



Forschungszentrum Karlsruhe
in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 7522

Auswertung der durch den HIP-Prozess diffusionsgeschweißten CMU- und FW-Testproben

**W. W. Basuki, A. v. d. Weth, E. Nold,
S. Kohnle, U. Bürkle, J. Aktaa**

Institut für Materialforschung

November 2009

Forschungszentrum Karlsruhe

in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 7522

Auswertung der durch den HIP-Prozess diffusions- geschweißten CMU- und FW-Testproben

W. W. Basuki, A. von der Weth, E. Nold, S. Kohnle, U. Bürkle, J. Aktaa

Institut für Materialforschung

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

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

ISSN 0947-8620

urn:nbn:de:0005-075220

Kurzfassung

Zur Herstellung von Erste-Wand- Kühlplatten eines Fusionsreaktors mit inneren Kühlkanälen wurden mehrere systematische Diffusionsschweißversuche mit dem Werkstoff EURO-FER97-2 durchgeführt. Basierend auf einem Diffusionsschweißmodell wurden die Schweißparametersätze vorhergesagt, die dann im Laborversuch mit verschiedenen Probenarten (unstrukturierte und strukturierte Proben) verifiziert wurden. Die Versuche wurden in einer einachsigen Diffusionsschweißanlage durchgeführt, wobei der optimale Parametersatz festgelegt wurde. Für die technologische Übertragung auf das große Bauteil werden zwei Testproben (ein Compact Mock-Up (CMU) und eine Erste Wand (FW)) hergestellt. Aufgrund des großen Formats der FW-Testprobe wird zum Diffusionsschweißen ein HIP-Prozess angewandt. Der Prozessparametersatz wurde aber vom vorher untersuchten optimalen Parametersatz modifiziert. Als Reinigungsverfahren der zu schweißenden Oberflächen wurde das Trockeneisverfahren verwendet.

Die Schweißungen werden zuerst durch eine Dichtheitsprüfung mit Helium unterzogen. Mit einem Gasdruck von 130 bar und einer Testdauer von 2 h ist eine Leckrate kleiner als 10^{-9} mbar l/s nachgewiesen.

Dann wurden inelastische Verformungen direkt auf den Kanalstegen gemessen. Es wurde festgestellt, dass diese Verformungen im Allgemeinen sehr groß und bei der FW-Testprobe sogar ungleichmäßig waren.

Mikroskopische Untersuchungen der übriggebliebenen Restporen in der Schweißnaht zeigten bei allen überprüften Stegen aus CMU und FW eine ungleiche Schweißqualität. Festgestellt wurde auch eine Kornvergrößerung aufgrund der zusätzlichen 2 h Wärmebehandlungsstufe und die ca. 1 h verlängerte Schweißdauer bei 1050 °C. Bei der AES-Analyse wurden auf der Bruchfläche keine Elementausscheidungen nachgewiesen. Gefunden wurden vereinzelte Einschlüsse aus oxidisch – sulfatischen Partikeln mit Al und Fe.

Bei der Untersuchung der mechanischen Eigenschaften im Temperaturbereich $RT \leq T \leq 700$ °C war ersichtlich, dass die 0,2 %-Dehngrenzen ($R_{p0,2}$) und die Festigkeiten (R_m) des Grundmaterials aufgrund der Kornvergrößerung abfielen. Gleichzeitig erhöhen sich aber die Bruchdehnungen über den gesamten Versuchstemperaturbereich. Bei den Proben mit der Schweißnaht lagen die $R_{p0,2}$ - und R_m -Werte im Bereich der Werte des Grundwerkstoffes. Die ungleiche Schweißqualität bei den Stegen aus CMU und FW wurde durch die Bruchdehnung aufgezeigt. Diese wurde ebenso bei den Kerbschlagbiegeversuchen im Temperaturbereich $-150 < T \leq RT$ verdeutlicht. Die Proben mit Schweißnaht zeigten keine Anzeichen von *USE* und *DBTT*. Die Kerbschlagenergie hatte eine lineare Abhängigkeit von Versuchstemperaturen. Mit 4,12 J (47 % der *USE* des Grundwerkstoffes) erreichen die Proben aus dem Streifen 1 (am Randbereich) der CMU die maximale Kerbschlagenergie. Für die FW erreichen die Proben aus dem Streifen 6 (mittlerer Bereich) bei RT eine maximale Kerbschlagenergie von 3,2 J (33 % der *USE* des Grundwerkstoffes).

Evaluation of the CMU and FW test samples diffusion-bonded by the HIP process

Abstract

To manufacture a cooling plate and a first wall with internal cooling channels for a fusion reactor, several diffusion bonding attempts with the material EUROFER97-2 have been so far conducted systematically. Some bonding parameter sets are predicted according to a diffusion bonding model. These predictions have then been verified in laboratory experiments with different samples. Beginning with unstructured samples up to samples with cooling channels, the experiments have been conducted in a uniaxial diffusion bonding device. The optimal parameter set has been determined. For the technological transfer to the real components two diffusion bonding samples (a compact mock-up (CMU) and a first wall (FW)) have been manufactured. Due to the large format of the FW test sample, the diffusion bonding by the HIP process is used. The process parameter set is modified from the optimal parameter set determined before. The cleaning method of the surfaces which will be diffusion bonded has been changed to the dry ice cleaning procedure.

The bonding samples are examined first by a leakage test with helium. With a pressure of 130 bar and test duration of 2 h, leakage rate smaller than 10^{-9} mbar l/s is detected. The measurements at the ligament of the channels after the bonding process show excessive inelastic deformations, which are even non uniform for the FW test sample.

The microscopic investigations show the variation of bonding quality on each of the examined bars from CMU and FW. This is confirmed by investigation of the remaining voids in the bonding seam. The grain coarsening due to the additional thermal treatment stage for 2 h and those approx. 1 h extended bonding duration at 1050 °C is also observed. With the AES analysis at the fracture surface no precipitations of the alloying elements are observed. Furthermore some detached dirt particles, which contain a large quantity of atoms of oxygen, aluminum and sulfur, are found.

The investigation of the mechanical behaviour of the diffusion bonded Material in a temperature range of $RT \leq T \leq 700$ °C shows that the 0.2 % yield strength ($R_{p0,2}$) and the tensile strength (R_m) of the base material drop due to the grain coarsening. However at the same time the ultimate strains increase over the entire test temperature range. The samples with bonding seam have values of $R_{p0,2}$ and R_m that lie in the range of the values of the base material. The varied bonding quality of each ligament from CMU and FW is shown in the curve of the ultimate strain. This will be also verified by the impact tests in a temperature range of $-150 < T \leq RT$. No evidence of *USE* and *DBTT* show the sample with bonding seam. Their impact energy has a linear dependency on the test temperatures. The results show, that the ligament 1 (edge region) of CMU with the impact energy of 4.12 J (47% the *USE* of the base material) and the ligament 6 (in the middle of the region) of FW with the impact energy of 3.2 J (33% the *USE* of the base material) at RT have the best bonding behaviour.

INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung.....	7
2	Kurze Einführung über Diffusionsschweißen	8
3	Werkstoff	9
4	Stand der Technik	10
5	Diffusionsschweißung einer CMU und FW.....	11
6	Mikroskopische und oberflächenanalytische Untersuchungen	14
6.1	Untersuchung der Schweißnaht und Bestimmung der Korngröße.....	14
6.2	AES-Analyse	19
7	Mechanische Eigenschaften	21
7.1	Zugversuche	21
7.2	Kerbschlagversuche.....	25
8	Zusammenfassung.....	29
9	Literatur	31
10	Anhang.....	33
	Anhang A: Technische Zeichnung.....	33
	Anhang A.1 : Technische Zeichnung einer CMU.....	33
	Anhang A.2 : Technische Zeichnung einer FW-Testprobe.....	34
	Anhang B: Messwerte der Zugversuche	35
	Anhang B.1 : Anlieferungszustand [3]	35
	Anhang B.2 : CMU-Testprobe	35
	Anhang B.3 : FW-Testprobe	36
	Anhang C: Messwerte der Kerbschlagbiegeversuche.....	37
	Anhang C.1 : Anlieferungszustand [3]	37
	Anhang C.2 : CMU-Testprobe	37
	Anhang C.3 : FW-Testprobe	38

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abb. 5-1:	Die Plattenhälfte der kleinen Testprobe (CMU). Die Streifen sind die Stege, aus denen die weiteren Zug- und Kerbschlagproben sowie die metallographischen Proben nach dem Diffusionsschweißen herausgearbeitet wurden.	12
Abb. 5-2:	Sägeplan von diffusionsgeschweißter FW-Testprobe [14]. Rot markiert sind die Kühlkanäle, in welchem ein Sägeschnitt läuft.	12
Abb. 5-3:	Der herausgeschnittene Streifen mit dem Kanalsteg aus der Mitte der FW-Testprobe.	13
Abb. 5-4:	Probenentnahme in jedem Streifen. Der Buchstabe K steht für die Kerbschlagproben, Z für die Zugproben und M für die metallographischen Proben. Der Buchstabe G steht für den Grundwerkstoff, S für die Schweißnaht.	13
Abb. 6-1:	CMU-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 1. a) erster Probenrand, b) Probenmitte, c) zweiter Probenrand.	14
Abb. 6-2:	CMU-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 2. a) erster Probenrand, b) Probenmitte, c) zweiter Probenrand.	14
Abb. 6-3:	CMU-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 3. a) erster Probenrand, b) zweiter Probenrand.	14
Abb. 6-4:	FW-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 1. a) Rand nahe zum Kühlkanal, b) Probenmitte, c) zweiter Probenrand.	15
Abb. 6-5:	FW-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 6. a) erster Probenrand, b) Probenmitte, c) zweiter Probenrand.	15
Abb. 6-6:	Gefügebild des Materials im Anlieferungszustand.	16
Abb. 6-7:	CMU-Testprobe. Gefügebild des Streifens 1	17
Abb. 6-8:	CMU-Testprobe. Gefügebild des Streifens 2. Rechts das Gefügebild ohne Schweißnaht, links mit Schweißnaht.	17
Abb. 6-9:	CMU-Testprobe. Gefügebild des Streifens 3.	17
Abb. 6-10:	FW-Testprobe Gefügebild des Streifens 1.	18
Abb. 6-11:	FW-Testprobe Gefügebild des Streifens 6.	18
Abb. 6-12:	Zylindrische Probengeometrie zur AES - Untersuchung.	19
Abb. 6-13:	Die Dauer des Aufwachsens einer Monolage in einer Vakuumkammer als Funktion des Vakuumdrucks.	19
Abb. 6-14:	REM-Bild (links oben) mit den AES-Spektren an verschiedenen Stellen, 14 min nach Bruch.	20
Abb. 6-15:	REM-Bild (links oben), O-Map (rechts oben) und die AES-Spektren (unten), 47 min nach Bruch.	21
Abb. 7-1:	CMU-Testprobe, Abhängigkeit der 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$) von der Versuchstemperatur.	22
Abb. 7-2:	CMU-Testprobe, Abhängigkeit der Zugfestigkeit (R_m) von der Versuchstemperatur.	22
Abb. 7-3:	CMU-Testprobe, Abhängigkeit der Bruchdehnung (A) von der Versuchstemperatur.	22
Abb. 7-4:	Diffusionsgeschweißte Zugproben aus CMU nach den Zerreiversuchen bei verschiedenen Versuchstemperaturen, a) Probe aus dem Streifen 1, b) Probe aus dem Streifen 2 und c) Probe aus dem Streifen 3.	23
Abb. 7-5:	FW-Testprobe, Abhängigkeit der 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$)	

	von der Versuchstemperatur.	24
Abb. 7-6:	FW-Testprobe, Abhängigkeit der Zugfestigkeit (R_m) von der Versuchstemperatur.	24
Abb. 7-7:	FW-Testprobe, Abhängigkeit der Bruchdehnung (A) von der Versuchstemperatur.	24
Abb. 7-8:	Diffusionsgeschweißte Zugproben aus FW nach Zerreiversuchen bei verschiedenen Versuchstemperaturen, a) Probe aus dem Streifen 1 und b) Probe aus dem Streifen 6.	25
Abb. 7-9:	Abhängigkeit der Kerbschlagarbeit (KV) von der Versuchstemperatur.	26
Abb. 7-10:	Diffusionsgeschweißte Kerbschlagproben aus der CMU-Testprobe nach den Zerreiversuchen bei verschiedenen Versuchstemperaturen, a) K-S Probe aus dem Streifen 1, b) K-S Probe aus dem Streifen 2, c) K-S Probe aus dem Streifen 3.	27
Abb. 7-11:	Abhängigkeit der Kerbschlagarbeit (KV) von der Versuchstemperatur.	27
Abb. 7-12:	Diffusionsgeschweißte Kerbschlagproben aus FW-Testprobe nach den Zerreiversuchen bei verschiedenen Versuchstemperaturen, a) K-S Probe aus dem Streifen 1, b) K-S Probe aus dem Streifen 6.	28

1 Einleitung

Eine der wichtigen Komponenten eines zukünftigen Fusionskraftwerks ist das Brutblanket. Hierbei werden zahlreiche Blanketboxen modular an der inneren Wand des torusförmigen Gefäßes eingebracht. Das Blanket besteht aus Kühlplatten (CP: **C**ooling **P**lates) und der kühlpplattenähnlichen Ersten Wand (FW: **F**irst **W**all) und beinhaltet die Funktionsmaterialien wie Lithiumorthosilikat (Li_4SiO_4) - und Beryllium (Be) – Kugelschüttungen. Die Erste Wand ist direkt dem Plasma ausgesetzt und wird deshalb von den schnellen und energiereichen Fusionsneutronen belastet. Dabei können sie den Werkstoff aktivieren und können je nach Material Schwellen, Kriechen, Verfestigungen und Versprödungen hervorrufen. Aus diesem Grund wurden bisher einige niedrig aktivierbare ferritisch-martensitische (RAFM: **R**educed **A**ctivation **F**erritic - **M**artensitic) Stähle entwickelt, darunter auch EUROFER97. In diesem Werkstoff, der als Strukturmaterial für die CP und FW verwendet werden soll, werden die aus dem Plasma kommenden Fusionsteilchen abgebremst. Die hohe kinetische Energie der Teilchen wandeln sich dabei in Wärme um. Zusammen mit der elektromagnetischen Strahlung verursachen sie thermische Belastung sowie eine hohe Wärmeflussdichte bis etwa 3 MW/m^2 [1]. Um diese Wärme abzuführen werden die beiden Bauteile durch das in den eingebetteten Kanälen durchgeflossene Kühlmedium gekühlt. Die CP und FW bestehen aus zwei spiegelsymmetrischen Plattenhälften mit eingefrästen Kühlkanalstrukturen. Die Herstellungsmöglichkeit eines solchen Bauteils durch eine bestimmte Verbindungstechnik wurde jahrelang erforscht. Die Verbindung soll folgende Anforderungen erfüllen:

- hohe Festigkeit und hohe Duktilität an der Schweißnaht.
- keine großen Veränderungen der Mikrostrukturen.
- keine große Verformung des gesamten Bauteils.
- Dichtheit der Kühlkanäle.

