobei τ die Druckscherfestigkeit, F_{\max} die maximale Druckkraft und A die Fügefläche, $l_{\text{Ü}}$ die Länge der Überlappung und b die Breite der Probe ist.

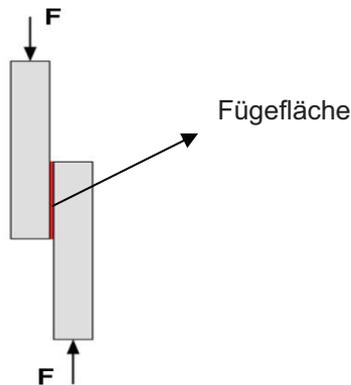


Bild 5.30 Experimentelle Prüfanordnung

Die Ermittlung der Druckscherfestigkeiten τ erfolgte an überlappend gefügten SSN-Keramik-Verbunden. Die Fügefläche betrug 200 mm². Im Ergebnis wurde festgestellt, dass die Verbundfestigkeit abhängig vom Diffusionsverhalten der Sinteradditive ist. Ein hoher Anteil an Schmelzphase beschleunigt den Diffusionsprozess. Der Schmelzanteil steigt mit der Fügezeit bzw. dem Sinteradditivanteil. Im Bild 5.31 sind die Ergebnisse der Druckscherfestigkeiten von Platten mit geschliffenen Oberflächen bei unterschiedlichen Fügezeiten dargestellt. Die Fügezeit betrug jeweils $t_H = 30$ min. In den Fügeversuchen wurden keramische Fügefolien mit einer Foliendicke von ca. 50 μm verwendet.

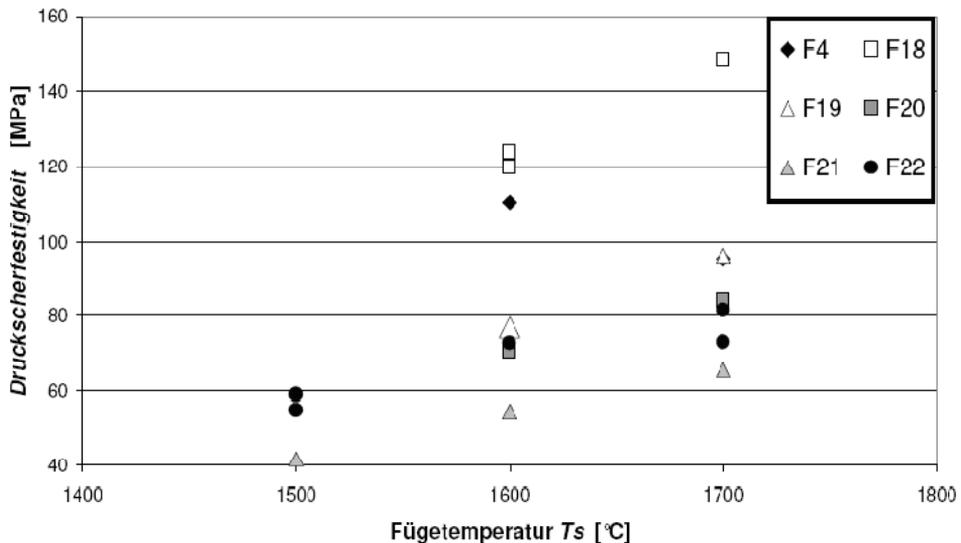


Bild 5.31 Druckscherfestigkeit von SSN-Keramikverbunden in Abhängigkeit vom Sinteradditivgehalt und der Fügetemperatur [88]

F04 – 60 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$;

F18 – 30 Gew.-% SiC / 70 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$;

F19 – 70 Gew.-% SiC / 30 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$;

F20 – 60 Gew.-% SiC / 20 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$ / 20 Gew.-% SiO_2 ;

F21 – 60 Gew.-% SiC / 35 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$ / 5 Gew.-% SiO_2 ;

F22 – 60 Gew.-% SiC / 32 Gew.-% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$ / 8 Gew.-% SiO_2

Die Messwerte bestätigen den Zusammenhang zwischen Fügetemperatur und Druckscherfestigkeit. So wiesen die bei 1700 °C gefügten Keramikverbunde die höchsten Druckscherfestigkeiten auf. Hier trat der Bruch nicht in der Fügezone, sondern in der Keramik auf. Eine stoffschlüssige Verbindung liegt vor (Bild 5.32).



Bild 5.32 Bruchbild des Verbundes SSN / Folie F04 / SSN; $T_F = 1700$ °C; $t_H = 30$ min [88]

Folien mit hohem Sinteradditivgehalt bildeten bei den Füge­temperatu­ren ein größeres Schmelzvolumen aus, so dass ein umfangreicherer Konzentration­sausgleich in der gegebenen Fügezeit stattgefunden hat. Dementsprechend wurden bei der Folie F18 die höchsten Festigkeiten von über $\tau = 140$ MPa gemessen. Der Sinteradditivgehalt beträgt 70 Gew.-%. Der Zusatz von SiO_2 in den Fügefolien verringert die Festigkeit der Fügeverbindungen. Die Festigkeiten der Folien F20–22 sind im Vergleich niedriger als die der Folien ohne SiO_2 . Durch die Druckscherfestigkeitsuntersuchungen mit SiO_2 -haltigen Folien bestätigt sich auch der Zusammenhang zwischen Schmelzphasenvolumen und Festigkeit. Die Folie F20 mit 20 Gew.-% SiO_2 weist mit über $\tau = 80$ MPa bei $T_F = 1700$ °C die höchste Festigkeit auf. Da der SiO_2 -Anteil die Ausbildung der Schmelzphase begünstigt, wurden mit den Folien F21 und F22 Druckscherfestigkeiten von über $\tau = 40$ MPa bereits bei einer Füge­temperatur von 1500 C erreicht. Anhand des Bruchbildes ist erkennbar, dass der Fügeverbund in der Folie gebrochen ist (Bild 5.33). Damit wird deutlich, dass ein Konzentrationsausgleich zwischen der Folie und der Keramik nur im Bereich der Grenzfläche der Fügepartner stattgefunden hat [88].



Bild 5.33 Bruchbild des Verbundes SSN / Folie F22 / SSN; $T_F = 1500$ °C; $t_H = 30$ min [88]

In den nachfolgenden Bildern 5.34, 5.35 und 5.36 sind die Ergebnisse der 4-Punkt-Biegefestigkeiten an Siliziumcarbid-, Siliziumnitrid- und Aluminiumnitridverbunde bei unterschiedlichen Prüftemperaturen unter Luft dargestellt. Gefügt wurden die Keramik-verbunde bei den Fügeparametern für SSiC ($T_F = 1800$ °C; $t_H = 60$ min), SSN ($T_F = 1600$ °C; $t_H = 60$ min) und AlN ($T_F = 1700$ °C; $t_H = 30$ min).

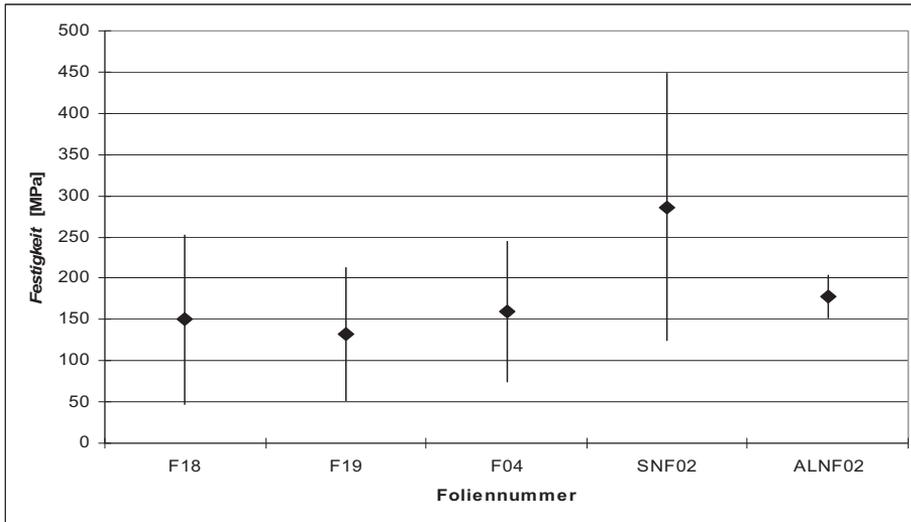


Bild 5.34 4-Punkt-Biegefestigkeit bei 20 °C

SSiC – F18 – 30 Gew.-% SiC / 70 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 SSiC – F19 – 70 Gew.-% SiC / 30 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 SSiC – F04 – 60 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 SSNF02 – 60 Gew.-% Si₃N₄ / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 AINF02 – 60 Gew.-% AlN / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃

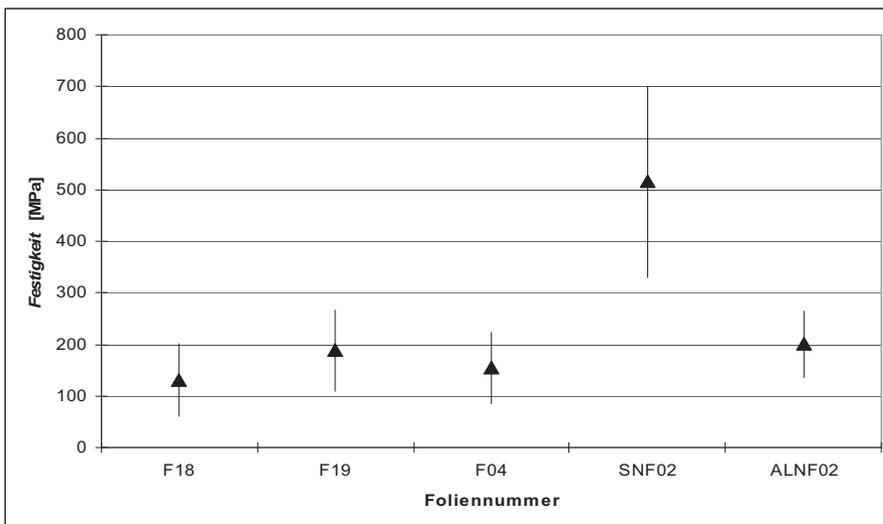


Bild 5.35 4-Punkt-Biegefestigkeit bei 1000 °C

SSiC – F18 – 30 Gew.-% SiC / 70 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 SSiC – F19 – 70 Gew.-% SiC / 30 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 SSiC – F04 – 60 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 SSNF02 – 60 Gew.-% Si₃N₄ / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 AINF02 – 60 Gew.-% AlN / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃

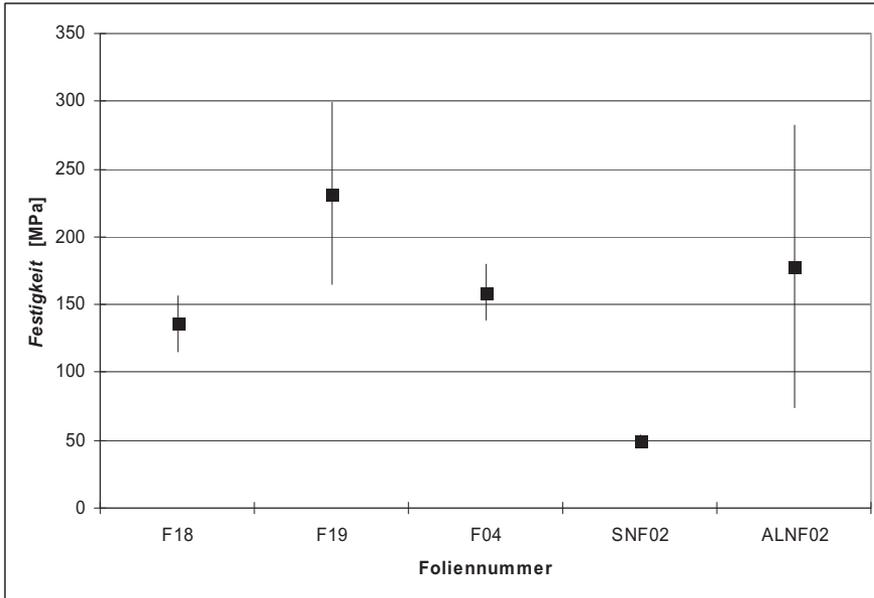


Bild 5.36 4-Punkt-Biegefestigkeit bei 1400 °C

SSiC – F18 – 30 Gew.-% SiC / 70 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 SSiC – F19 – 70 Gew.-% SiC / 30 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 SSiC – F04 – 60 Gew.-% SiC / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 SSNF02 – 60 Gew.-% Si₃N₄ / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃;
 AIN F02 – 60 Gew.-% AlN / 40 Gew.-% Al₂O₃/Y₂O₃

SSiC und AlN-Verbunde zeigen bei den Prüftemperaturen von 1000 °C und 1400 °C hohe Festigkeiten gegenüber den Ausgangsfestigkeiten bei 20 °C. Geht man von den gemittelten Festigkeitswerten aus, ist der Verlauf in allen Temperaturbereichen gleich bleibend oder sogar erhöht. Es zeigt sich der Trend, dass abhängig vom Sinteradditivgehalt Unterschiede in der Festigkeit auftreten (Verbund SSiC – F19). Hier steigen die Festigkeitswerte sogar leicht an. Hohe Festigkeiten zeigen SSNF02-Verbunde bei den Prüftemperaturen von 20 °C und 1000 °C. Die 4-Punkt-Biegefestigkeiten erreichen bei 1000 °C über 500 MPa. Bei 1400 °C tritt auf Grund der thermischen Zersetzung der SSN-Keramik an Luft ein Festigkeitsabfall ein. Die maximalen Anwendungstemperaturen unter Luft liegen bei SSiC bei 1650 °C, SSN bei 1400 °C und AlN bei 1200 °C. Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die untersuchten Keramikverbunde Temperaturstabilitäten über 1200 °C aufweisen und aus fägetechnischer Sicht eine Verfahrensvariante für Hochtemperaturanwendungen zur Verfügung steht.

5.1.6 Dichtheitsprüfung

Die Verfahren zur Dichtheitsprüfung und Lecksuche dienen, infolge stark gestiegener Dichtheitsforderungen an chemische sowie verfahrenstechnische Anlagen und deren Komponenten, zum Nachweis der Dichtheit oder zur Lokalisierung von Lecks mittels Testgas. Lecks können unter anderem durch Fehler im Werkstoff selbst oder bei der Bearbeitung und Montage sowie beim Fügeprozess verursacht werden.

Die Dichtheitsprüfungen wurden mit Hilfe eines Helium-Lecktester HLT 160 der Firma Balzer durchgeführt. Hierbei können Leckageraten bis 10^{-9} mbar x l/s nachgewiesen werden. Geprüft wurde nach der Unterdruckmethode an gefügten SiC-, Si_3N_4 - und AlN - Rohr/Platte-Verbindungen und an keramischen Bauteilen. Im Ergebnis der Prüfungen konnte nachgewiesen werden, dass die keramischen Verbunde Vakuumdichtheiten von 10^{-7} bis 10^{-9} mbar x l/s aufweisen.

5.2 Zusammenfassung

1. Grundlage der Fügeuntersuchungen waren keramische Fügefolien auf der Basis von SiC, Si_3N_4 und AlN mit unterschiedlichen Sinteradditivgehalten Al_2O_3 , Y_2O_3 und SiO_2 (Patent: DE102008040260A1-15.01.2009). Diese keramischen Folien wurden zum stoffschlüssigen Fügen von Nichtoxidkeramiken LPS-SiC, SSN und AlN mit- und untereinander eingesetzt.

2. Keramische Fügefolien haben durch ihre plastische Verformung den Vorteil, dass Oberflächenrauigkeiten ausgeglichen werden. Dadurch entfällt eine keramische Oberflächenbearbeitung. Die Fügefolien besitzen eine an den Grundwerkstoff angepasste thermische Ausdehnung, so dass eine spannungsarme Verbindung und eine hohe thermische Belastbarkeit gegeben sind.

3. Gefügt wurde bei den Fügetemperaturen $T_F = 1500$ °C; 1600 °C und 1700 °C und mit einer Haltezeit von $t_H = 30$ min unter Argon. Die grundsätzliche Eignung des Diffusions-schweißens mit arteigenen Zwischenschichten zur Herstellung mechanisch stabiler, stoffschlüssiger, keramischer Fügeverbunde konnte nachgewiesen werden. Die Fügeparameter wurden qualifiziert. Mit dem Verfahren konnten Druckscherfestigkeiten von 140 MPa realisiert werden. Die hergestellten keramischen Applikationsmuster sind wasser- und gasdicht. Die maximalen Anwendungstemperaturen der keramischen Fügeverbunde liegen über 1200 °C. Sie besitzen in Abhängigkeit der Folienzusammensetzungen hohe Festigkeiten. Betrachtet wurden 4-Punkt-Biegefestigkeiten bei unterschiedlichen Prüftemperaturen für 20 °C, 1000 °C und 1400 °C.

4. Im Vergleich zum Diffusionsschweißen von Nichtoxidkeramiken ohne Zwischen-schicht konnte die Füge-temperatur um bis zu 300 °C gesenkt werden. Weiterhin ist die Anwendung eines Stickstoffpartialdruckes nicht erforderlich. Die Füge-temperatur kann durch den Zusatz von SiO₂ als Sinteradditiv in den Fügefolien weiter gesenkt werden. Die erreichbaren Festigkeiten und die Zwischenschichtmorphologie schränken den Einsatz- bereich dieser Folien jedoch ein.

5. Zum Fügen der AlN-AlN-Keramiken wurde eine stofflich gleiche AlN-Folie und zum Fügen der Mischverbindung AlN-LPS-SiC-Keramik eine Mischfolie angewendet. Die Füge-folien besitzen eine dem Füge-werkstoffen angepasste thermische Ausdehnung. Die Fügeversuche wurden bei den Füge-temperaturen $T_F = 1600$ °C; 1700 °C und 1750 °C mit unterschiedlichen Haltezeiten $t_H = 30$ min und 60 min durchgeführt. Die Füge-zonen sind homogen und porenarm. Ein keramisches Gefüge hat sich in der Fügezone ausgebildet.

6. Als problematisch hat sich jedoch das Fügen bei $T_F = 1750$ °C und $t_H = 30$ min der LPS-SiC-AlN Mischverbindung erwiesen. Der Bruch erfolgte im LPS-SiC auf Grund von ausgebildeten SiAlON – Kristallen auf der Seite des AlN. Es liegt dadurch eine unterschiedliche keramische Gefügestruktur vor. Bei $T_F = 1700$ °C und $t_H = 30$ min konnten Mischverbindungen mit ausreichender Festigkeit hergestellt werden, die ein homogenes keramisches Gefüge aufwiesen.

7. Vakuumdichtheitsprüfungen haben ergeben, dass die gefügten Keramikverbunde im Ultrahochvakuum eine Dichtheit über 10^{-7} mbar x l/s aufweisen. Die Keramikverbunde sind wasser- und gasdicht.

5.3 Analytische Betrachtungen zur Mischverbindung X5CrNi18-10 mit AlMg3

5.3.1 Charakterisierung der Mischerbindungen im Grobvakuum

Die experimentellen Fügeversuche wurden in einem Hochtemperatur-Graphitofen im Vorvakuum von 10^{-1} mbar durchgeführt. Gefügt wurden Probekörper der Abmessung (20 x 20 x 5) mm³ mit einer Fügefläche von 400 mm². Bei einer Fügekraft von 2000 N entspricht dies einem Fügedruck von 5 MPa. Die Aufheiz- und Abkühlraten betragen 10 K/min. Variiert wurden die Fügezeit t_H und die Füge-temperatur T_F . Mittels rasterelektronen-mikroskopischer Untersuchungen wurden Linescan-Analysen in den Füge-zonen durchgeführt (Tabelle 5.1). Die Formstabilität der Verbunde war stark abhängig von der Füge-temperatur und der Fügekraft auf Grund der geringen Warmdruckfestigkeit des AlMg3 gegenüber dem X5CrNi18-10.

Tabelle 5.1 Abhängigkeit der Fügeparameter und Ausbildung der Fügezonen

Fügezeit t_H , min	Fügetemperatur T_F , °C	Fügekraft F , kN	Abstand der Diffusionszone x , μm
120	450	2	23
120	500	2	47
120	550	2	57
720	450	1	56
720	500	1	100
720	550	1	127

In den Fügeuntersuchungen zeigte sich, dass die Größe der Diffusionszone abhängig ist von der Fügezeit und der Fügetemperatur. Die Fügezonen sind inhomogen ausgebildet aber teilweise auf Grund von intermetallischen Phasen ausgebrochen. Festgestellt wurde, dass sich mit zunehmender Fügezeit die intermetallischen Phasen stärker ausbilden. EDX-Analysen belegen, dass an den Grenzflächen und in der Fügezone chemische Austauschprozesse stattgefunden haben. Der im Bild 5.37 a und b dargestellte Mikroschliff einer diffusionsgeschweißten Mischverbindung zeigt die Härteeindrücke und den Härteverlauf vom X5CrNi18-10 zum AlMg3 und der Fügezone. Bestimmt wurde die Vickershärte HV 0,1 der Mischverbindung mit einem Kleinlasthärteprüfgerät ZWICK nach DIN EN ISO 6507-1 bei den Fügeparametern $T_F = 500 \text{ °C}$; $t_H = 720 \text{ min}$ [87].

Die Wärmebelastung der Fügepartner beim Diffusionsschweißen initiiert Gefügeumwandlungsprozesse und führt zur Veränderung der Härte. An nicht thermisch belasteten Werkstoffen wurden die Ausgangshärten bestimmt mit X5CrNi18-10 = 178 HV10 und AlMg3 = 60 HV10. Im Ergebnis der Untersuchungen konnte festgestellt werden, dass der Härteverlauf in den Fügeworkstoffen annähernd konstant ist. Auf der linken Bildseite des Bildes 5.37 b zeigt der Härteverlauf des X5CrNi18-10 in der Nähe der Fügezone einen steilen Anstieg (Aufhärtung) bis 250 HV0,1. Die Eigenschaftsänderung der Vickershärte zeigt in der Fügezone im Verlauf eine Stufe. Dies weist auf das Vorhandensein von inter-metallischen Phasen hin, die zum Festigkeitsverlust führen. Bruchbilder zeigten auch Oxidschichten auf den Fügeoberflächen auf Grund des Restsauerstoffgehaltes während des Fügeprozesses im Grobvakuum (Bild 5.38). Die Oxidschicht wurde durch die niedrigen Fügetemperaturen nicht aufgebrochen. Stoffschlüssige Verbindungen konnten somit nicht hergestellt werden. Der Bruch erfolgte in der Fügezone.

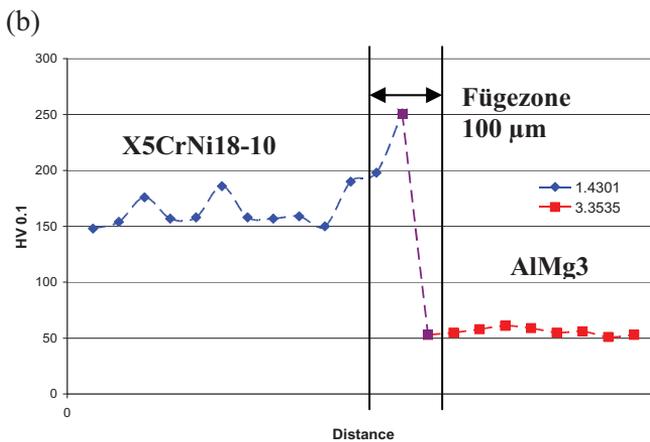
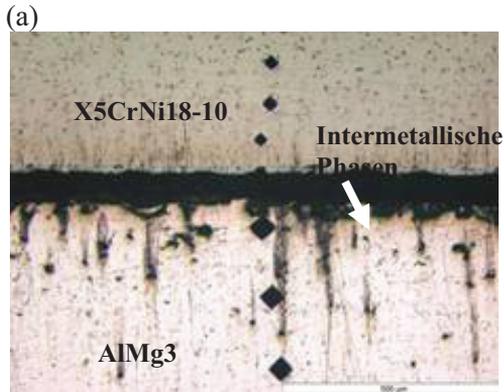


Bild 5.37 Diffusionszone der Mischverbindung X5CrNi18-10 / AlMg3 (Fügeparameter: $T_F = 500\text{ °C}$; $t_H = 720\text{ min}$); Mikrohärteeindrücke (a); Härteverlauf (b)



Bild 5.38 Oxidschicht auf den Fügeoberflächen (X5CrNi18-10 und AlMg3)

5.3.2 Charakterisierung der Mischerbindungen im Hochvakuum

Zur Evaluierung der Fügeparameter Füge­temperatur T_S und Haltezeit t_H wurden von den in den Versuchen hergestellten X5CrNi18-10 und AlMg3 - Verbunden Querschliffe hergestellt. An diesen Querschliffen wurden REM-Untersuchungen

durchgeführt. In den folgenden Ausführungen ist zunächst eine qualitative Bewertung der REM-Aufnahmen hinsichtlich der Ausbildung der Fügezonen vorgenommen wurden.

