

Laserfügen von Siliciumcarbid-Bauteilen für den Hochtemperatureinsatz

Wolfgang Lippmann, Marion Herrmann

Workshop
Hochtemperatur-Verbundwerkstoffe für den Leichtbau
2015

Hanau, 22.01.2015



1. Gliederung

- Zielsetzung
- Anforderungen an die Fügetechnologie
- Materialauswahl – Wärmeübertrager-Rohr
- Laserfügen von SiC
- Lotauswahl
- Zusammenfassung und Ausblick

2. Zielsetzung

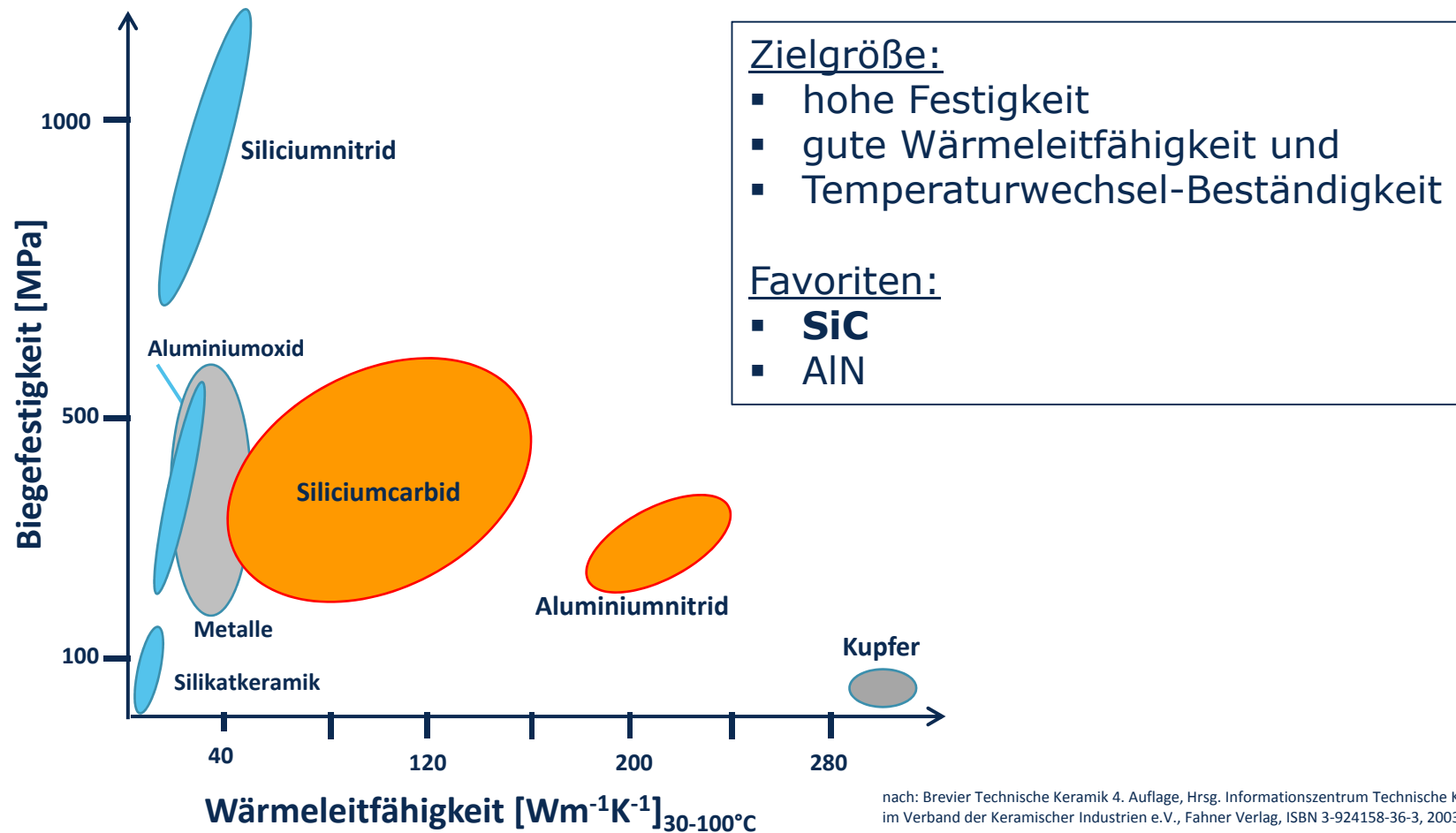
- Entwicklung eines Fügeverfahrens zum gasdichten Verbinden keramischer Bauteile
- Spezielle Anwendung:
Fügen von Siliciumcarbid-Rohren für Wärmeübertrager

