(19) Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2017 120 815 A1** 2019.03.14

(12) # Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2017 120 815.1**
(22) Anmeldetag: **08.09.2017**
(43) Offenlegungstag: **14.03.2019**

(51) Int Cl.: ***B23K 20/02*** (2006.01)

(71) Anmelder:
Karlsruher Institut für Technologie, 76131 Karlsruhe, DE

(74) Vertreter:
Fitzner & Frese PartGmbB Rechtsanwalt und Patentanwälte, 40878 Ratingen, DE

(72) Erfinder:
Gietzelt, Thomas, Dr., 76137 Karlsruhe, DE; Hüll, Andreas, 76870 Kandel, DE; Toth, Volker, 76297 Stutensee, DE

(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE	**40 30 389**	**C1**
DE	**10 2012 109 782**	**A1**
EP	**0 192 100**	**A1**

LI H.; LIU H.B.; YU W.X.; LI M.Q.: Fabrication of high strength bond of Ti-17 alloy using press bonding under a high bonding pressure. In: Materials Letters, 108, 2013, 212 – 214. - ISSN 0167-577X. http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2013.06.113

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Verbindung von Werkstücken mittels Diffusionsschweißens**

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbindung von Werkstücken mittels Diffusionsschweißen, bei welchem für einen kurzen Zeitraum der Druck wenigstens einmal erhöht wird, sodass plastisches Fließen erreicht wird, wobei die Zeitdauer der Erhöhung der Flächenpressung im Verhältnis zur Gesamtdauer des Diffusionsverfahrens zwischen 1/40 und 1/300 liegt.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbindung von Werkstücken mittels Diffusionsschweißen.

[0002] Aus dem Stand der Technik sind verschiedene Verfahren für eine verbesserte Verbindungsbildung zwischen Fügepartnern bekannt. Z.B. bestehen solche Verfahren darin, Beschichtungen oder Zwischenlagen aufzubringen. Grundsätzlich können hierbei zwei Wirkweisen unterschieden werden:

1. Die Bildung einer niedrig schmelzenden Zone in der Fügeebene durch eutektische Legierungszusammensetzungen. Da der Diffusionskoeffizient in Flüssigkeiten mehrere Größenordnungen höher als in Festkörpern ist, erfolgt die Ausbildung einer stoffschlüssigen Verbindung erheblich schneller. Aufgrund der Diffusion gleichen sich während des Diffusionsschweißprozesses Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung soweit aus, dass nach abgeschlossener Verschweißung, im Unterschied zu Lötungen, von einem einphasigen Werkstoff gesprochen werden muss.

2. Die Verwendung sog. Nanofoils ist ebenfalls aus dem Stand der Technik bekannt. Dabei werden Nanokristalline, amorphe oder Multilagenschichten verschiedener Werkstoffe als Schichten abgeschieden. Aufgrund metastabiler Zustände (Nanokristalline oder amorphe Schichten) bzw. extrem erhöhter grenzflächiger Energie(Multilagenschichten) reicht u.U. eine geringe Aktivierungsenergie aus, damit das System den thermodynamischen Gleichgewichtszustand (kristalliner Aufbau, Verringerung der Grenzflächenenergie in Multilagenschichten durch Ausgleich der Konzentrationsunterschiede durch Diffusion) anstrebt. Im Extremfall erfolgt in Sekundenbruchteilen eine extreme Temperaturerhöhung. Die Wärmeleitung erfolgt zeitlich verzögert bzw. begrenzt, sodass die Bildung einer flüssigen Phase, welche die Ausbildung einer stoffschlüssigen Verbindung unterstützt, möglich wird. Auch hier ist nach Abschluss des Prozesses von einem einphasigen Werkstoff auszugehen.

[0003] Die beschriebenen Lösungen erfordern einen zusätzlichen Beschichtungsschritt oder entsprechende Nanofoils sowie deren Zuschnitt. Der zeitliche Einfluss auf das Fügeergebnis aufgrund der zwischenzeitlichen Änderungen der Schichten kann nachteilig sein. Zudem stellen die Maßnahmen einen zusätzlichen Aufwand sowie Kosten dar.

[0004] Aus der DE 40 303 89 C1 ist bereits ein Schichtenverbund bekannt, wobei ein Rohrmaterial eines Metallrohres eine Mehrzahl von Lagenfolie aus Refraktärmetall aufweist und zumindest zwei Lagen Folie aus Refraktärmetall zumindest bereichsweise stoffschlüssig miteinander verbunden sind. Dabei werden durch die Metallfolien bzw. Metalllagen eine rohrförmige Wicklung gebildet und anschließend mindestens die zwei innersten oder die zwei äußersten Lagen der Wicklung explosiv miteinander verbunden. Dieses Verfahren der Herstellung ist nur für dünne Laminate geeignet und stelle keine Lösung für Laminate mit 20 oder mehr Lagen dar. Es handelt sich nicht um ein Diffusionsverfahren, sondern um ein Explosionsverfahren.