5.3.2.1 Qualitative Bewertung in Abhängigkeit der Füge­temperatur

Zur qualitativen Auswertung der Abhängigkeit der Verbundausbildung von der Füge­temperatur T_F wurden X5CrNi18-10 und AlMg3 - Verbunde betrachtet, die bei konstanter Haltezeit $t_H = 60$ min, aber variierenden Füge­temperaturen ($T_F = 450$ °C, 500 °C und 550 °C) hergestellt wurden. Gefügt wurde im Hochtemperaturmolybdänofen (siehe Seite 49) bei einem Vakuum von 10^{-5} mbar mit einer Füge­kraft von 1 kN. Wie aus Bild 5.39 ersichtlich, zeigt der bei einer Füge­temperatur von $T_F = 450$ °C gefügte Verbund eine inhomogene Füge­zone.

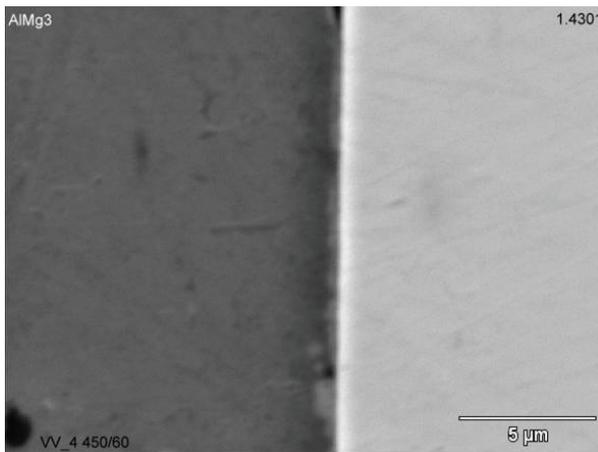


Bild 5.39 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 450$ °C; $t_H = 60$ min (REM-Bild) [87]

Qualitativ ist bei der Betrachtung der REM-Aufnahme lediglich ein geringer Diffusionssaum zu erkennen, der jedoch entlang der Grenzflächen beider Werkstoffe immer wieder unterbrochen ist. Eine Anbindung der beiden Werkstoffe ist dort nicht erfolgt. Dementsprechend kann die Dicke der Fügezone nicht eindeutig ermittelt werden. Anhand des Grauwertes, den der Diffusionssaum aufweist, wird darauf geschlossen, dass die Zusammensetzung der gebildeten Zwischenschicht die gleiche ist. Der Theorie zufolge entsteht zu Beginn der Diffusion zwischen zwei reinen Metallen zunächst eine intermetallische Phase. Erreicht diese eine kritische Dicke, kommt es zur Bildung einer zweiten Phase. Geht man vom binären System Fe-Al aus und bezieht man die theoretischen Annahmen auf das erreichte Fügeergebnis bei $T_F = 450$ °C, ist darauf zu schließen, dass die Bildung dieser Phase eingesetzt hat.

Wie aus Bild 5.40 ersichtlich, ist bei einer Füge­temperatur von $T_F = 500$ °C die Ausbildung einer Fügezone mit nahezu konstanter Dicke entlang des

gesamten Verbundes zu erkennen. Die Dicke beträgt 2,6 bis 3 μm . Qualitativ wird die Fügezone selbst in mehrere Bereiche unterteilt, was durch die Betrachtung der Grauwerte sowie eine sichtbare Phasengrenze verdeutlicht wird. Des Weiteren wird ersichtlich, dass eine regelmäßige, geradlinige Anbindung seitens des X5CrNi18-10 erfolgt, wohingegen die entstandene Diffusionszone unregelmäßig an das AlMg3 anbindet. AlMg3-seitig wird festgestellt, dass sich eine dritte intermetallische Fe-Al-Phase gebildet hat [87].

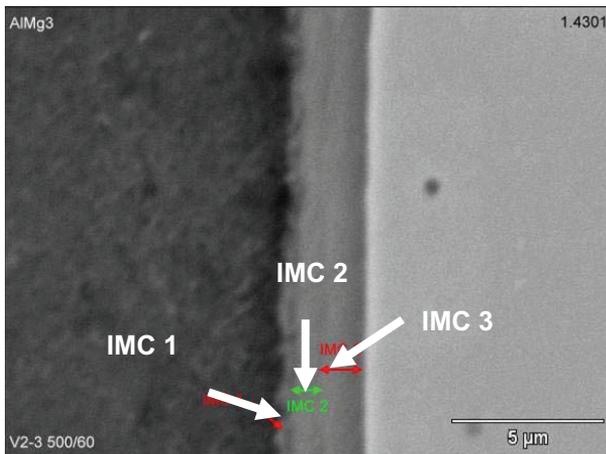


Bild 5.40 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 500\text{ }^\circ\text{C}$; $t_H = 60\text{ min}$ (REM-Bild) [87]

Betrachtet man eine Mischverbindung aus den Komponenten Aluminium und Eisen, kann bei der gewählten Füge­temperatur jede aus dem Gleichgewichts-Phasendiagramm ersichtliche Phase in der Diffusionszone entstehen. Das Diffusionsverhalten von Systemen mit mehr als zwei Komponenten stellt ein komplexes Problem dar. Mit der Zahl der Komponenten wächst auch die Schwierigkeit, das Diffusionsverhalten zu beschreiben. Erfolgt die Mehrkomponentendiffusion entlang eines chemischen Konzentrationsgefälles, wie es auch für die diffusionsgeschweißten X5CrNi18-10 und AlMg3 - Verbunde der Fall ist, ist eine Beschreibung nicht möglich. Nähere Ausführungen zu den intermetallischen Phasen im System Fe-Al und deren Einfluss auf die Verbundausbildung sind im Punkt 3.3 zusammengefasst. Die vorliegenden Ausführungen beziehen sich ausschließlich auf das binäre System Fe-Al. Multiphasendiffusionsprozesse mit den Elementen Mg, Cr, Ni wurden nicht mit einbezogen. Aus der Literatur [39, 41, 44, 45] ist bekannt, dass sich bei einem kurzzeitigen Wärmeeinfluss zunächst die intermetallischen Sprödphasen FeAl_3 und Fe_2Al_5 bilden, wobei FeAl_3 aufgrund der höheren Aluminium-Konzentration im Bereich von 74 at.-% bis 76 at.-% am wahrscheinlichsten AlMg3-seitig und Fe_2Al_5 mit einer Aluminium-Konzentration im Bereich von 69,7 und 73,2 at.-% angrenzend am X5CrNi18-10 vorliegen.

Die Fügezone kann in 3 Bereiche eingeteilt werden, wobei die Schichtdicken der intermetallischen Phasen (IMC's: Intermetallic Compound) gemessen wurden (Bild 5.40). IMC1 weist eine Dicke von ca. 0,3 μm , IMC2 von ca. 0,8 μm und IMC3 von ca. 1,5 μm auf. Die Messung der einzelnen Schichtdicken gibt Aufschluss über das Wachstum der intermetallischen Phasen in Abhängigkeit der Fügezeit t_H und der Fügezeit T_F [87].

Die bei einer Fügezeit von $T_S = 550\text{ }^\circ\text{C}$ hergestellte Mischverbindung zeigt eine Fügezone, die durch spröde Ausbrüche charakterisiert ist. Die Anbindung der Fügewerkstoffe zueinander ist inhomogen. Auf der Seite des X5CrNi18-10 ist die Diffusionszone partiell durch spröde Ausbrüche gekennzeichnet (Bild 5.41).

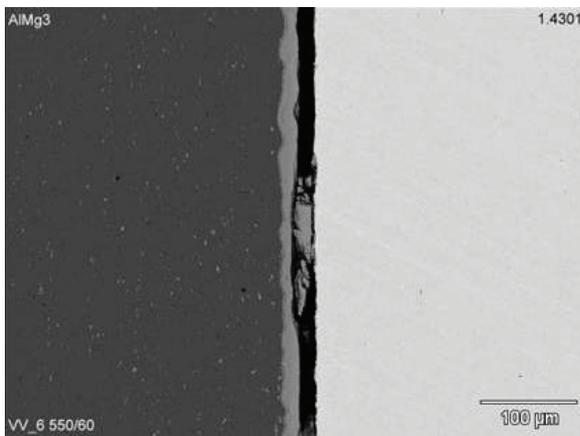


Bild 5.41 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 550\text{ }^\circ\text{C}$; $t_H = 60\text{ min}$ (REM-Bild) [87]

REM-Untersuchungen (Bild 5.42) belegen jedoch das Vorhandensein einer weiteren Phase, wohingegen Ausbrüche inmitten der Fügezone zu beobachten waren und die Anbindung zu den Fügewerkstoffen homogen ausgebildet ist. Dies deutet auf das Vorhandensein einer dritten intermetallischen Phase in der Fügezone hin. AlMg3-seitig hat demzufolge ein starkes Wachstum der dort angrenzenden Phase stattgefunden. Zu erkennen ist ein schmaler Diffusionsraum in der Fügezone bei $T_F = 550\text{ }^\circ\text{C}$ und $t_H = 60\text{ min}$. Insgesamt weist die Fügezone eine Dicke von ca. 30 μm bis 42 μm auf. Eine erhöhte Fügezeit geht dementsprechend mit einem Wachstum der intermetallischen Phasen in der Fügezone einher.

Beim Vergleich der gemessenen Schichtdicken der beiden Mischverbindungen (Tabelle 5.2), die bei einer Fügezeit $T_F = 500\text{ }^\circ\text{C}$ bzw. $550\text{ }^\circ\text{C}$ gefügt wurden, zeigen die angrenzenden Phasen IMC 1, IMC2 und IMC 3 ein größeres Wachstum gegenüber der Phasen des Verbundes bei $T_S = 500\text{ }^\circ\text{C}$. Der Literatur [78] zufolge bildet sich oberhalb von ca. $350\text{ }^\circ\text{C}$ zunächst FeAl_3 in Form einer dichten Schicht in der Übergangszone. Steigt die Temperatur über $500\text{ }^\circ\text{C}$ an, bildet sich Fe_2Al_5 . FeAl_3 wächst auch bei der

Abkühlung weiter. Im Temperaturbereich von 500 °C bis 350 °C löst sich Fe_2Al_5 zugunsten von FeAl_3 auf. Daraus lässt sich schließen, dass AlMg3-seitig die intermetallische Phase FeAl_3 vorliegt, die bei einer Füge­temperatur von $T_F = 450$ °C zunächst als geringer Diffusionsaum in der Grenzfläche zwischen beiden Grundwerkstoffen vorliegt. Mit steigender Füge­temperatur auf $T_F = 500$ °C setzt die Bildung und das Wachstum der Fe_2Al_5 -Phase ein. Bei einer Füge­temperatur von $T_F = 550$ °C ist ein deutliches Wachstum der an dem AlMg3 anliegenden Phase FeAl_3 zu erkennen. Aufgrund der gemessenen Schichtdicken der am X5CrNi18-10 angrenzenden Fe_2Al_5 -Phase und des nur geringen Wachstums dieser, liegt die es nahe, dass sich Fe_2Al_5 bei der Abkühlung zugunsten von FeAl_3 auflöst. Bei Betrachtung des Fe-Al-Phasendiagramms (Punkt 3.3) kommt FeAl_2 als dritte sich bildende intermetallische Phase in Frage [87].

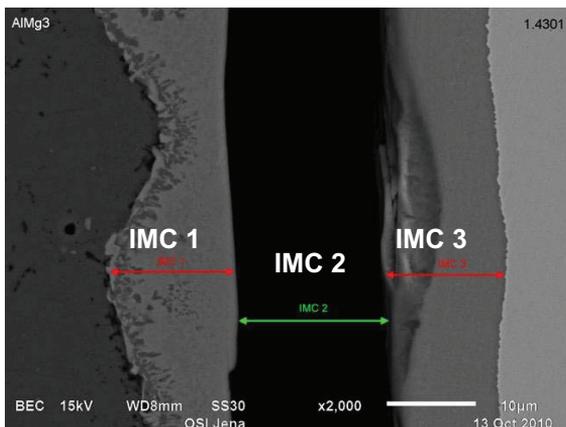


Bild 5.42 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_S = 550$ °C; $t_H = 60$ min (REM-Bild) [87]

Tabelle 5.2 Dicken der einzelnen Fe-Al-Phasen in Abhängigkeit der Fügeparameter [87]

Intermetallische Fe-Al-Phase	Dicke IMC1, μm	Dicke IMC2, μm	Dicke IMC3, μm
$T_F = 500$ °C; $t_H = 60$ min	~ 0,3	~ 0,8	~ 1,5
$T_F = 550$ °C; $t_H = 60$ min	~ 13,5	~ 17,5	~ 11,0

Die qualitative Auswertung der Verbundausbildung in Abhängigkeit von der Füge­temperatur T_F zeigte, dass sich ein stoffschlüssiger Verbund mit einer regelmäßigen und homogenen Fügezone und die Unterdrückung der intermetallischen Phasen bei einer Füge­temperatur von $T_F = 500$ °C einstellt.

5.3.2.2 Qualitative Bewertung in Abhängigkeit der Fügezeit

Ausgehend von den Ergebnissen aus Punkt 5.3.2.1 zur qualitativen Bewertung der Abhängigkeit der Verbundausbildung von der Fügezeit T_F wurden X5CrNi18-10 und AlMg3 – Verbunde betrachtet, die bei einer konstanten Fügezeit $T_F = 500\text{ °C}$, aber variierenden Haltezeiten ($t_H = 5\text{ min}$, 15 min , 30 min , 60 min , 75 min , 90 min , 120 min und 360 min) gefügt wurden.

Die Auswertung der REM-Bilder 5.43 a bis c zeigt, dass kein signifikanter Unterschied hinsichtlich der Ausbildung der Diffusionszonen bei den gewählten Haltezeiten $t_H = 5\text{ min}$, 15 min und 30 min zu erkennen ist. Bei diesen Haltezeiten wird zunächst die Bildung von Diffusions-Clustern angenommen [39], deren Wachstum mit zunehmender Haltezeit zur Ausbildung einer ausgeprägten Diffusionszone führen. Diese Diffusions-Cluster sind mit Hilfe der rasterelektronenmikroskopischen Darstellung nicht nachweisbar.

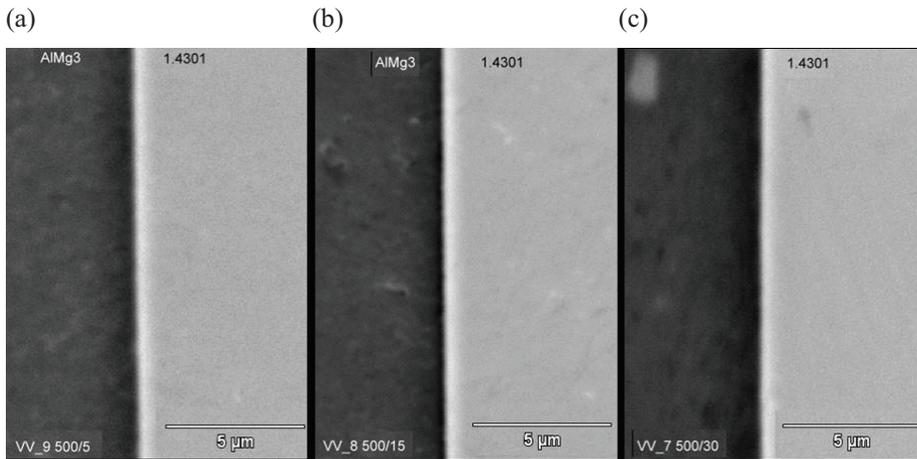


Bild 5.43 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 500\text{ °C}$; $t_H = 5\text{ min}$ (a); $t_H = 15\text{ min}$ (b); $t_H = 30\text{ min}$ (c) – REM-Bilder [87]

Der bei einer Haltezeit $t_H = 60\text{ min}$ hergestellte Verbund zeigt eine ausgeprägte und nahezu regelmäßig verlaufende Diffusionszone einer Dicke von ca. $3\text{ }\mu\text{m}$, wie auch schon in der fügezeitabhängigen Betrachtung deutlich wurde. Die Diffusionszone wird optisch in mindestens zwei Bereiche untergliedert. Bei einer Haltezeit von $t_H = 75\text{ min}$ weist der hergestellte Verbund (Bild 5.44) eine Fügezone der durchschnittlichen Dicke von ca. $6\text{ }\mu\text{m}$ auf. X5CrNi18-10-seitig ist eine gleichmäßige Anbindung zu erkennen. AlMg3-seitig sind kleinere Ausbrüche der dort anliegenden intermetallischen Phase zu erkennen. Bei Betrachtung der Fügezone ist zu erkennen, dass die Fügezone durch drei intermetallische Fe-Al-Phasen charakterisiert wird [87].

Es wird deutlich, dass IMC 2 bezüglich seiner Dicke kaum vom IMC 3 abweicht. Die AlMg3-seitig liegende intermetallische Phase (IMC 1) zeigt eine geringere Dicke als IMC 2 und IMC 3. Weiterhin wird bei vergleichender Betrachtung der Schichtdicken des bei $t_H = 75\text{ min}$ Haltezeit gefügten Verbundes

mit dem bei $t_H = 60$ min gefügten Verbundes ersichtlich, dass IMC 1 das größte Wachstum bei verlängerter Haltezeit zeigt.

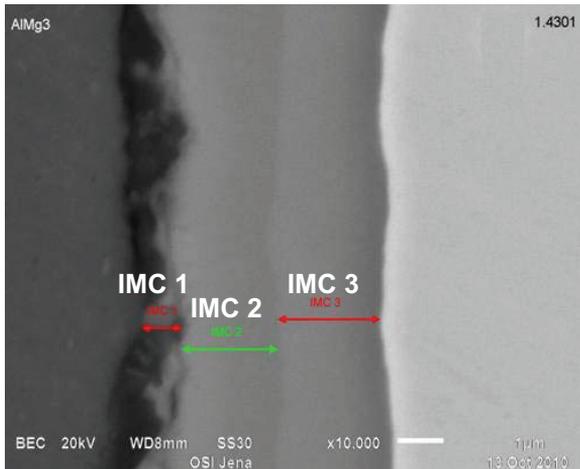


Bild 5.44 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 500$ °C; $t_H = 75$ min (REM-Bild) [87]

Der bei einer Haltezeit $t_H = 90$ min gefügte Verbund (Bild 5.45) weist eine Fügezonendicke von ca. $12 \mu\text{m}$ auf. Dabei ist aber zu erkennen, dass die AlMg3-seitig angereicherte intermetallische Phase (IMC 1) einer Dicke von ca. $5,1 \mu\text{m}$, die während der Präparation aufgrund ihrer Sprödigkeit ausgebrochen ist, ausgeprägter ist als die intermetallische Schicht (IMC 2) sowie die X5CrNi18-10-seitig liegende IMC 3. Die Ausdehnung des IMC 1 lässt sich dennoch messtechnisch erfassen, da deutlich eine Phasengrenze zum IMC 2 zu erkennen ist. Im Vergleich zum Verbund, der bei einer Haltezeit von 75 min gefügt wurde, ist wiederum ein verstärktes Wachstum des IMC 1 zu verzeichnen, wohingegen das Wachstum des IMC 2 und des IMC 3 deutlich geringer ausfällt.

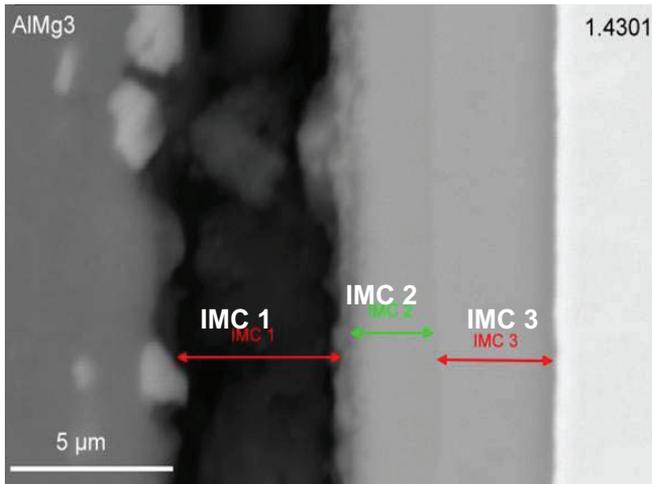


Bild 5.45 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 500\text{ °C}$; $t_H = 90\text{ min}$ (REM-Bild) [87]

Der bei einer Haltezeit $t_H = 120\text{ min}$ gefügte Verbund (Bild 5.46) zeigt eine stark ausgeprägte Diffusionszone einer Dicke bis zu 16 µm . X5CrNi18-10-seitig schließt die Fügezone bündig zum Stahl an, wo hingegen zum AlMg3 hin die Fügezone ausgebrochen ist. Bei Betrachtung der Diffusionszone am unteren Bildrand werden wieder zwei Bereiche der Diffusionszone (IMC 2 und IMC 3) erkennbar. Aufgrund der Probenpräparation wurde die eine Hälfte der entstandenen Fügezone (IMC 1) aus dem Verbund herausgelöst und führte zum Versagen des Verbundes [87].

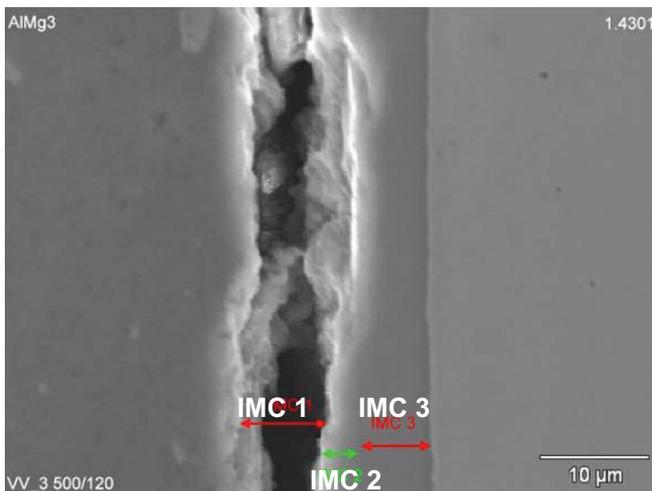


Bild 5.46 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 500\text{ °C}$; $t_H = 120\text{ min}$ (REM-Bild) [87]

Der bei einer Haltezeit $t_H = 360\text{ min}$ (Bild 5.47) gefügte Verbund zeichnet sich durch eine Fügezone aus, die X5CrNi18-10-seitig nahezu homogen an den

Grundwerkstoff anschließt. Es sind keine Ausbrüche der Fügezone seitens des X5CrNi18-10 zu erkennen. AlMg3-seitig grenzt die Diffusionszone wellig an das AlMg3 an, wobei Ausbrüche der dort angrenzenden intermetallischen Fe-Al-Phase zu erkennen sind. An dieser Stelle gilt es zu beachten, dass die Bildung der Fe-Al-Überstrukturen Fe_3Al und FeAl nach einer Haltezeit von 360 min einsetzen kann. Zur Bildung von Überstrukturen wie Fe_3Al und FeAl kommt es erst nach langen Zeitintervallen, da dafür Umordnungsvorgänge erforderlich sind [85].

Im Bild 5.48 ist das Schichtdickenwachstum der einzelnen intermetallischen Fe-Al-Phasen für die gewählten Haltezeiten t_H bei einer konstanten Fügetemperatur $T_F = 500\text{ °C}$ zusammengefasst.

Bei abschließender Betrachtung der Abhängigkeit der Verbundausbildung von der Haltezeit t_H wird deutlich, dass bei Haltezeiten von $t_H = 60\text{ min}$ sowie 360 min stoffschlüssige Verbunde hergestellt werden konnten. Es ist festzustellen, dass bei einer Haltezeit $t_H = 60\text{ min}$ eine Diffusionszone entsteht, die homogen ist und an beide Fügeworkstoffe ohne spröde Ausbrüche anbindet. Erkennbar sind 3 Diffusionszonen in der Fügezone. Eine Clusterbildung bzw. partielle Verbundausbildung, die in Abhängigkeit der Haltezeiten betrachtet wurden, konnte bei niedrigen Haltezeiten bei $t_H = 5\text{ min}$, 15 min und 30 min nicht nachgewiesen werden. Bei Haltezeiten von $t_H = 75\text{ min}$, 90 min und 120 min war die Verbundfestigkeit auf Grund der vorhandenen intermetallischen Phasen gering [87].