3. Anforderungen an die Fügetechnologie

- Einsatztemperatur der Bauteile: **>800°C**
- Fügetemperatur **>1.200°C**
- Nur lokales Aufheizen der Komponenten → ausschließlich im Bereich der Fügezone
- Schneller Prozess (< 5 min.)
- An freier Atmosphäre und/oder unter Vakuum durchführbar
- Gut regelbar / automatisierbar

- **Lösung:** laserinduziertes Löt

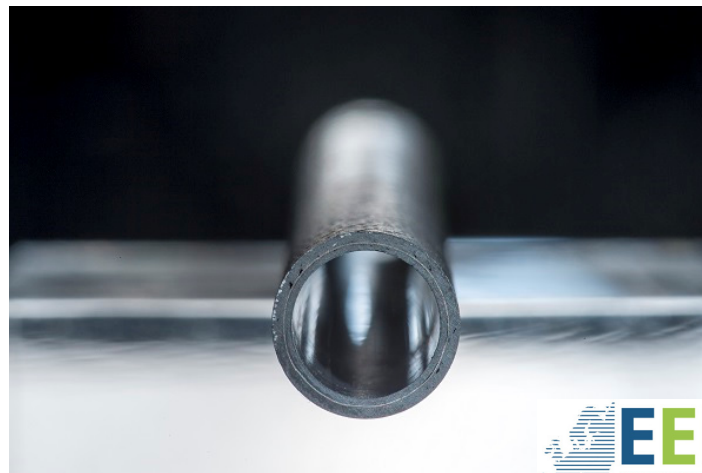
4. Materialauswahl – Wärmeübertrager-Rohr



nach: Brevier Technische Keramik 4. Auflage, Hrsg. Informationszentrum Technische Keramik im Verband der Keramischer Industrien e.V., Fahner Verlag, ISBN 3-924158-36-3, 2003