Nach jahrelangen Untersuchungen in einer Laboranlage mit kleinen Proben, die sowohl mit, als auch ohne Kühlkanäle versehen sind, konnte gezeigt werden, dass diese Anforderungen mit einem optimalen Diffusionsschweißverfahren erfüllt werden können. Bei der technologischen Übertragung auf eine CP und FW zieht man über das aufwendige Reinigungsverfahren in einem Ultraschallbad vor dem Schweißen in Erwägung, das üblicherweise Aceton in großer Menge verbraucht. Als Alternativen dazu kommt das CO_2 -Reinigungsverfahren in betracht. Dazu werden eine CMU-Testprobe (CMU: **C**ompact **M**ock-**U**p) mit einer Abmessung von $70 \text{ mm} \times 67,5 \text{ mm} \times 48 \text{ mm}$ und eine FW-Testprobe mit einer Abmessung von $800 \times 800 \times 50 \text{ mm}$ durch HIP (**H**eiß-**I**sostatisches **P**ressen) hergestellt. Die Auswertung dieser beiden Testproben ist Gegenstand dieses Berichtes.

Zur Bewertung werden zwei Analysenmethoden angewandt. Die Erste ist die mikroskopische Untersuchung, die der Interpretation der mikrostrukturellen Eigenschaften dient. Die Proben mit der Schweißnaht in der Mitte werden zusätzlich metallographisch bearbeitet. Mit einem Lichtmikroskop werden die Proben nach Restporen an der Schweißnaht überprüft. Danach werden die Proben mit chemischen Lösungsmitteln geätzt, um den Grenzbereich an der

Schweißnaht sichtbar zu machen. Hier wird auch die mittlere Korngröße der geschweißten Proben gemessen und mit der des Anlieferungszustands verglichen. Für die FW-Testprobe wird eine AES (**A**uger **E**lektronen **S**pektroskopie) -Analyse auf der Bruchfläche durchgeführt.

Bei der zweiten Analysenmethode werden die mechanischen Eigenschaften mittels Zug- und Kerbschlagbiegeversuche untersucht. Hier geht es darum, eine Aussage über die Festigkeit und die Duktilität der Schweißnaht zu machen.

2 Kurze Einführung über Diffusionsschweißen

Festkörperdiffusionsschweißen ist ein Fertigungsprozess, bei dem eine diffusionsgeschwindigkeitsbestimmte Verbindung von zwei oder mehreren Bauteilen bei der simultanen Beaufschlagung von Wärme und Druck hergestellt wird. Per Definition [2] ist Diffusionsschweißen ein Prozess zum Erstellen einer monolithischen Verbindung. Er beruht auf der Bildung von Verbindungen auf atomarer Ebene, als ein Resultat von der Schließung der aufeinander gestoßenen Oberflächenpaare durch die lokale inelastische Deformation bei erhöhten Temperaturen. Diese unterstützen die Diffusion auf den Oberflächenschichten des zu verbindenden Materials unterstützen. Mit einem solchen Verbindungsprozess können zahlreiche Metalle oder Keramiken sowohl gleichartig als auch verschiedenartig verbunden werden.

Die wichtigen Parameter sind die Schweißtemperatur, -druck, und -dauer sowie die Rauheit der zu schweißenden Werkstückoberflächen. Unter entsprechenden Voraussetzungen, die beim Einsatz geschweißter Bauteile zu berücksichtigen sind, werden die Schweißparameter für ein bestimmtes Materialsystem optimiert. Die Prozesstemperatur liegt üblicherweise zwischen 0,5 und 0,8 T_m , wobei T_m die Schmelztemperatur in K ist. Um eine große Kriechverformung zu verhindern, soll der Schweißdruck bei gegebener Temperatur niedriger sein als die Fließspannung des Materials. Die Schweißdauer ergibt sich aus den übrigen vorgegebenen Schweißparametern. Sie muss lang genug sein, um einen engen Kontakt zwischen den Materialien zu gewährleisten und um die nötigen Diffusionsprozesse zu ermöglichen. Eine zu lange Schweißdauer kann hingegen eine negative Wirkung auf die Mikrostrukturen haben.

Angesichts der Druckrichtung während des Verbindungsprozesses wird Diffusionsschweißen in zwei Bereiche eingeteilt: das einachsige Diffusionsschweißen (U-DB: **U**niaxial **D**iffusion **B**onding) und das HIP-Diffusionsschweißen. Wie der Name verrät, sollen die Werkstücke beim U-DB senkrecht zur Schweißfläche einachsig mit einem Druck beaufschlagt werden. Beim HIP-Diffusionsschweißprozess werden die Werkstücke mit einem hydrostatischen Druck beaufschlagt werden. Dieses Verfahren wird üblicherweise im pulvermetallurgischen Prozess verwendet. Dementsprechend werden die zu schweißenden Proben in einen deformierbaren und dichten Behälter eingepackt. Der Behälter kommt in eine Druckanlage und wird dort auf die gewünschte Temperatur aufgeheizt, bevor er mit einem hohen Druck beaufschlagt wird. Der Vorteil dieses Verfahrens im Vergleich zum U-DB ist, dass beim Diffusionsschweißen eines Bulkmaterials ohne Strukturen eine sehr hohe Druckspannung bis zu 200 MPa angewandt werden kann, ohne dass es zu äußerer makroskopischer Werkstoffverformung kommt. Bei den Proben, die Kanalstrukturen beinhalten, wird der hydrostatische Druck reduziert, um eine starke Verformung der Stege zwischen den Kanälen zu verhindern.

Diffusionsschweißen als Verbindungstechnik wird in vielen Bereichen wie in der Luft- und Raumfahrttechnik, in der Nuklear- sowie Fusionstechnologie aus folgenden Gründen bevorzugt:

1. Das Verfahren ermöglicht nach der Optimierung der Schweißparameter eine Verbindung ohne große mikrostrukturelle Veränderungen sowohl im Schweißbereich als auch im Material. Somit können die Vorteile des Materials im Anlieferungszustand wie z.B. die chemische und thermische Beständigkeit, insbesondere in der Schweißnaht aufrechterhalten werden.
2. Mit diesem Verfahren werden die Oberflächenatome der Komponenten auf eine interatomare Distanz (üblicherweise $< 5 \text{ \AA}$) gebracht, so dass eine metallische Verbindung hergestellt werden kann. Bei einer Prozesstemperatur, die im Bereich der Rekristallisationstemperatur liegt, können zusammengehörige Körner an der Schweißnaht gebildet werden. Damit kann eine Verbindung mit annähernd gleichen Festigkeiten und hoher Duktilität wie im Ausgangszustand hergestellt werden.

3 Werkstoff

Der verwendete Werkstoff zum Diffusionsschweißen für die Testproben ist die 2. Charge von EUROFER97 (benannt als EUROFER97-2) mit der Chargennummer 993402. Es handelt sich um Plattenmaterial mit einer Dicke von 25 mm. Nach der chemischen Zusammensetzung enthält EUROFER97-2 aus dieser Chargennummer 8,89 Gew.-% Cr, 0,0096 Gew.-% C und 1,059 Gew.-% W sowie viele Spurenelemente, darunter die Elemente Ni, Al, Nb und Mo, die langlebige radioaktive Isotope haben. Die vollständige chemische Zusammensetzung dieses Werkstoffes mit verschiedenen Chargennummern ist in [3] zu finden. Die Schmelztemperatur dieses Materials liegt im Allgemeinen bei 1450 °C [4]. Bei der Herstellung [3] wird das Material in der letzten Wärmebehandlung bei 960 °C 1,5 h in Öl normalisiert und bei 750 °C 4 h in Luft angelassen.

Nach den Untersuchungen konnte festgestellt werden, dass keine Abhängigkeit der Bearbeitungsrichtung in Korngröße, -form und Härte besteht. Im Anlieferungszustand liegt der mittlere Korndurchmesser zwischen 9 und $11 \text{ }\mu\text{m}$ mit Messwerten der 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$), der Zugfestigkeit (R_m) und der Bruchdehnung (A) von jeweils 539 MPa, 664 MPa und 24,5 %. Die Kerbschlagenergie (KV) bei Raumtemperatur (RT) liegt bei 9,54 J. Die Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (DBTT: **D**uctile-**B**rittle **T**ransition **T**emperature) dieses Werkstoffes liegt für KLST-Proben zwischen -110 °C und -115 °C . Bei der Wärmebehandlung bei verschiedenen Temperaturen und jeweils 30 min Behandlungsdauer zeigt sich, dass sich die Körner des Materials ab einer Temperatur von 1050 °C vergrößern. Ein Härteverlust bei den 2 h wärmebehandelten Proben konnte bei einer Auslagerungstemperatur zwischen 550 °C und 850 °C festgestellt werden.

4 Stand der Technik

Die ersten Diffusionsschweißversuche an CP- und FW-Testproben wurden im Institut für Materialforschung III (IMF-III) unter Verwendung des ein- und zweistufigen HIP-Verfahrens sowie der Werkstoffe Manet II und EUROFER97 [5]-[8] durchgeführt. Die zu schweißenden Oberflächen wurden mit einer Oberflächenrauheit $R_t \leq 3 \mu\text{m}$ trocken gefräst und mit Aceton im Ultraschallbad gereinigt. Als Gettermaterial wurden Zirkondrähte verwendet, die in Kühlkanäle platziert wurden. In der ersten HIP-Stufe wurden die zusammengefügte Plattenhälften zur besseren Druckeinleitung und dem Schutz der inneren Kühlkanäle vor inhomogener Verformung mit Druckplatten aus einer Molybdänlegierung (TZM: **T**itan-**Z**irkon-**M**olybdän) bestückt und in einen Blechmantel eingepackt, evakuiert und gasdicht eingeschweißt. Die Schweißtemperatur lag bei $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ oder $0,768T_m$. Dies ist die Temperatur, bei der die Körner anfangen sich zu vergrößern. Die FW-Testproben wurden mit Gasdrücken von 12 MPa, 60 min und 8 MPa, 60 min verschweißt. Für die CP-Testprobe werden Gasdrücke von 8 MPa, 60 min und 6 MPa, 60 min verwendet. Nach dem Abkühlen erfolgte eine Wärmebehandlung aller Proben bei $750 \text{ }^\circ\text{C}$, 2 h. Für die zweite HIP-Stufe wurden die Testproben in zwei Hälften geteilt. Beim zweiten Teil jeder Probe wurde die Schweißung mit offenen Kanälen bei $1050 \text{ }^\circ\text{C}$, 200 MPa und 4 h fortgesetzt [5]. Anschließend werden die Proben nach dem Abkühlen bei $750 \text{ }^\circ\text{C}$, 2 h wärmebehandelt. Das Ergebnis zeigt, dass die R_m - und A-Werte im Bereich des Grundwerkstoffes liegen. Die Kerbschlagenergie KV wurde mit 45 % bis 87 % des Grundwerkstoffes ermittelt. Die plastische Verformung aller Platten lag bei ca. 5 % und damit im gewünschten Verformungsbereich.

Das Diffusionsschweißen von EUROFER97 wurde anschließend im Institut für Materialforschung II (IMF-II) weiter geführt. Dafür wurde ein neues Verfahren entwickelt, welches einachsige Druckspannung (U-DB-Verfahren: Uniaxial Diffusion Bonding) benötigt. Zur Parametervorhersage wurden Modellberechnungen durchgeführt, bei denen ein von A. Hill und E.R. Wallach [9] entwickeltes Diffusionsschweißmodell verwendet wurde, das auf einem elliptischen Hohlraummodell basiert (siehe [10]).

Die zu schweißende Oberfläche der Proben wurde mittels Hochgeschwindigkeitsfräsmaschine trocken bearbeitet, um eine kleine Oberflächenrauheit mit guter Reproduzierbarkeit zu erzeugen. Die optimale Oberflächenrauheit zum Diffusionsschweißen hat eine elliptische Halblänge zwischen 12 bis $25 \mu\text{m}$ und eine Rauheitstiefe von 1,8 bis $2,3 \mu\text{m}$ [10][11]. Diese beiden Werte sind als Inputparameter der Modellberechnung wichtig. Vor dem Diffusionsschweißen wurden die Proben mit Aceton im Ultraschallbad mehrmals (bis zu 4 Mal [12]) gereinigt. Die Reinigung dauert jeweils 10 Minuten bei einer Badtemperatur von $38 \text{ }^\circ\text{C}$. Die Diffusionsschweißungen von Proben im Labormaßstab wurden am IMF-II durchgeführt. Die Anlage verfügt über einen Vakuumofen, der bis $1600 \text{ }^\circ\text{C}$ aufgeheizt werden kann. Es wurden zwei Stufenverfahren angewandt. In der ersten Stufe wurden die Schweißproben mit einer Druckspannung zwischen 18 und 26 MPa für eine Dauer zwischen 1800 und 2400 s und einer Schweißtemperatur zwischen $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ und $1030 \text{ }^\circ\text{C}$ beansprucht. Bei der zweiten Stufe lag die Druckspannung zwischen 10 und 15 MPa, die Schweißdauer zwischen 3000 und 6000 s und die Schweißtemperatur zwischen $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ und $1070 \text{ }^\circ\text{C}$. Nach der Schweißung werden die Proben bei $980 \text{ }^\circ\text{C}$, 0,5 h und $730 \text{ }^\circ\text{C}$, 3 h wärmebehandelt. Der optimale Parametersatz lag für die erste Stufe bei 25 MPa, $1010 \text{ }^\circ\text{C}$ und 40 min und für die zweite Stufe 15 MPa,

1050 °C und 67 min, mit einer 30 min Aufheizphase bei 1050 °C. Das Ergebnis zeigte die mit dem Grundwerkstoff vergleichbaren Festigkeitswerte und Kerbschlagarbeit.

Beim Einsatz eines neuen Reinigungsverfahrens mit CO₂-Pellets wurden 2 Proben mittels U-DB hergestellt, die jeweils als D413 und D414 bezeichnet wurden [13]. Die Probenreinigung erfolgte bei einer Fremdfirma (Fa. Heliotec oder bei IceTech Deutschland GmbH [14]). Die D413-Probe wurde mit maximaler CO₂-Pelletrate von 40 kg/h gereinigt, so dass sich die Oberflächentemperatur auf 6 °C abgekühlt. Dies verursachte, dass die Luft auf der zu schweißenden Oberfläche kondensiert. Diese Probe wurde viermal für jeweils 30 s gereinigt. Die Nachuntersuchungen ließen darauf schließen, dass die Schweißqualität nicht optimal war, obwohl die Kerbschlagbiegeversuche mit den KLST-Proben zeigen, dass die *USE* (**U**pper **S**elf **E**nergy: Hochlagenenergie) bei 7,5 J oder ca. 80 % der *USE* des Materials im Anlieferungszustand beträgt. Es konnte davon ausgegangen werden, dass die Ursache auf den nicht optimalen Reinigungsprozess zurückzuführen war, der die Oberflächenkorrosion verursachte. Bei dem zweiten Versuch mit der D414-Probe wurde die Pelletrate auf 20 kg/h reduziert und die Oberflächentemperatur auf 28 °C gehalten. Das Ergebnis der Kerbschlagbiegeversuche zeigte, dass die *USE* höher als 8,5 J oder 90 % der *USE* im Anlieferungszustand ist. Die DBTT liegt bei -90 °C.