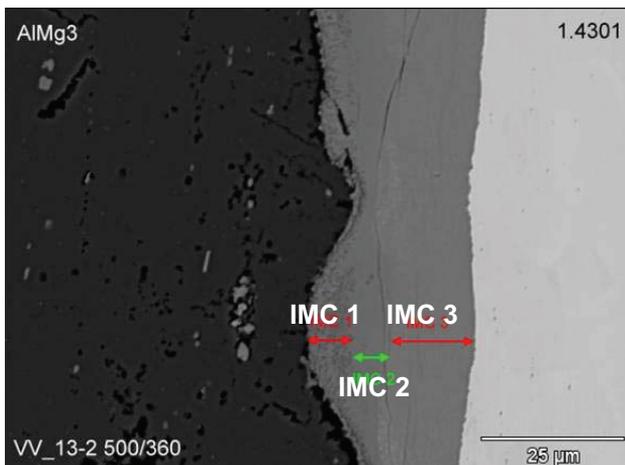


Bild 5.47 Verbund–AlMg3/X5CrNi18-10; $T_F = 500\text{ °C}$; $t_H = 360\text{ min}$ (REM-Bild)[87]

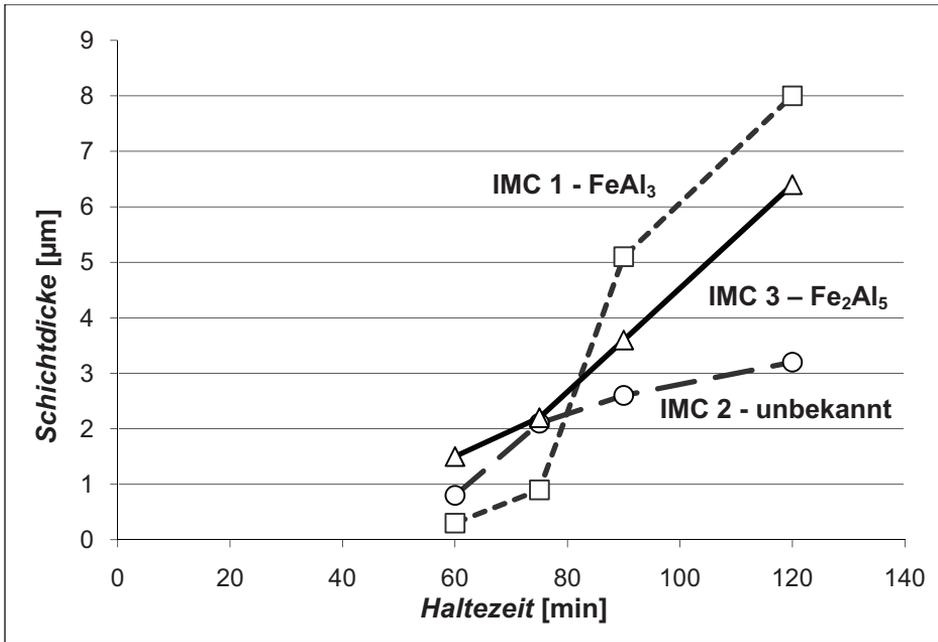


Bild 5.48 Schichtdickenwachstum der intermetallischen Fe-Al-Phasen (IMC's) in Abhängigkeit von den Haltezeiten t_H und konstanter Füge­temperatur $T_F = 500^\circ\text{C}$ [87]

5.3.2.3 EDX-Analysen

Die X5CrNi18-10 und AlMg3 - Verbunde bei den Fügeparametern $T_F = 500^\circ\text{C}$ und $t_H = 60\text{ min}$ und $T_F = 550^\circ\text{C}$ und $t_H = 60\text{ min}$ wurden mit Hilfe von EDX-Linescans hinsichtlich des Konzentrationsverlaufes der einzelnen Elemente untersucht. Betrachtet wurden die Mischverbindungen, die eine homogene Fügezone aufweisen. Ausbrüche in den Fügezonen verfälschen die Konzentrationsprofile.

Die bei einer Füge­temperatur von $T_F = 500^\circ\text{C}$ und $t_H = 60\text{ min}$ gefügte Mischverbindung weist eine Fügezone von ca. $3\text{ }\mu\text{m}$ auf. Deshalb wurden, neben einem EDX-Linescan (Bild 5.50), zwei weitere Analysepunkte in der Mitte der Fügezone platziert (Bild 5.49).

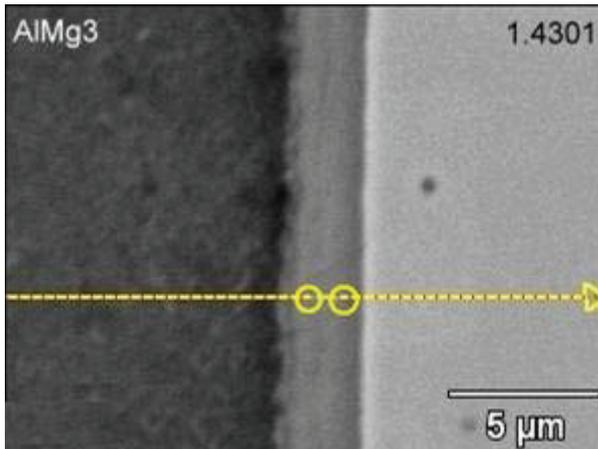


Bild 5.49 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 500^\circ\text{C}$; $t_H = 60$ min (REM-Bild) [87]

Bei einer Distanz von ca. $8,8\ \mu\text{m}$ (1. Messpunkt) des EDX-Linescans wurde ein stetiger Konzentrationsabfall des Aluminiums zur Fügezone hin ersichtlich (Bild 5.50). Gleiches gilt auch für Eisen, dessen Konzentration bei einer Distanz von ca. $11,9\ \mu\text{m}$ (2. Messpunkt) stetig zur Fügezone hin sinkt. Demzufolge wurde mit Hilfe des Konzentrationsprofils die Dicke der Fügezone im betrachteten Bereich auf $3,1\ \mu\text{m}$ ermittelt. Bei Betrachtung des Bereiches zwischen $8,8\ \mu\text{m}$ und $11,9\ \mu\text{m}$ wird deutlich, dass Aluminium einen nahezu stetigen Konzentrationsabfall vom AlMg3 über die Fügezone hinweg zum X5CrNi18-10 zeigt. Für Eisen wurde im Bereich zwischen $10,35\ \mu\text{m}$ und $11,38\ \mu\text{m}$ ein Plateau im Konzentrationsprofil sichtbar. Aus dieser Betrachtung resultiert die Erkenntnis, dass nicht nur zwei Bereiche der Fügezone unterschieden werden. Vielmehr weist auch die Zusammensetzung der beiden Bereiche Unterschiede hinsichtlich der Konzentration der einzelnen Elemente, insbesondere von Aluminium und Eisen auf (gestrichelte Markierung) [87].

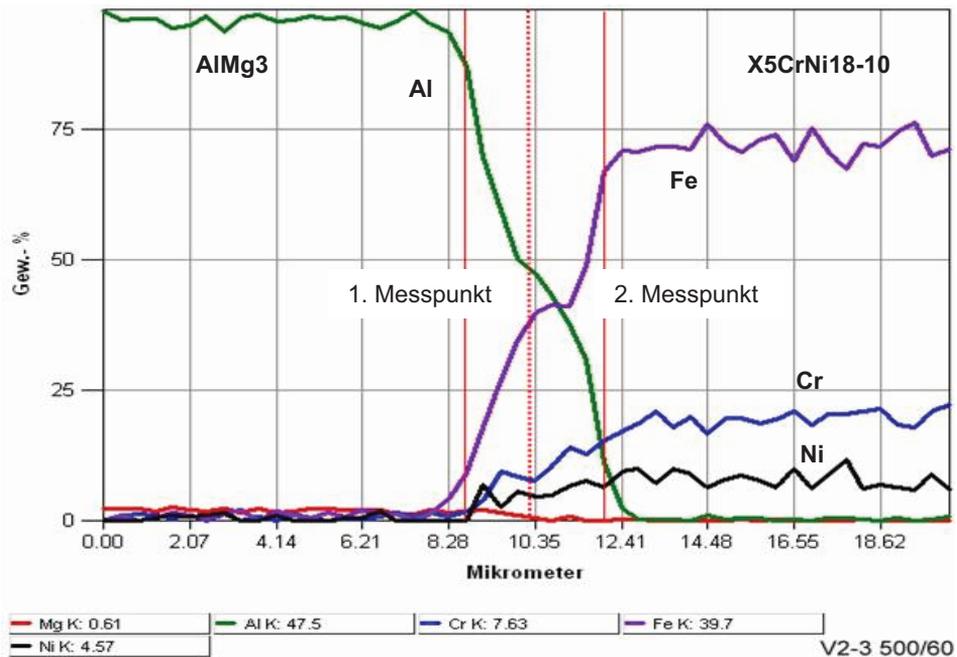


Bild 5.50 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F=500\text{ °C}$; $t_H=60\text{min}$ (EDX-Linescan) [87]

Die Punktanalysen innerhalb der Fügezone ergaben die folgenden Konzentrationen der einzelnen Elemente (Tabelle 5.3).

Tabelle 5.3 Elementkonzentrationen in der Fügezone ($T_F = 500\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$) im Vergleich zur Ausgangskonzentration der Fügwerkstoffe (AlMg3 und X5CrNi18-10) [87]

Element	Elementkonzentrationen, Gew.-%			
	AlMg3	AlMg3-seitig	X5CrNi18-10-seitig	X5CrNi18-10
Al	98,11	51,27	41,03	
Mg	1,89	1,05		
Fe		36,15	43,08	70,43
Cr		11,15	10,90	19,86
Ni		0,39	4,99	7,63
Si				0,44
Mn				1,64

Bei Betrachtung der Elementkonzentrationen innerhalb der Fügezone im Vergleich zu den Grundwerkstoffen wurde deutlich, dass Diffusion von Aluminium aus dem AlMg3 in Richtung des X5CrNi18-10 stattgefunden hat, da sowohl innerhalb der AlMg3-seitigen (51,27 Gew.-%) wie auch der X5CrNi18-10-seitigen (41,03 Gew.-%) Fügezone hohe Konzentrationen detektiert wurden.

Dagegen liegt die Aluminium-Konzentration in der intermetallischen Phase Fe_2Al_5 zwischen 69,7 at.-% und 73,2 at.-% [78]. Im Vergleich dazu liegt die Konzentration von Aluminium innerhalb der Fügezone des bei $T_F = 500\text{ °C}$ und $t_H = 60\text{ min}$ gefügten Verbundes bei ca. 58,79 at.-%. Des Weiteren ist Diffusion von Eisen, Chrom und Nickel in Richtung des AlMg_3 feststellbar. Unter dem bisherigen Stand des Wissens liegen keine Aussagen zur Bildung intermetallischer Phasen in einem System, das solch eine Vielzahl von Elementen (Eisen, Aluminium, Chrom, Nickel, Magnesium, etc.) enthält, vor [87].

Bei Betrachtung des EDX-Linescans (Bild 5.52) des bei $T_F = 550\text{ °C}$ und $t_H = 60\text{ min}$ gefügten Verbundes (Bild 5.51) kann mit Hilfe der Konzentrationsprofile der Elemente deutlich die Fügezone von den Grundwerkstoffen abgegrenzt werden.

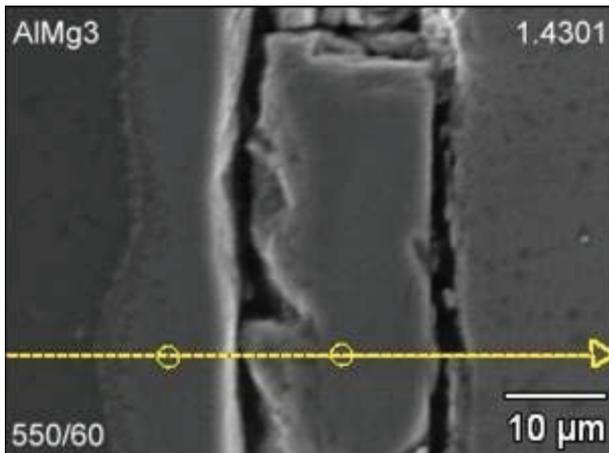


Bild 5.51 Verbund – AlMg_3 / X5CrNi18-10 ; $T_F = 550\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ (REM-Bild) [87]

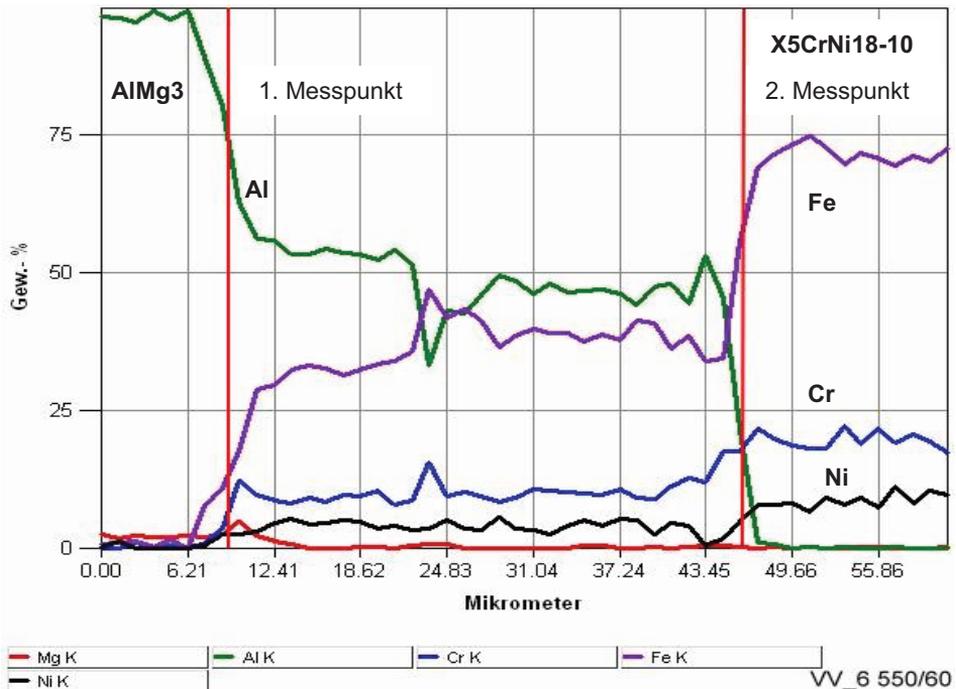


Bild 5.52 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 550\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$ (EDX-Linescan) [87]

Bei einer Distanz von ca. 9 μm ist ein rapider Konzentrationsabfall des Aluminiums zur Fügezone hin zu verzeichnen. Gleiches trifft für Eisen bei einer Distanz von ca. 47 μm zur Fügezone zu. Nimmt man diesen Abstand als Abgrenzung der Fügezone zu den Fügeworkstoffen hin an, weist die Fügezone eine Dicke von ca. 38 μm auf. Auffällig beim betrachteten Konzentrationsprofil der Elemente ist, dass auch die Legierungselemente Chrom und Nickel in weite Bereiche der Fügezone diffundiert sind und dort in vergleichsweise hoher Konzentration vorliegen. In der Tabelle 5.4 sind die Elementkonzentrationen der Punktanalysen aufgeführt.

Tabelle 5.4 Elementkonzentrationen in der Fügezone ($T_F = 550\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$) im Vergleich zur Ausgangskonzentration der Fügeworkstoffe (AlMg3 und X5CrNi18-10) [87]

<i>Elementkonzentration, Gew.-%</i>	<i>AlMg3-seitig</i>	<i>X5CrNi18-10-seitig</i>
Al	52,13	44,36
Mg		0,10
Fe	34,24	40,71
Cr	8,89	10,63
Ni	0,39	4,21

Beim Vergleich der Werte aus Tabelle 5.3 und 5.4 ist zu erkennen, dass die Elementkonzentrationen an den gewählten Messpunkten innerhalb der Fügezone des Verbundes $T_F = 550 \text{ }^\circ\text{C}$; $t_H = 60 \text{ min}$ ähnliche Werte sowohl AlMg3-seitig als auch X5CrNi18-10-seitig vorweisen, wie bei dem zuvor untersuchten Verbund $T_F = 500 \text{ }^\circ\text{C}$; $t_H = 60 \text{ min}$. Daraus lässt sich schließen, dass einerseits die entstehende Diffusionszone selbst aus zwei Bereichen variierender Elementkonzentration besteht, andererseits diese Bereiche bei unterschiedlichen Fügeparametern ähnliche Zusammensetzungen aufweisen. Aus den Untersuchungsergebnissen wurde ersichtlich, dass eine längere Haltezeit zwar Einfluss auf das Wachstum der Diffusionszone hat, aber die Zusammensetzung bezüglich der Elementkonzentrationen in den beiden betrachteten Bereichen der Fügezone jeweils nahezu konstant bleibt. Die durch die EDX-Punktanalysen erhaltenen Konzentrationswerte belegen das Vorhandensein von zwei intermetallischen Fe-Al-Phasen variierender Element-zusammensetzung. Eine dritte Phase konnte mit Hilfe der EDX-Analysen nicht nachgewiesen werden [87].

5.3.2.4 EBSD-Analyse

Bei der EBSD-Analyse (Electron Back Scatter Diffraction) wird die polierte Probe mit einer Neigung von 70° zum Elektronenstrahl im REM platziert. Dieser wird auf einen kleinen Probenbereich fokussiert, wobei die Primärelektronen diffus in alle Richtungen gestreut werden. Diese gestreuten Elektronen dienen wiederum als neue Primärstrahlen im Probeninneren und erfahren an den Gitteratomen der Probe ebenfalls Reflexionen. Die rückgestreuten Elektronen liefern beim Auftreffen auf den Phosphorschirm charakteristische Beugungsmuster. Das Muster der Kikuchi-Linien auf dem Phosphor-Schirm wird elektronisch digitalisiert und verarbeitet, um die einzelnen Kikuchi-Linien zu erkennen. Wegen der unelastischen Streuung der Primärelektronen sind in der Probe Elektronen aus allen Richtungen vorhanden und es gibt zu jeder Netzebenenschar genügend Elektronen, die unter dem Winkel θ auftreffen. Damit wird die Bragg'sche Gleichung mit der Wellenlänge λ , dem Netzebenenabstand d_{hkl} und dem Braggwinkel θ erfüllt (Gleichung 3):

$$\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin \theta . \quad (3)$$

Die automatische EBSD-Messung wird durch die sukzessive Bewegung des Elektronenstrahls über die Probe charakterisiert. An jedem Messpunkt werden die entsprechenden Beugungsbilder aufgenommen und ausgewertet. Dabei sind die entstehenden Beugungsmuster abhängig vom kristallographischen Zustand an der betreffenden Stelle. Die Bestimmung der Kristallorientierung erfolgt nach Vorgabe der Kristallsymmetrie und der Gitterparameter. Mit Hilfe dieser Daten können die Phasen identifiziert, Muster indiziert und die Orientierung des Kristalls, aus dem das Muster resultiert, bestimmt werden. Die Ergebnisse einer EBSD-Analyse hängen im Wesentlichen von der Probenpräparation

(Ionenpolitur - Ionenmühle Leica EM RES101) ab, um die aus der mechanischen Politur resultierenden Oberflächenspannungen bzw. Deformationsschichten zu beseitigen. Zur Ermittlung der intermetallischen Phasen FeAl_3 und Fe_2Al_5 wurden zunächst innerhalb der beiden Bereiche der Fügezone manuell Analysepunkte festgelegt (Bild 5.53). Dabei spielt vor allem die Qualität der Kikuchi-Patterns eine wesentliche Rolle für die Auswertbarkeit der EBSD-Analyse. Die vorhandenen ICSD-Materialdateien der beiden zu detektierenden intermetallischen Phasen wurden für die vorliegenden Kikuchi-Pattern angewendet. Ziel war es, eine Übereinstimmung der Daten mit den vorliegenden Mustern zu finden, um eine Aussage zum Vorhandensein der beiden Phasen in der Fügezone treffen zu können [87].

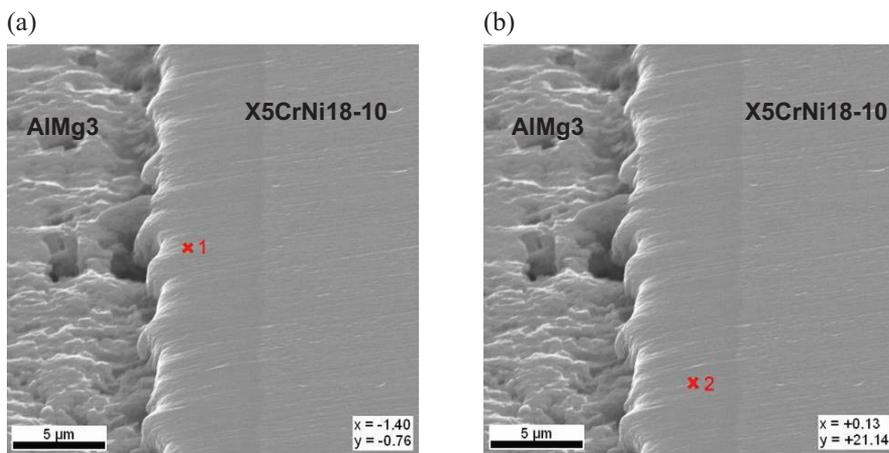


Bild 5.53 Verbund – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 500\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$; AlMg3-seitig (a), X5CrNi18-10-seitig (b) [87]

Die EBSD-Analyse ergab, dass die theoretisch angenommenen intermetallischen Phasen FeAl_3 sowie Fe_2Al_5 in der Fügezone vorliegen. Aufgrund der statistisch festgelegten Analysepunkte innerhalb der Fügezone, konnte jedoch keine fundierte Aussage darüber getroffen werden, inwieweit die Fügezone ausschließlich aus diesen beiden Phasen besteht.

5.3.2.5 Ermittlung der Druckscherfestigkeiten

Um die Verbindungsfestigkeit der gefügten Mischverbindungen zu untersuchen, wurden Druckscherfestigkeiten in Anlehnung an DIN EN ISO 13445 ermittelt. Die Prüfung erfolgte mit einer speziellen Vorrichtung (Bild 5.54). Die Krafteinleitung erfolgte senkrecht mit einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min.



Gefügte
Mischverbindung

Bild 5.54 Prüfvorrichtung [87]

Zur Bestimmung der Druckscherfestigkeiten wurden die real gefügten Flächen vermessen. Die Fügeflächen lagen zwischen 100 mm² bis 200 mm². In den folgenden Tabellen 5.5 und 5.6 sind die ermittelten durchschnittlichen Druckscherfestigkeiten τ zusammengefasst. Die Auswertung der Druckscherfestigkeiten wurde fügtemperatur- und haltezeitabhängig vorgenommen.

Tabelle 5.5 Druckscherfestigkeiten in Abhängigkeit der Fügtemperatur T_F

Fügtemperatur T_F , °C	Haltezeit t_H , min	Druckscherfestigkeit τ , MPa
450	60	156,60 ± 28,75
500	60	82,19 ± 17,72
550	60	39,24 ± 2,83

Tabelle 5.6 Druckscherfestigkeiten in Abhängigkeit der Haltezeit t_H

Fügtemperatur T_F , °C	Haltezeit t_H , min	Druckscherfestigkeit τ , MPa
500	5	2,68 ± 0,30
500	15	58,88 ± 7,27
500	30	149,58 ± 17,11
500	60	82,19 ± 17,27
500	75	32,44 ± 13,29
500	90	21,41 ± 2,80
500	120	18,90 ± 2,32
500	360	3,69 ± 0,31

Bei Betrachtung der Druckscherfestigkeiten in Abhängigkeit von der Fügtemperatur T_F wird deutlich, dass der bei einer Fügtemperatur von 450 °C gefügte Verbund mit $\sigma_B = 156$ MPa die höchste Druckscherfestigkeit aufweist (Bild 5.55). Der Fügeworkstoff AlMg3 weist eine Zugfestigkeit von $\tau = 200 - 220$ MPa auf. Die höchsten ermittelten Druckscherfestigkeiten der

X5CrNi18-10 / AlMg3 - Verbunde liegen somit bei ca. 75 % der Ausgangsfestigkeit vom AlMg3.

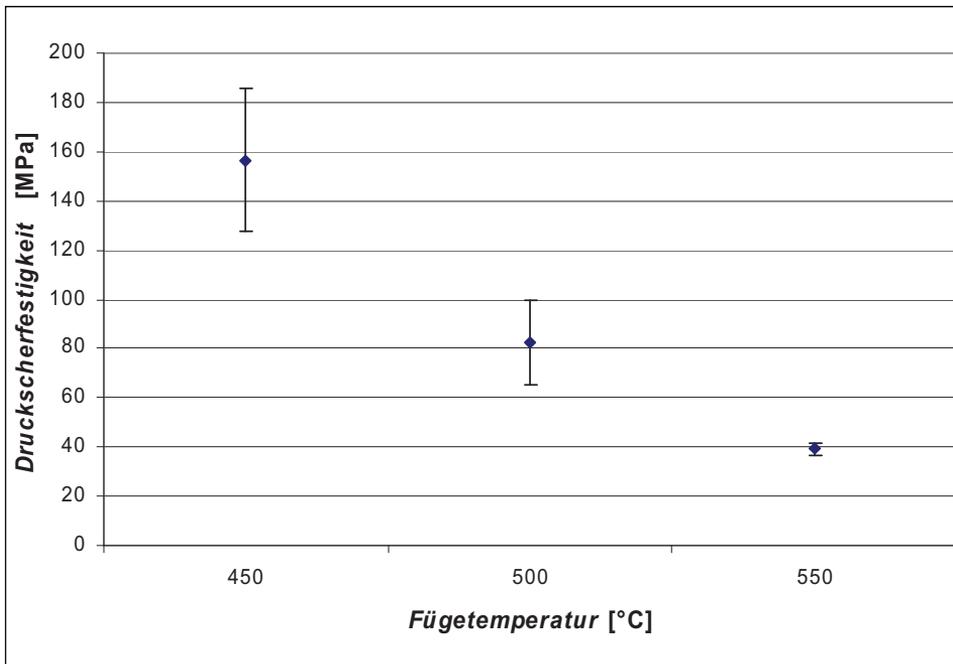


Bild 5.55 Druckscherfestigkeiten in Abhängigkeit der Fügetemperaturen T_F und konstanter Haltezeit $t_H = 60$ min [87]

Bei der haltezeitabhängigen Betrachtung der Druckscherfestigkeiten bei einer konstanten Fügetemperatur $T_F = 500$ °C (Bild 5.56) wird ersichtlich, dass bei einer Haltezeit von $t_H = 5$ min die durchschnittliche Druckscherfestigkeit mit $\tau = 2,68$ MPa gering ist. Bei der kurzen Haltezeit fanden Diffusionsprozesse nicht ausreichend statt. Die relativ schwachen Bindungsmechanismen beruhen vorwiegend auf Adhäsion und mechanischer Verankerung und minimieren dadurch die Festigkeit.