4. Materialauswahl – Wärmeübertrager-Rohr

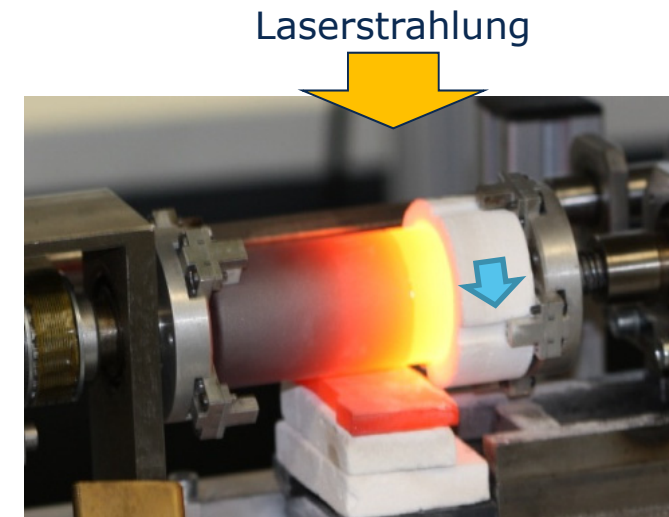
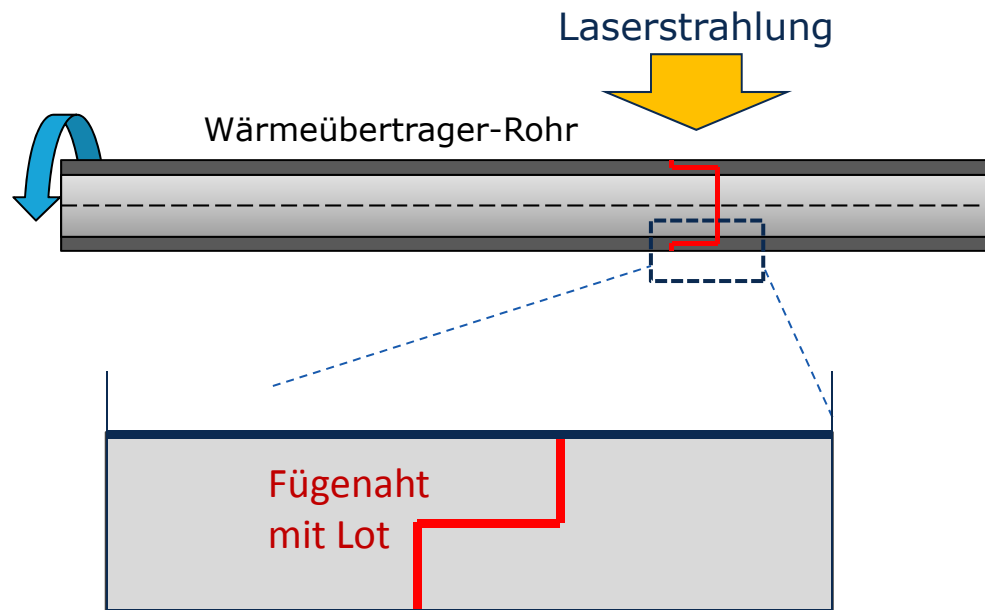
Faserverstärkte $\text{SiC}_f\text{-SiC}$ Rohre können die Betriebssicherheit und Zuverlässigkeit stark verbessern