Auf Basis dieser Prozessparameter wurde eine CMU und eine FW-Testprobe durch den HIP-Prozess diffusionsgeschweißt.

5 Diffusionsschweißung einer CMU und FW

Die Testprobe der sowohl CMU als auch FW bestand aus zwei Probenhälften mit spiegel-symmetrisch eingefrästen Innenkanälen. Eine Probenhälfte der CMU zeigt die Abb. 5-1. Die technische Zeichnung der CMU und FW-Testprobe befindet sich jeweils in Anhang A.1 und Anhang A.2. Die Höhe der Stege zwischen den Kanälen betrug für jede Plattenhälfte 1,6 mm für die CMU (siehe Anhang A.1) und 7,14 mm für die FW. Die zu schweißenden Probenoberflächen wurden nach dem Trockenfräsen für die optimale Rauheit durch die Zerstäubung der CO₂-Pellets gereinigt [13]. Die beiden Probenhälften wurden dann mit den gereinigten Oberflächen aufeinander gelegt. Mit Hilfe von Zentrierstiften wurden die Stoßflächen genau aufeinander platziert. Um die Diffusion zwischen Proben und TZM-Platten zu verhindern, wurden die TZM-Platten mit einer BN (**B**ornitrid) –Schicht besprüht und außerhalb der Schweißprobe parallel zur Schweißfläche gelegt. Diese hatten die Funktion, das Kollabieren der Kühlkanalstege sowohl in CMU als auch im FW während des Schweißprozesses zu verhindern. Das Ganze wurde dann in einem Blechmantel eingepackt, bis zu 10⁻⁵ mbar evakuiert und gasdicht verschweißt.

Zum Diffusionsschweißen wurde der HIP-Prozess angewandt. Die Versuchsdurchführung fand im Auftrag bei der Firma „Bodycote“ [14] statt. Der optimale Diffusionsschweißparametersatz der Laborversuche wurde hier mit angepassten Modifizierungen übernommen. In einer Vorstufe wurde das Material bei einer Temperatur von 1050 °C und 120 min wärmebehandelt, um das unterschiedliche Kriechverhalten des Werkstoffes zwischen den mittleren Bereichen und den Randbereichen der Originalplatte auszugleichen. Für die CMU dauerte die erste Schweißstufe 70 min und für die FW 95 min. Bei der zweiten Stufe betrug die

Schweißdauer 115 min für die CMU und 130 min für die FW [15]. Der Schweißdruck wurde im Schweißprozess auf 20 % erhöht.

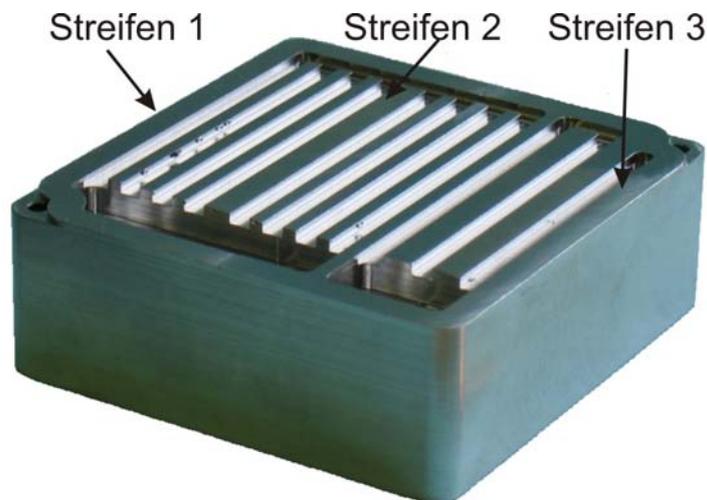


Abb. 5-1: Die Plattenhälfte der kleinen Testprobe (CMU). Die Streifen sind die Stege, aus denen die weiteren Zug- und Kerbschlagproben sowie die metallographischen Proben nach dem Diffusionsschweißen herausgearbeitet wurden.

Nach dem Schweißprozess wurde eine verlängerte Wärmebehandlung durchgeführt, deren Parameter für die CMU bei 980 °C, 30 min (Normalisieren) und 730 °C, 180 min (Anlassen) liegen. Die Wärmebehandlungstemperaturen sind vergleichbar mit den Temperaturen der letzten Wärmebehandlung im Anlieferungszustand (siehe Abschnitt 3).

Nach der Schweißung wurden die beiden verschweißten Proben einer Dichtheitsprüfung mit Helium im Institut für Technische Physik (ITP) unterzogen. Unter einer Prüfbedingung von 130 bar und 2 h wurde eine Leckrate von $\leq 10^{-9}$ mbar l/s bestimmt [14].

Zur Auswertung der Schweißqualität wurden die Streifen zwischen den Kühlkanälen herausgesägt. Für die CMU wurden 3 Streifen entsprechend Abb. 5-1 herausgearbeitet und für die FW 11 Streifen mit je einer Länge von ca. 600 mm nach dem Sägeplan in Abb. 5-2.

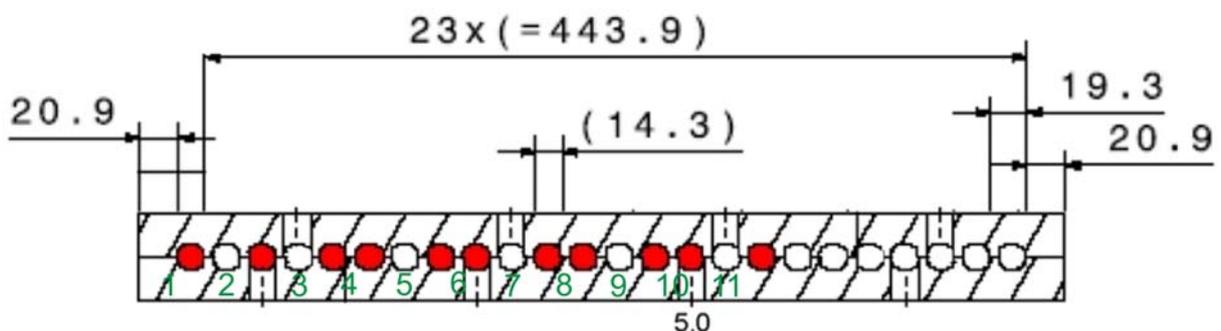


Abb. 5-2: Sägeplan von diffusionsgeschweißter FW-Testprobe [14]. Rot markiert sind die Kühlkanäle, in welchem ein Sägeschnitt läuft.

Die direkte Messung der Kanalstege der beiden Proben zeigte, dass die CMU eine inelastische Verformung von ca. 9 % aufwies. Demgegenüber war die inelastische Verformung der FW sehr variabel. Die Abb. 5-3 zeigt den Streifen 6 der FW mit dem Kanalsteg in der Mitte.

In dieser Abbildung ist deutlich zu erkennen, dass der Streifen verbogen ist, wobei sich das breitere Ende auf der linken Seite befindet. Auf dem linken Seitenende betrug die Verformung des Kanalstegs 18 % und auf dem rechten Seitenende 37 %.

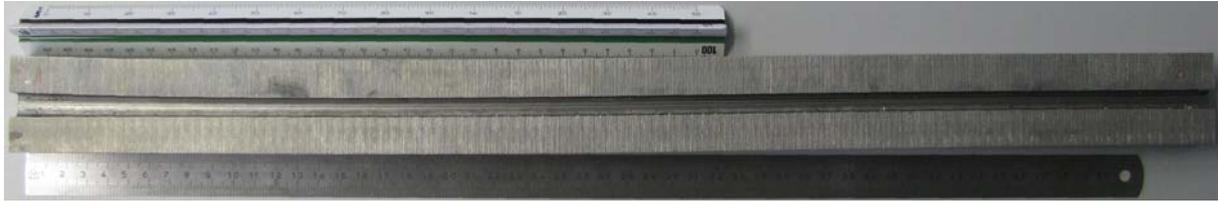


Abb. 5-3: Der herausgeschnittene Streifen mit dem Kanalsteg aus der Mitte der FW-Testprobe.

Zur Bewertung der mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften der Schweißergebnisse wurden aus den Streifen 1, 2 und 3 der CMU und den Streifen 1 und 6 der FW weitere Proben hergestellt. Die Probenentnahme wird schematisch in Abb. 5-4 dargestellt. Zur Beurteilung von Verbindung und mikrostruktureller Veränderung des Werkstoffes wurden metallographische Proben präpariert, welche mit dem Buchstaben M (M Probe) in Abb. 5-4 gekennzeichnet sind. Zur Untersuchung der Festigkeitswerte und der Zähigkeit der Schweißnaht wurden Zugproben (Z-S Probe) hergestellt. Die Kerbschlagbiegeproben (K-S Probe) waren zur Bestimmung der Duktilität und der DBTT der Schweißnaht nötig. Zur Erfassung der möglichen Veränderungen des Werkstoffes nach der Wärmebehandlung wurden Zug- und Kerbschlagbiegeproben aus dem Grundmaterial (Z-G und K-G Probe) angefertigt. Zusätzlich wurde noch eine Probe für die AES-Analyse von der FW aus dem Streifen 6 hergestellt.

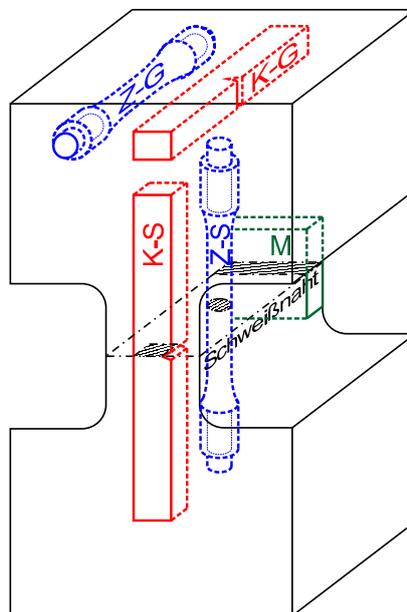


Abb. 5-4: Probenentnahme in jedem Streifen. Der Buchstabe K steht für die Kerbschlagproben, Z für die Zugproben und M für die metallographischen Proben. Der Buchstabe G steht für den Grundwerkstoff, S für die Schweißnaht.

6 Mikroskopische und oberflächenanalytische Untersuchungen

6.1 Untersuchung der Schweißnaht und Bestimmung der Korngröße

Zur mikroskopischen Auswertung wurden die Proben quer zum Kanal geschliffen und poliert. Eine wichtige Aufgabe war dabei, die Poren an der Schweißnaht, die sich beim Aufeinanderlegen zweier Proben im Grenzbereich bildeten, zu untersuchen. Bei einer guten Verbindung sollten aufgrund der inelastischen Verformungen und Diffusionsmechanismen am Ende des Schweißprozesses keine Poren vorhanden sein. Wenn die Verbindung nicht optimal ist, kann eine Reihe von Restporen in Form einer Perlenschnur noch da sein, die die mechanischen Eigenschaften insbesondere die Duktilität im Grenzbereich verschlechtert. Dafür wurden die M-Proben senkrecht zur Durchflussrichtung der Kanäle geschliffen und poliert. Für die Analyse wurden aus jedem Streifen 2 bis 3 lichtmikroskopische Bilder von der Schweißnaht gemacht.

Die Bilder von Abb. 6-1, Abb. 6-2 und Abb. 6-3 präsentieren jeweils die Schlibfbilder des 1., 2. und 3. Streifens von CMU.

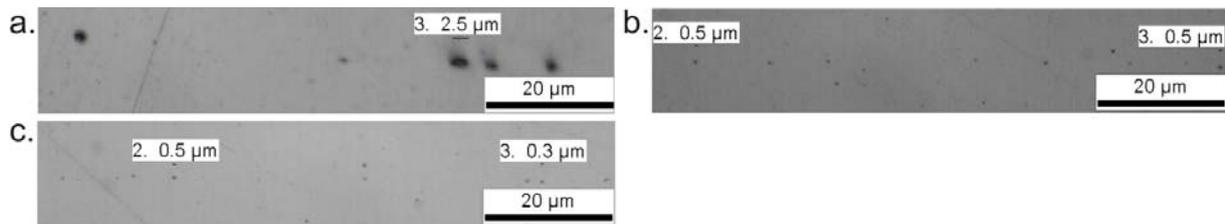


Abb. 6-1: CMU-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 1. a) erster Probenrand, b) Probenmitte, c) zweiter Probenrand.

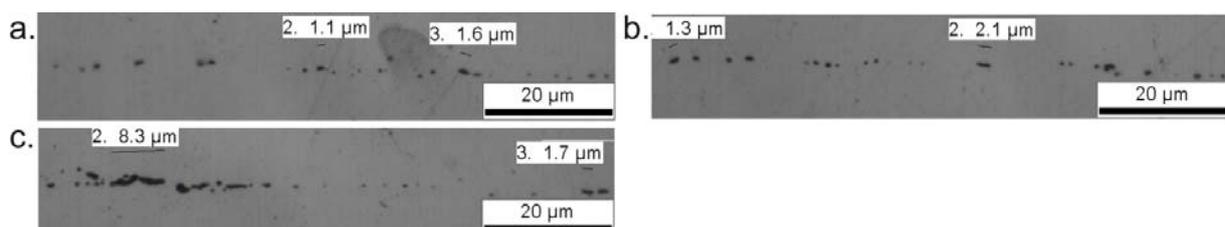


Abb. 6-2: CMU-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 2. a) erster Probenrand, b) Probenmitte, c) zweiter Probenrand.

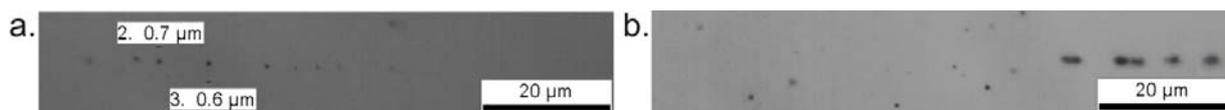


Abb. 6-3: CMU-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 3. a) erster Probenrand, b) zweiter Probenrand.