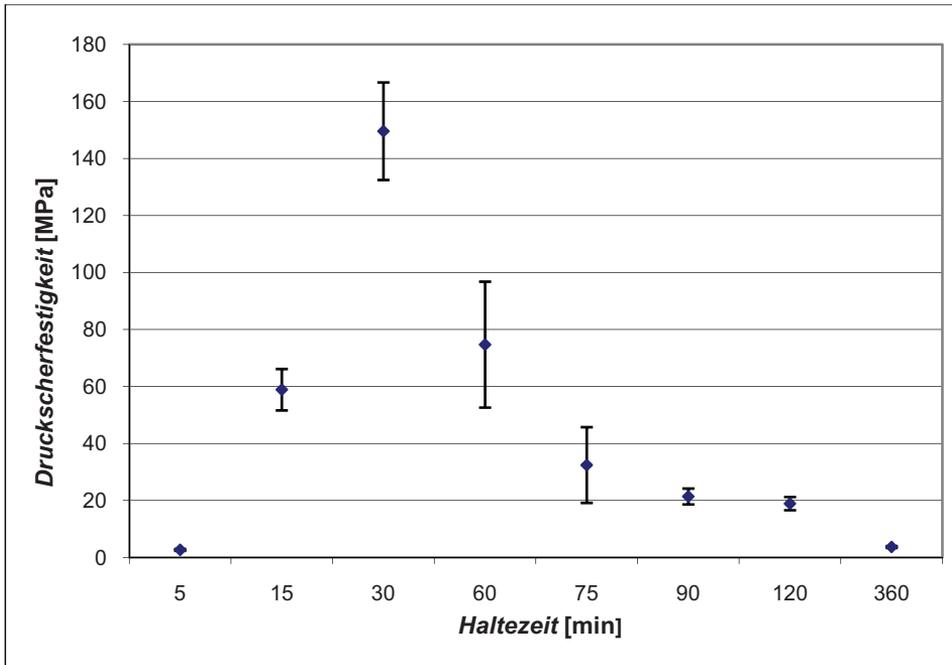


Bild 5.56 Druckscherfestigkeiten in Abhängigkeit der Haltezeiten t_H bei konstanter Fügetemperatur $T_F = 500$ °C [87]

Gegenüber einer Haltezeit $t_H = 5$ min und einer durchschnittlichen Druckscherfestigkeit von $\tau = 2,68$ MPa steigt diese bei einer Haltezeit von $t_H = 15$ min auf $\tau = 58,88$ MPa an. Wird die durchschnittliche Druckscherfestigkeit für den bei $t_H = 30$ min Haltezeit gefügten Mischverbindungen betrachtet, verdeutlicht sich die Haltezeitabhängigkeit der Festigkeit der Verbunde besonders. Diese Verbunde zeichnen sich durch eine durchschnittliche Druckscherfestigkeit von $\tau = 149,58$ MPa (siehe Tabelle 5.6) aus. In Bezug auf die qualitative Beurteilung der Verbundausbildung, bei der Diffusionsbereiche in den raster-elektronenmikroskopischen Untersuchungen deutlich erkennbar waren, liegen kohäsive Bindungen vor. Ab einer Haltezeit von $t_H = 30$ min erfolgen Diffusionsprozesse zwischen den Fügeworkstoffen in dem Maße, dass eine stoffschlüssige Verbundausbildung vorliegt, jedoch das Wachstum intermetallischer Phasen begünstigen. Bei einer Haltezeit von $t_H = 60$ min ist durch rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen die Ausbildung einer ca. $3 \mu\text{m}$ dicken Fügezone nachweisbar, die durch drei intermetallische Phasen gekennzeichnet ist. Die durchschnittliche Druckscherfestigkeit liegt bei $\tau = 82,19$ MPa und somit deutlich unter der Druckscherfestigkeit für eine Haltezeit von $t_H = 30$ min. Mit zunehmender Haltezeit ist ein verstärktes Wachstum der intermetallischen Phasen erkennbar, wodurch es schon bei geringen Belastungen zum Bruch in der Fügezone kam. In den Bildern 5.57 und 5.58 sind REM-Untersuchungen der abgescherten Oberflächen der bei

$T_F = 500 \text{ °C}$ und $t_H = 60 \text{ min}$ gefügten Mischverbindung dargestellt. Bei qualitativer Betrachtung der Aufnahmen wird anhand der unterschiedlichen Grauwerte deutlich, dass die Oberfläche Spuren von Eisen enthält, das aufgrund seiner höheren Dichte auf REM-Aufnahmen heller erscheint. Des Weiteren sind Abscherspuren auf der Oberfläche zu erkennen [87].

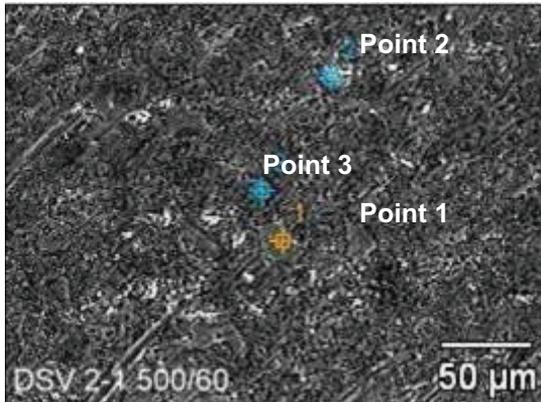


Bild 5.57 Punktanalysen der Abscheroberfläche AlMg3-seitig (REM-Bild) [87]

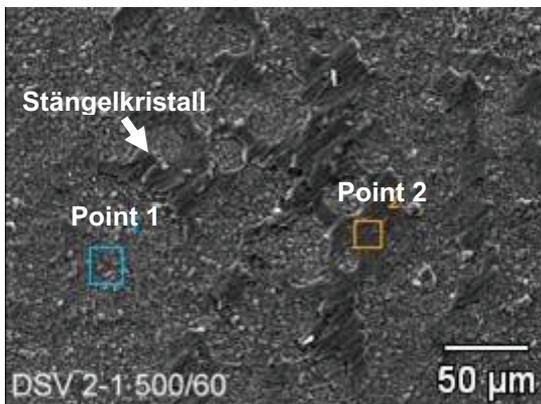


Bild 5.58 Punktanalysen der Abscheroberfläche X5CrNi18-10-seitig (REM-Bild) [87]

Im Bild 5.58 sind stängelkristallartige Phasen auf der abgescherten Oberfläche zu sehen. Diese Tatsache lässt auf die Entstehung der intermetallischen Phase Fe_2Al_5 während des Fügeprozesses schließen. Aus Veröffentlichungen ist bekannt, dass beim Reibschweißen verschiedener Aluminiumlegierungen mit rostfreiem Stahl stahlseitig das Wachstum dieser Phase in Stängelkristallform zu verzeichnen ist [78]. Hinsichtlich des Grauwertes im REM-Bild sind dunklere Bereiche erkennbar, die auf das Vorhandensein des weniger dichten Elements Aluminium schließen lassen. Weiterhin sind auch hier Abscherspuren zu erkennen, insbesondere in den aluminiumreichen Bereichen. Bei den EDX-

Flächenanalysen auf der abgescherten X5CrNi18-10 und AlMg3- Oberfläche wurden folgende Elementkonzentrationen (Tabelle 5.7) nachgewiesen [87].

Tabelle 5.7 EDX-Flächenanalyse der Mischverbindung $T_F = 500\text{ °C}$ und $t_H = 60\text{ min}$; AlMg3-seitig und X5CrNi18-10-seitig [87]

Element	Elementkonzentration, Gew.-%	
	AlMg3-seitig	X5CrNi18-10-seitig
Al	96,83	57,26
Mg	1,90	0,94
Fe	1,27	29,64
Cr		8,33
Ni		3,21
Si		0,62

Mit Hilfe der EDX-Flächenanalyse wurden hohe Konzentrationen von Aluminium nachgewiesen (96,83 Gew.-%). Des Weiteren sind geringe Konzentrationen von Magnesium (1,90 Gew.-%) und Eisen (1,27 Gew.-%) zu verzeichnen. Ebenso liefert die Punktanalyse eine Konzentration von 30,04 Gew.-% Eisen in Verbindung mit 63,10 Gew.-% Aluminium, 2,20 Gew.-% Nickel und 4,66 Gew.-% Mangan. Weitere EDX-Punktanalysen auf der AlMg3-seitig abgescherten Oberfläche (Bild 5.57) lieferten sowohl Bereiche extrem hoher Aluminium-Konzentrationen (98,20 Gew.-%) als auch geringerer Aluminium-Konzentration (63,10 Gew.-%) in Verbindung mit Eisen-Konzentrationen um 30 Gew.-%. Die Bereiche deutlicher plastischer Verformung sind durch sehr hohe Aluminium-Konzentrationen gekennzeichnet, wohingegen sprödes Versagen in Bereichen geringerer Aluminium-Konzentrationen zu verzeichnen ist. Dementsprechend sind im Bild 5.57 ausgedehnte dunkle Bereiche des plastisch deformierten AlMg3 zu erkennen sowie Bereiche der sich bildenden intermetallischen Schicht. Bei Betrachtung der X5CrNi18-10-seitig ermittelten Elementkonzentration mit Hilfe der EDX-Punktanalysen (Bild 5.58) sind hohe Aluminium-Konzentrationen (57,26 Gew.-%) in Verbindung mit Magnesium (0,94 Gew.-%), Eisen (29,64 Gew.-%), Chrom (8,33 Gew.-%), Nickel (3,21 Gew.-%) und Silizium (0,62 Gew.-%) nachweisbar [87].

5.3.2.6 Ermittlung der Härteverläufe

Die verfahrensabhängigen Härtewerte stellen ein direktes Vergleichsmaß für den Verschleißwiderstand eines Werkstoffes dar. Darüber hinaus sind die Makro- und Mikrohärtprüfverfahren zur tendenziellen Bewertung der Zähigkeitseigenschaften in kleinen Volumenbereichen geeignet. Die Härteprüfung nach Vickers wurde nach DIN EN ISO 6507 durchgeführt. Die Härte nach Vickers errechnet sich aus der Gleichung 4, wobei F die Eindringkraft und d der Mittelwert der zwei Diagonallängen pro Eindruck ist. Bei der Vickers-Mikrohärteprüfung wurde eine Eindringkraft

von $0,098 \text{ N} \leq F < 1,961 \text{ N}$ verwendet. Diese wurde innerhalb von 15 s stoßfrei aufgebracht und wirkte 10 s auf die Probenoberfläche ein, bevor der Intender wieder zurückgefahren wurde [87].

$$HV = \frac{0,192 \cdot F \cdot \cos 22^\circ}{d^2} \quad (4)$$

Um die Härteverläufe der Mischverbindungen charakterisieren zu können, wurden innerhalb der Fügezone Härtewerte ermittelt. Anschließend erfolgten die Messungen der Mikrohärteverläufe von der Fügezone ins AlMg3 sowie in den X5CrNi18-10. Die dafür festgelegten Abstände der einzelnen Messpunkte voneinander sind in den Bildern 5.59 bis 5.61 zusammengefasst. Um den erforderlichen Mindestabstand zwischen den einzelnen Messpunkten zu gewährleisten, wurden die Messpunkte schräg versetzt.

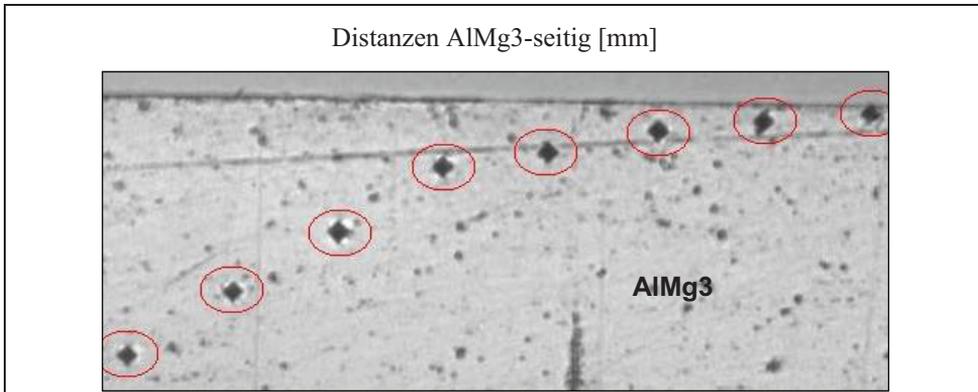


Bild 5.59 Ausschnitt des Mikrohärteverlaufes AlMg3-seitig [87]

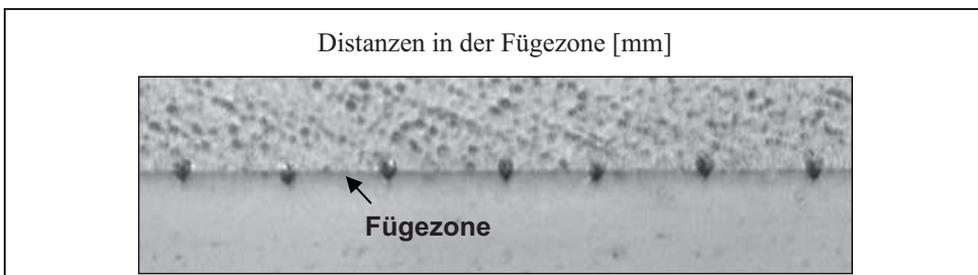


Bild 5.60 Vickers-Eindrücke in der Fügezone [87]

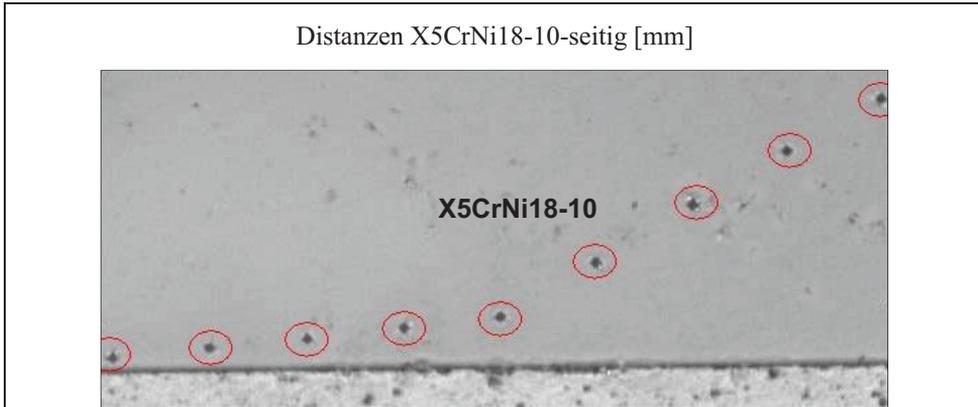


Bild 5.61 Ausschnitt des Mikrohärteverlaufes X5CrNi18-10-seitig [87]

Für die Härtemessungen wurde mit einer Prüfkraft von 0,098 N gearbeitet (entspricht HV0,01). Die Messergebnisse der Mischverbindung, die bei $T_F = 500\text{ °C}$ und $t_H = 60\text{ min}$ gefügt wurden, sind im Bild 5.62 dargestellt.

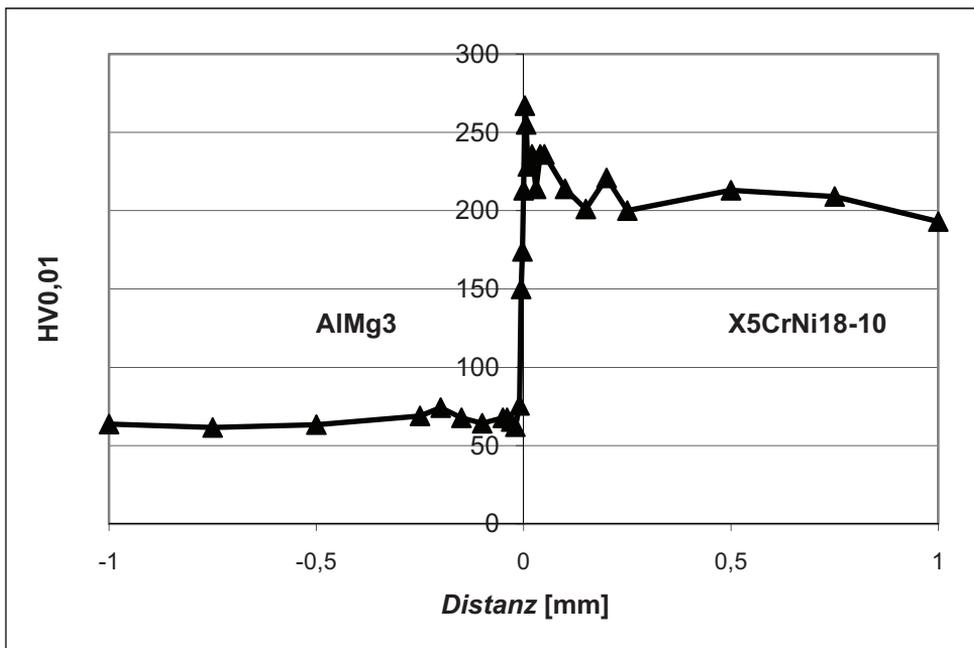


Bild 5.62 Mikrohärteverlauf des AlMg3 / X5CrNi18-10 – Verbund ($T_F = 500\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$) [87]

Aus Bild 5.62 wird eine deutliche Aufhärtung des Stahls zur Fügezone hin ersichtlich. Auch die Mikrohärte des AlMg3 nehmen zur Fügezone hin stetig zu. Die durchschnittliche Mikrohärte des AlMg3 liegt bei $66,8\text{ HV}_{0,01} \pm 2,2\text{ HV}$, die des X5CrNi18-10 bei $216,7\text{ HV}_{0,01} \pm 30,9\text{ HV}$. Den

Literaturwerten zufolge liegt die Vickershärte vom X5CrNi18-10 zwischen 266 HV_{0,01} und 382 HV_{0,01} [86], die von AlMg3 bei ca. 75 HV_{0,01} [86]. Repräsentative Ergebnisse hinsichtlich der Mikrohärtewerte innerhalb der Fügezone konnten nicht ermittelt werden, da die Vickers-Eindrücke nicht ausschließlich in der Fügezone platziert werden konnten (Bild 5.63). Auf der AlMg3 - Abdruckseite erkennt man Ausbrüche auf Grund der plastischen Verformung und des unterschiedlichen Härteverlaufes [87].

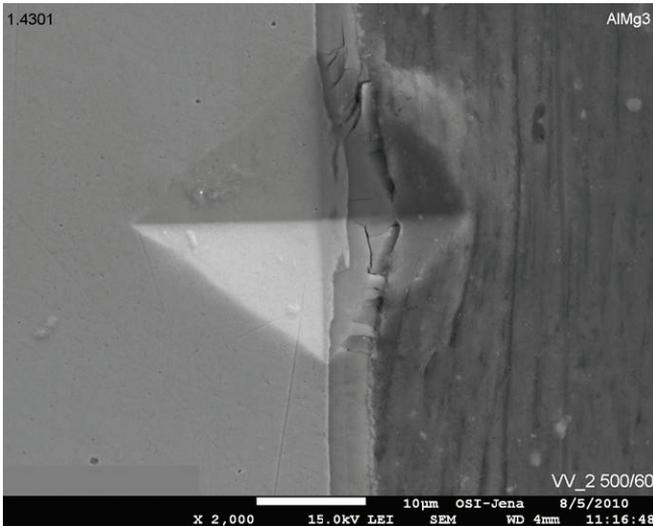


Bild 5.63 Mikrohärtedruck in der Fügezone ($T_F = 500 \text{ }^\circ\text{C}$; $t_H = 60 \text{ min}$) [87]

Der bei $T_F = 550 \text{ }^\circ\text{C}$ und $t_H = 60 \text{ min}$ gefügte Verbund zeigt auf der X5CrNi18-10-Seite eine geringe Aufhärtung zur Fügezone (Bild 5.64). Gleichfalls weist auch das AlMg3 eine erhöhte Vickershärte in der Nähe der Fügezone auf. Wie aus der qualitativen Auswertung der REM-Untersuchungen ermittelt wurde, liegen in der Fügezone unterschiedliche intermetallische Phasen vor. Diese Phasen zeichnen sich durch erhöhte Mikrohärtens gegenüber den Fügewerkstoffen aus.

Die Bilder 5.65 a und b zeigen die Mikrohärtedrucke in der Fügezone. Die AlMg3-seitig angereicherte FeAl_3 -Phase weist Härtewerte von 620 HV_{0,01} auf, wohingegen auf der X5CrNi18-10-Seite angereicherte Fe_2Al_5 -Phase Härtewerte von 735 HV_{0,01} bis 780 HV_{0,01} ermittelt wurden. Problematisch war die Probenherstellung auf Grund des Präparationsvorganges. Die intermetallischen Phasen auf der X5CrNi18-10-Seite wurden teilweise abgetragen. Diese liegen jedoch deutlich über denen der AlMg3-seitig angereicherten Phase.

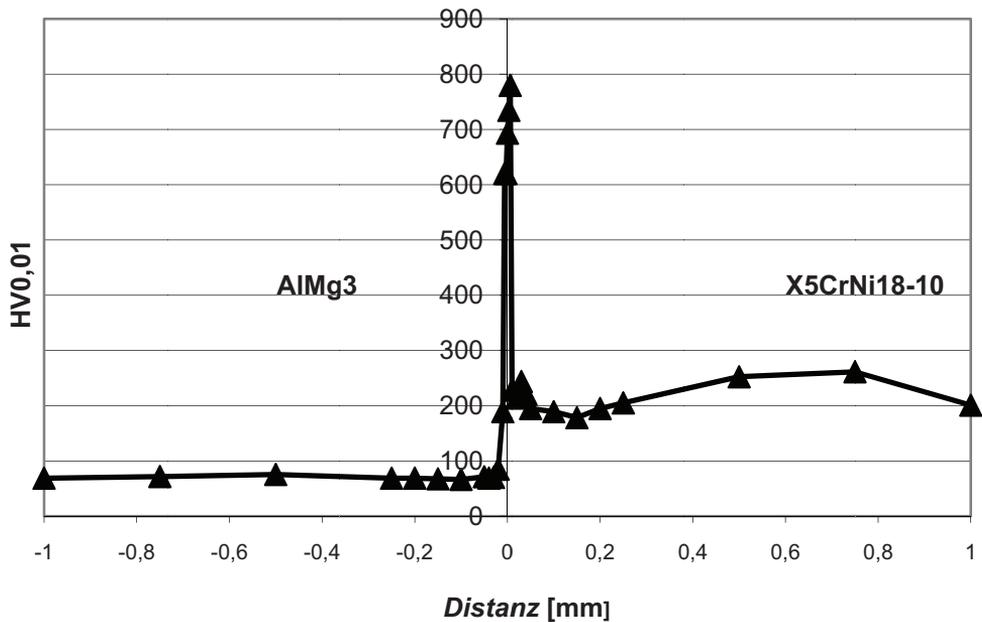


Bild 5.64 Mikrohärteverlauf des AlMg3 / X5CrNi18-10 – Verbund ($T_F = 550\text{ °C}$; $t_H = 60\text{ min}$) [87]

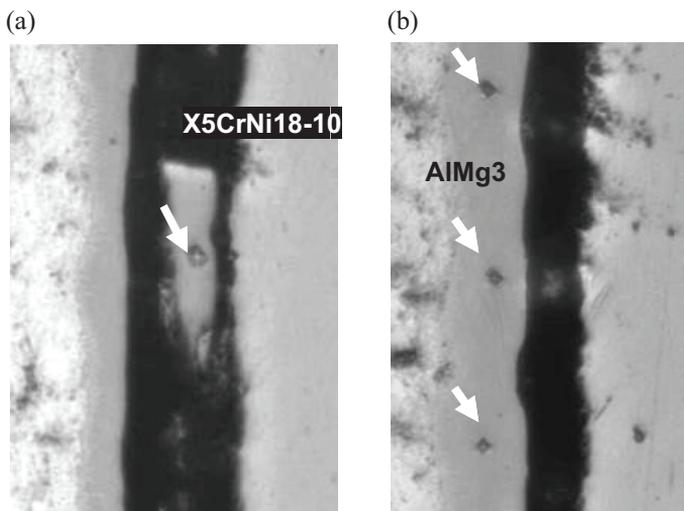


Bild 5.65 Vickers-Eindrücke in ausgewählten Bereichen der Fügezone des Verbundes $T_F = 550\text{ °C}$ und $t_H = 60\text{ min}$; Eindruck in verbliebenem Bereich der Fügezone X5CrNi18-10-seitig (a); Vickers-Eindrücke in AlMg3-seitiger Fügezone (b) [87]

Bei Betrachtung der Mikrohärteverläufe der gefügten Mischverbindungen innerhalb des AlMg3 wird deutlich, dass es im Verbund $T_F = 500\text{ °C}$ und $t_H = 60$ min zu einer signifikanten Aufhärtung kommt. 0,01 mm entfernt von der Fügezone beträgt dieser 105 HV0,01. Der Verbund $T_F = 500\text{ °C}$ und $t_H = 360$ min weist einen hohen durchschnittlichen Mikrohärtewert von 234,6 HV0,01 \pm 76,7 HV innerhalb des X5CrNi18-10 auf. Diese Abweichung resultiert aus einer starken Aufhärtung des X5CrNi18-10 zur Fügezone hin, begründet durch die lange Haltezeit $t_H = 360$ min. Alle betrachteten Verbunde zeigen einen nahezu identischen Mikrohärteverlauf innerhalb des AlMg3. Gleiches gilt auch für die X5CrNi18-10-Seite (Tabelle 5.8 und 5.9).