5. Laserfügen von SiC

Variante 1

- Laserstrahl stationär, Rohr rotiert
- Einsetzbar an Luft und unter Vakuum

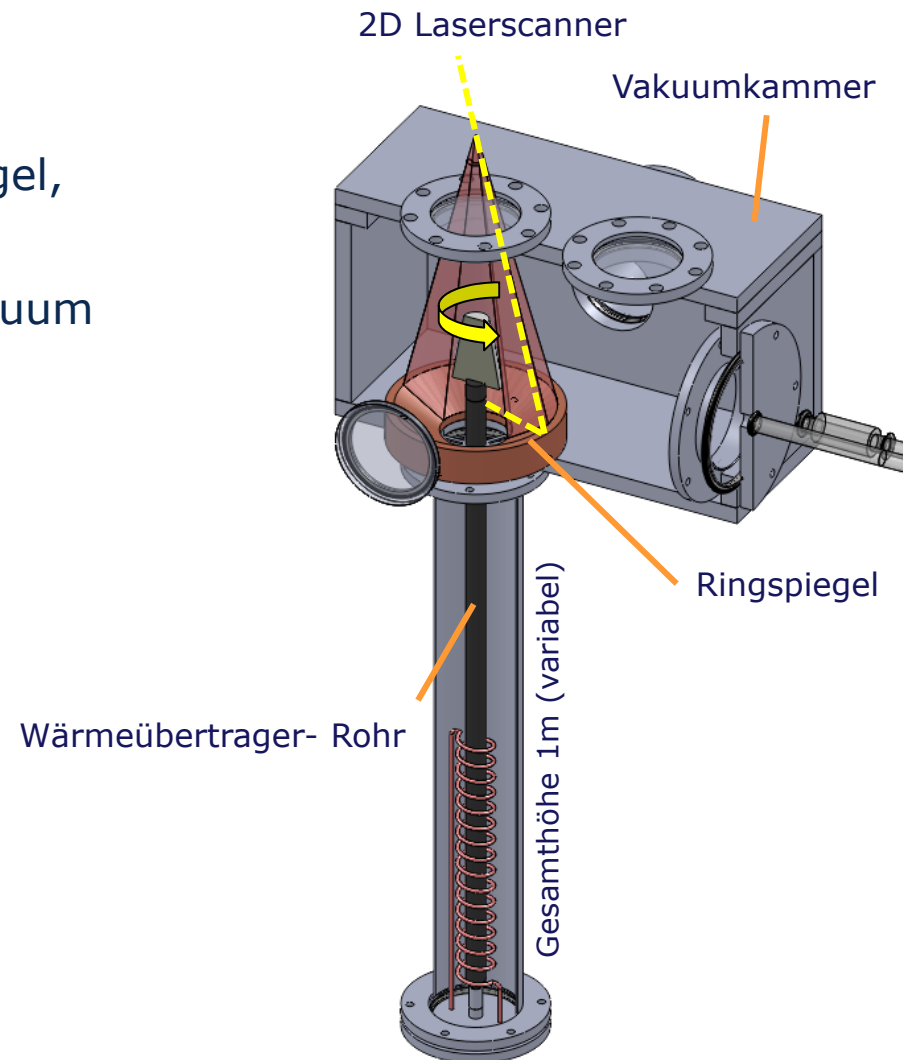


Laserinduziertes Fügen zweier
Rohrsegmente (D= 50 mm, L=70 mm)

5. Laserfügen von SiC

Variante 2

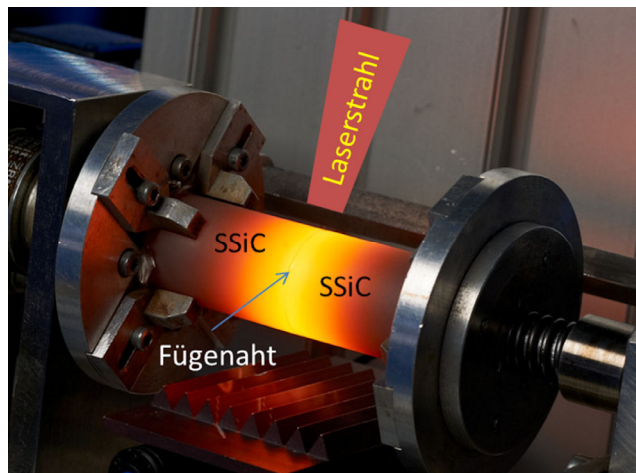
- Laserstrahl rotiert über Ringspiegel, Rohr fixiert
- Einsetzbar an Luft und unter Vakuum



5. Laserfügen von SiC

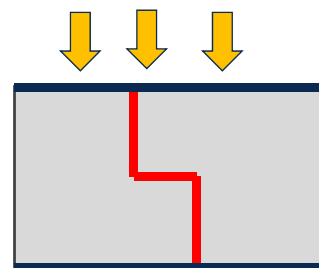
Technische Randbedingungen:

- Eingesetzter Laser: Diode (915...1030 nm)
- Max. Strahlleistung: 10 kW (cw)
- Laserstrahlung über Faseroptik
- lokales Aufheizen der Fügezone