[0005] Aus der DE 10 2012 109 782 A1 ist ein Verfahren zur Herstellung eines Schichtenverbundes aus Metallen und/oder Metalllegierungen bekannt. Hierzu werden die einzelnen Lagen der Metalle abwechselnd aufeinander geschichtet und mittels uni-axialem Diffusionsschweißen miteinander stoffschlüssig verbunden. Der Druck schwankt bei diesem Verfahren zyklisch. Das Diffusionsverfahren wird im Vakuum-Ofen bei einer Temperatur von 590 - 780°C und einem Druck von 50 - 300 MPa und einer zyklisch wiederholenden Erhöhung des Drucks bis zu 300 % und einer Haltezeit von 2 - 20 Stunden durchgeführt. Die Dauer eines Zyklus mit erhöhtem Druck ist im Verhältnis zur Gesamtdauer des Diffusionszyklus bei etwa 1/20 - 1/30.

[0006] Die vorliegende Erfindung hat sich nunmehr die Aufgabe gestellt, Schichtstoffverbunde aus artgleichen Werkstoffen, bei denen Konzentrationsunterschiede keine Triebkraft für die Diffusion darstellen, herzustellen.

[0007] Gegenstand der Erfindung ist demzufolge ein Verfahren zur Verbindung von Werkstücken aus artgleichen Werkstoff oder enthaltend artgleiche Werkstoffe mittels eines Diffusionsverfahrens, bei welchem für eine kurze Zeitdauer der Druck wenigstens einmal derart erhöht wird, so dass ein plastisches Fließen erzielt wird, wobei die Zeitdauer der Erhöhung der Flächenpressung im Verhältnis zur Gesamtdauer des Verfahrens zwischen 1/40 und 1/300 liegt.

[0008] Die Lösung des erfindungsgemäßen Problems besteht demgemäß in einer kurzzeitigen, spitzenartigen Erhöhung der Flächenpressung. Anschließend wird die Flächenpressung wieder auf einen Wert abgesenkt, bei dem über die Zeit kein messbares Werkstofffließen auftritt.

[0009] Grundsätzlich wird über die Gesamtdauer des Fügeprozesses eine Flächenpressung aufgebracht, bei dem die Bauteile nicht verformen und die Werkstoffe nicht messbar fließen. Vorzugsweise in zyklischen Abständen von 0,1 bis 1 Stunde wird die Flächenpressung kurzzeitig in einem Bereich angehoben, bei dem plastische Verformung über die Zeit auftritt. Währenddessen erfolgt eine Ausweitung der

Kontaktzone. Diese erhöhte Flächenpressung liegt vorzugsweise im Bereich von 1/40 bis 1/300 der Gesamtfügedauer. Nach der Absenkung der Flächenpressung auf das vorherige Niveau erfolgt die Ausweitung der Kontaktzone aufgrund der Diffusion über einen erheblich längeren Zeitraum. Da sich mit zunehmender Verfahrensdauer und steigender Anzahl der kurzzeitigen Spitzenbelastungen, bei denen eine messbare plastische Verformung über die Zeit auftritt, die tatsächliche Kontaktzone ausweitet, wird die Höhe der aufeinanderfolgenden Spitzenbelastungen vorzugsweise jeweils moderat gesteigert.

[0010] Nach der Erfindung wird das Diffusionsschweißen bei einer Flächenpressung durchgeführt, die nahezu drucklos ist. Vorzugsweise wird die Flächenpressung so ausgewählt, dass über den überwiegenden Zeitraum des Fügeprozesses keine messbare Deformation auftritt. Während der Zeit der Diffusionsschweißung liegt eine Flächenpressung somit an, bei der keine Deformation auftritt.

[0011] Die Erhöhung der Flächenpressung erfolgt erfindungsgemäß mindestens einmal, vorzugsweise jedoch mehrmalig. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform erfolgt die Erhöhung der Flächenpressung in gleichmäßigen Abständen. Hierbei ist wiederum ein Abstand von einer halben Stunde bis eineinhalb Stunden zwischen den Zyklen der Erhöhung der Flächenpressung bevorzugt. Besonders bevorzugt ist ein stündlicher Abstand. Die Zahl der Zyklen für die Erhöhung der Flächenpressung liegt zwischen 2 und 16, vorzugsweise bei 4.

[0012] Die Dauer der erhöhten Flächenpressung ist im Verhältnis zur Gesamtdauer des Diffusionsprozesses bei 1/40 bis 1/300, vorzugsweise 1/45 zu 1/250.