Tabelle 5.8 Durchschnittliche Mikrohärte der AlMg3-Seite

Fügeparameter	HV0,01
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 5\text{ min}$	61,6 \pm 3,7
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 15\text{ min}$	65,1 \pm 4,1
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 30\text{ min}$	64,2 \pm 3,4
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 60\text{ min}$	64,2 \pm 13,0
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 75\text{ min}$	69,1 \pm 4,0
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 90\text{ min}$	63,1 \pm 2,3
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 120\text{ min}$	67,2 \pm 2,5
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 360\text{ min}$	63,5 \pm 3,9

Tabelle 5.9 Durchschnittliche Mikrohärte der X5CrNi18-10-Seite

Fügeparameter	HV0,01
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 5\text{ min}$	186,1 \pm 17,4
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 15\text{ min}$	193,0 \pm 24,0
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 30\text{ min}$	197,3 \pm 10,6
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 60\text{ min}$	192,6 \pm 14,0
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 75\text{ min}$	188,2 \pm 31,0
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 90\text{ min}$	186,0 \pm 12,2
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 120\text{ min}$	210,5 \pm 17,3
$T_F = 500\text{ °C}; t_H = 360\text{ min}$	234,6 \pm 76,7

Für die Mischverbindungen $T_F = 500\text{ °C} / t_H = 90\text{ min}$; $T_F = 500\text{ °C} / t_H = 120\text{ min}$ und $T_F = 500\text{ °C} / t_H = 360\text{ min}$ wurden Mikrohärteverläufe in den Fügezonen ermittelt (Bild 5.66). Festzustellen war, dass mit zunehmender Haltezeit t_H ein signifikanter Anstieg der Härtewerte innerhalb der Fügezone zu verzeichnen ist. Für die Mischverbindung $T_F = 500\text{ °C}$ und $t_H = 360\text{ min}$ wurden Härtewerte bis zu 856,6 HV0,01 X5CrNi18-10-seitig sowie 749,5 HV0,01 AlMg3-seitig erreicht.

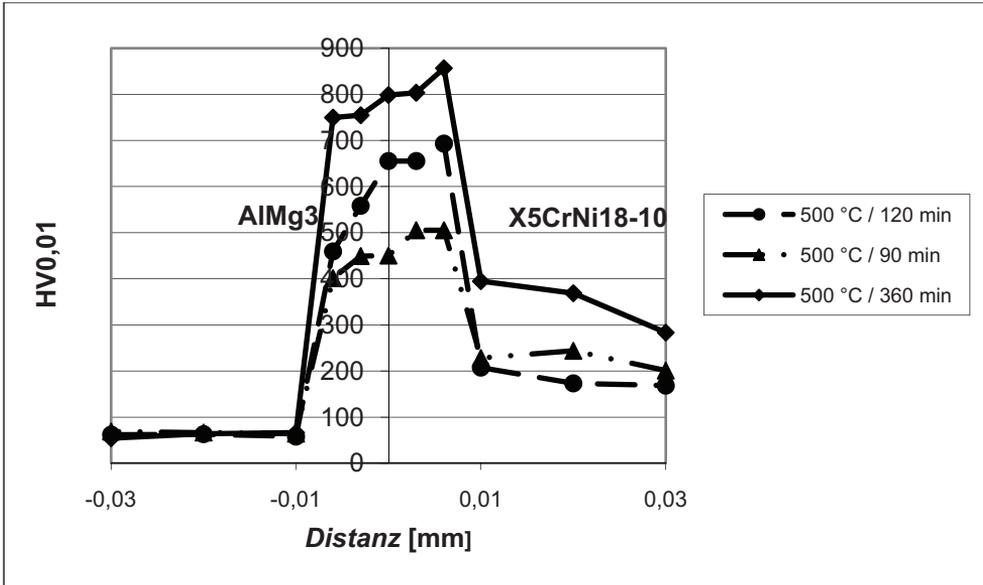


Bild 5.66 Mikrohärteverläufe in den Fügezonen bei $T_F = 500\text{ °C}$ und unterschiedlichen Haltezeiten t_H [87]

5.3.3 Zusammenfassung

1. Untersucht wurde das Diffusionsschweißen von X5CrNi18-10 mit AlMg3. Dabei wurden die Fügeparameter Fügetemperatur T_F und Haltezeit t_H variiert. Die Verbindungsbildung erfolgte ohne Zwischenschichten. Die Fügetemperatur orientierte sich am niedrigsten Schmelzpunkt der Fügepartner. In diesem Falle am AlMg3 unter 600 °C . Gefügt wurde bei $T_F = 450\text{ °C}$, 500 °C und 550 °C .
2. Die Fügeoberflächen der Werkstoffe wurden mechanisch bearbeitet, um eine optimale Anbindung der Oberflächen zu erzielen und die Oxidschichten zu entfernen. So konnten Mittenrauwerte von $0,06\text{ }\mu\text{m} \pm 0,02\text{ }\mu\text{m}$ für das AlMg3 und $0,04\text{ }\mu\text{m} \pm 0,01\text{ }\mu\text{m}$ für den X5CrNi18-10 durch die Präparation der Fügeoberflächen erzielt werden.
3. Ein wichtiges fügetechnisches Kriterium ist das Ausdehnungsverhalten der Fügepartner. Zur Ermittlung der thermischen Längenausdehnungskoeffizienten wurden sowohl Aufheiz- als auch Abkühlkurven betrachtet. Im Ergebnis der Untersuchung wurde deutlich, dass die Diskrepanz des thermischen Ausdehnungsverhaltens der beiden Fügewerkstoffe selbst und weniger das Aufheiz- und Abkühlverhalten Einfluss auf die Spannungszustände haben. Hystereseeffekte wurden nicht festgestellt. Bei einer Füge-temperatur von $T_F = 500\text{ °C}$ liegt eine Ausdehnungsdifferenz von $\Delta\alpha_{(20 \dots 500)\text{°C}} = 13 \times 10^{-6}\text{ K}^{-1}$ vor.

4. Zur Evaluierung der Fügeprozesse wurden qualitative Betrachtungen zur Verbundausbildung in Abhängigkeit von der Fügetemperatur T_F und der Haltezeit t_H durchgeführt. Im Ergebnis lagen die optimalen Fügeparameter zur Herstellung eines stoffschlüssigen Verbundes mit einer homogenen Fügezone bei $T_F = 500 \text{ °C}$ und $t_H = 60 \text{ min}$. Des Weiteren wurde mit Hilfe der REM-Untersuchungen deutlich, dass die Fügezone selbst aus mindestens zwei unterschiedlichen intermetallischen Phasen (FeAl_3 und Fe_2Al_5) besteht.

5. Fügeuntersuchungen im Vakuum bei $2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ zeigten keine Oxidationen an den Werkstoffoberflächen. Oxidationsschichten wurden aufgebrochen bzw. eine Neubildung verhindert. Fügeuntersuchungen im Vorvakuum zeigten, dass die Oxidationsneigung der Fügeoberflächen stark ausgeprägt war. Die Oxidschichten wirkten als Diffusionsbarrieren. Die Festigkeiten der Verbunde entsprachen nicht den Anforderungen.

6. Mit Hilfe von EDX-Linescans und Punktanalysen innerhalb der Fügezonen an ausgewählten Mischverbindungen konnten Diffusionsvorgänge der einzelnen Elemente der Fügeworkstoffe nachgewiesen werden. Weiterhin wurde ersichtlich, dass eine längere Haltezeit t_H zwar Einfluss auf das Wachstum der Diffusionszone hat, aber die Zusammen-setzung der Elementkonzentrationen in den betrachteten Bereichen der Fügezone jeweils nahezu konstant bleibt. Durch die EDX-Punktanalysen konnte das Vorhandensein von zwei intermetallischen Fe-Al-Phasen variierender Elementzusammensetzung nachgewiesen werden. Eine dritte Phase konnte mit Hilfe der EDX-Analysen nicht nachgewiesen werden.

7. Eine EBSD-Analyse ergab, dass die theoretisch angenommenen intermetallischen Phasen FeAl_3 sowie Fe_2Al_5 in der Fügezone vorliegen. Aufgrund der statistisch festgelegten Analysepunkte innerhalb der Fügezone kann jedoch keine fundierte Aussage darüber getroffen werden, inwieweit die Fügezone ausschließlich aus diesen beiden Phasen besteht.

8. Eine weitere qualitative Betrachtung der Fügeergebnisse war die Ermittlung der Druckscherfestigkeiten und der Mikrohärteverläufe in den Fügezonen und angrenzenden Bereiche der Fügepartner. Die höchsten Druckscherfestigkeiten konnten für die Füge-parameter $T_F = 450 \text{ °C}$ und $t_H = 60 \text{ min}$ mit $\tau = 156,60 \pm 28,75 \text{ MPa}$ und $T_F = 500 \text{ °C}$ und $t_H = 30 \text{ min}$ mit $\tau = 149,58 \pm 17,11 \text{ MPa}$ ermittelt werden. Mit Hilfe der Mikrohärteverläufe wurde deutlich, dass mit zunehmender Haltezeit t_H ein signifikanter Anstieg der Härtewerte innerhalb der Fügezone zu verzeichnen ist. Für die Mischverbindung $T_F = 500 \text{ °C}$ und $t_H = 360 \text{ min}$ wurden maximale Härtewerte bis zu $856,6 \text{ HV0.01 X5CrNi18-10}$ -seitig und $749,5 \text{ HV0.01 AlMg3}$ -seitig ermittelt. Des

Weiteren war auf der X5CrNi18-10-Seite unmittelbar vor der Fügezone die höchste Aufhärtung festzustellen.

9. Die Identifikation einer unbekannt intermetallischen Phase in den Fügezonen war mit den vorhandenen Analysenmethoden nicht möglich. Zur Zeit beschränken sich mathematische Modellberechnungen auf binäre Phasensysteme. In diesem Beispiel liegt aber eine Multiphasendiffusion mit den Elementen Fe, Al, Mg, Cr, C und Ni vor. Erfahrungswerte liegen hier nicht vor und sind Gegenstand grundlagenorientierter Forschungsarbeiten.

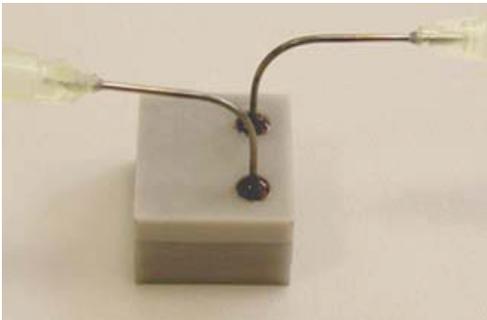
6 TECHNISCHE APPLIKATIONEN

Die Herstellung einer Mischverbindung erfordert einen hohen qualitativen Anspruch an die Fügetechnik. Einige der wesentlichen Kriterien sind Prozessstabilität, Reproduzierbarkeit und Wirtschaftlichkeit. Derzeit verspricht die Bündelung spezifischer Werkstoffeigenschaften interessante Perspektiven. Unterschiedliche Werkstoffverbunde verleihen einem Bauteil oder einem Produkt Multifunktionalität.

Für viele technische Anwendungen werden Mischverbindungen kraft- und formschlüssig hergestellt oder mit einem Klebprozess kombiniert. Hierbei sind der Korrosionsbeständigkeit und der maximalen Temperaturbelastbarkeit Grenzen gesetzt. Von weitaus größerem Interesse ist es jedoch, Keramiken mit- und untereinander oder mit Metallen zu fügen, um neue Einsatzfelder dieser Werkstoffe zu erschließen. Eigenschaften wie Vakuum- und Gasdichtheit, Korrosionsbeständigkeit, hohe Temperaturbelastbarkeit und Festigkeit stehen daher im Vordergrund. Ein stoffschlüssiges und thermisches Fügeverfahren wird erforderlich.

In der Elektronik und in der Optoelektronik sind thermische Wärmeableitungsprozesse von Bedeutung. Optische Komponenten, Kamerasysteme und elektronische Einheiten müssen auf Grund ihrer optimalen Leistungsfähigkeit gekühlt werden. Hier stellt sich oft die Frage nach neuen Werkstoffen, z.B. Oxid- und Nichtoxidkeramiken oder Glaskeramiken. Für wissenschaftliche und technische Anwendungen sind mikrofluide Kühleinheiten von großem Interesse. Eine Alternative bieten Keramiken mit hoher thermischer Stabilität bis 1800 °C, hoher mechanischer Festigkeit und Chemikalien-beständigkeit. Nach einem Sinter- und Fügeprozess werden dichte Keramikverbunde hergestellt. Die Keramikkörper, die im Inneren mäanderförmige Kanalstrukturen aufweisen und von Flüssigkeiten oder Gasen durchströmt werden, können auf diese Art effektiv Wärme abführen (Bild 6.1) [90].

(a)



(b)

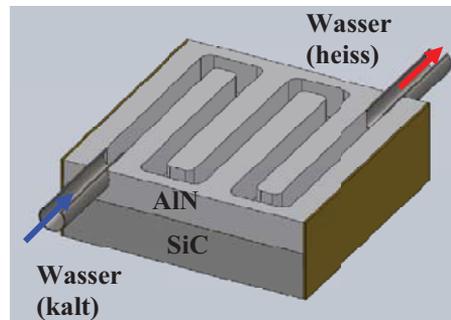


Bild 6.1 Keramischer Wärmetauscher (a); mäanderförmige Kanalstrukturen (b)

Eine weitere technische Anwendung ist die Realisierung von Heizsystemen mit definierten Temperaturgradienten. Heute werden Heizsysteme realisiert, die durch eine indirekte Beheizung mit mehreren Regelkreisen Temperaturgradienten erzeugen. Diese Temperaturgradienten weisen große Temperaturunterschiede auf, die für temperatur-empfindliche Werkstoffe problematisch sind. Durch die Realisierung von Mischverbindungen aus Nichtoxidkeramiken besteht die Möglichkeit, einen keramischen Heizleiter mit unterschiedlichen Werkstoffen herzustellen. Durch direkte Steuerung des elektrischen Widerstandes kann ein Zonenofen realisiert werden, der gleichzeitig verschiedene Temperaturfelder erzeugen kann. Hierbei wird die Erzeugung von definierten Temperaturgradienten durch einen Regelkreis erreicht (Bild 6.2).

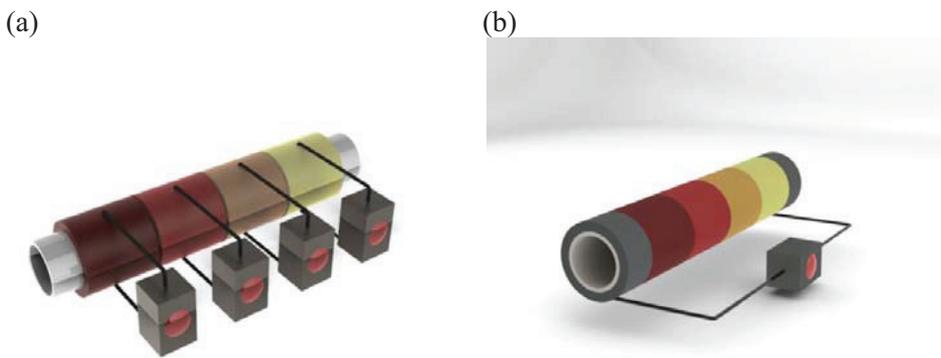


Bild 6.2 Heizsystem mit mehreren Regelkreisen (a); Heizsystem aus keramischen Mischverbindungen mit einem Regelkreis (b) [90]

Aluminium-Legierungen weisen ein geringes spezifisches Gewicht auf und zeichnen sich durch optimale Gebrauchs- und Verarbeitungseigenschaften aus. Stahl hingegen überzeugt durch seine hohe Festigkeit. Um die Eigenschaften von Aluminium-Legierungen und Edelstahl kombinieren zu können, ist die Entwicklung von zuverlässigen Verbindungskonzepten erforderlich. Diese finden als Komponenten oder Konstruktionswerkstoffe in der Nukleartechnik bis hin zu Haushaltskochutensilien Anwendung. Hierzu besteht aber noch ein erheblicher Forschungsbedarf in der Fügetechnik. Im Fokus stehen vor allem der Einsatz von hybriden Strukturelementen aus artungleichen Werkstoffen im Fahrzeugbau und in der Luft- und Raumfahrt mit dem Ziel der Gewichtsreduktion der Bauelemente beim gleichzeitigen Erhalt oder der Verbesserung der Eigenschaften.

7 SCHLUSSFOLGERUNGEN

Ziel der Forschungsarbeiten war es, eine systematisch und technologisch orientierte Entwicklung von Fügekonzepten zum Diffusionsschweißen von Nichtoxidkeramiken mit- und untereinander sowie der Mischverbindung X5CrNi18-10 mit AlMg3 zu qualifizieren. Diese Werkstoffverbindungen sind als Konstruktions- oder Funktionswerkstoff gefragt. Sie zeichnen sich durch hohe Festigkeiten, leichtes Gewicht und hoher Korrosionsbeständigkeit aus. Keramiken können im Hochtemperaturbereich eingesetzt werden. An exemplarischen Mischverbindungen:

- Nichtoxidkeramiken (Siliziumnitrid, Siliziumcarbid und Aluminiumnitrid) mit- und untereinander mit Zwischenschichten und
- X5CrNi18-10 mit AlMg3 ohne Zwischenschichten

wurden werkstofftechnische Aspekte betrachtet und die Fügeverfahrensparameter qualifiziert. Die primären Zielstellungen an die Mischverbindungen sind:

- Hochfeste und spannungsarme Verbunde,
- Vakuumdichte Verbindungen,
- Temperaturbeständigkeit über 1200 °C (Keramikverbunde),
- Minimierung der intermetallischen Phasen (Metall/Nichteisenmetall-Verbunde),
- Betrachtungen zu funktionellen Abhängigkeiten von der Füge­temperatur T_F und der Fügezeit t_H und
- Erarbeitung von fuge­technologischen Konzepten (Optimierung der Fügeparameter).

Das stoffschlüssige Fügen von unterschiedlichen Werkstoffen ist in seiner Komplexität schwierig. Am Beispiel von keramischen und metallischen Werkstoffen wird ein Diffusionsfügeverfahren eingesetzt, das weitgehend die vorteilhaften Eigenschaften der Ausgangswerkstoffe bewahrt.

Eine Temperaturbelastbarkeit von 1400 °C in Verbindung mit hoher Festigkeit und Vakuumdichtheit unterscheiden diffusionsgefügte Keramiken von aktiv gelöteten, geklebten oder versinterten Verbunden. Stoffgleiche oder stoffkompatible keramische Fügefolien auf der Basis von Nichtoxidkeramiken SiC, Si₃N₄ und AlN mit unterschiedlichen Sinteradditivgehalten Al₂O₃, Y₂O₃ und SiO₂ sind wesentliche Grundlage für die Ausbildung eines hochbelastbaren Gefüges. Beim Diffusionsfügen erfolgt die Verbundausbildung über den Konzentrationsausgleich der Sinteradditive zwischen der keramischen Fügefolie und der Keramik. Flexible Fügefolien haben den Vorteil, dass Rauigkeiten der Fügeflächen ausgeglichen werden. Dadurch entfällt eine aufwändige

Oberflächenbearbeitung. Die Fügefolien besitzen eine an den Keramikwerkstoff angepasste thermische Ausdehnung, so dass eine spannungsarme Verbindung gegeben ist. Mit optimierten Fügeparametern lassen sich homogene, rissfreie und porenarme keramische Fügezonen herstellen. Im Ergebnis dieser konnten Vakuumdichtheiten im Ultrahochvakuumbereich erzielt werden. Die Verbunde sind wasser- und gasdicht. Ausgehend von den Ergebnissen konnten keramische Wärmetauscher in den Abmessungen bis $(50 \times 50) \text{ mm}^2$ hergestellt werden.

Untersucht wurde die Anwendbarkeit des Diffusionsschweißens von X5CrNi18-10 mit AlMg3 ohne Zwischenschichten. Für technische Anwendungen ist der AlMg3 - Werkstoff mit Loten nicht ffügbar. Das Problem zeigt sich in der Bildung von intermetallischen Phasen, Oxidschichtbildungen und in der Benetzung, die die Festigkeit minimieren und zum Werkstoffversagen führen. Ein Ansatz ist das Fügen ohne Zwischenschichten. Dadurch wird ein zusätzliches Legieren der Fügezone vermieden. Fügeuntersuchungen zeigten, dass sich die Bildung von intermetallischen Phasen steuern lässt. Eine funktionelle Abhängigkeit der Fügeparameter wurde festgestellt. Im Ergebnis lagen die optimalen Fügeparameter zur Herstellung eines stoffschlüssigen Verbundes bei $T_F = 500 \text{ °C}$ und $t_H = 60 \text{ min}$. Die Druck-scherfestigkeiten betragen $\tau = 156,60 \pm 28,75 \text{ MPa}$ und ermöglichen somit technische Anwendungen.

Diese Entwicklungsziele dienen als Plattform für ein Verfahren zur Herstellung von großformatigen und komplexen Bauteilen. Die Maximierung der Bauteile ist neben den Werkstoffeigenschaften eine fügetechnische Herausforderung. Die Fügetechnologie und die konstruktive Gestaltung zur Aufbringung einer gleichmäßigen Flächenpressung während des Fügeprozesses sind Gegenstand weiterer Forschungsarbeiten.

LITERATURQUELLEN

1. DIN 1910 TEIL 1: Schweißen – Begriffe, Einteilung der Schweißverfahren.
2. Köhler, G., Emmrich, R., Köllner, H.-P. (1982). Diffusionsschweißen extrem genauer Glas-Glas-Verbindungen. *Schweißtechnik* 32, 11, S. 484-486.
3. Hultsch, R. (1983). Diffusionsschweißen optischer Bauelemente aus Quarzglas. *Schweißtechnik*, Berlin 33, 6, S. 262-264.
4. Wiesner, P., Vogel, H., Schmidt, J. (1995). Gegenwärtige und zukünftige Anwendungen des Diffusionsschweißens. *DVS Berichte Band 166*, DVS-Verlag Düsseldorf, S. 1-6.
5. Feliksen. Anlage UDS-1 zum Diffusionsschweißen im Vakuum. *Svar.proizv.*, 11 (65) 6, S. 34-35.
6. *Diffusion in metallischen Werkstoffen*. (1970). 7. Metalltagung in Dresden, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie.
7. Geguzin, E. (1973). *Physik des Sinterns*. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1. Auflage.
8. Günther, W.-D. (1971). *Rationalisierung des DS-Verfahren*. Diplomarbeit, TH Ilmenau.
9. Staebler, I. Diffusionsschweißen in flüssigen Medien. *Schweissen und Schneiden*, 29(72) 3, S. 99.
10. Müller, W., Müller, J.-U. (1995). Löttechnik – Leitfaden für die Praxis. Fachbuchreihe Schweißtechnik Band 127, Deutscher Verlag für Schweißtechnik DVS-Verlag GmbH, Düsseldorf, S. 12-13.
11. Habenicht, G. (2006). *Kleben – Erfolgreich und fehlerfrei*. Vieweg + Teubner Verlag.
12. Baranova, T. F. (2004). A ceramic corundum-mullite adhesive. Uses and applications *Refractories and Industrial Ceramics*. Volume 45.
13. Polytec PT GmbH (2007). Hochtemperatur Katalog, Waldbronn.
14. Schott (Hrsg.). (1999). Schott Technische Gläser. Physikalische und chemische Eigenschaften, Informationsbroschüre, Mainz.
15. *Fontargen GmbH Onlinekatalog*. Zugriff am 07.10. 2010 unter <http://www.fontargen.com/german>
16. *Wesgo Metals Produktübersicht*. Zugriff am 05.05.2009 unter http://www.wesgometales.com/prec_metals.htm
17. Liang, N., Osendi, M. I., Miranzo, P. Effect of Bonding Pressure on Silicon Nitride Joining Using a Nickel-Chromium-Boron Metal Filler. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 86, Issue 7, Date: July 2003, S. 1226-1229.
18. Hadian, A.M., Drew, R. A. L. Strength and Microstructure of Silicon Nitride Ceramics Brazed with Nickel-Chromium-Silicon Alloys. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 79, Issue 3, Date: March 1996, S. 659-665.
19. Moritz, T., Schnabel, H. D. (1995). Aktivlötten mit neuen Aktivkomponenten. *DVS- Berichte*, Bd. 166, S. 206-209.