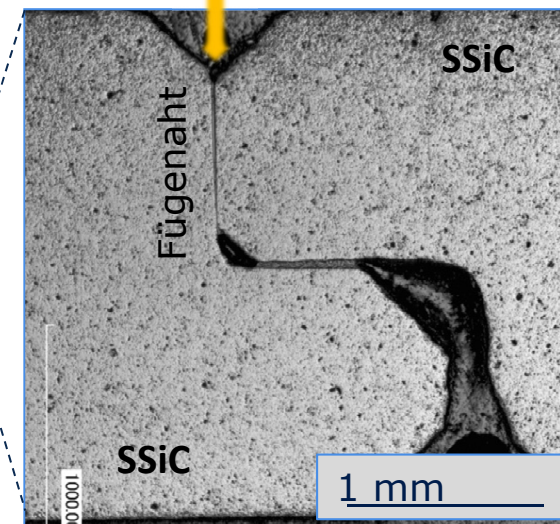


Laserinduziertes Löten von SSiC an Luft

Laserstrahlung



Fügenreht
mit Lot



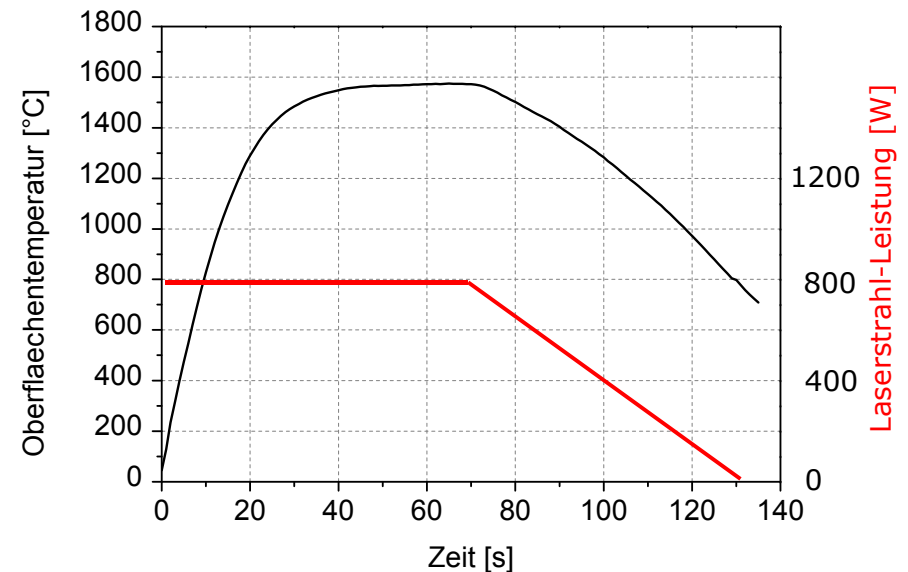
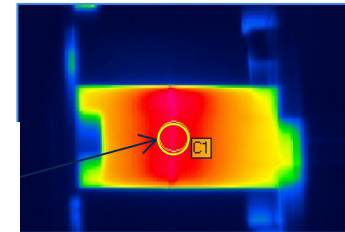
Querschnitt Fügenreht

5. Laserfügen von SiC

- Diodenlaser (808 und 940 nm)
- Leistungsdichte: 3,3 ... 4,7 W·mm⁻²
- SiC- Kapselteile
- StarCeram S (H.C.Starck)
- Ø: 12 mm, h: 16 mm, s: 2 mm