In Abb. 6-1 sind nicht viele Restporen im Grenzbereich quer zum Streifen 1 zu finden. Auf dem ersten Probenrand konnten nur einige große Poren, die eine maximale Größe von 2,5 µm haben, festgestellt werden. In der Mitte und auf dem 2. Rand waren nur vereinzelte

kleine Poren zu sehen, die eine Abmessung zwischen 0,3 bis 0,5 μm hatten. Die Restporen im Grenzbereich des Streifens 2 waren zahlreich und gleichmäßig im ganzen Querschnitt verteilt (siehe Abb. 6-2). Manche Poren waren zusammengekettet und bilden, wie im Bild c dargestellt, eine lange Pore, die bis zu 8,3 μm lang war. In der Schweißnaht des Streifens 3 waren in Abb. 6-3 nur Restporen an beiden Rändern zu sehen.

Die Schliffbilder der FW wurden aus den Streifen 1 und 6 aufgenommen und entsprachen den Bildern in Abb. 6-4 und Abb. 6-5. Der Streifen 1 befand sich am Rand der diffusionsgeschweißten FW, wie der Sägeplan in Abb. 5-2 zeigt.

Der Streifen 1 befand sich am Rand der geschweißten Platte, der mit einem Kühlkanal benachbart war und dessen Schliffbild das Bild a zeigt. Das Bild b stellt das Schliffbild in der Mitte des Streifens und das Bild c das am Rand der Schweißprobe dar. In diesen Bildern ist zu sehen, dass sich die Restporen zahlreich und gleichmäßig im gesamten Querschnitt verteilen. Die zusammengeketteten Poren befanden sich mehr im Bereich des Kühlkanals (siehe Bild a und auf der linken Seite des Bildes b). Die größte Pore hatte eine Länge von 4,8 μm .

Beim Streifen 6 waren die Restporen in der Nähe der beiden Kühlkanäle (Probenränder) zahlreich (siehe Abb. 6-5). Manche Poren waren zusammengekettet. So waren z.B. im Bild a Poren mit einer Länge von 4,9 μm und 8,8 μm ersichtlich. Je weiter sich die Messstelle der Streifenmitte näherte, desto größere ununterbrochen verschweißte Flächen wurden gefunden. Dies wird durch die deutlich geringere Zahl an Restporen im Bild b verdeutlicht.

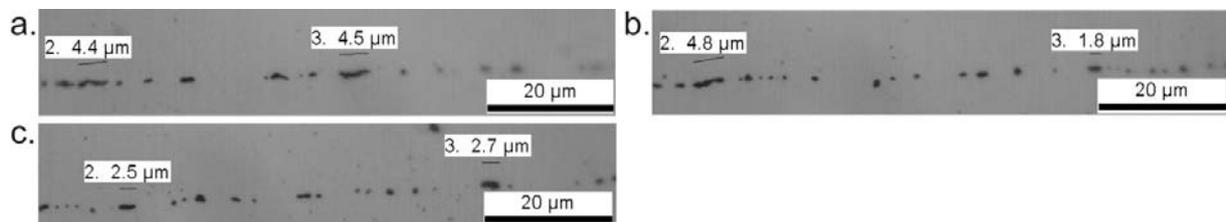


Abb. 6-4: FW-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 1. a) Rand nahe zum Kühlkanal, b) Probenmitte, c) zweiter Probenrand.

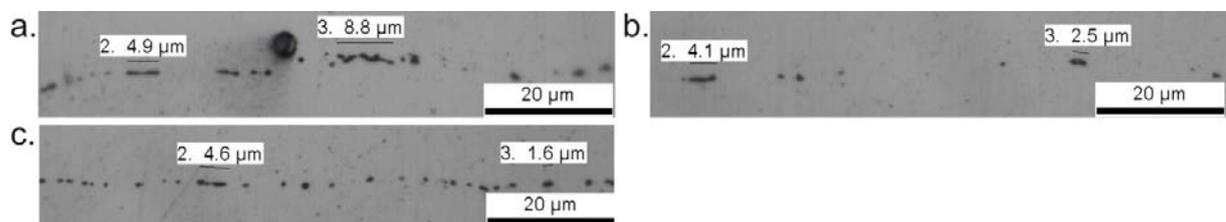


Abb. 6-5: FW-Testprobe, Schweißnaht senkrecht zum Kühlkanal des Streifens 6. a) erster Probenrand, b) Probenmitte, c) zweiter Probenrand.

Um das Gefüge des geschweißten Materials an der Schweißnaht zu untersuchen, wurden die polierten Proben 0,5 bis 1 Minute mit Röchling-Lösung [16] geätzt, welche aus einer Zusammensetzung von:

- 400 ml Ethanol

- 50 ml Salzsäure
- 50 ml Salpetersäure
- 6 gr Pikrinsäure besteht.

Zuerst ist das Gefügebild des Materials im Anlieferungszustand in Abb. 6-6 zu sehen. Die Fläche war parallel zur Plattenoberfläche im Anlieferungszustand angeordnet. Die mittlere Korngröße lag isotrop bei ca. 9 – 11 μm [3].

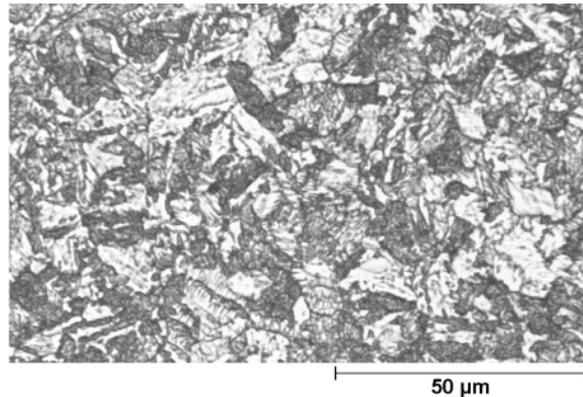


Abb. 6-6: Gefügebild des Materials im Anlieferungszustand.

Die Gefügestrukturen der Proben aus CMU werden in Abb. 6-7 für den Streifen 1, Abb. 6-8 für den Streifen 2 und Abb. 6-9 für den Streifen 3 gezeigt. Bei dieser mikroskopischen Untersuchung zeigt sich, dass die Grenzfläche an der Schweißnaht aus den Streifen 1 und 3 nicht zu finden war. Beim Streifen 2 ließ sich die Schweißstelle trotz des martensitischen Gefüges, das die Schweißnaht undeutlich macht, noch festzustellen. Diese wird im rechten Bild der Abb. 6-8 dargestellt.

Bei einer weiteren mikroskopischen Untersuchung ging es um die Bestimmung der Korngröße nach dem Diffusionsschweißen, welches auch als Wärmebehandlungsprozess angesehen werden konnte. Aufgrund der Wärmebehandlungsuntersuchung in [3] war zu erwarten, dass ein Diffusionsschweißprozess bei einer Temperatur von 1050 °C und einer Dauer von kurzer als 1 h die Mikrostruktur des Materials nicht wesentlich verändern kann. Doch ordneten sich beispielsweise die Körner aufgrund der Rekristallisation um und es waren sogar Neubildungen der Körner möglich. Ein langer Schweißprozess von z.B. mehr als 2 h bei dieser Temperatur konnte bewirken, dass die neuen Körner sich wegen der im Material gespeicherten Verformungsenergie auf Kosten der vorhandenen Körner vergrößerten. Gleichzeitig nahm die Versetzungsdichte in den Körnern ab, die zur Verringerung der Festigkeit des Werkstoffes führen konnte.

Werden die Gefügebilder der CMU betrachtet und mit dem Gefügebild des Materials im Anlieferungszustand verglichen, ist ersichtlich, dass die Körner sich vergrößerten. Der mittlere Korndurchmesser des Werkstoffes war für alle drei Streifen vergleichbar und lag bei ca. 17 μm . Er war ca. 54 % größer als der Korndurchmesser im Anlieferungszustand.

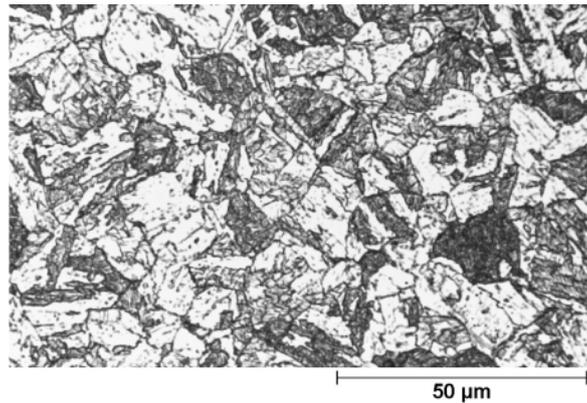


Abb. 6-7: CMU-Testprobe. Gefügebild des Streifens 1

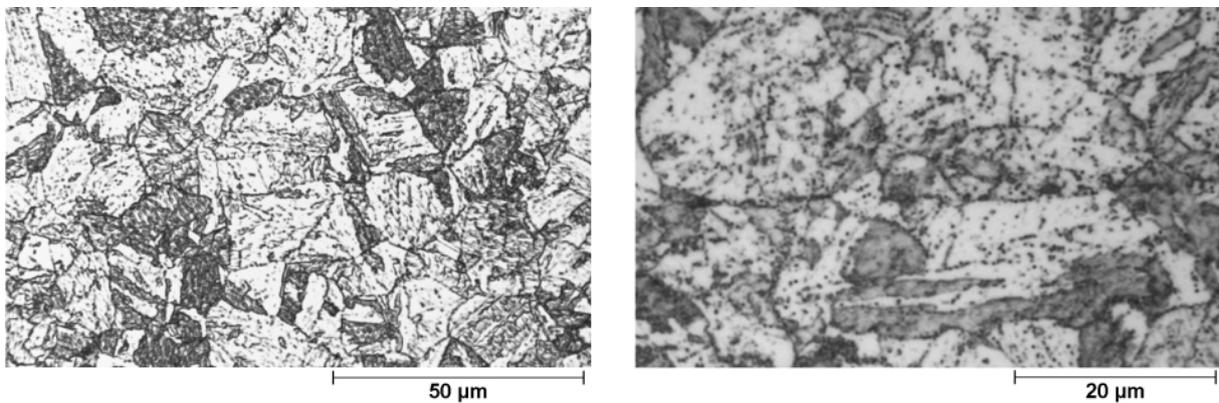


Abb. 6-8: CMU-Testprobe. Gefügebild des Streifens 2. Rechts das Gefügebild ohne Schweißnaht, links mit Schweißnaht.

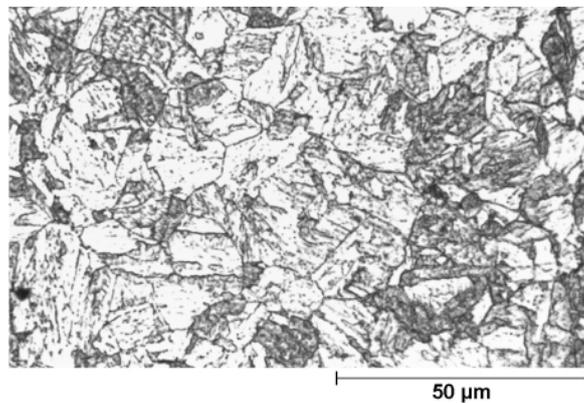


Abb. 6-9: CMU-Testprobe. Gefügebild des Streifens 3.

Die Gefügestrukturen der geschweißten Proben der FW in der Schweißnaht wurden jeweils für den Streifen 1 und 6 in Abb. 6-10 und Abb. 6-11 dargestellt. Auf den beiden Abbildungen ist die Schweißnaht noch zu finden. Die mittleren Korndurchmesser waren vergleichbar mit dem Korndurchmesser der CMU-Testprobe und lagen bei ca. 18 µm. Dieser mittlere Korndurchmesser war ca. 64 % größer als der mittlere Korndurchmesser des Materials im Anlieferungszustand.

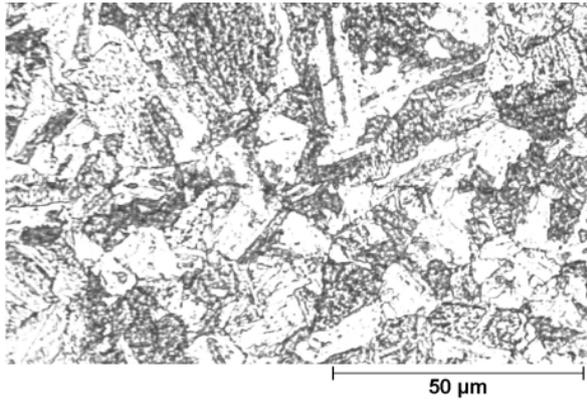


Abb. 6-10: FW-Testprobe Gefügebild des Streifens 1.

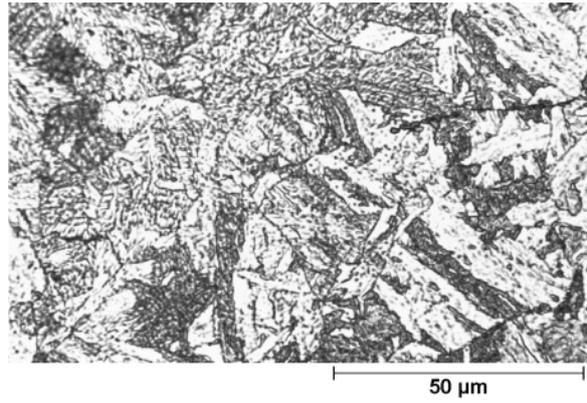


Abb. 6-11: FW-Testprobe Gefügebild des Streifens 6.

6.2 AES-Analyse

Bei der AES Analyse wurde eine zylindrische Probe (siehe Abb. 6-12) verwendet. In der vorgefertigten Vertiefung lag die Schweißnaht. Diese Probe wurde aus der diffusionsgeschweißten FW-Probe vom Streifen 6 entnommen. Nach der Ultraschallreinigung in Aceton, wurde die Probe ins Ultrahochvakuum des AES-Spektrometers eingebaut und bei einem Druck von 4×10^{-10} mbar gebrochen. Die durch den Bruch geöffnete Schweißnaht wurde dann an verschiedenen Stellen untersucht.

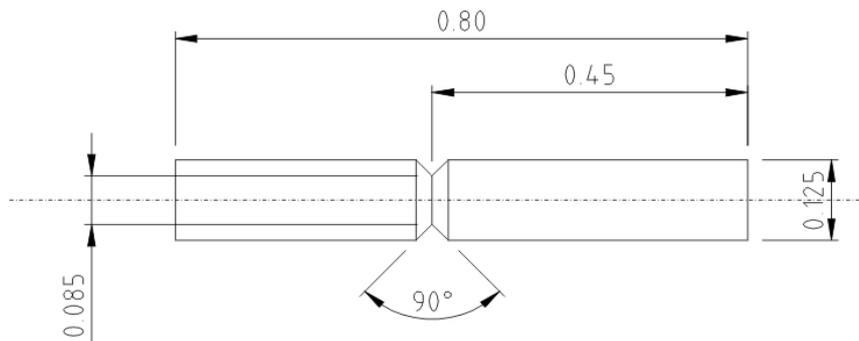


Abb. 6-12: Zylindrische Probengeometrie zur AES - Untersuchung.