20. Loehman, R. E., Tomsia, A. P., Pask, J. A., Johnson, S. M. Bonding Mechanisms in Silicon Nitride Brazing. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 73, Issue 3, Date: March 1990, S. 552-558.
21. Peteves, S. D., Nicholas, M. G. Evaluation of Brazed Silicon Nitride Joints: Microstructure and Mechanical Properties. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 79, Issue 6, Date: June 1996, S. 1553-1562.
22. Iwamoto, C., Tanaka, S. Interface Nanostructure of Brazed Silicon Nitride. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 81, Issue 2, Date: February 1998, S. 363-368.
23. Liu, C.F., Zhang, J., Zhou, Y., Meng, O.C., Naka, M. (2007). Joining of silicon nitride with a Cu76.5Pd8.5Ti15 filler alloy. *Ceramics International*, Vol 33, Issue 3, S. 427- 431.
24. Liu, C.F., Zhang, J., Zhou, Y., Meng, O.C., Naka, M. (2008). Effect of Ti content on microstructure and strength of Si₃N₄/Si₃N₄ joints brazed with Cu–Pd–Ti filler metals. *Materials Science and Engineering*, Vol. 491, Issues 1-2, S. 83-487.
25. Plucknett, K.P. Joining Si₃N₄-Based Ceramics with Oxidation-Formed Surface Layers. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 83, Issue 12, Date: December 2000, S. 2925-2928.
26. Maeda, M., Oomoto, R., Shibayanagi, T., Naka, M. (2003). Solid-state diffusion bonding of silicon nitride using titanium foils. *Physical Metallurgy and Materials Science*. Bd. 34A, Heft 8, S. 1647-1656.
27. Vegter, R.H., Ouden, G. (1998). The role of interlayer thickness in diffusion bonding ZrO₂ to Si₃N₄. *DVS Berichte*, 1998, Bd. 192, S. 307-310.
28. Gopal, M., Sixta, M., Jonghe, L., Thomas, G. Seamless Joining of Silicon Nitride Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 84, Issue 4, Date: April 2001, S. 708-712.
29. Spauszus, G., Köhler, G., Neuhäuser, M. (1997). Green tapes – a new material for joining of ceramics, glass and glass-ceramics. *DVS-Berichte*, Bd. 184, S. 182-185.
30. Neuhäuser, M., Furche, T., Dahms, S., Köhler, G. (1999). Fügefolien aus Keramik, Glas und Glaskeramik. *DVS-Berichte*, Bd. 204, S. 104-109.
31. Thomy, C., Wagner, F., Vollertsen, F., Wirth, A., Kreimeyer, M. (2007). *Laser-MIG- Hybridfügen von Aluminium-Stahl Leichtbaustrukturen*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, Weinheim.
32. Tsujino, J., Ueoka, T., Fujita, Y., Watanabe, I. (1994). Ultrasonic Butt Welding of Aluminium, Copper and Steel Plate Specimen. *Japanese Journal of Applied Physics, Faculty of Electrical Engineering*, Kanagawa University.
33. Matsugi, K., Wang, Y., Hatayama, T., Yanagisawa, O., Syakagohri, K. (2003). Application of electric discharge process in joining aluminium and stainless steel sheets. *Journal of Materials Processing Technology*.

34. Light-weight structures produced by laser beam joining for future applications in automobile and aerospace industry. (2001). *Journal of Materials Processing Technology*, Elsevier Science B. V.
35. Jank, N., Staufer, H., Bruckner, J. (2008). Schweißverbindungen von Stahl mit Aluminium – eine Perspektive für die Zukunft. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*.
36. EPA-Schweißtechnik - Prinzip CMT-Verfahren. URL: <http://www.epa-schweisstechnik.de>, EPA-Schweisstechnik GmbH, Chemnitz, 2010.
37. Boywitt, R. (2010). Friction Stir Welding (FSW) - ein innovatives Fügeverfahren. URL: 80.64.191.50/site/printout.php/aktuell/22_1, SLV Berlin-Brandenburg.
38. Uzun, H., Donne, C. D., Argagnotto, A., Ghidini, T., Gambaro, C. (2004). Friction stir welding of dissimilar Al 6013-T4 to X5CrNi18-10 stainless steel. *Materials and Designs*, München.
39. Roulin; M., Luster, J.W.; Karadeniz, G., Mortensen, A. (1999). Strength and Structure of Furnace-Brazed Joints between Aluminium and Stainless Steel. *Supplement to the Welding Journal*.
40. Appel, L. (2010). Reibschweißen. SLV München unter URL: <http://www.slv-muenchen.de/forschung-entwicklung/reibschweissen.html>
41. Sahin, M. (2008). Joining of stainless-steel and aluminium materials by friction welding. Springer-Verlag, London, 2008.
42. Grünauer, H., Nentwig, A.W.E. Neues vom Reibschweißen. *DVS-Jahrbuch, Schweißtechnik*, München.
43. Wilden, J., Jahn, S., Tkachenko, V. (2007). Entwicklung einer Fügetechnologie zum Herstellen von Mischverbindungen mit Titanwerkstoffen bei niedrigen Temperaturen. TU-Berlin.
44. Bhanumurthy, K., Fotedar, R. K., Joyson, D., Kale, G. B., Pappachan, A. L., Grover, K.; Krishnan, J. (2006). Development of tubular transition joints of aluminium/stainless steel by deformation diffusion bonding. *Materials Science and Technology*, Maney Publishing.
45. Iwamoto, N., Yoshida, M., Tabata, S., Takeuchi, T., Makino, Mitsuo. (1975). Presented at the Second International Symposium of Japan Welding Society.
46. Weisheit, A., Fuchs, E. (2006). *Multifunktionale Gradientenwerkstoffe für den Werkzeugbau*. Abschlussbericht, Fraunhofer Institut für Lasertechnik, Fraunhofer Institut für Produktionstechnologie.
47. Schwetz, K. A. (2000). *Silicon Carbide based Hard Materials*. Handbook of Ceramic Hard Materials, Ralf Riedel (Ed.), Wiley-VCH.
48. Ihle, J. (2004). Phasenausbildungen im System Al₂O₃-Y₂O₃-SiC und elektrische Eigenschaften von porösem flüssigphasengesinterten Siliciumcarbid. Dissertation, Technischen Universität Bergakademie Freiberg.
49. Verband der Keramischen Industrie e.V.. Brevier Technische Keramik, Fahner Verlag, Lauf a. d. Pegnitz, 2003.

50. Klimera, A. (2006). *Festigkeitssteigerung von Aluminiumnitrid-Keramiken*. Dissertation, Julius-Maximilian-Universität Würzburg.
51. Gespräch mit Frau Anke Triebert. IKTS Dresden, Hersteller von Keramik und Fügefolie, 12.01.2009.
52. Michalowsky, L. (1994). *Neue keramische Werkstoffe*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig.
53. Informationszentrum Technische Keramik. (Hrsg.). (1999). *Brevier Technische Keramik*, Fahner Verlag; Lauf.
54. Brevier technische Keramik. *Werkstoffe der technischen Keramik, Carbide*. Zugriff am 14.05.2009 unter http://www.keramverband.de/brevier_dt/3/4/3/3_4_3_2.htm
55. Kollenberg, W. (Hrsg.). (2004). *Technische Keramik*. Vulkan-Verlag, Essen.
56. Martin, H.-P., Dahms, St., Richter, H.-J. Diffusionsgefügtes keramisches Bauteil und Verfahren zu seiner Herstellung. FPL-Fallnummer 07F48212- IKTS, Deutsche Patentanmeldung: 10 2007 034 254.5-45, DE102008040260A1 15.01.2009.
57. Südwestfalen - Datenblatt 1.4301. (1999). *Edelstahlwerkstoffe Südwestfalen GmbH*.
58. Hornbogen, E., Warlimont, H. (2006). *Metalle. Struktur und Eigenschaften der Metalle und Legierungen*. Springer Verlag, Berlin.
59. Strauss, B., Maurer, E. (1920). *Kruppsche Mh.* 1.
60. *Aluminium-Taschenbuch*. (1988). 14. Auflage, Aluminium-Verlag, Düsseldorf.
61. Jacob, M. (2005). Simulation des Temperaturfeldes und Eigenspannung von einer MIG-Schweißung an einem Werkstück unter Berücksichtigung der temperaturabhängigen Materialeigenschaften von Aluminiumlegierungen. Bauhaus-Universität Weimar.
62. Metelkin, J.J., Pavlova, U. A., Posdejeva. N.V. (1977). *Schweißen von Keramiken mit Metallen*. Moskau, Metallurgija.
63. Masur, A.J., Alechin, V. P., Schorschorov, M. Ch. (1981). *Prozesse des Schweißens und Lötens bei der Herstellung von Halbleitergeräten*. Radio und Funk, Moskau.
64. Weißmantel, Ch., Hamann, C. (1979). *Grundlagen der Festkörperphysik*. Berlin, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften.
65. Schwabe, K. (1973). *Physikalische Chemie*. Akademie-Verlag.
66. Engels, S. (1981). *Anorganische Festkörperreaktionen*. Akademie-Verlag, Berlin.
67. Lanssky, A., Emmrich, R. (1987). Untersuchungen zum stoffschlüssigen Fügen von optischen Gläsern, Glaskeramik und ausgewählten Metallen für optische Baugruppen durch Diffusionsschweißen. Dissertation, Friedrich-Schiller-Universität Jena.
68. Schwabe, K. (Hrsg.). (1973). *Physikalische Chemie*. Band 1 – Physikalische Chemie, Akademie Verlag.

69. Weissmantel, Ch., Hamann, C. (1979). *Grundlagen der Festkörperphysik*. Deutscher Verlag der Wissenschaften.
70. Geguzin, J. (1981). *Wie werden aus Pulvern kompakte Werkstoffe*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig.
71. Beckert, M., Neumann, A. (1968). *Grundlagen der Schweißtechnik*. Band Sonderschweißverfahren, Verlag Technik, Berlin.
72. Salam, L.A., Matthews, R.D., Robertson, H. (2000). Pyrolysis of polyvinyl butyral (PVB) binder in thermoelectric green tapes. *Journal of the European Society*, Vol. 20, S. 1375-1383.
73. Suzuki, K., Sasaki, M. (2005). Effects of sintering on grain morphology of liquid-phase sintered SiC with Al₂O₃ additions. *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 25.
74. Mao, H., Selleby, M., Fabrichnaya, O. (2008). Thermodynamic reassessment of the Y₂O₃-Al₂O₃-SiO₂ system and its subsystems. *Computer Coupling of phase diagrams and thermochemistry*, Vol. 32, S. 399-412.
75. Zhou, F. (2002). Joining of silicon nitride ceramic composites with Y₂O₃-Al₂O₃-SiO₂ mixtures. *Journal of Materials Processing Technology*, Volume 127.
76. Yılmaz, M., Çöl, M., Acet, M. (2003). *Interface properties of aluminium/steel friction-welded components*. *Materials Characterization*. Elsevier Science Inc.
77. Mannan, S.K., Seetharaman, V., Raghunathan, V.S. (1982). A Study of Interdiffusion between AISI Type 316 Stainless Steel and Aluminium. *Materials Science and Engineering*, Elsevier Sequoia.
78. Kobayashi, S., Yakou, T. (2001). Control of intermetallic compound layers at the interface between steel and aluminium by diffusion-treatment. *Materials Science and Engineering*, Elsevier.
79. Bruckner, J. (2003). Joining steel to aluminium in heat-intensive applications. The Fabricator.
80. Scott, M. H., Squires, I. F. (1966). Metallurgical examination of aluminium-stainless steel friction welds. *British Welding Journal*.
81. Dybkov, V. I. (1990). Interaction of 18Cr-10Ni stainless steel with liquid aluminium. *Journal of Materials Science*, Chapman and Hall Ltd.
82. Falk, L.K.L. (1997). Microstructural Development during Liquid Phase Sintering of Silicon Carbide Ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 17, S. 983-994.
83. Zalite, I., Zhilinska, N., Krumina, A., Kladler, G. (2006). α -sialon fabricated from nanopowders by sintering and hot pressing, *Proc. Estonian Acad. Sci. Eng.*
84. Deutsche Norm. DIN EN ISO 13445, Bestimmung der Scherfestigkeit.
85. Mehrer, H., Eggersmann, M., Gude, A., Salamon, M., Sepiol, B. (1997). Diffusion in intermetallic phases of the Fe-Al and Fe-Si systems. *Materials Science and Engineering*, Elsevier Science S.A.

86. Habashi, F. (1998). Alloys-Preparation, Properties, Application. Wiley-VCH, Weinheim.
87. Fritze, A.-K. (2010). Untersuchungen zur Verschweißbarkeit der Mischverbindung AlMg₃ und CrNi-Stahl. Diplomarbeit. Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH und Friedrich-Schiller-Universität Jena, Fachbereich Metallische Werkstoffe.
88. Gemse, F. (2009). Applikative Herstellung und Untersuchungen zur Verbundausbildung an diffusionsgeschweißten Keramikverbunden. Diplomarbeit, Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH und Technische Universität Ilmenau, Fakultät Maschinenbau – Fachgebiet Fertigungstechnik.
89. Fritze, A.-K. (2009). Diffusionsschweißen von Nichtoxidkeramiken. Studienarbeit, Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH und Friedrich-Schiller-Universität Jena, Fachbereich Metallische Werkstoffe.
90. Sändig, S. (Hrsg.). Forschungsbericht 2010 / 2011. Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH.

KURZZUSAMMENFASSUNG

Die vorliegende Dissertation leistet einen Beitrag zur Machbarkeit und zum Verständnis zum Fügen von Werkstoffen mit unterschiedlichen Eigenschaftsprofilen. Das stoffschlüssige Fügen von unterschiedlichen Materialien mit- und untereinander ist die derzeitige Herausforderung in der Fügechnik. Ziel dabei ist es, die vorteilhaften Eigenschaften in einem Werkstoffverbund zu vereinen. Diese Werkstoffverbunde besitzen einen Gradientencharakter.

Untersucht wurden die Nichtoxidkeramiken (Siliziumcarbid, Siliziumnitrid und Aluminiumnitrid) und die Werkstoffkombinationen X5CrNi18-10 mit der Aluminium/Magnesiumlegierung AlMg3. Als Fügeverfahren kam das Diffusionsschweißen zur Anwendung. Betrachtet wurden die werkstofftechnischen Eigenschaften der Fügewerkstoffe in Abhängigkeit der Schweißparameter Temperatur, Zeit und Fügekraft. Die Verbundausbildung im festen Zustand erfolgte mit und ohne Zwischenschichten. Im Ergebnis der Fügeuntersuchungen konnten mechanisch feste und spannungsarme Verbunde hergestellt und nachgewiesen werden. Der wissenschaftliche Schwerpunkt lag in der Betrachtung der physikalischen Eigenschaften sowie in der Charakterisierung der Fügezonen. Hierzu wurden das Ausdehnungsverhalten, die Härteverläufe, die Verbundfestigkeiten, die Diffusionszonen und die Gefügeausbildung betrachtet. Speziell erfolgten qualitative Betrachtungen zur Anbindung der Fügeflächen zueinander sowie die Klassifizierung der Diffusionszonen mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie (REM, EDX). Diese grundlagenorientierten Untersuchungen bilden die Basis für die Erarbeitung von Fügekonzepten bzw. Füge Technologien und eröffnen innovative Einsatzmöglichkeiten in der Luft- und Raumfahrt, in der Reaktor- und Röntgentechnik und in der Hochtemperatur- und Vakuumtechnik.

Key words: Diffusionsschweißen, Schweißparameter, Gradient, Siliziumcarbid, Siliziumnitrid, Aluminiumnitrid, X5CrNi18-10, AlMg3, keramische Fügefalten, Härte, Ausdehnungsverhalten, Druckscherfestigkeit, Füge- und Diffusionszonen, intermetallische Phasen.

SUMMARY

The substance-to-substance joining of dissimilar materials made of metallic, ceramic and silicon based materials with and among each other poses the challenge for research in the field of joining technologies. The main emphasis is on process stability, reproducibility and cost-effectiveness. The aim is to combine the advantageous characteristics of the materials in one joint. These dissimilar materials joints show a gradient characteristics profile in the joining zone. Gradient characteristics are *e.g.* varying chemical composition or differing expansion behaviour, porosities and hardening gradients. Currently, however, there are more similar material joints (metal-metal, ceramics-ceramics), which means that comprehensive investigations on the substance-to-substance joining of dissimilar materials still have to be made.

The research work was aimed at a systematically and technologically oriented development of joining concepts for the diffusion welding of non-oxide ceramics with and among each other as well as of the dissimilar material joint X5CrNi18-10 with AlMg3. These material joints are in demand as construction or functional materials. They are characterised by high strength, light weight and high corrosion resistance. Ceramics are used in high temperature applications.

Diffusion welding, a pressure welding procedure for the manufacture of substance-to-substance joints, is a very innovative joining approach. High-strength material joints can be manufactured through solid body diffusion processes. A variety of material combinations, for which no joining interlayer materials are known, thus become available.

In this work technologies for the joining of non-oxide ceramics and metal/non-ferrous metal dissimilar material joints with and without interlayers are developed.

The IFW Jena and the Fraunhofer Institute IKTS in Dresden hold a patent (DE102008040260A1 15.01.2009) based on the concerted research work. It relates to the ceramic interlayers and the joining technology. The samples of dissimilar material joints were examined in terms of material aspects and the joining parameters were determined:

- non-oxide ceramics (silicon nitride, silicon carbide and aluminium nitride) with and among each other with interlayers and
- X5CrNi18-10 with AlMg3 without interlayers.

The following aims were to be reached:

- manufacture of high-strength, residual stresses free and vacuum-tight joints,
- temperature resistance of the ceramic joints of over 1200 °C,
- minimisation of intermetallic phases (Metal/non-ferrous metal joints),
- influence of the functional properties on joining temperature T_F and joining time t_H
- determination and optimisation of the joining parameters

Joining of non-oxide ceramics (SiC, SSN and AlN) with interlayers

The substance-to-substance joining of different non-oxide ceramics is difficult due to its complexity. A diffusion welding procedure is used with SiC, Si₃N₄ and AlN which mainly keeps the advantageous characteristics of the base ceramics. Diffusion-welded ceramics differ from soldered, bonded or sintered joints by their high temperature resistance (1400 °C) in combination with a high strength and vacuum tightness. Similar or compatible ceramic joining foils on the basis of non-oxide ceramics with different sinter additives concentration are essential for the creation of highly loaded joints. With diffusion welding the joint is created through concentration balancing of the sinter additives between the ceramic foil and the ceramic. The foils also compensate the roughnesses of the base bodies, which renders a costly surface treatment redundant. The thermal expansion of the joining foils is adapted to the ceramic material creating residual stress. Optimised joining parameters lead to homogeneous, crack-free and low-porosity ceramic joining zones (Fig. 1 and 2). The joining zones are < 40 µm wide. The joint characteristics are similar to the ceramics to be joined. The ceramic joints are high temperature resistant and show high strength at the test temperatures of 20 °C, 1000 °C and 1400 °C. Vacuum tightnesses of over 10⁻⁷ mbar s⁻¹ for the joined ceramic applications could be determined. The ceramic joints are gas-tight.

The joining took place at temperatures of $T_F = 1500$ °C; 1600 °C and 1700 °C with a holding time of $t_H = 30$ min in an argon atmosphere. The basic suitability of the diffusion joining procedure with specific interlayers for manufacturing mechanically stable, substance-to-substance ceramic joints could be proved.

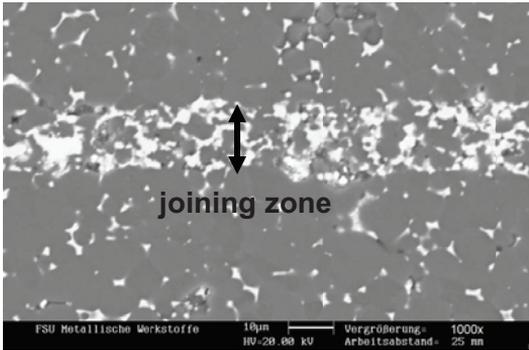


Fig. 1 Joint - AlN / foil AlN F02 / AlN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$ (SEM image



Fig. 2 SEM image of the joining zone (LPS-SiC- ceramic joint with LPS-SiC- foil – planar); $T_F = 1800\text{ °C}$

In comparison to the diffusion welding of non-oxide ceramics without interlayers the joining temperature could be lowered by up to 300 °C. Furthermore, it is not necessary to use a partial pressure of nitrogen. The joining temperature can be lowered even more by using SiO₂ as sinter additive in the joining foils. The achievable strength and the interlayer morphology, however, limit the application range of these foils.

Compression shear strengths of 140 MPa could be realised. The manufactured ceramic application samples are water- and gas-tight. The maximum application temperatures of the ceramic joints are higher than 1200 °C and show high strengths, depending on the composition of the foils. 4-point bending strength as examined at different test temperatures of 20 °C, 1000 °C and 1400 °C (Fig 3). SiC and AlN show high strengths at 1400 °C whereas silicon nitride (Si₃N₄) shows a loss of strength due to the thermal decomposition of the ceramics in air.

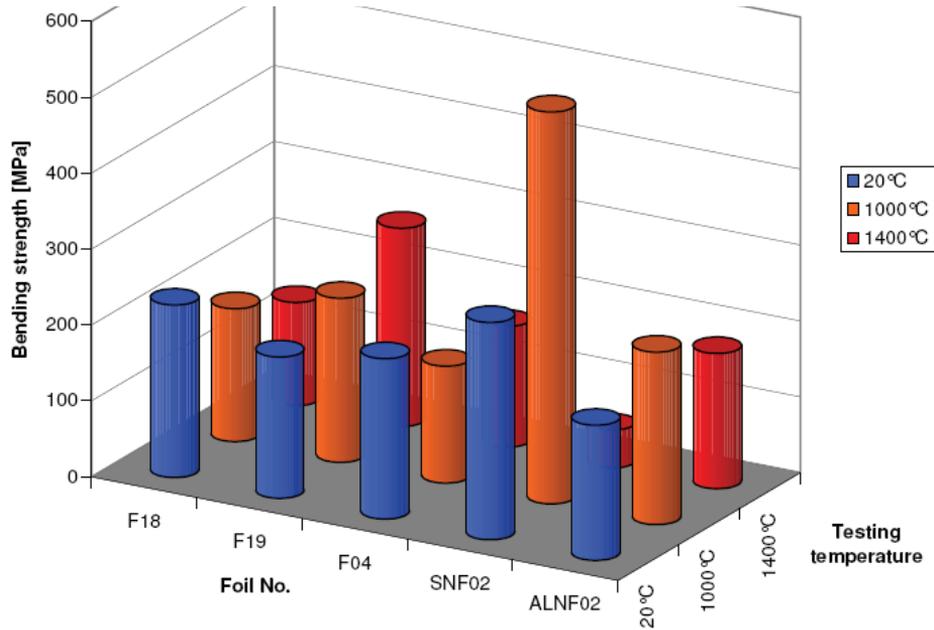


Fig. 3 4-point bending strength at 20 °C, 1000 °C and 1400 °C

SSiC – F18 – 30 wt% SiC / 70 wt% Al₂O₃/Y₂O₃;

SSiC – F19 – 70 wt% SiC / 30 wt% Al₂O₃/Y₂O₃;

SSiC – F04 – 60 wt% SiC / 40 wt% Al₂O₃/Y₂O₃;

SSNF02 – 60 wt% Si₃N₄ / 40 wt% Al₂O₃/Y₂O₃;

AINF02 – 60 wt% AlN / 40 wt% Al₂O₃/Y₂O₃

For the joining of the dissimilar materials AlN-LPS-SiC-ceramics a composite foil was used consisting of 3 single foils with different compositions. The foils have a thermal expansion adapted to the joining materials. The joining tests were carried out at temperatures of $T_F = 1600\text{ °C}$; 1700 °C and 1750 °C with different holding times $t_H = 30\text{ min}$ and 60 min . The joining zones are homogeneous and have a low porosity. A ceramic joint has been created between the joining partners (Fig. 4). Problematic, however, was the joining of the dissimilar materials AlN-LPS-SiC at $T_F = 1750\text{ °C}$ and $t_H = 30\text{ min}$. The failure occurred in the LPS-SiC due to the creation of SiAlON – crystals on the side of AlN. The joints of ceramic structures show different expansion behaviours, as well (Fig. 5).