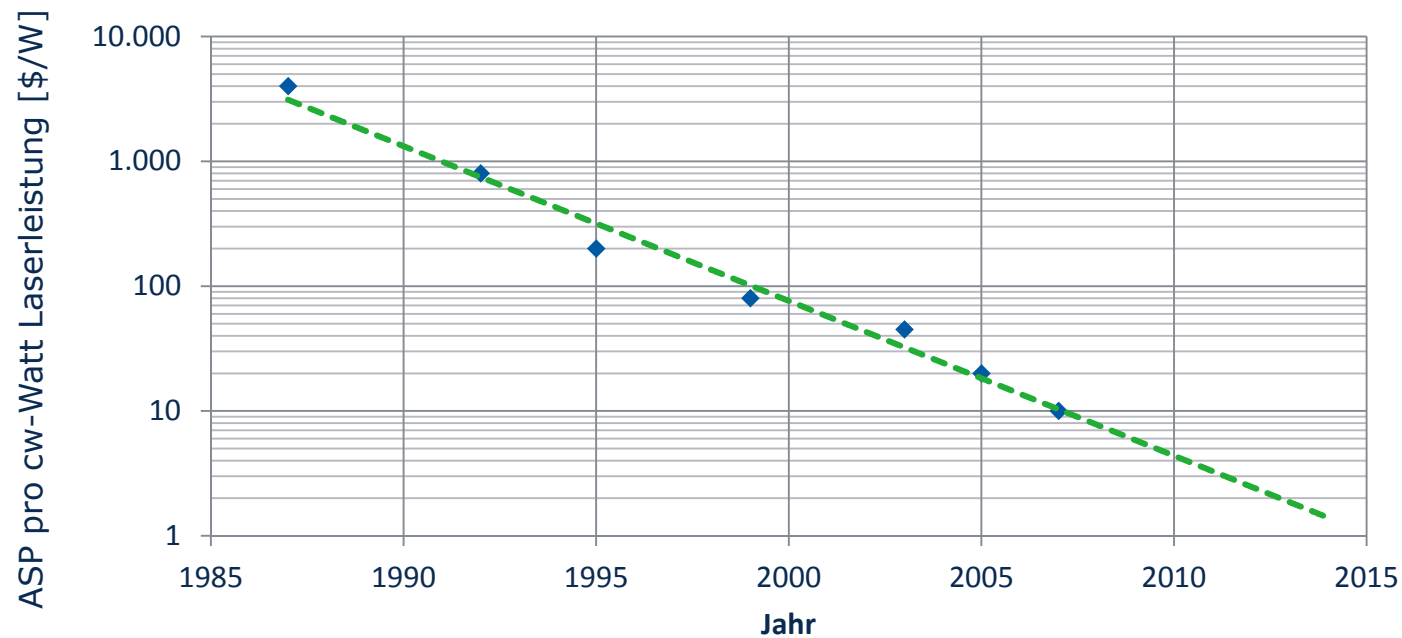
Temperaturmessung
(Thermokamera)



Laserinduziertes Löten, Leistung- und Temperaturverlauf

5. Laserfügen von SiC

Spezifische Kosten für Dioden-Leistungslaser



- ◆ Average Selling Price (ASP): mittlere Anschaffungskosten pro Laserleistung [\$/W (cw)]

Martinsen, Robert: Industrial markets beckon for high-power diode lasers; High-Power Diode Lasers; OLE Octobre 2007; optics.org; Abrufdatum: 17.03.2014

6. Lotauswahl

- **Anforderungen an den Lot-Werkstoff**
 - Widerstandsfähig gegenüber Wärmeträger und Umgebungsatmosphäre
 - Gute Benetzung der Keramik
 - Temperaturbeständig **>800°C** und wechsellastbeständig
 - Schmelztemperatur des Lotes im Bereich von **1.200 °C bis 1.500°C**

- **Variante 1: Glaslote aus dem System $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$**
 - Therm. Ausdehnungskoeffizient entspricht dem von SiC
 - NICHT resistent gegenüber Alkalimetallen
 - Resistent gegenüber Zn
 - Fügetemperatur ca. **1.400°C**

- **Variante 2: Metallote aus dem System Ni-Ti und Ni-Ta**
 - Therm. Ausdehnungskoeffizient > dem von SiC, jedoch duktil
 - Resistent gegenüber Na
 - Nicht resistent gegenüber Zn
 - Fügetemperatur **>1.400°C**