Vor einer Beurteilung der Untersuchungsergebnisse war es wichtig zu wissen, dass sich trotz des Ultrahochvakuums noch eine kleine Menge von Sauerstoff in der Vakuumkammer befinden kann. Wenn die Standzeit der frisch gebrochenen Probe in der Vakuumkammer lang genug ist, kann die saubere Bruchfläche wieder mit Sauerstoff belegt werden. Die Standzeit für das Aufwachsen einer Monolage in der Vakuumkammer in Abhängigkeit vom Vakuumdruck zeigt Abb. 6-13. In einem Ultrahochvakuum mit einem Vakuumdruck von 4×10^{-10} mbar lag diese Standzeit bei ca. 20 min. Ferner war zu beachten, dass AES eine oberflächensensitive Analysenmethode ist, deren Informationstiefe bei ca. 1 – 2 nm (ca. 3 – 6 Atomlagen) liegt.

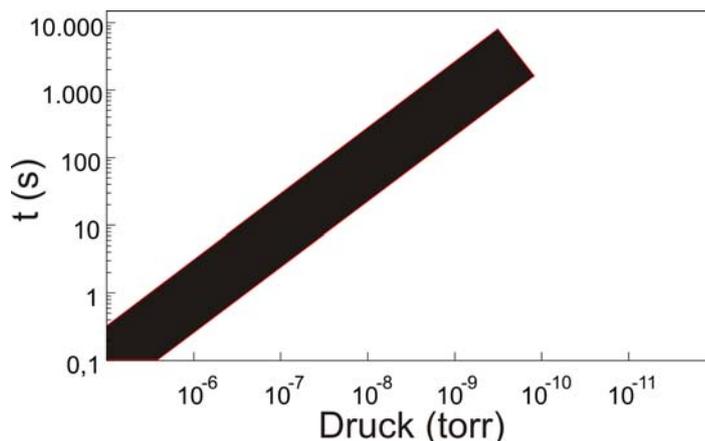


Abb. 6-13: Die Dauer des Aufwachsens einer Monolage in einer Vakuumkammer als Funktion des Vakuumdrucks.

Die Ergebnisse von 2 Bereichen auf einer in Ultrahochvakuum erzeugten Bruchfläche, die jeweils 14 min und 47 min nach dem Bruch untersucht wurden, werden in Abb. 6-14 und Abb. 6-15 dargestellt. Untersucht wurden die Legierungs- und die Fremdelemente auf der

Bruchfläche. Die Abb. 6-14 zeigt das REM-Bild (links oben) vom ersten Messbereich. Es wurden 2 Messungen (Area 1 und Area 2) mit jeweils einer Fläche von $10 \times 10 \mu\text{m}$ und einer Punktmessung (P3) durchgeführt. Die Messpositionen sind auf dem REM-Bild zu erkennen. Die Spektren bezogen auf die Messstellen werden in Diagrammen in Abb. 6-14 wiedergegeben. In den Spektren der Messfläche 1 und 2 (siehe Abb. 6-14 rechts oben bzw. links unten) war zu erkennen, dass nur die Legierungselemente (Fe und Cr - Atome) zu detektieren waren. Ein schwaches Sauerstoffsignal ist in beiden Diagrammen zu sehen. Man kann davon ausgehen, dass dieses Sauerstoffsignal auf die Wiederbelegung der Bruchfläche ca. 14 min nach dem Bruch mit Sauerstoff zurückzuführen ist. Außer Sauerstoff waren keine anderen Fremdatome auf den beiden Messflächen zu finden. Im Spektrum der Punktmessung P3 waren Elemente wie Schwefel und Aluminium in erhöhter Menge festzustellen (siehe Abb. 6-14, rechts unten), welche in der Legierungszusammensetzung als Spurelemente vorlagen. Der Gehalt der Sauerstoffatome an dieser Messstelle war hoch. Bei dieser Punktmessung handelte es sich um einen Einschluss, bestehend aus einem oxidisch-sulfatischen Partikel (Al-oxid mit Fe-Sulfat).

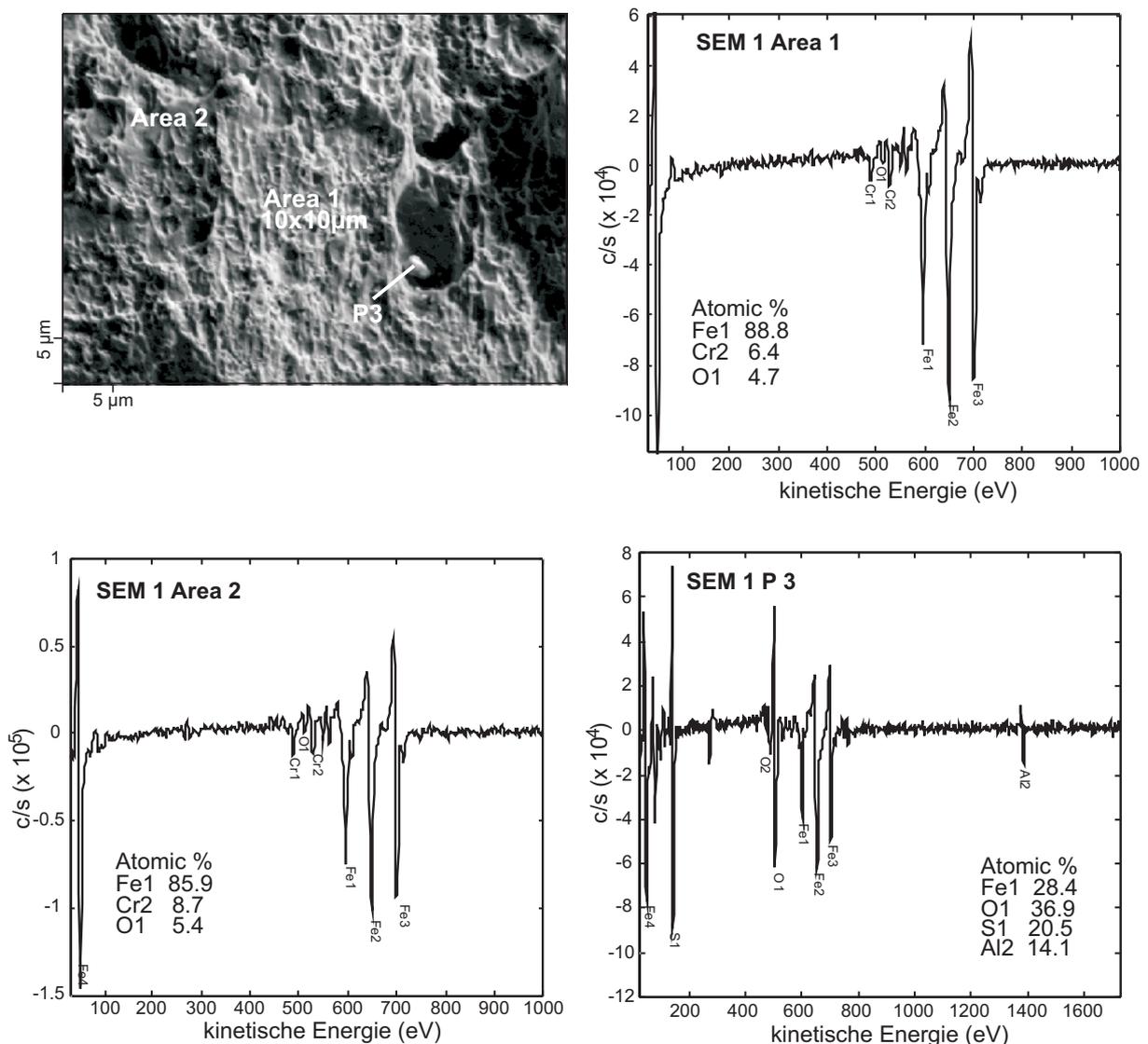


Abb. 6-14: REM-Bild (links oben) mit den AES-Spektren an verschiedenen Stellen, 14 min nach Bruch.

Den zweiten Messbereich der Bruchfläche zeigt das REM-Bild (links oben) in Abb. 6-15. Auf diesem Messbereich wurde ein O-Map angefertigt und ist rechts oben in dieser Abbildung dargestellt. Zwei weiße Punkte sind zu erkennen. Diese zeigen, dass es sich um Partikel mit hohem Sauerstoffgehalt handelte. Wie der Einschluss in Abb. 6-14, zeigen die Spektren des jeweiligen Partikels P1 und P2 (Abb. 6-15 links unten bzw. rechts unten) neben den Sauerstoffatomen die gleichen Fremdatome wie Schwefel und Aluminium.

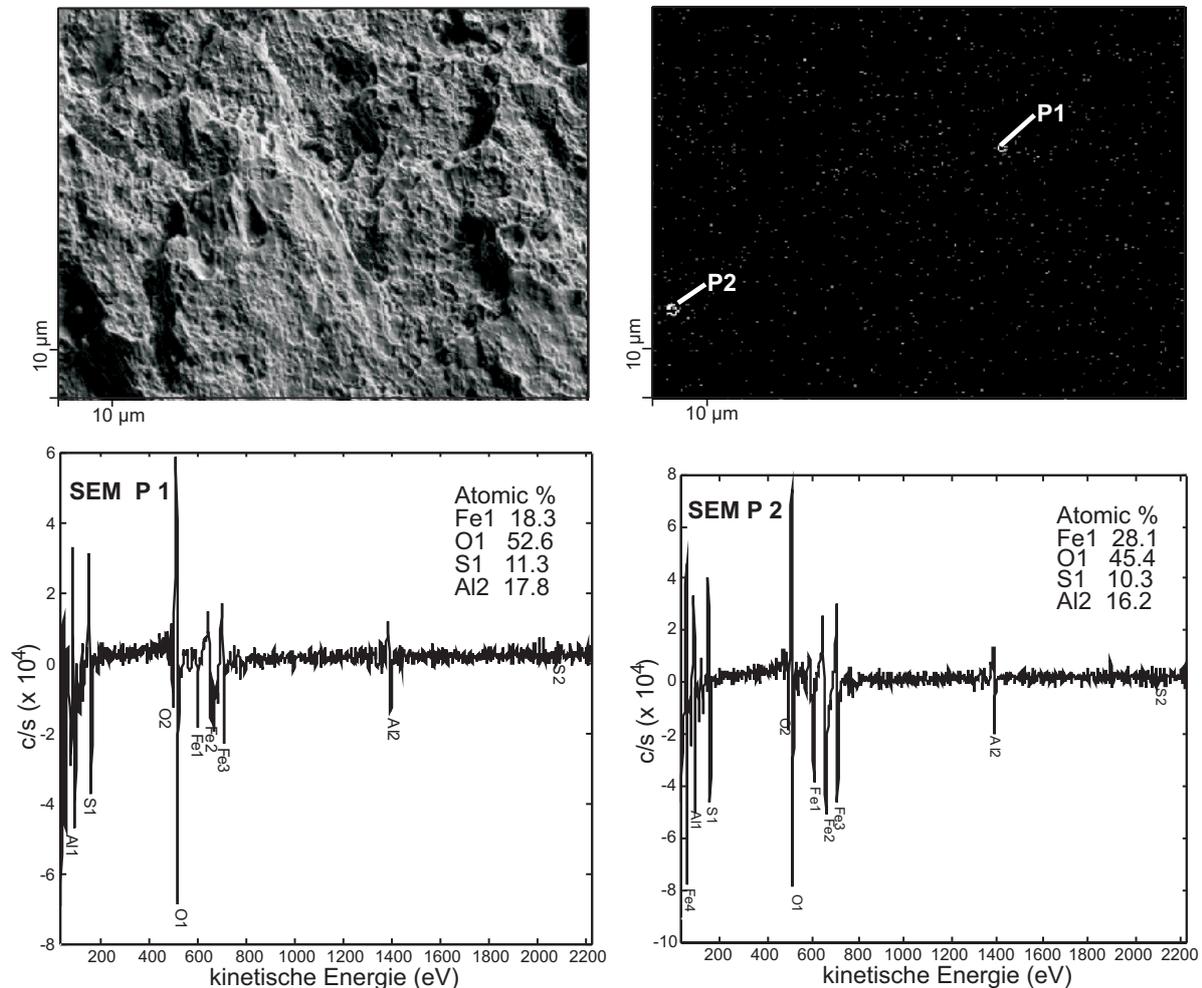


Abb. 6-15: REM-Bild (links oben), O-Map (rechts oben) und die AES-Spektren (unten), 47 min nach Bruch.

7 Mechanische Eigenschaften

7.1 Zugversuche

Zur Bewertung der mechanischen Eigenschaften der geschweißten CMU- und FW-Testprobe wurden zuerst die 0,2 %-Dehngrenzen $R_{p0,2}$ und die Zugfestigkeiten R_m mittels Zugversuchen in der normalen Atmosphäre bei verschiedenen Versuchstemperaturen zwischen RT und 700 °C untersucht. Dieser Versuchstemperaturbereich wurde aufgrund der Einsatztemperatur des Materials für die Erste Wand in einem Fusionsreaktor gewählt. Die Dehnrage bezogen auf die 7,6 mm Messlänge lag bei ca. $0,01 \text{ min}^{-1}$ und entspricht den üblich verwendeten Werten zur Bewertung der diffusionsgeschweißten Proben aus EUROFER97 [17]. Außer den $R_{p0,2}$ und R_m -Werten wurden auch die Bruchdehnungen A ermittelt, um die

Zähigkeit der Schweißnaht zu beurteilen. Hier muss auch erwähnt werden, dass keine Wegaufnehmer verwendet wurden. Die Dehnung wurde über die Querhauptbewegung gemessen. Die Zugeigenschaften der Proben mit Schweißnaht (Z-S) wurden mit den Zugeigenschaften des Grundwerkstoffes (Z-G) verglichen. Um die Einflüsse der Wärmebehandlung während des HIP-Prozesses zu veranschaulichen, wurden die Zugeigenschaften des Materials aus der gleichen Chargennummer im Anlieferungszustand ebenfalls eingetragen. Die Messwerte des Materials im Anlieferungszustand werden aus [3] übernommen und in Anhang B.1 eingetragen.

Die Auswertung der $R_{p0,2}$ -Werte und R_m -Werte der CMU-Testprobe wurde in Abhängigkeit von der Versuchstemperatur jeweils in Abb. 7-1 und in Abb. 7-2 dargestellt. Die entsprechenden Versuchswerte wurden in Anhang B.2 tabellarisch hinzugefügt. Bei dem Material im Anlieferungszustand zeigen die beiden Abbildungen einen relativ hohen Materialwiderstand gegen die plastische Verformung und gegen die Einschnürung, der aber mit kleiner Steigung im Temperaturbereich $RT \leq T \leq 400 \text{ °C}$ abfällt. Nach dem Plateau im Temperaturbereich zwischen 400 °C und 500 °C nimmt die Kurve um ein Vielfaches ab. Die gleiche Tendenz der $R_{p0,2}$ -Werte und R_m -Werte ist bei den anderen Proben (Z-G und Z-S Proben) über den gesamten Temperaturbereich zwischen RT und 700 °C festzustellen.