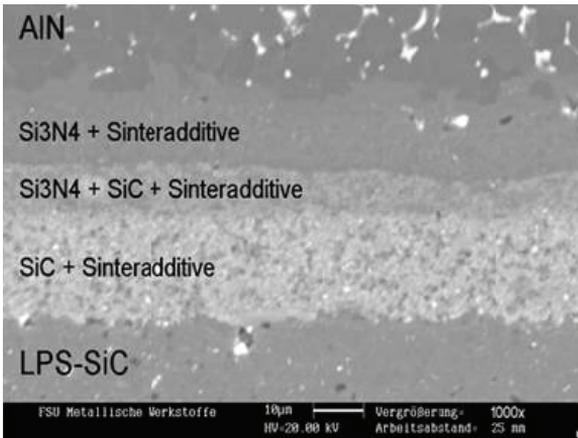


Fig. 4 SEM-image of joint – LPS-SiC / foil laminate / AIN; $T_F = 1700\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$

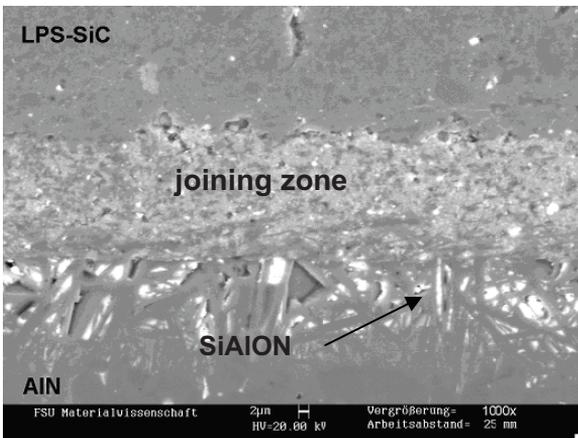


Fig. 5 SEM-image of joint – LPS-SiC / foil laminate / AIN; $T_F = 1750\text{ °C}$; $t_H = 30\text{ min}$

These results serve as a platform for a manufacturing procedure of large-sized and complex components from different segments with multifunctional characteristics profiles. So *e.g.* components with a channel structure, which are used as cooling systems in high-temperature surroundings, can be joined (Fig. 6 and 7). Another technical application is the realisation of heating systems with defined temperature gradients. These gradients show high temperature differences which are problematic for temperature-sensitive materials. The realisation of dissimilar material joints from non-oxide ceramics enables the manufacture of a ceramic heating conductor of different materials. Through direct control of the electric resistance a zone furnace can be realised which can create different temperature zones at the same time and thus defined temperature gradients through one control circuit.



Fig. 6 Ceramic heat exchanger made of AlN with meander-like structure

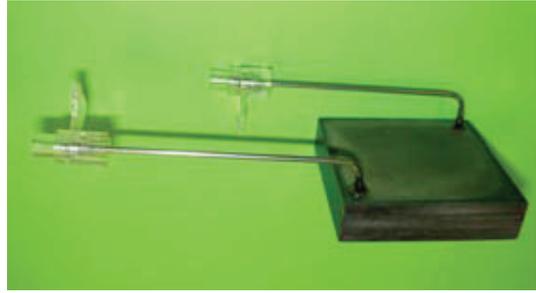


Fig. 7 Joined ceramic heat exchanger made of AlN (50 x 50) mm²

Joining of stainless steel with Al-Mg alloy without interlayers

The diffusion welding of X5CrNi18-10 with AlMg3 without interlayers was under examination. For technical applications AlMg3 cannot be soldered due to the creation of intermetallic phases in the joining zone which lead to a material failure.

A surface treatment is necessary to achieve high-quality dissimilar materials joints in the joining process without interlayers. On the one hand a surface adaptation of the joining area is necessary, on the other hand these surfaces tend to oxidise. The occurring oxidation or barrier layers impede the diffusion welding processes and have to be removed. The surfaces of the materials were machined and average roughness heights of $0.06 \mu\text{m} \pm 0.02 \mu\text{m}$ for AlMg3 and $0.04 \mu\text{m} \pm 0.01 \mu\text{m}$ for X5CrNi18-10 could be achieved.

An essential joining criterion is the expansion behaviour of the different joining partners. Heating as well as cooling curves were considered in order to determine the linear thermal expansion coefficient. The results of the examinations showed clearly that the different thermal expansion behaviour of both materials has a significant impact on the stress conditions rather than the heating and cooling behaviour. Hysteresis effects could not be detected. At a temperature of $T = 500 \text{ }^\circ\text{C}$ the difference in expansion is $\Delta\alpha_{(20 \dots 500)^\circ\text{C}} = 13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Qualitative examinations of the created joints were carried out in order to evaluate the joining processes varying the parameters joining temperature T_F and holding time t_H . The joining temperature was lower than the lowest melting point of the joining partners. In this case lower than $600 \text{ }^\circ\text{C}$ - the melting point of AlMg3. The joining took place at $T_F = 450 \text{ }^\circ\text{C}$, $500 \text{ }^\circ\text{C}$ and $550 \text{ }^\circ\text{C}$. The examinations showed that the optimal joining parameters for the manufacture of substance-to-substance joints are $T_F = 500 \text{ }^\circ\text{C}$ and $t_H = 60 \text{ min}$. A homogeneous connection to the joining materials could be achieved (Fig. 8). The joining zone is interspersed with intermetallic phases.

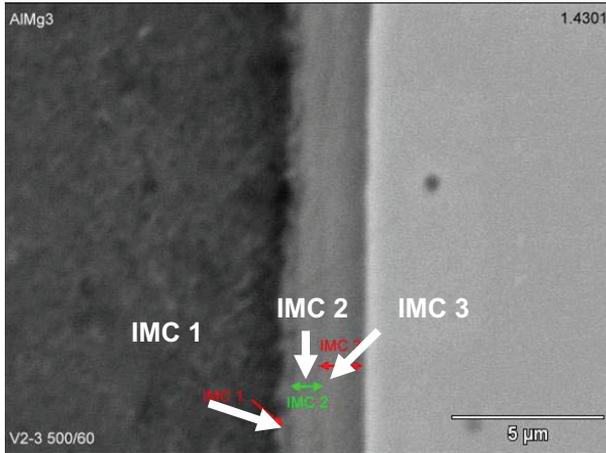


Fig. 8 SEM-image of joint – AlMg3 / X5CrNi18-10; $T_F = 500$ °C; $t_H = 60$ min; joining zone with intermetallic phases

Furthermore, SEM examinations showed that the joining zone itself consists of at least two different intermetallic phases (FeAl_3 and Fe_2Al_5). Diffusion processes of the individual elements of the joining materials could be proved by means of EDX-line scans and spot analyses within the joining zones on selected dissimilar material joints. Additionally it became clear that a longer holding time t_H does have impact on the growth of the joining zone (Fig. 9), but the element concentration in the examined the joining zone remains almost constant. EDX spot analyses proved the existence of two intermetallic Fe-Al-phases with varying element composition. A third phase could not be proved by means of EDX analyses.

Joining examinations in the vacuum at 2×10^{-5} mbar did not show an oxidation on the material surfaces. Oxidation layers were broken up and their regeneration prevented. The material surfaces are metallic bright. Joining examinations in the fore-vacuum showed that the joining areas significantly tended to oxidise. The oxide layers worked as diffusion barriers. The joint's strength did not meet the requirements.

A further qualitative consideration of the joining results was the determination of the shear strength at compression and the micro hardness gradients in the joining zones and adjacent areas as a function of the joining temperature T_F and the holding time t_H . The highest shear strength at compression could be determined for the joining parameters $T_F = 450$ °C and $t_H = 60$ min with $\tau = 156.60 \pm 28.75$ MPa as well as $T_F = 500$ °C and $t_H = 30$ min with $\tau = 149.58 \pm 17.11$ MPa. The micro hardness gradients clearly showed that a longer holding time t_H results in a significant increase of the hardness values within the joining zone. Maximum hardness values of up to 856.6 HV0.01 on the side of X5CrNi18-10 and 749.5 HV0.01 on the side of AlMg3 could be determined for the dissimilar materials joint at a joining temperature of $T_F = 500$ °C and a holding time of $t_H = 360$ min. Additionally, the highest

hardness increase could be detected on the side of X5CrNi18-10 directly before the joining zone.

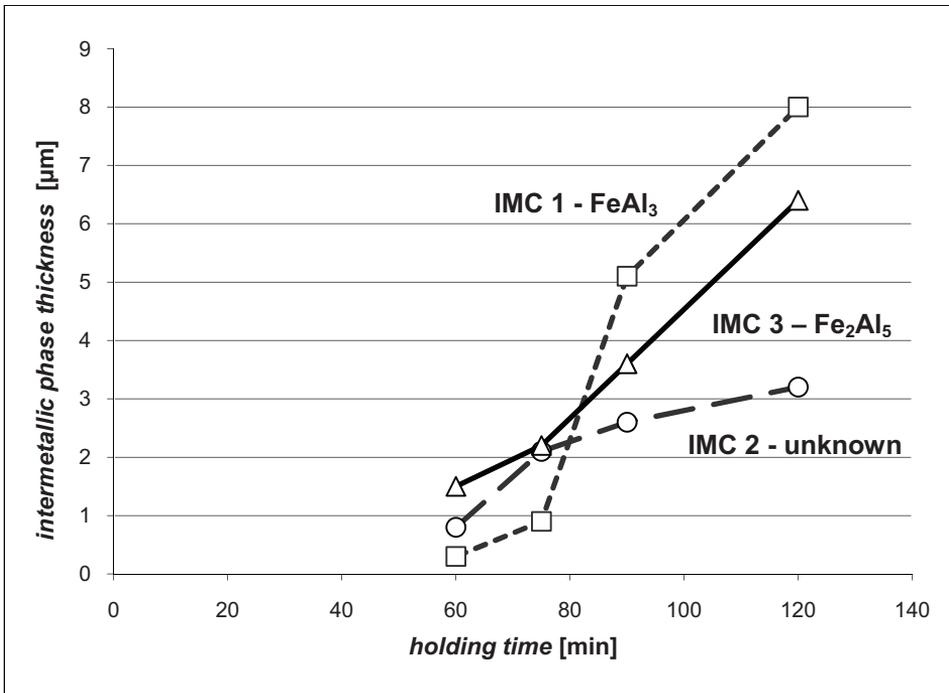


Fig. 9 Layer thickness growth of the intermetallic Fe-Al-phases (IMC's) depending on the holding times t_H and constant joining temperature $T_F = 500\text{ }^\circ\text{C}$

Dissimilar materials joints made of X5CrNi18-10 and AlMg3 are needed for technical applications as construction and functional materials in the field of nuclear technology. The joining zone must not be influenced by additional alloy elements in order to guarantee a high safety standard. A substance-to-substance joining without interlayers (solders) becomes necessary in order to prevent a possible material failure in the joining zone. Through the joining in the solid state and the optimisation of the joining parameters a joint strength and ageing resistance can be achieved which is similar to the base material. This is an essential condition in order to meet the quality requirements for applications in the aerospace industry or for material joints in nuclear technology.

KOKKUVÕTE

Erinevate metalsete, keraamiliste ja räni baasil materjalide liitmine omavahel ja teiste materjalidega pakub liitmistehnoloogiate valdkonnas teadlastele suurt väljakutset. Peamine tähelepanu on pööratud liiteprotsessi stabiilsusele, korratavusele ning majanduslikule efektiivsusele. Eesmärgiks on liidetavate materjalide parimate omaduste kombinatsiooni saavutamine samas liites. Erinevate materjalide liitmisel tekivad liitetsoonis gradient-omadused, näiteks muutuv keemiline koostis või joonpaisumistegur, poorsus ja tugevusomadused. Seni on maailmas rohkem uuritud ja kasutatud sarnaste materjalide liitmist (metall-metalliga, keraamika-keraamikaga), ning aatomsideme tüübilt erinevate materjalide (keraamika-metalliga) liitetehnoloogiaid on pälvunud vähem tähelepanu.

Uurimistöö eesmärk oli tehnoloogiliste lahenduste leidmine mitteoksiidkeraamika liitmiseks omavahel ja metallisulamitega (roostevaba teras ja alumiiniumisulamid) läbi süsteemse ja rakendustele suunatud käsitluse. Metallisulamitest X5CrNi18-10 ja AlMg3 on hinnatud konstruktsioonimaterjalid. Nad on tugevad, kergekaalulised ning korrosioonikindlad. Keraamilisi materjale kasutatakse tavaliselt kõrgetemperatuursetes rakendustes.

Difusioonkeevitus e. survekeevitus on erinevatest materjalidest liidete valmistamiseks väga uuenduslik. Kõrgtugevate materjali-liidete valmistamise protsess põhineb tahkise difusiooninähtuse kasutamises. Difusioonkeevitus võimaldab luua erinevaid materjalide kombinatsioone, mille liitmine teadaolevate vahekihtide kasutamiseга ei ole olnud võimalik.

Käesolevas töös käsitletakse tehnoloogiaid mitteoksiidsete keraamiliste materjalide liitmiseks omavahel vahekihte kasutades ja nende liitmist metallidega, sh. mitteraudmetallidega.

Käesoleval uurimistööl põhinev patent (DE102008040260A1 15.01.2009) kuulub IFW Jenale ja Dresdeni Fraunhoferi IKTS Instituudile. Patent on seotud keraamiliste vahekihtide materjalide ja liitmistehnoloogiaga. Uuriti erinevaid vahekihtide materjale ning leiti sobivad tehnoloogilised parameetrid:

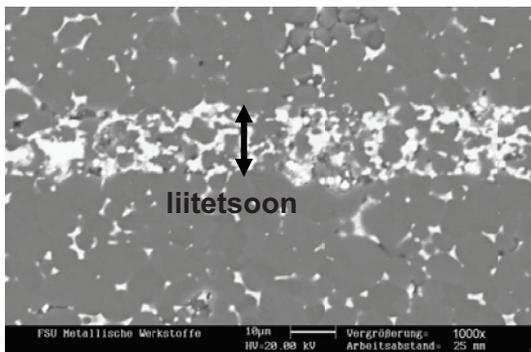
- mitteoksiidkeraamiliste materjalide (räninitriid, ränikarbiid ja alumiiniumnitriid) liitmine üksteisega ja omavahel vahekihte kasutades
- roostevaba terase liitmine alumiiniumsulamiga vahekihte kasutamata.

Püstitati järgmised eesmärgid:

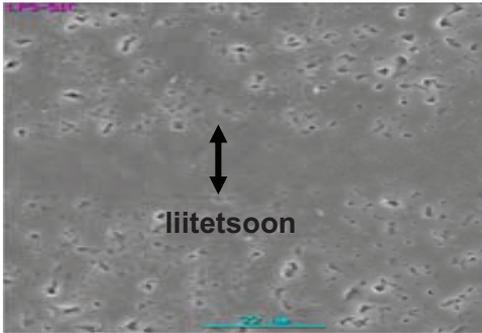
- kõrgtugevate, madalate jääkpingetega vaakumtihedate liidete tootmine;
- keraamiliste liidete vastupidavus temperatuurile üle 1200 °C;
- intermetalsete faaside minimeerimine (metall/mitteraudmetall-liited);
- liitetemperatuuri T_F ja liiteaja t_H mõju väljaselgitamine funktsionaalsetele omadustele;
- liitetehnoloogiliste parameetrite optimeerimine ja valik.

Mitteoksiidse keraamika (SiC, SSN ja AlN) vahekihtidega liitmine

Mitteoksiidkeraamika liitmine on keeruline tulenevalt kompleksnähtustest liiteprotsessi käigus. Difusioonkeevitust kasutatakse SiC, Si₃N₄ ja AlN puhul, mis säilitab põhikeraamika head omadused. Difusioonkeevitatud keraamika erineb joodetud, liimitud või paagutatud keraamikast just oma vastupidavuse poolest kõrgetele temperatuuridele (1400 °C) kombineerituna suure tugevuse ja vaakumtihedusega. Siinkohal on määrava tähtsusega suure tugevusega liite saamiseks sarnased või sobiva koostisega keraamilised jootefooliumid (vahekihid), mis sisaldavad õiges koguses erinevaid paagutuslisandeid. Difusioonkeevituse korral tekib liide paagutuslisandite sisalduse tasakaalustamise teel keraamilise vahekihi (fooliumi) ja keraamika vahel. Fooliumi ülesandeks on ühtlasi ka põhimaterjali pinnakareduse, kompenseerimine, mis muudab kuluka pinnatöötluste mittevajalikuks. Fooliumide soojuspaisumine kohandatakse keraamiliste materjalide omaga ning tänu neile saadakse madalate jääkpingetega liide. Optimeeritud parameetrid tagavad homogeense, pragudeta ja madala poorsusega keraamilise liitetsooni (sele 1 ja 2). Liitetsoonide laius on <40 µm. Liitetsooni omadused on sarnased liidetava keraamika omadustega. Keraamilised liited on kõrgetele temperatuuridele vastupidavad ning nende tugevus säilis ka temperatuuridel 20 °C, 1000 °C ja 1400 °C läbi viidud katsetel. Liidetud keraamika puhul saavutati vaakumtihedus 10⁻⁷ mbar s⁻¹. Liited on ka gaasitihedad.

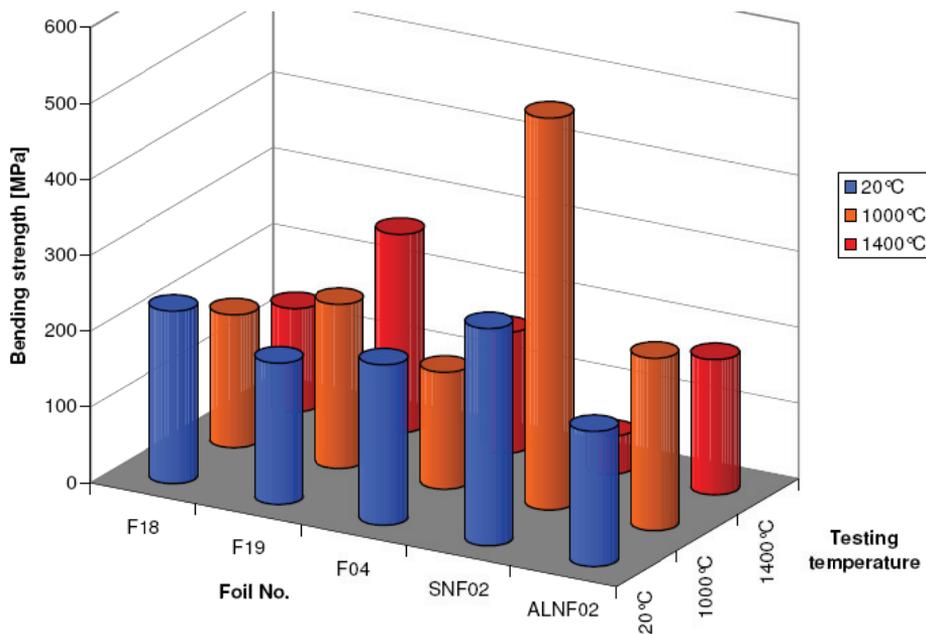


**Sele 1. Liite AlN/foolium AlN F02/AlN mikrostruktuur (SEM kujutis);
T = 1700 °C; t_H = 30 min (SEM kujutis)**



Sele 2. Liitetsooni mikrostruktuur-ristlõige (SEM kujutis) LPS-SiC-keramiline liide LPS-SiC-fooliumiga ($T_F = 1800\text{ °C}$)

Liitmine teostati temperatuuril $T_f = 1500\text{ °C}$; 1600 °C ja 1700 °C hoidmisajaga $t_H = 30\text{ min}$ argooni keskkonnas. Difusioonkeevituse protseduuri sobivus spetsiaalsete vahekihtidega mehaaniliselt stabiilsete keramiliste liidete tootmiseks sai kinnitust.



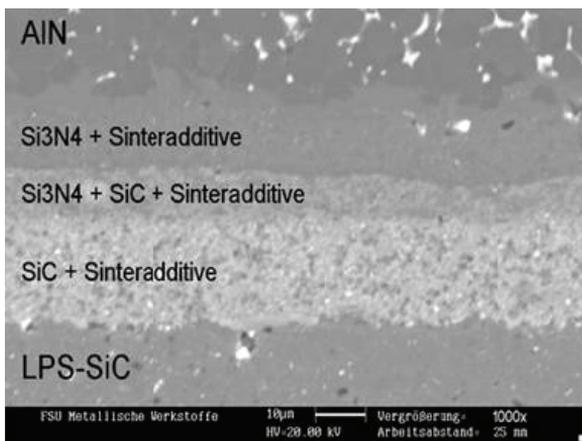
Sele 3. Paindetugevus 4-punkti paindekatses 20 °C , 100 °C ja 1400 °C juures

- SSiC – F18 – 30 % SiC / 70 % $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$
- SSiC – F19 – 70 % SiC / 30 % $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$
- SSiC – F04 – 60 % SiC / 40 % $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$
- SSNFO2 – 60 % Si_3N_4 / 40 % $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$
- AINFO2 – 60 % AlN / 40 % $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$

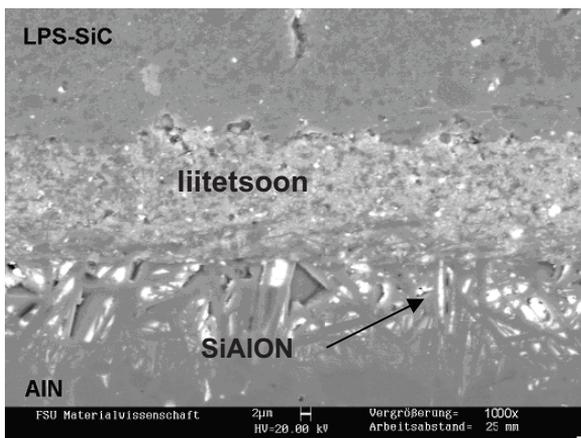
Mitteoksiidkeraamika vahekihtideta difusioonkeevitamisel oli võimalik temperatuuri langetada 300 °C-ni. Puudub vajadus kasutada kaitsegaasina lämmastikku. Liitmistemperatuuri saab veel alandada kasutades liitmisfooliumis paagutuslisandina SiO₂. Saavutatavad tugevusomadused ja vahekihtide morfoloogia seavad siiski piirid nende fooliumide kasutamisele.

Saadud liidete nihketugevus survel on kuni 140 MPa. Toodetud keraamiliste liidete näidised on vee- ja gaasitihedad. Keraamilistele liidetele rakendatavad maksimaaltemperatuurid on üle 1200 °C ning sõltuvalt olulisel määral liitefooliumide koostisest. Paindetugevust 4-punkti paindekatsel uuriti temperatuuridel 20 °C, 1000 °C ja 1400 °C (sele 3). SiC ja AlN on suure tugevusega temperatuuril kuni 1400 °C, kuid ränitriid (SiN) kaotab tugevuse keraamika lagunemise tõttu õhu keskkonnas.

AlN-LPS-SiC-keraamika liitmiseks kasutati komposiitfooliumi, mis koosnes kolmest erineva koostisega fooliumist (sele 4). Fooliumide soojuspaisumine on kohandatud liidetavate materjalide omaga. Liitmiskatsed viidi läbi temperatuuridel $T_F=1600$ °C, 1700 °C ja 1750 °C rakendades erinevaid seisutusaegu 30 ja 60 min. Liitetsoonid olid homogeensed ja madala poorsusega. AlN-LPS-SiC liitmine temperatuuril 1750 °C seisutusajaga 30 min. osutus probleemseks. LPS-SiC liide purunes, kuna AlN poolel tekkisid SiAlON kristallid. Liite erinevatel struktuuriosadel on erinevad joonpaisumistegurid (sele 5).



Sele 4. Liite mikrostruktuuri SEM-kujutis LPS-SiC fooliumlaminaat/AlN; $T_F = 1700^\circ\text{C}$; $t_H = 30$ min (SEM-kujutis)



Sele 5. Liite LPS-SiC/fooliumlaminaat/AIN mikrostruktuuri SEM-kujutis;
 $T_F = 1750^\circ\text{C}$; $t_H = 30$ min.

Saadud tulemusi on võimalik rakendada erinevatest materjalidest keeruliste ja suuremõõtmeliste multifunktsionaalsete omadustega komponentide tootmiseks. Näiteks sisemiste jahutuskanalitega komponendid, mida kasutatakse kõrge temperatuuriga keskkondades (sele 6 ja 7).

Veel võib näitena tuua etteantud temperatuurigradiendiga kuumutusseadmed. Gradiendid näitavad temperatuuri kõikumist kõrgel kuumusel, mis on probleemne temperatuuritundlike materjalide puhul. Mitteoksiidkeraamikast erinevate materjaliliidete loomine võimaldab toota erivatest materjalidest keraamilisi soojusjuhte. Kontrollides kihi (kihtide) elektritakistust saab tekitada kuumutusahjus keskkonna, milles on samaaegselt erinevaid temperatuuritsoone ja seega etteantud temperatuuri gradiente ühe juhtahela abil.



Sele 6. Lookleva kujuga AIN-keraamiline soojusvaheti



Sele 7. Liidetetehnoloogia abil valmistatud AIN soojusvaheti mõõtmetega 50 x 50 mm²

Roostevaba terase ja alumiiniumsulami vahekihtideta liitmine

Uuriti sulamite X5CrNi18-10 ja AlMg3 vahekihtideta difusioonkeevitust. Tehniliste rakenduste jaoks ei saa AlMg3 joota, kuna liitmistsoonis tekivad materjali purunemist põhjustavad intermetalsed faasid.