[0013] Die Zeitdauer der erhöhten Flächenpressung liegt erfindungsgemäß bei 1 - 8 Minuten. Bevorzugt sind 1 - 5 Minuten, besonders bevorzugt 1 Minute.

[0014] Vorzugsweise werden 1 - 5 Minuten, besonders bevorzugt 1 - 3 Minuten für die Zeit zum Erreichen der Spitzenbelastung verwendet. Anschließend wird die Flächenpressung bei den angegebenen Werten gehalten. Die Entlastungszeit entspricht wieder 1 - 5 Minuten, besonders bevorzugt 1 - 3 Minuten.

[0015] Die spitzenartige Anhebung der Flächenberechnung dauert insgesamt 3 Minuten innerhalb einer Stunde. Mit anderen Worten: 1 Minute für das Anfahren der hohen Last, 1 Minute Halten der hohen Last und 1 Minute Abfahren auf den Wert der niedrigen Flächenpressung. D.h. für 57 Minuten liegt also die konstant niedrigere Flächenpressung an. Wahlweise erfolgt eine spitzenartige Belastung pro Stunde, je nach Material einmal pro halbe Stunde bis einmal pro 2 Stunden.

[0016] Die Dauer des Diffusionsverfahrens kann erfindungsgemäß zwischen 2 und 16 Stunden liegen. Bevorzugt ist eine Dauer von 2 - 8 Stunden, besonders bevorzugt 2 - 6 Stunden. Während dieser Zeit werden erfindungsgemäß wiederholte Erhöhungen der Flächenpressung vorgenommen. Hierbei ist bevorzugt eine Wiederholung einmal pro Stunde. Die Werte für einen Zyklus mit erhöhter Flächenpressung hängen von dem zu fügenden Werkstoff sowie von der Fügetemperatur in Relation zum Beginn des Temperaturbereiches, in dem die Legierung schmilzt, ab. Unter Flächenpressung ist erfindungsgemäß der Druck bzw. die Krafteinheit pro Flächeneinheit zu verstehen, z.B. N/mm^2. Vorzugsweise liegt der Wert für die Flächenpressung zwischen 5 und 24 MPa. Bevorzugt sind 8 - 18 MPa, besonders bevorzugt 15 - 18 MPa.

[0017] Die erfindungsgemäße Flächenpressung kann eine gleichmäßige Höhe aufweisen, oder sich auch steigern. D.h. die Flächenpressung eines jeden Zyklus hat einen gleichen Wert oder ist in jedem Zyklus gegenüber dem vorhergehenden Zyklus erhöht. Für die Steigerung der Flächenpressung ist es beispielsweise möglich, Werte zwischen 8 - 12 MPa für den ersten Schritt, 15 - 18 MPa und 25 MPa für den letzten Schritt zu wählen. Im Einzelnen hängen diese Werte von der jeweils gewählten Fügetemperatur ab.

[0018] Die Wahl der Temperatur ist materialabhängig. Generell liegen die Temperaturen zwischen 800 und 1.300°C. Für verschiedene rostfreie Stähle liegt beispielsweise die Temperatur zwischen 1.050 und 1.280°C.

[0019] Erfindungsgemäß können alle schweißbaren Materialien mit dem Verfahren verbunden werden. Bevorzugt ist der Einsatz für Metalle. Zu den bevorzugten Werkstoffen zählen alle Klassen von Stählen, insbesondere rostfreie Edelstähle, welche keine Gitterumwandlung (Polymorphie) im festen Zustand aufweisen und mit Passivschichten behaftet sind. Ebenso kommen Nickelbasislegierungen, Titanlegierungen, Kupferlegierungen in Betracht. Ebenso kommen Werkstoffe mit thermisch stabilen und nicht im Matrixwerkstoff löslichen Passivschichten in Frage. Die erfindungsgemäß verbundenen Werkstoffe kommen in den verschiedensten Bereichen zur Anwendung. Beispiele sind verfahrenstechnische Apparate insbesondere für Hochdruckanwendungen oder Hochtemperaturanwendungen. Hierbei hat die Erfindung den Effekt, dass innen liegende, vollflächige Verbindungen erreicht werden können. Mit anderen Worten: Es wird eine vollflächige Verbindung auch innen liegender Strukturen erreicht.

[0020] Im Folgenden wird die Erfindung anhand von Beispielen näher beschrieben:

I Erfindungsgemäße Beispiele 1-3

Beispiel 1

[0021] Für rostfreien austenitischen Edelstahl werden abhängig vom Bauteildesign folgende Fügeparameter vorgeschlagen: Fügetemperatur: 1075°C, Fügedauer: 4 h, konstante Flächenpressung 8-12 MPa, spitzenartige Erhöhung der Flächenpressung wie oben beschrieben von 15, 18, 21 und 24 Mpa.