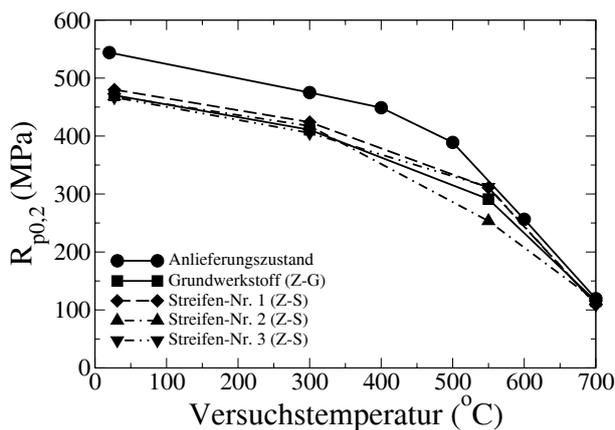


Abb. 7-1: CMU-Testprobe, Abhängigkeit der 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$) von der Versuchstemperatur.

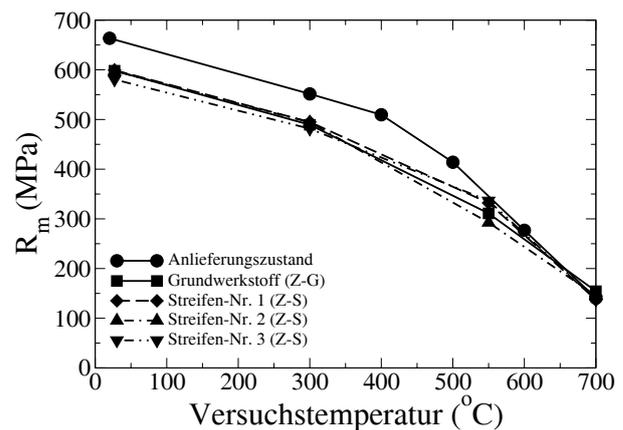


Abb. 7-2: CMU-Testprobe, Abhängigkeit der Zugfestigkeit (R_m) von der Versuchstemperatur.

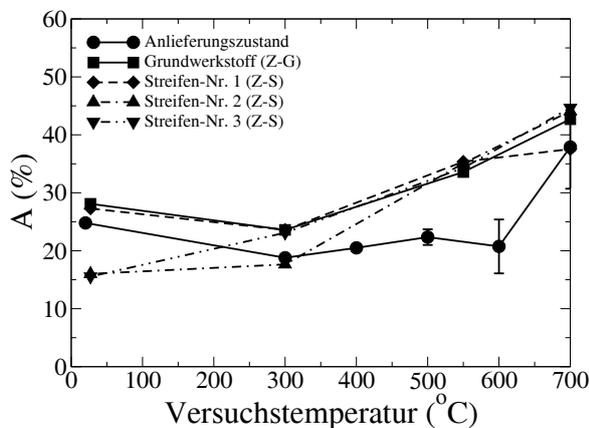


Abb. 7-3: CMU-Testprobe, Abhängigkeit der Bruchdehnung (A) von der Versuchstemperatur.

Nach dem Diffusionsschweißprozess war bei den Z-G Proben zu erkennen, dass der Materialwiderstand gegen die einsetzende plastische Verformung und die Einschnürung bei niedriger Temperatur zurückging. Ein Beispiel ist der $R_{p0,2}$ -Wert bei RT, welcher 74 MPa geringer als der Wert im Anlieferungszustand war. In diesem Zustand und bei gleicher Temperatur war der R_m -Wert um 65 MPa geringer. Dieser Unterschied verringerte sich je höher die Versuchstemperatur lag, und erreicht das Minimum bei 700 °C . Betrachtet man die temperaturabhängigen Kur-

venverläufe der Z-S Proben, war deutlich zu sehen, dass die plastische Verformung der Z-S Proben fast in der gleichen Spannungshöhe wie bei den Z-G Proben begann. Dementsprechend war auch die Festigkeit. Der größte Unterschied lag bei einer Versuchstemperatur von 550 °C. Aus allen Z-S Proben zeigten die Proben aus dem Streifen 1 in einem Versuchstemperaturbereich $T < 700$ °C etwas höhere Widerstände gegen die 0,2 %-plastische Verformung. Im Vergleich zu den Z-G Proben waren diese ca. 6 bis 20 MPa höher.

Die Versuchswerte der Bruchdehnung A des Material im Anlieferungszustand und der geschweißten Proben sind tabellarisch in Anhang B.2 aufgelistet und in einem Diagramm in Abb. 7-3 dargestellt. Im Kurvenverlauf des Materials im Anlieferungszustand war deutlich zu sehen, dass der tiefste Punkt der Bruchdehnung bei einer Versuchstemperatur von ca. 300 °C liegt. Bei zunehmender Versuchstemperatur $T > 300$ °C zeigte das Material durch die zunehmende Bruchdehnung mehr Duktilität an. Dabei nahm allerdings auch die Streuung der Messwerte zu. Bei den Z-G Proben lag die A -Kurve für den gesamten Versuchstemperaturbereich etwas höher als die Kurve im Anlieferungszustand. Zur Erklärung des Bruchdehnungsverhaltens der Z-S Proben wurde eine Relation zwischen den Kurvenverläufen der Z-S Proben in Abb. 7-3 und den Bruchproben in Abb. 7-4 dargestellt. Wurden die A -Werte der Z-G Proben mit den Werten der Z-S Proben verglichen, so fiel auf, dass die Z-S Proben aus dem Streifen 1 vergleichbar große Bruchdehnungen wie die Z-G Proben lieferten. Nur bei 700 °C existierte eine Abweichung von 5,2 %. Dies bedeutet, dass die Proben aus dem Streifen 1 eine vergleichbar große Einschnürung wie der Grundwerkstoff bekamen und das Versagen der Proben nicht aufgrund der Schwäche der Schweißnaht verursacht wurde. Die Bruchteile dieser Proben, nachzuvollziehen in Abb. 7-4.a, bestätigte die große Einschnürung durch die kleine Bruchfläche, die sich offenbar nicht an der Schweißnaht befand.

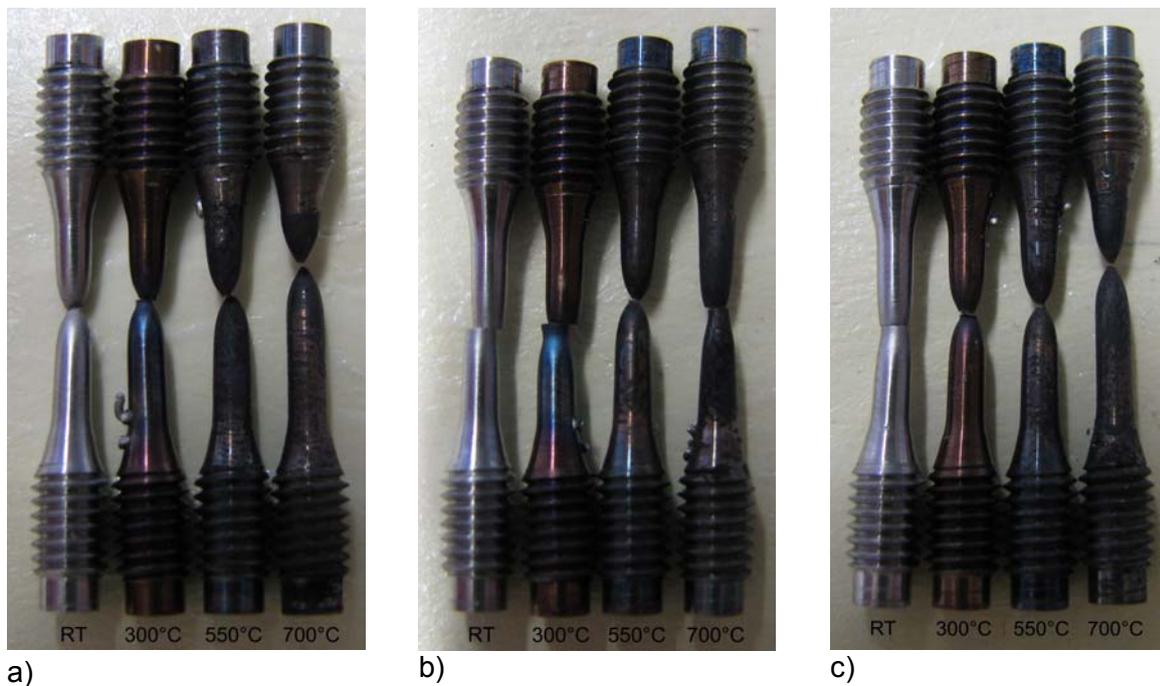


Abb. 7-4: Diffusionsgeschweißte Zugproben aus CMU nach den Zerreiversuchen bei verschiedenen Versuchstemperaturen, a) Probe aus dem Streifen 1, b) Probe aus dem Streifen 2 und c) Probe aus dem Streifen 3.

Bei den Proben aus den Streifen 2 und 3 lag der tiefste Punkt der Bruchdehnung jedoch nicht bei 300 °C, sondern bei RT. Im Vergleich mit den Proben aus dem Streifen 1 war deren Bruchdehnung bei niedriger Temperatur ($T < 550$ °C für den Streifen 2 und $T < 300$ °C für den Streifen 3) geringer. Daraus folgt, dass der Bruch in diesem Temperaturbereich nicht aufgrund des Materialversagens sondern aufgrund der Schwäche der Schweißnaht auftrat. Dies wird in Abb. 7-4.b und Abb. 7-4.c verdeutlicht.

Genau wie die CMU-Testprobe wurde die FW-Testprobe nach dem Diffusionsschweißprozess auf die einsetzende plastische Verformung, Zugfestigkeit und die dazugehörige Bruchdehnung untersucht. Die temperaturabhängigen Messwerte wurden tabellarisch in Anhang B.3 eingetragen und zusammen mit den Werten des Materials im Anlieferungszustand jeweils in einem Diagramm in Abb. 7-5 ($R_{p0,2}$), Abb. 7-6 (R_m) und Abb. 7-7 (A) dargestellt.

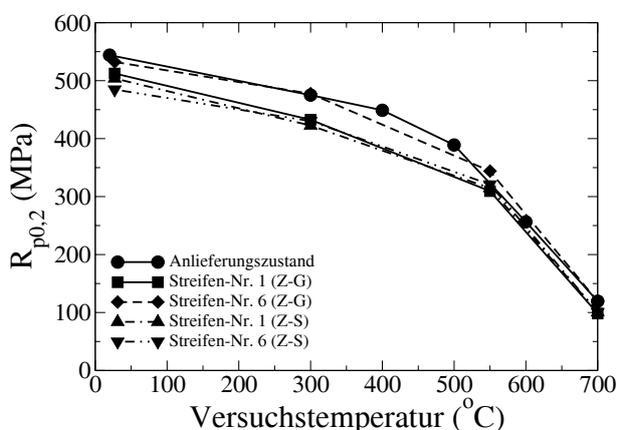


Abb. 7-5: FW-Testprobe, Abhängigkeit der 0,2%-Dehngrenze ($R_{p0,2}$) von der Versuchstemperatur.

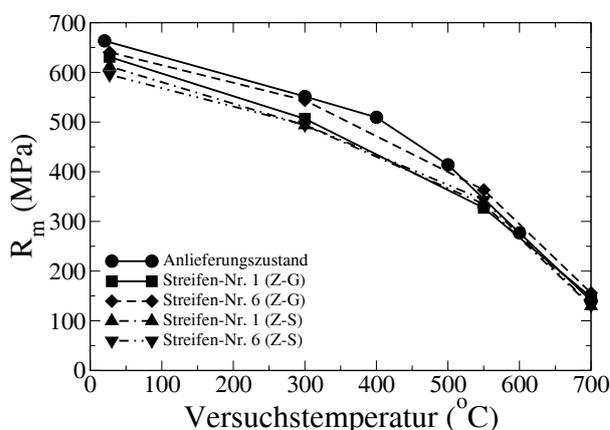


Abb. 7-6: FW-Testprobe, Abhängigkeit der Zugfestigkeit (R_m) von der Versuchstemperatur.

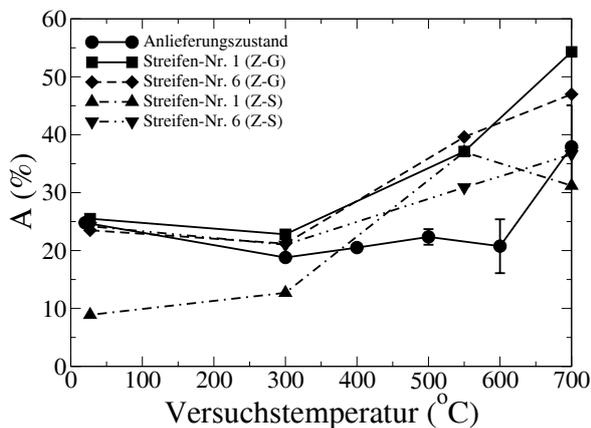


Abb. 7-7: FW-Testprobe, Abhängigkeit der Bruchdehnung (A) von der Versuchstemperatur.

Der Widerstand gegen die 0,2 %-Dehnung und gegen die Einschnürung der Z-G Proben war bei Streifen 1 und 6 unterschiedlich. Im Allgemeinen besaß der Grundwerkstoff aus dem Streifen 6 bis zu 45 MPa höhere $R_{p0,2}$ -Werte bzw. bis zu 37 MPa höhere R_m -Werte bei 300 °C. Seine Kurvenverläufe waren mit den Verläufen des Materials im Anlieferungszustand vergleichbar. Bei den Z-S Proben lagen die beiden Kurvenverläufe zusammen mit den Verläufen der Z-G Proben aus dem Streifen 1 mit einer kleinen Abweichung bei RT fast aufeinander.