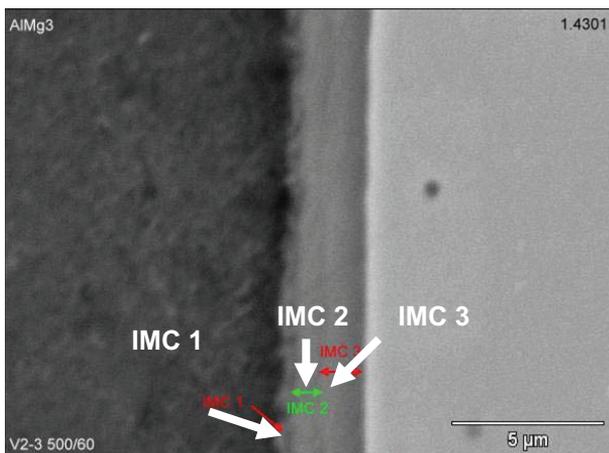
Kõrgekvaliteedilise erinevatest materjalidest vahekihtideta liidete saamiseks on vajalik pinnatöötlus. Üheltpoolt on vajalik liitmispiirkonna pindade vastastikune kohandamine, teiselt poolt kipuvad need pinnad oksüdeeruma. Oküdeerumine loob barjäärikihte ja takistab difusioonkeevituse protsessi ning seepärast tuleb materjali pinnakiht eemaldada. Materjalide pindu töödeldi mehaaniliselt ning saavutati pinnakaredus $0.06 \mu\text{m} \pm 0.02\mu\text{m}$ AlMg3 puhul ja $0.04\mu\text{m} \pm 0.01\mu\text{m}$ X5CrNi18-10 puhul.

Erinevate joonpaisumisteguritega materjalide liitmisel on kõige olulisemaks joonpaisumine. Joonpaisumisteguri kindlaksmääramisel arvestati kuumutamise ja jahtumiskõveraid. Katsete tulemused näitasid selgelt, et liitematerjalide erineval soojuspaisumisel on oluline mõju liite koormustaluvusele, kuid vähemärgatav mõju liite käitumisele kuumutamisel ja jahutamisel. Temperatuuril $500 \text{ }^\circ\text{C}$ oli paisumise erinevus $\Delta\alpha_{(20\dots500)^\circ\text{C}} = 13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Teostati toodetud liidete kvaliteedi kontroll hindamaks tehnoloogiliste parameetrite temperatuuri T_f ja seisutusaja t_H muutmise mõju. Liitetemperatuur oli madalam liidetavate materjalide madalamast sulamistemperatuurist, antud juhul madalam kui $600 \text{ }^\circ\text{C}$, mis on AlMg-sulami sulamistemperatuur. Liitmine toimus temperatuuril $450 \text{ }^\circ\text{C}$, $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ja $550 \text{ }^\circ\text{C}$. Katsed näitasid, et liidete tootmiseks on optimaalsed parameetrid $T_f = 500 \text{ }^\circ\text{C}$ ja $t_H = 60 \text{ min}$. Liidetud materjalidel saavutati homogeenne liide (sele 8). Liitmistsooni moodustasid intermetalsed faasid (sele 9).

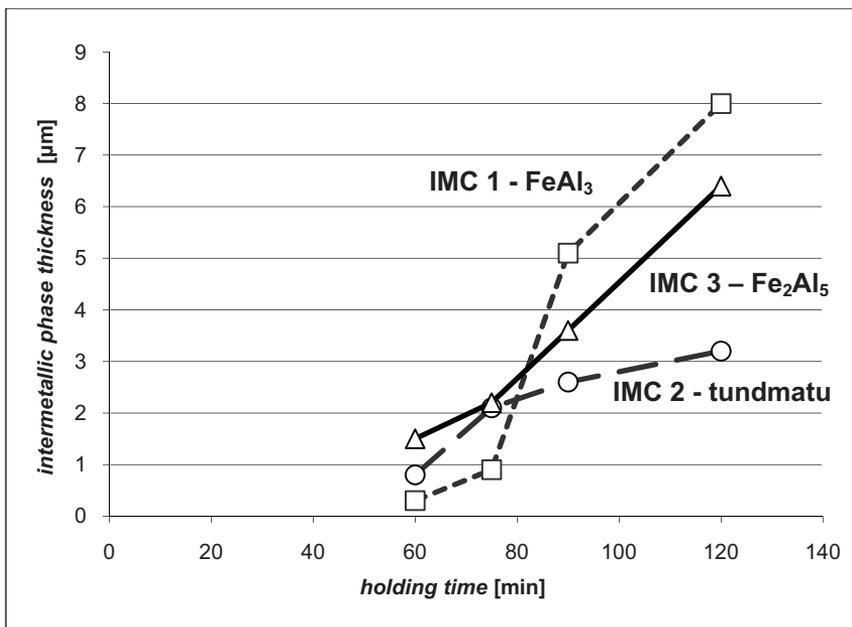
SEM-uuringud näitasid, et liitetsoon koosneb vähemalt kahest intermetalsest faasist (FeAl_3 ja Fe_2Al_5). Liidetavate materjalide üksikute elementide difusiooniprotsessid olid tõestatud erinevate materjalide liidete puhul EDX-skanneeringute ja punktanalüüsi kaudu liitmistsoonis. Lisaks selgus, et seisutusajal on märgatav mõju liitetsooni laienemisele (sele 9), kuid elementide kontsentratsioon vaadeldud liitetsoonis jäi peaaegu konstantseks. EDX punktanalüüs kinnitas kahe erineva koostisega intermetalse Fe-Al-faasi olemasolu. Kolmanda faasi olemasolu ei olnud võimalik EDX-analüüsi abil tõestada.

Vaakumis teostatud liitmiskatsetel 2×10^{-5} mbar juures ei tuvastatud oksüdeerumist materjali pinnal. Oksiidikihid lõhuti ja nende taastumine oli takistatud. Vaatlusel oli liidetavatele materjalide pindadele omane metalne ere läige. Liitmiskatsetel madalvaakumis ilmes liidetavate pindade oksüdeerumine. Oksiidikihid toimisid difusioonbarjääradena ning saadud liidete tugevusomadused ei vastanud nõuetele.



Sele 8. Liite AlMg3/X5CrNi18-10; intermetalsete faasidega liitetsoon (SEM-kujutis); $T_F = 500\text{ }^\circ\text{C}$; $t_H = 60\text{ min}$

Liidete kvaliteeti uuriti ka survenihkekatsete abil ning mikrokõvaduse gradiendi määramisega liitmistsoonides ja nende vahetus läheduses ning näidati nende sõltuvus temperatuurist ja seisutusajast. Kõrgeim nihketugevus survele saadi parameetritel $T_f = 450\text{ }^\circ\text{C}$ ja $t_H = 60\text{ min}$, millele vastas nihketugevus survele $\tau = 156.60 \pm 28.75\text{ MPa}$, samuti $T_f = 500^\circ\text{C}$ ja $t_H = 30\text{ min}$ millele vastas nihketugevus $\tau = 149.58 \pm 17.11\text{ MPa}$. Mikrokõvaduse gradiendid näitasid selgelt, et pikema seisutusajaga kaasneb kõvaduse märkimisväärne kasv liitetsoonis. Maksimaalsed kõvaduse väärtused (kuni 856.6 HV0.01) mõõdeti X5CrNi18-10 poolel ja 749.5 HV0.01 AlMg3 poolel. Antud juhul kasutati temperatuuril $500\text{ }^\circ\text{C}$ seisutusaega 360 min . Peab märkima, et suurima kõvadus oli sulami X5CrNi18-10 poolel, vahetult liitetsooni kõrval.



Sele 9. Intermetalse Fe-Al-faasi kihi paksuse kasv sõltuvalt seisutusajast t_H ja püsivast liitetemperatuurist $T_F = 500$ °C

Erinevate metalsete materjalide liiteid kasutatakse erinevates tehnilistes rakendustes, tüüpiliselt konstruktsioonimaterjalina tuumatehnoloogia valdkonnas. Kõrgetest ohutusnõuetest tulenevalt ei tohi liitetsoonis olla ega omadusi mõjutada legerivad lisandid. Vahekihtideta liitmine (difusioonkeevitus) on vajalik vältimaks materjali purunemist liitekohas. Tahkes olekus liitmise ja liiteparameetrite optimeerimise läbi saavutatakse baasmaterjalile ligilähedane liite tugevus ja vastupidavus. See on oluline tingimus kvaliteedinõuete tagamiseks kosmosetööstuses või materjalide liitmisel tuumatehnoloogia valdkonnas.

PUBLICATIONS AND APPROBATION

1. Dahms, S.; Zimmermann, E.; Köhler, G.
Glasfolien mit niedrigem thermischen Längenausdehnungskoeffizienten für die Fügechnik.
In: Tagungsband LÖT 1998, 5. Internationales Kolloquium Hart- und Hochtemperatlöten und Diffusionsschweißen, 16. – 18.06.1998 in Aachen, S. 320-321
2. Dahms, S.; Neuhäuser, M.; Furche, Th.; Zimmermann, E.; Köhler, G.
Folien für den Fügeprozess.
In: J. Heinrich; G. Ziegler, W. Hermel „Werkstoffwoche 1998“, Band VII, Symposium 9 Keramik, WILEY – VCH Weinheim – New York – Chichester – Brisbane – Singapore – Toronto, S. 147–152
3. M. Neuhäuser; T. Furche; S. Dahms; G. Köhler
Fügefolien aus Keramik, Glas und Glasskeramik.
In: DVS – Berichte (204) 1999, Schweißen und Schneiden, Große Schweißtechnische Tagung in Weimar vom 15. - 17.9.1999, S. 105-109
4. Dahms, S.; Neuhäuser, M.; Furche, Th.; Zimmermann, E.; Köhler, G.
Folien für den Fügeprozess.
In: Tagungsband DGM – Jahrestagung „Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde“, TU Hamburg-Harburg vom 05.-7.10.1999, WILY-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 1999, S. 722-729
5. Dahms, S.; Basler, U.
Entwicklung von innovativen Werkstoffen mit geringem Ausdehnungskoeffizienten über die Folientechnik.
75. Glastechnische Gesellschaft (DGG), 21. - 23.05.2001, Wernigerode, S. 297-300
6. Neuhäuser M.; Furche Th.; Dahms St.
Joining inorganics, non-metallic materials with different coefficients of thermal expansion using gradient tapes.
In: Zeitschriftenaufsatz: Welding and Cutting, (2002) 2, S. 108-111
7. Neuhäuser M.; Furche Th.; Dahms St.
Verbinden anorganischer, nichtmetallischer Werkstoffe mit unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten mittels Gradientenfolien.
In: Zeitschriftenaufsatz: Schweißen & Schneiden DVS, Jahrgang 54 (2002) 3, S. 128–131

8. Dahms, S.; Madry, Ch.; Basler, U.; Köhler, G.
Diffusionsschweißen – ein alternatives Fügeverfahren, Chancen und Grenzen für innovative Werkstoffverbunde.
In: Tagungsband LÖT 2004, 7. Internationales Kolloquium Hart- und Hochtemperaturlöten und Diffusionsschweißen, 15. – 17.6.2004 in Aachen, DVS-Bericht 231, S. 96 – 101
9. Dahms, S.; Basler, U.; Köhler, G.
DIFFUSION WELDING – AN ALTERNATIVE JOINING PROCEDURE, CHANCES AND LIMITATIONS FOR EXEMPLARY APPLICATIONS.
1. South-East European Welding Congress; Welding and Joining Technologies for a Sustainable Development and Environment, Romania - Timisoara, 24 - 26th May 2006, Tagungsband: Proceedings, Plenary Session and Section “Joining processes”, p. 203 - 211
10. Dahms, S.; Basler, U.; Köhler, G.
Substance-to-substance joining of crystals, glasses and glass ceramics.
15TH International BALTIC CONFERENCE ENGINEERING MATERIALS & TRIBOLOGY BALTMATTRIB 2006; 5.-6.10.2006, Tallinn / ESTONIA
In: Abstract p. 46
11. Dahms, S.; Basler, U.; Sändig, S.
Diffusionsschweißen von Borosilicatglas und Quarzglas.
Jahrbuch Schweißtechnik 2009, DVS – Verlag Düsseldorf, 10/2008, S.48-56
12. Patent DE 10 2008 040 260 A1 2009.01.15
Diffusionsgefügtetes keramisches Bauteil und Verfahren zu seiner Herstellung.
Martin, Hans-Peter, 01705 Freital, DE; Richter, Hans-Jürgen, 01257 Dresden, DE; Dahms, Steffen, 07745 Jena, DE, Offenlegungsschrift 15.1.2009
13. Dahms, S.; Basler, U.; Kulu, P.; Veinthal, R.; Basler, U.; Sändig, S.
Substance-to-Substance Joining of Quartz Glass. Proc. Estonian Acad. Sci. Eng., 2009, 15, 2, p.131-142
14. Dahms, S.; Basler, U.; Gemse, F.
Diffusionsschweißen – ein innovatives Fügeverfahren für Werkstoffverbunde mit unterschiedlichen Eigenschaftsprofilen.
17. Internationale Fachmesse Schweißen und Schneiden 2009, Messe Essen, 14.-19.09.2009, Verlag DVS-Media, Tagungsband 258, 2009, S.54-59

15. Dahms, S.; Gemse, F.; Basler, U.; Martin, H.-P.; Triebert, A.; Richter, H.-J.
Diffusion joining of silicon nitride ceramics.
18TH International BALTIC CONFERENCE ENGINEERING
MATERIALS & TRIBOLOGY BALTMATTRIB 2009; 22.-23.10.2009,
Tallinn / ESTONIA,
In: Abstract p. 69

16. Dahms, S.; Gemse, F.; Basler, U.; Martin, H.-P.; Triebert, A.; Richter, H.-J.
Diffusion joining of silicon nitride ceramics.
Proc. Estonian Acad. Sci. Eng., 2009, 15, 4, p. 301-308

17. Dahms, S.; Basler, U.; Gemse, F.
Diffusionsschweißen – ein innovatives Fügeverfahren für
Werkstoffverbunde mit unterschiedlichen Eigenschaftsprofilen.
In: Schweißen und Schneiden 62 (2010), Heft 1, Verlag DVS Media GmbH,
S. 47-48

18. Dahms, St.; Basler, U.; Gemse, F.; Martin, H.-P.; Richter, H.-J.; Triebert, A.
Diffusionsfügen von Keramiken.
DKG-Jahrestagung 2010 und Symposium Hochleistungskeramik 2010,
Hermsdorf, 24. März 2010

19. Dahms, S.; Basler, U.
Diffusionsschweißen von Gläsern und Glaskeramiken.
8. Symposium Zukunft Glas – von der Tradition zum High-Tech-Produkt,
21.-22.04.2010 in Zwiesel, OTTI Tagungsband 2010, Schwerpunkt:
Optisches Glas, S. 101-110

20. Dahms, S.; Kulu, P.; Veinthal, R.; Basler, U.
Joining of CrNi-steel and AlMg-alloy without interlayers.
Proc. Estonian Acad. Sci. Eng., 2010, 16, 4, p. 273-284

CURRICULUM VITAE

1. Personal data

Name Steffen Dahms
Date and place of birth 04.08.1967 in Jena, Germany

2. Contact information

(private)
Address Gustav-Fischer-Str.16a, 07745 Jena, Germany
Phone 0049-3641-210 646,
E-mail stdahms@t-online.de

Address Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und
Werkstoffprüfung GmbH
Otto-Schott-Str.13, 07745 Jena
Phone 0049-3641-204 119
E-mail sdahms@ifw-jena.de

3. Education

Education institution	Graduation year	Education (field of study/degree)
POS - Fichte School Jena	1984	Secondary school
Vocational Training School Schott-Zeiss Jena	1987	Physics laboratory assistant
Engineer College Hermsdorf	1992	Engineer for Sinter Technology (Ing.)
University of Applied Sciences Jena	1994	Material Technology Dipl.-Ing.(FH)
Tallinn University of Technology	2007	Master of Science M.Sc.

4. Knowledge of languages

Languages	Level
German	mother tongue
English	low

5. Special Courses

Period	Educational or other organisation
04/1995 - 03/1996	IFW-EWS (European Economy School) Jena engineer training (material testing, joining procedures, laser applications, economy and law)

6. Professional Employment

Period	Organisation	Position
1987 - 1989	Jenaer Glaswerk GmbH	physics laboratory assistant
1994 - 1995	Jenaer Glaswerk GmbH	engineer
1996 till this day	Günter-Köhler- Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH	Project manager / researcher and assistant department manager joining technology

7. Scientific Work

Jenaer Glaswerk GmbH – Project management: Coating (Sol-Gel-layers), Colouring and joining of glasses

8. Defended Theses

- Manufacturing and chemical physical characterisation of coloured alkali borosilicate glasses as well as the manufacturing of application samples in form of beams.
- Sol-Gel-Glass layers on domestic glasses.
- Comparative study for soldering and diffusion welding of glasses and glass ceramics with low thermal expansion.

9. Main areas of scientific work/Current research topics

Natural Sciences and Engineering, Process and Joining Technology and Materials Science (crystals, glasses, glass ceramics, ceramics and metals)

10. Other research projects

- Development of glass foils with low linear thermal expansion coefficient (1996 – 1997)
- Joining of glasses and ceramics with low expansion coefficient (1998 - 1999)
- Development of innovative materials with low expansion coefficient by means of foil casting technology (1998 – 1999)
- Joining of selected materials by means of gradient foils (1998 – 2000)
- Embossing foils (2001 – 2003)
- Diffusion welding of optical components for high-performance optics, for vacuum technology and for laser applications (2002 – 2004)
- Diffusion welding and procedure optimisation of metal, ceramics and glass assemblies (2003 – 2005)
- Thermal joining of thin-walled and foamed steel components using filler materials melting at low temperatures (2008 – 2010)
- Qualification of welding processes for high - tech applications (2006 – 2008)
- Diffusion joining of ceramics (2008 -2011)
- Development of procedures for the diffusion welding of materials with different properties (2009 – 2011)
- Manufacture of large-area glass joints for optical applications (2010 – 2011)
- Fundamental research (1996 – 2006)

Project management and work in industrial research

- Feasibility study for the joining of CERAN (1998)
- Feasibility study and sample manufacturing of laser base plates (2000 – 2001)
- Diffusion welding of heat conduction foils for aerospace industry (1. Generation / 2001 – 2003)
- Diffusion welding of heat conduction foils for aerospace industry (2. Generation / 2003 – 2004)
- Feasibility study for the diffusion welding of IR – glasses for aerospace industry (Status I - 2003)
- Feasibility study for the diffusion welding of IR – glasses for aerospace industry (Status II - 2004)
- Feasibility study for the diffusion welding of stainless steel with titanium for electron guns – X – Ray (2004)
- Diffusion welding of LE 102 glass ceramics (2005)
- Diffusion welding of heat conduction foils for aerospace industry (3 - 12 Generation / 2005 - 2011)

**DISSERTATIONS DEFENDED AT
TALLINN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY ON
MECHANICAL AND INSTRUMENTAL ENGINEERING**

1. **Jakob Kübarsepp.** Steel-bonded hardmetals. 1992.
2. **Jakub Kõo.** Determination of residual stresses in coatings & coated parts. 1994.
3. **Mart Tamre.** Tribocharacteristics of journal bearings unlocated axis. 1995.
4. **Paul Kallas.** Abrasive erosion of powder materials. 1996.
5. **Jüri Pirso.** Titanium and chromium carbide based cermets. 1996.
6. **Heinrich Reshetnyak.** Hard metals serviceability in sheet metal forming operations. 1996.
7. **Arvi Kruusing.** Magnetic microdevices and their fabrication methods. 1997.
8. **Roberto Carmona Davila.** Some contributions to the quality control in motor car industry. 1999.
9. **Harri Annuka.** Characterization and application of TiC-based iron alloys bonded cermets. 1999.
10. **Irina Hussainova.** Investigation of particle-wall collision and erosion prediction. 1999.
11. **Edi Kulderknup.** Reliability and uncertainty of quality measurement. 2000.
12. **Vitali Podgurski.** Laser ablation and thermal evaporation of thin films and structures. 2001.
13. **Igor Penkov.** Strength investigation of threaded joints under static and dynamic loading. 2001.
14. **Martin Eerme.** Structural modelling of engineering products and realisation of computer-based environment for product development. 2001.
15. **Toivo Tähemaa.** Assurance of synergy and competitive dependability at non-safety-critical mechatronics systems design. 2002.
16. **Jüri Resev.** Virtual differential as torque distribution control unit in automotive propulsion systems. 2002.
17. **Toomas Pihl.** Powder coatings for abrasive wear. 2002.
18. **Sergei Letunovitš.** Tribology of fine-grained cermets. 2003.
19. **Tatyana Karaulova.** Development of the modelling tool for the analysis of the production process and its entities for the SME. 2004.
20. **Grigori Nekrassov.** Development of an intelligent integrated environment for computer. 2004.
21. **Sergei Zimakov.** Novel wear resistant WC-based thermal sprayed coatings. 2004.
22. **Irina Preis.** Fatigue performance and mechanical reliability of cemented carbides. 2004.
23. **Medhat Hussainov.** Effect of solid particles on turbulence of gas in two-phase flows. 2005.
24. **Frid Kaljas.** Synergy-based approach to design of the interdisciplinary systems. 2005.
25. **Dmitri Neshumayev.** Experimental and numerical investigation of combined heat transfer enhancement technique in gas-heated channels. 2005.
26. **Renno Veinthal.** Characterization and modelling of erosion wear of powder composite materials and coatings. 2005.

27. **Sergei Tisler**. Deposition of solid particles from aerosol flow in laminar flat-plate boundary layer. 2006.
28. **Tauno Otto**. Models for monitoring of technological processes and production systems. 2006.
29. **Maksim Antonov**. Assessment of cermets performance in aggressive media. 2006.
30. **Tatjana Barashkova**. Research of the effect of correlation at the measurement of alternating voltage. 2006.
31. **Jaan Kers**. Recycling of composite plastics. 2006.
32. **Raivo Sell**. Model based mechatronic systems modeling methodology in conceptual design stage. 2007.
33. **Hans Rämmal**. Experimental methods for sound propagation studies in automotive duct systems. 2007.
34. **Meelis Pohlak**. Rapid prototyping of sheet metal components with incremental sheet forming technology. 2007.
35. **Priidu Peetsalu**. Microstructural aspects of thermal sprayed WC-Co coatings and Ni-Cr coated steels. 2007.
36. **Lauri Kollo**. Sinter/HIP technology of TiC-based cermets. 2007.
37. **Andrei Dedov**. Assessment of metal condition and remaining life of in-service power plant components operating at high temperature. 2007.
38. **Fjodor Sergejev**. Investigation of the fatigue mechanics aspects of PM hardmetals and cermets. 2007.
39. **Eduard Ševtšenko**. Intelligent decision support system for the network of collaborative SME-s. 2007.
40. **Rünno Lumiste**. Networks and innovation in machinery and electronics industry and enterprises (Estonian case studies). 2008.
41. **Kristo Karjust**. Integrated product development and production technology of large composite plastic products. 2008.
42. **Mart Saarna**. Fatigue characteristics of PM steels. 2008.
43. **Eduard Kimmari**. Exothermically synthesized B₄C-Al composites for dry sliding. 2008.
44. **Indrek Abiline**. Calibration methods of coating thickness gauges. 2008.
45. **Tiit Hindreus**. Synergy-based approach to quality assurance. 2009.
46. **Karl Raba**. Uncertainty focused product improvement models. 2009.
47. **Riho Tarbe**. Abrasive impact wear: tester, wear and grindability studies. 2009.
48. **Kristjan Juhani**. Reactive sintered chromium and titanium carbide- based cermets. 2009.
49. **Nadežda Dementjeva**. Energy planning model analysis and their adaptability for Estonian energy sector. 2009.
50. **Igor Krupenski**. Numerical simulation of two-phase turbulent flows in ash circulating fluidized bed. 2010.
51. **Aleksandr Hlebnikov**. The analysis of efficiency and optimization of district heating networks in Estonia. 2010.
52. **Andres Petritšenko**. Vibration of ladder frames. 2010.
53. **Renee Joost**. Novel methods for hardmetal production and recycling. 2010.
54. **Andre Gregor**. Hard PVD coatings for tooling. 2010.
55. **Tõnu Roosaar**. Wear performance of WC- and TiC-based ceramic-metallic composites. 2010.
56. **Alina Sivitski**. Sliding wear of PVD hard coatings: fatigue and measurement aspects. 2010.

57. **Sergei Kramanenko**. Fractal Approach for Multiple Project Management in Manufacturing Enterprises. 2010.
58. **Eduard Latõsov**. Model for the Analysis of Combined Heat and Power Production. 2011.
59. **Jürgen Riim**. Calibration Methods of Coating Thickness Standards. 2011.
60. **Andrei Surzhenkov**. Duplex Treatment of Steel Surface. 2011.