Beispiel 2

[0022] Für Kupferwerkstoffe: Fügetemperatur: 800°C, Fügedauer: 4 h, konstante Flächenpressung 2-3 MPa, spitzenartige Erhöhung der Flächenpressung wie oben beschrieben vier Mal jede Stunde 4-5 MPa.

Beispiel 3

[0023] Für austenitische Nickelbasislegierungen: Fügetemperatur: 1130°C, Fügedauer: 4 h, konstante Flächenpressung 10-12 MPa, spitzenartige Erhöhung der Flächenpressung wie oben beschrieben vier Mal jede Stunde 15 MPa.

II Versuchsbeispiele

[0024] Im Folgenden wurden folgende Versuche durchgeführt:

Vergleichsbeispiel:

[0025] Es wurde eine Diffusionsschweißung an Hastelloy C-22 (2.4602) durchgeführt (Handelsname für eine Werkstofflegierung, erhältlich über die Firma Haynes INT.)

[0026] Das Verfahren wurde unter folgenden Bedingungen ausgeführt:

Temperatur:	1100°C
Fügedauer:	1 h
Flächenpressung:	20 MPa

[0027] Die Flächenpressung war während der Fügezeit konstant.

[0028] Trotz hoher Vakuumdichtheit wurde kein Kornwachstum über die Fügeebenen erkennbar erreicht.

Erfindungsgemäßes Beispiel:

[0029] Es wurde gemäß der Erfindung austenitischer Edelstahl 1.4301 einem Diffusionsschweißverfahren unterworfen. Das Verfahren wurde mit folgenden Bedingungen durchgeführt:

Temperatur =	1075°C
Fügedauer =	4 h
Flächenpressung =	10 MPa

[0030] Spitzen für Flächenpressung 15/18/21/24 MPa. (D.h. die Flächenpressung wurde im stündlichen Abstand während der Fügedauer 4 x mit steigenden Drücken durchgeführt).

[0031] Im Ergebnis war erkennbar, dass das Kornwachstum über die Fügeebenen der einzelnen Blechlagen sich erstreckte. Mit anderen Worten, es wurde eine vollflächige Verbindung aller Strukturen erreicht.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- DE 4030389 C1 [0004]
- DE 102012109782 A1 [0005]

Patentansprüche

1. Verfahren zur Verbindung von Werkstücken aus artgleichen Werkstoffen oder enthaltend artgleichen Werkstoffen mittels Diffusionsschweißen, bei welchem für einen kurzen Zeitraum der Druck wenigstens einmal erhöht wird, sodass plastisches Fließen erreicht wird, wobei die Zeitdauer der Erhöhung der Flächenpressung im Verhältnis zur Gesamtdauer des Diffusionsverfahrens zwischen 1/40 und 1/300 liegt.

2. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet**, dass die Flächenpressung so ausgewählt wird, dass keine messbaren Deformationen erfolgen.

3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass es zwischen 2 und 16 Stunden dauert.

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass die Zyklen der Erhöhung der Flächenpressung in gleichmäßigen Abständen während des Diffusionsverfahrens durchgeführt werden.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass die Zyklen der Erhöhung der Flächenpressung im Abstand von 0,5 - 2 Stunden erfolgen.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass die Zyklen der Erhöhung der Flächenpressung im Abstand von einer Stunde erfolgen.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass die Zahl der Zyklen zur Erhöhung der Flächenpressung zwischen 2 und 16 liegt.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass die Erhöhung der Flächenpressung zwischen 5 und 24 MPa liegt.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass die erhöhte Flächenpressung für eine Zeitdauer zwischen 1 und 8 Minuten gehalten wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass die Zeit bis zum Erreichen der erhöhten Flächenpressung 1 - 5 Minuten beträgt.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass der erhöhte Wert der Flächenpressung in jedem Zyklus gleichbleibend ist.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass die Werte für die Erhöhung der Flächenpressung nach und nach in jedem Zyklus erhöht werden.

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass der Wert der erhöhten Flächenpressung im ersten Zyklus bei 4 - 12 MPa, im zweiten Zyklus bei 15 - 18 MPa und im dritten Zyklus bei 21 - 24 MPa liegt.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass es der Verbindung von Metallen dient.

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche **dadurch gekennzeichnet**, dass als zu verbindende Metalle rostfreie Edelstähle, Nickelbasislegierungen, Titanlegierungen, Kupferlegierungen eingesetzt werden.

16. Werkstoffverbund hergestellt nach den Ansprüchen 1-15.

17. Verwendung des Werkstoffverbundes nach Anspruch 16 für verfahrenstechnische Apparate oder Hochtemperaturanwendungen.

Es folgen keine Zeichnungen