Die Bruchdehnung der Z-G Proben aus beiden Streifen lag etwas über dem gesamten Versuchstemperaturbereich, höher als die Bruchdehnung des Materials im Anlieferungszustand. Zwischen den beiden Z-G Proben gab es nur eine kleine Abweichung bei 700 °C, welche im Streuungsbereich des Materials liegt. Betrachtete man die A-Kurvenverläufe der Z-S Proben, wurde deutlich, dass die Proben aus dem Streifen 1 die niedrigste Bruchdehnung bei $RT \leq T$

< 550 °C und bei 700 °C hatten. Sie war die sogar niedriger als die Bruchdehnung des Materials im Anlieferungszustand. Die niedrige Bruchdehnung in diesen Temperaturbereichen wurde durch die nicht optimale Verbindung hervorgerufen. Die Z-S Proben versagten in der Schweißnaht bevor die maximal erforderliche Materialeinschnürung erreicht war (siehe die Probe bei RT, 300 °C und 700 °C in Abb. 7-8.a). Ein Beweis für die geringere Einschnürung bei diesen Proben lieferte die große Bruchfläche. Im Gegensatz dazu zeigten die Z-S Proben des Streifens 6 höhere Bruchdehnungen. Bei höheren Versuchstemperaturen waren diese noch geringer als die A-Werte der Z-G Proben des gleichen Streifens (9 – 10 % weniger Dehnung bei 550 °C und 700 °C). Aus der Bruchdehnung über den gesamten Temperaturbereich, die in manchen Bereichen sogar höher als die Bruchdehnung des Materials im Anlieferungszustand war, folgt, dass die Bruchstellen außerhalb der Schweißnaht erfolgen sollten. Die Abb. 7-8.b zeigt die gebrochenen Zugproben des Streifens 6. Es ist zu sehen, dass die Bruchfläche bei allen Versuchstemperaturen aufgrund der großen Einschnürung klein war. Die Unebenheit der Bruchfläche deutet darauf hin, dass die Bruchstelle außerhalb der Schweißnaht lag.

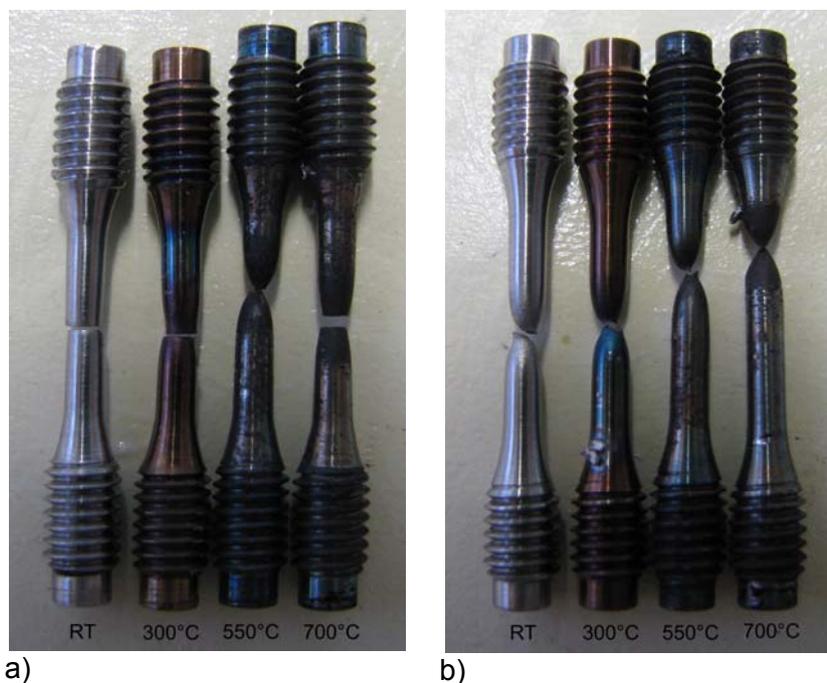


Abb. 7-8: Diffusionsgeschweißte Zugproben aus FW nach Zerreiversuchen bei verschiedenen Versuchstemperaturen, a) Probe aus dem Streifen 1 und b) Probe aus dem Streifen 6.

7.2 Kerbschlagversuche

Das Ziel dieser Untersuchung war die DBTT und die Hochlageenergie zu bestimmen. Aufgrund der niedrigen DBTT des Materials im Anlieferungszustand wurden die Versuche in einem Temperaturbereich $-150\text{ °C} < T \leq \text{RT}$ durchgefhrt. Durch den Vergleich der Hochlageenergie zwischen den K-G und K-S Proben aus dem gleichen Streifen konnte eine Aussage ber die Qualitt der Schweinaht gemacht werden.

Beim Kerbschlagversuch wurden die Proben wie beim Zugversuch entnommen (siehe Abb. 5-4). Die Proben wurden nach KLST- (miniaturisierten) Kerbschlagproben hergestellt und

besaßen eine Abmessung von 3 x 4 x 27 mm. In der Mitte der Probenlänge wurde eine V-Kerbe eingefügt. Die Kerbe war 3 mm breit und 1 mm tief und hatte einen Öffnungswinkel von 60° und eine Rundung im Kerbgrund mit einem Radius von 0,1 mm. Im Falle der Proben mit Schweißnaht sollte der Kerbgrund möglichst genau an der Schweißnaht liegen. Der Versuch wurde in einer vollautomatisierten Kerbschlagbiegeanlage durchgeführt. Bevor die Probe auf der Widerlage des Pendelschlagwerkes verschoben wurde, wurde sie in einer Klimakammer, die mit Stickstoff gekühlt wird, auf die gewünschte Temperatur gebracht. Die maximale Kerbschlagenergie (KV) lag bei 25 J. Untersucht wurden die Proben des Grundwerkstoffes (Z-G Proben) und die Proben mit Schweißnaht (Z-S Proben) der CMU- und FW-Testprobe.

Abb. 7-9 zeigt den Zusammenhang zwischen der Kerbschlagenergie (KV) der Proben aus CMU und der Versuchstemperatur. Die Messwerte wurden jeweils über eine Kurve angepasst, die mathematisch in Gl. (7.1) beschrieben wird [18].

$$KV = \frac{USE + LSE}{2} + \frac{USE - LSE}{2} \tanh\left(\frac{T - DBTT}{r}\right) \quad (7.1)$$

Dabei ist *USE* die Hochlageenergie, *LSE* die Tieflageenergie, *T* die Versuchstemperatur und *r* der Anpassungsparameter.

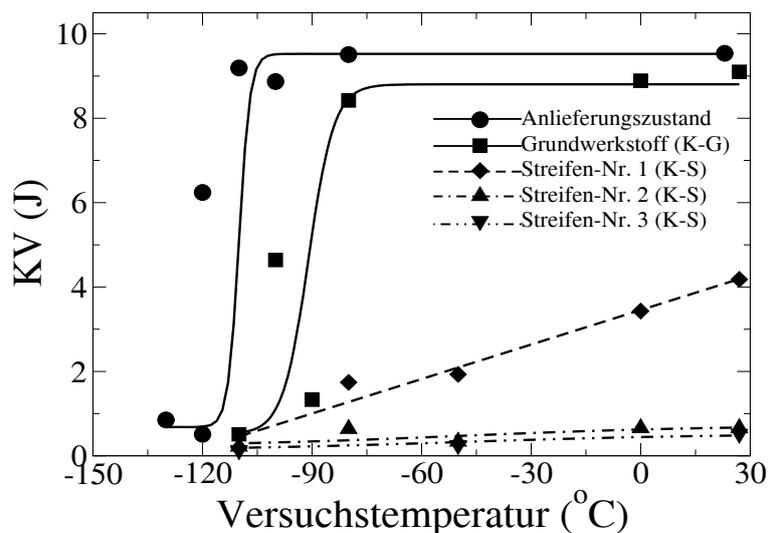


Abb. 7-9: Abhängigkeit der Kerbschlagarbeit (KV) von der Versuchstemperatur.

Zum Vergleich wurde die Kerbschlagenergie des Materials im Anlieferungszustand [3] für den Versuchstemperaturbereich eingetragen. Die ermittelten Werte der temperaturabhängigen Kerbschlagenergie wurden in Anhang C.1 für die Proben im Anlieferungszustand und in Anhang C.2 für die geschweißte CMU-Testprobe aufgelistet. Für die Grundwerkstoffproben (K-G Proben) lag die *DBTT* bei -90 °C (20 °C höher als die *DBTT* des Materials im Anlieferungszustand) und die Hochlageenergie bei 8,8 J (0,72 J weniger als die *USE* des Materials im Anlieferungszustand).

Bei den Proben mit Schweißnaht gab es keine definierte *USE* und *DBTT*. Ihre *LSE* war niedriger als die *LSE* des Grundwerkstoffes. Die Kerbschlagenergie der Streifen 2 und 3 änderte sich kaum gegenüber der Versuchstemperatur, so dass sie bei RT 0,66 J für den Streifen 2

und 0,52 J für den Streifen 3 betrug. Dagegen zeigen die Proben aus dem Streifen 1 einen linearen Duktilitätsanstieg über den gesamten Temperaturbereich. Die Kerbschlagenergie bei RT betrug 4,12 J, was 47 % der Kerbschlagenergie des Grundwerkstoffs ausmachte. Diese Duktilitätssteigerung war durch die gebrochenen Proben, die in Abb. 7-10.a dargestellt sind, leicht zu erkennen. Bei der bei -80 °C geprüften Probe existiert bereits eine kleine Plastifizierung unterhalb des Kerbgrunds, die größer wurde, je höher die Temperatur war. Bei den gebrochenen Proben aus den Streifen 2 und 3, die in Abb. 7-10.b und Abb. 7-10.c gezeigt werden, gab es durch die glatte Bruchfläche keine Anzeichen der Plastifizierung über den gesamten Versuchstemperaturbereich.

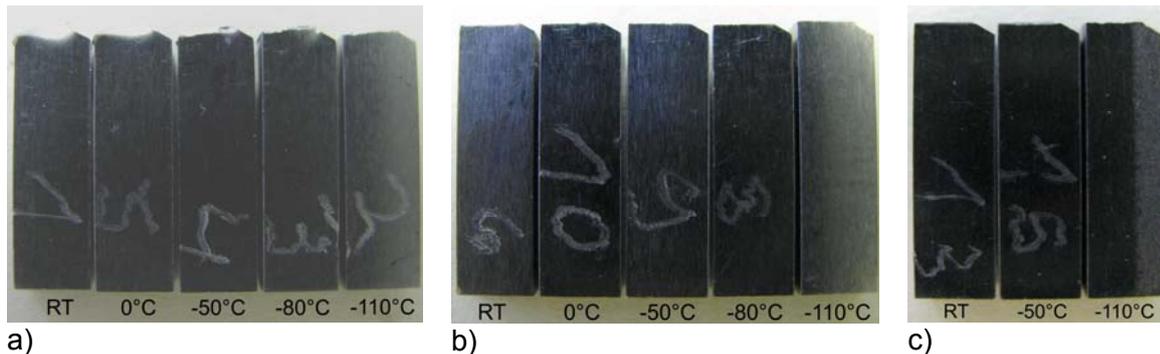


Abb. 7-10: Diffusionsgeschweißte Kerbschlagproben aus der CMU-Testprobe nach den Zerreiversuchen bei verschiedenen Versuchstemperaturen, a) K-S Probe aus dem Streifen 1, b) K-S Probe aus dem Streifen 2, c) K-S Probe aus dem Streifen 3.

Fr die FW-Testprobe wurden die Proben aus den Streifen 1 und 6 entnommen und berprft. Die Messwerte wurden in einem Diagramm in Abb. 7-11 zusammen mit den Messwerten im Anlieferungszustand eingetragen und jeweils in einer Kurve mittels der Gl. (7.1) angepasst. Die numerischen Messwerte sind tabellarisch in Anhang C.3 aufgelistet.

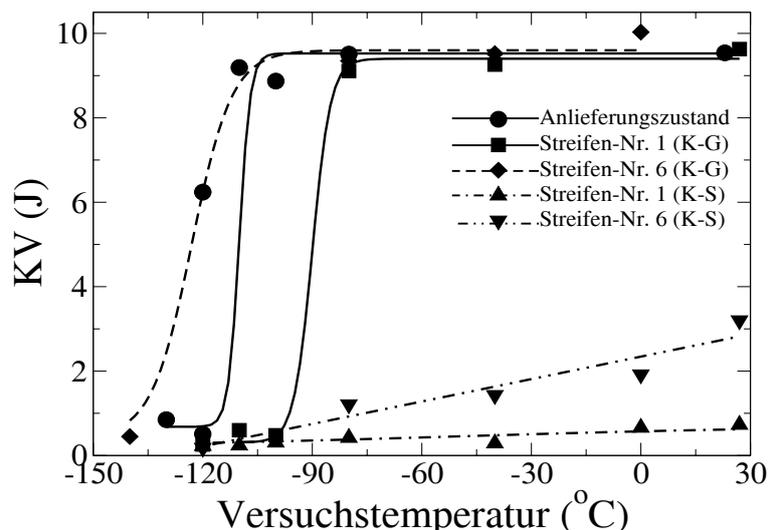


Abb. 7-11: Abhngigkeit der Kerbschlagarbeit (KV) von der Versuchstemperatur.

Aus der Abb. 7-11 ist ersichtlich, dass die *USE* der K-G Proben aus dem Streifen 1 ca. 9,4 J und aus dem Streifen 6 ca. 9,6 J betrug. Wurde der *USE* des Grundwerkstoffs und die *USE* des Materials im Anlieferungszustand verglichen, zeigte sich ein minimaler Unterschied. Die

DBTT-Werte zwischen den beiden K-G Proben waren jedoch sehr verschieden. Für K-G Proben des Streifens 1 lagen sie bei $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$ und für die K-G Proben des Streifens 6 bei $-123\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Bei den K-S Proben hatte die temperaturabhängige Kerbschlagenergie die gleiche Tendenz wie bei den K-S Proben der CMU. Aus den beiden Kurvenverläufen konnte keine *USE* und *DBTT* ermittelt werden. Im Diagramm ist zu sehen, dass der Kurvenverlauf des Streifens 1 mit einer geringfügigen Steigung linear ist. Die Kerbschlagenergie bei RT lag bei $0,73\text{ J}$. Aus diesem Ergebnis ließ sich ableiten, dass die Proben ohne bedeutende Plastifizierung an der Schweißnaht brachen. Dies war bei den gebrochenen Proben in Abb. 7-12.a zu sehen. Die Kante der Bruchfläche unterhalb der Kerbe war glatt und deutlich zu erkennen. Es gab nur geringe Verformungen bei der Versuchstemperatur von $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ und RT. Bei den K-S Proben des Streifens 6 stieg die Kerbschlagenergie über der Temperatur auch linear, aber mit deutlich höherer Steigung an und betrug bei RT $3,2\text{ J}$ oder 33% der *USE* des Grundwerkstoffes derselben Streifen. In die Abb. 7-12.b ist zu erkennen, dass die Probe bei $T > -40\text{ }^{\circ}\text{C}$ plastisch verformt wurde und an der Schweißnaht duktil brach.

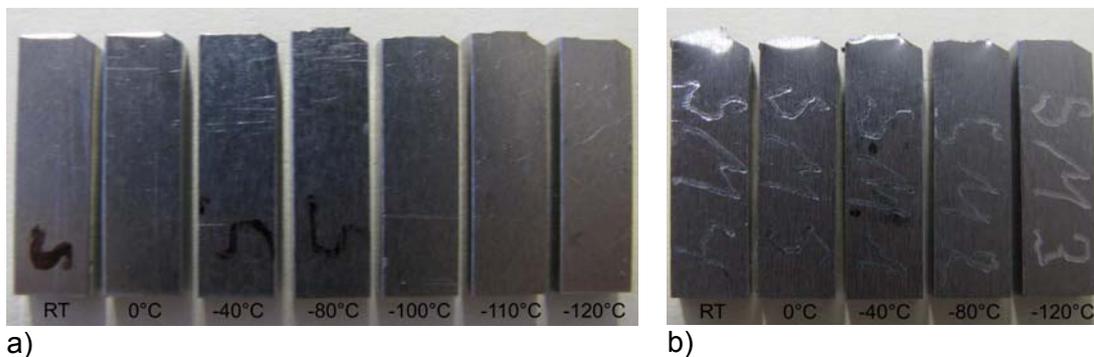


Abb. 7-12: Diffusionsgeschweißte Kerbschlagproben aus FW-Testprobe nach den Zerreiversuchen bei verschiedenen Versuchstemperaturen, a) K-S Probe aus dem Streifen 1, b) K-S Probe aus dem Streifen 6.

8 Zusammenfassung

Die Untersuchungen zur Bewertung der unter dem HIP-Prozess diffusionsgeschweißten CMU- und FW-Testprobe mit Kühlkanälen wurden durchgeführt. Die zu verschweißenden Oberflächen wurden durch die Zerstäubung der CO₂-Pellets mit einer Pelletrate von 20 kg/h gereinigt. Die Oberflächentemperatur wurde zur Vermeidung der Kondensation der Luftfeuchtigkeit konstant auf 28 °C gehalten.

Es wurde ein Zweistufenschweißverfahren mit einer Wärmebehandlungsvorstufe verwendet, die zum Ausgleich des unterschiedlichen Kriechverhaltens des Werkstoffes eingesetzt wurde. Der Parameter dieser Vorstufe lag bei 1050 °C und 2 h. Beim Schweißprozess wurden für die beiden Stufen die optimale Schweißtemperatur (1010 °C für die erste Stufe und 1050 °C für die 2. Stufe) und der optimale Schweißdruck (25 MPa für die erste Stufe und 15 MPa für die zweite Stufe) übernommen. Die Schweißdauer war je nach Probenart unterschiedlich. Für die CMU wurde die Probe 1 h 10 min bei der ersten Stufe und 1 h 55 min bei der zweiten Stufe geschweißt. Die Schweißdauer der FW war etwas länger und betrug 1 h 35 min bei der ersten Stufe und 2 h 10 min bei der zweiten Stufe.

Nach dem Diffusionsschweißprozess wurden die Dichtheitsprüfungen mit Helium für die beiden Testproben im Institut für Technische Physik durchgeführt. Eine Leckrate von $\leq 10^{-9}$ mbar l/s konnte bei einer Prüfbedingung von 130 bar und 2 h festgestellt werden.

Danach wurden die inelastischen Verformungen der Kanalstege gemessen. Sie waren bei der CMU homogen und lagen bei ca. 9 %. Bei der FW war zu erkennen, dass die Platte nach der Schweißung verbog. Ihre inelastischen Verformungen waren unterschiedlich, sie betrugen auf einem Seitenende 18 % und auf dem anderen 37 %.

Zur Bestimmung der mikrostrukturellen Eigenschaften des Materials in der Schweißnaht wurden mikroskopische Untersuchungen durchgeführt. Die lichtmikroskopischen Untersuchungen zeigten eine unterschiedliche Schweißqualität bei den Stegen. Dies wurde durch die noch vorhandenen Poren an der Schweißnaht bestätigt. Bei der CMU waren die Restporen in der Schweißnaht der Streifen 1 und 3 (äußere Stege der CMU) vereinzelt und klein. Im Vergleich dazu waren die Restporen des Streifens 2 (mittlerer Steg) zahlreich und gleichmäßig verteilt. Bei der FW waren zahlreiche Restporen an der Schweißnaht des Streifens 1 (äußerer Steg der FW) und des Streifens 6 (mittlerer Bereich der FW) zu sehen. In der Querschnittsmitte des Streifens 6 sah die Schweißung im Vergleich zu den Randbereichen mit deutlich geringerer Anzahl von Restporen besser aus. Der mittlere Korndurchmesser der CMU und FW betrug nach dem Schweißprozess zwischen 17 µm und 18 µm (54 und 64 % größer als der mittlere Korndurchmesser des Materials im Anlieferungszustand). Dieser Effekt der Kornvergrößerung kam aufgrund der um 2 h verlängerten Wärmebehandlungsstufe und der um ca. 1 h längeren Schweißdauer bei 1050 °C zustande.

Bei der oberflächenanalytischen Untersuchung der Bruchfläche (Streifen 6, FW) mittels AES-Analyse wurden keine Elementausscheidungen gefunden. Allerdings trat ein schwaches Sauerstoffsignal auf, das auf die Wiederbelegung von Sauerstoffatomen auf der Bruchfläche in der Ultrahochvakuumanlage mit einem Vakuumdruck von 4×10^{-10} mbar zurückzuführen

war. Zu erkennen waren jedoch vereinzelte Einschlüsse aus oxidisch - sulfatischen Partikeln mit Al und Fe.

Zur Bewertung der mechanischen Eigenschaften der diffusionsgeschweißten Proben wurden Zugversuche bei $RT \leq T \leq 700 \text{ °C}$ und Kerbschlagversuche bei $-150 \text{ °C} < T \leq RT$ durchgeführt. Die Zugversuche mit dem Grundwerkstoff zeigten bei Versuchstemperaturen von $T < 700 \text{ °C}$, dass die Kornvergrößerung die Verminderung der 0,2 %-Dehngrenze und der Festigkeit des Materials verursachte. Wie der Bruchdehnungskurvenverlauf zeigte, stieg die Duktilität an. Bei den Proben mit Schweißnaht in der Mitte lagen die $R_{p0,2}$ und R_m fast im gleichen Bereich des Grundwerkstoffes. Der große Unterschied der Schweißqualität zwischen den Stegen wurde in Bruchdehnungskurven erfasst. Die besten Schweißergebnisse zeigten die Proben aus dem Streifen 1 für die CMU und dem Streifen 6 für die FW, wobei ihr Kurvenverlauf dem Verlauf des Grundwerkstoffes am nächsten kam. Bei den gebrochenen Zugproben zeigt sich, dass die Proben der beiden Streifen vor dem Bruch so große Einschürungen erfuhren, dass die Bruchfläche kleiner wurde.

Aus den Kerbschlagversuchen des Grundwerkstoffes ergab sich, dass sich die *USE* im Bereich der *USE* des Materials im Anlieferungszustand befand. Die *DBTT* lag zwischen -123 °C und -90 °C . Diese eingeprägte *USE* und *DBTT* waren bei den Proben mit Schweißnaht nicht zu finden. Wie bei den Zugversuchen stellte sich heraus, dass die besten Schweißergebnisse von den Proben aus dem Streifen 1 für die CMU und dem Streifen 6 für die FW geliefert wurden. Die Kerbschlagenergie stieg linear mit der Versuchstemperatur und betrug bei RT $4,12 \text{ J}$ (47 % der *USE* des Grundwerkstoffes) für den Streifen 1 der CMU und $3,2 \text{ J}$ (33 % der *USE* des Grundwerkstoffes) für den Streifen 6 der FW. Bei den Proben aus anderen Streifen war die Abhängigkeit der Kerbschlagenergie von den Versuchstemperaturen sehr gering. Das Spröd-Duktil-Verhalten des Materials in der Schweißnaht zeigten die gebrochenen Kerbschlagproben. Hierbei war zu sehen, dass bei den Proben aus den oben genannten Streifen das Material bei $T > -50 \text{ °C}$ vor dem Bruch und unterhalb des Kerbgrunds plastifizierte. Proben aus anderen Streifen hatten eine glatte Bruchfläche.

Im Bezug auf die Schweißergebnisse der D414-Probe, die mit CO_2 -Pellets gereinigt und im U-DB-Verfahren hergestellt wurde, soll dieses HIP-Diffusionsschweißverfahren besonders für große Proben wie die FW-Testprobe noch weiter entwickelt werden.

9 Literatur

- [1] Max - Planck - Institut für Plasmaphysik, Kernfusion - Berichte aus der Forschung, Folge 2 (2002).
- [2] N.F. Kazakov, An outline of diffusion bonding in vacuum, Diffusion Bonding of Material, Mir Publishers (1985).
- [3] E. Materna-Morris, Ch. Adelhelm, S. Baumgärtner, B. Dafferner, P. Graf, S. Heger, U. Jäntschi, R. Lindau, C. Petersen, M. Rieth, R. Ziegler, H. Zimmermann, Structural material EUROFER97-2, Characterization of rod and plate material: structural, tensile, Charpy and creep properties, FZKA Interner Bericht 31.40. 04, FUSION 276 (March 2007).
- [4] X. Jin, L.V. Boccaccini, R. Meyder, Deterministic safety analysis of the reference accidental sequence for the European HCPB TBM system, Fusion Engineering and Design 83 (2008), p. 1759 – 1763.
- [5] G. Reimann, Diffusionsschweißversuche in Heißisotatischen Pressen zur Herstellung von Plattenbauteilen mit inneren Kühlkanälen für Fusionsblankets, FZKA Interner Bericht 31.06.10, PKF 141 (August 1999).
- [6] G. Reimann, Diffusionsschweißversuche in Heißisotatischen Pressen zur Herstellung von Plattenbauteilen mit inneren Kühlkanälen für Fusionsblankets – sechste Versuchsreihe, FZKA Interner Bericht 31.06.10, PKF 158 (August 2000).
- [7] G. Reimann, P. Norajitra, R. Ruprecht, R. Vouriot, H. Kempe, Diffusionsschweißversuche in Heißisotatischen Pressen zur Herstellung von Plattenbauteilen mit inneren Kühlkanälen für Fusionsblankets – siebente Versuchsreihe, FZKA Interner Bericht 31.06.10, PKF 175 (Mai 2001).
- [8] G. Reimann, P. Norajitra, R. Ruprecht, R. Vouriot, H. Kempe, Diffusionsschweißversuche in Heißisotatischen Pressen zur Herstellung von Plattenbauteilen mit inneren Kühlkanälen für Fusionsblankets (TTBB-002D1) – achte Versuchsreihe, FZKA Interner Bericht 31.06.10, PKF 185 (Mai 2002).
- [9] A. Hill, E.R. Wallach, Modelling solid state diffusion bonding, Acta Metall., Vol. 37, No. 9 (1989), p. 2425 - 2437.
- [10] A. von der Weth, H. Kempe, HIP joint development, FZKA Interner Bericht 31.12.03, Fusion 217 (Dezember 2003).
- [11] A. von der Weth, Influence of material deviations in the new EUROFER batch 97/2 and U-DW-process-parameter deviations on a U-DW process, FZKA Interner Bericht 01.12.06, Fusion 282 (Dezember 2006).
- [12] A. von der Weth, Optimization of the EUROFER uniaxial diffusion weld, Journal of Nuclear Materials 367-370 (2007), p. 1203-1207.

- [13] A. von der Weth, Manufacturing of HCPB cooling plates by diffusion welding, FZKA Interner Bericht 01.05.07, Fusion 306 (Mai 2007).
- [14] A. von der Weth, Abschließender Bericht zum Thema Diffusionsschweißen in IMF II mit Hinweisen für die Weiterführung des Projekts, November 2007.
- [15] A. von der Weth, J. Aktaa, Blanket cooling plates mock ups manufactured in different diffusion welding setups, ICFRM2007/000059 (noch nicht publiziert).
- [16] Mündliche Mitteilung von Herrn Zimmermann, Institut für Materialforschung I, Forschungszentrum Karlsruhe.
- [17] Mündliche Mitteilung von Herrn Bürkle, ein ehemaliger Mitarbeiter von Herrn Dr. A. von der Weth.
- [18] E. Gaganidze, J. Aktaa, *The effects of helium on the embrittlement and hardening of boron doped EUROFER97 steels*, Fusion Engineering and Design 83 (2008), p. 1498 - 1502.

Anhang B : Messwerte der Zugversuche

Anhang B.1 : Anlieferungszustand [3]

	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)
RT	549	663	25,1
	539	664	24,5
300 °C	474	552	18,8
	476	551	18,8
400 °C	450	510	20,3
	448	509	20,7
500 °C	390	412	21,0
	388	416	23,7
600 °C	252	279	25,4
	261	275	16,1
700 °C	119	142	30,7
	120	139	45,1

Anhang B.2 : CMU-Testprobe

	Grundwerkstoff (Z-G Probe)		
	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)
RT	470	598	28,1
300 °C	411	489	23,6
550 °C	291	311	33,6
700 °C	115	154	42,7

	Schweißnaht (Z-S Probe)								
	Streifen 1			Streifen 2			Streifen 3		
	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)
RT	480	599	27,3	469	598	16,0	467	581	15,6
300 °C	424	495	23,6	417	494	17,7	405	482	23,1
550 °C	311	332	35,4	253	293	35,1	312	336	34,3
700 °C	109	137	37,5	116	146	44,1	109	138	44,7

Anhang B.3 : FW-Testprobe

	Grundwerkstoff (Z-G Probe)					
	Streifen 1			Streifen 6		
	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)
RT	512	631	25,5	532	640	23,5
300 °C	433	507	22,8	478	544	21,2
550 °C	309	327	37,1	344	364	39,6
700 °C	98	148	54,3	119	156	47,0

	Schweißnaht (Z-S Probe)					
	Streifen 1			Streifen 6		
	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)
RT	504	612	8,9	485	595	24,2
300 °C	423	494	12,7	430	494	21,0
550 °C	315	335	37,0	321	343	30,9
700 °C	100	130	31,2	101	131	36,6

Anhang C : Messwerte der Kerbschlagbiegeversuche

Anhang C.1 : Anlieferungszustand [3]

Temp. (°C)	KV(J)
-130	0,85
-120	0,51
-120	6,24
-110	9,19
-100	8,87
-80	9,51
23	9,54

Anhang C.2 : CMU-Testprobe

Grundwerkstoff (K-G Probe)	
Temp. (°C)	KV(J)
-110	0,51
-100	4,64
-90	1,33
-80	8,42
0	8,89
27	9,10

Schweißnaht (K-S Probe)			
Temp. (°C)	KV(J)		
	Streifen 1	Streifen 2	Streifen 3
-110	0,19	0,22	0,13
-80	1,74	0,64	
-50	1,93	0,34	0,25
0	3,43	0,66	
27	4,18	0,66	0,52

Anhang C.3 : FW-Testprobe

Grundwerkstoff (K-G Probe)		
Temp. (°C)	KV (J)	
	Streifen 1	Streifen 6
-140		0,45
-120	0,26	6,24
-110	0,6	
-100	0,48	
-80	9,11	9,35
-40	9,26	9,52
0		10,03
22	9,63	

Schweißnaht (K-S Probe)		
Temp. (°C)	KV (J)	
	Streifen 1	Streifen 6
-120	0,23	0,18
-110	0,24	
-100	0,31	
-80	0,42	1,21
-40	0,29	1,43
0	0,66	1,92
23	0,73	3,2