6. Lotauswahl

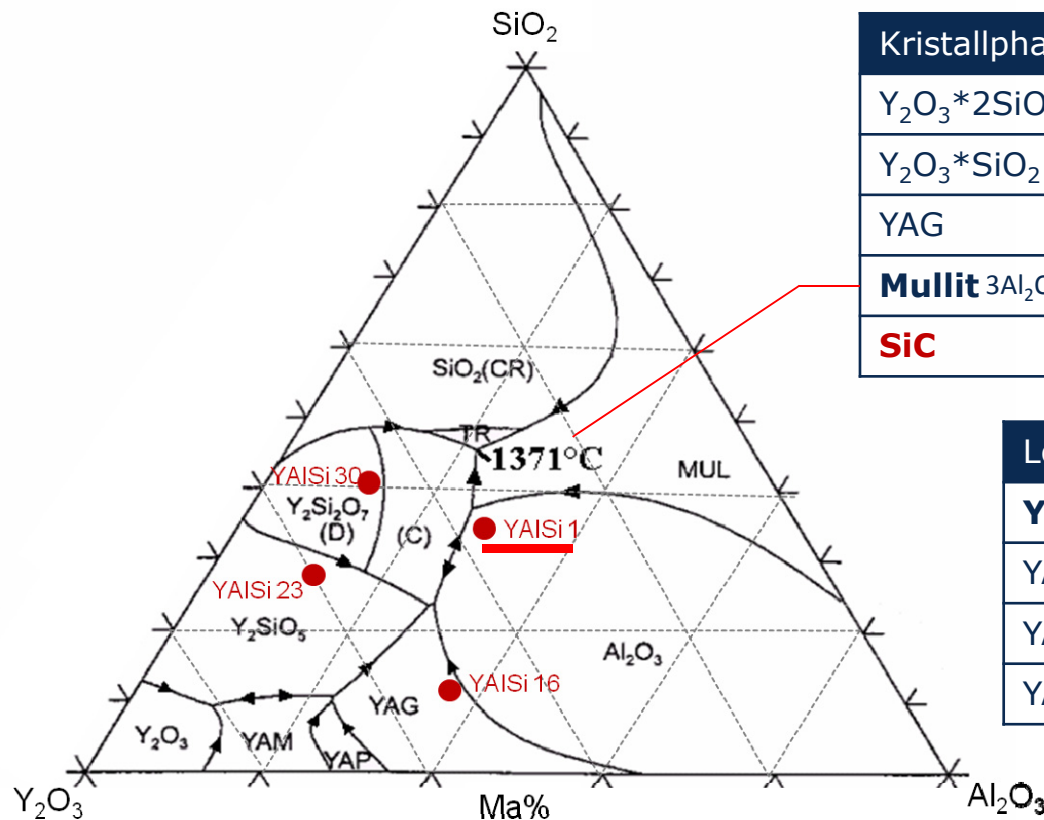
- **Beispiel: Laserlöten von SSiC mit Glasloten aus dem System $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$**
 - Zielanwendungstemperatur für gefügte Bauteile liegt **über $900^\circ C$** ,
d.h. über dem **Glas-Transformationsbereich** der meisten bekannten Gläser
- für eine thermische Beständigkeit **$>900^\circ C$** muss eine **gezielte Kristallisation** stattfinden

Untersuchungsgegenstand waren:

- Welcher Zusammenhang besteht zwischen **Lotzusammensetzung** und dem ausgebildetem Nahtgefüge?
- Welchen Einfluss haben die laserprozessbedingten hohen **Abkühlgeschwindigkeiten** auf das Nahtgefüge?
- Welchen **Strukturänderungen** unterliegen diese Gefüge während eines **Einsatzes bei hohen Temperaturen?**

6. Lotauswahl

- Beispiel: Laserlöten von SiC mit Glasloten aus dem System $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$



Kristallphase	Wärmeausdehnungskoeffizient
$Y_2O_3 \cdot 2SiO_2$	$3,9 \cdot 10^{-6}/K$
$Y_2O_3 \cdot SiO_2$	$7,0 \cdot 10^{-6}/K$
YAG	$9,2 \cdot 10^{-6}/K$
Mullit $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$	$4,5 \cdot 10^{-6}/K$
SiC	$4,5 \dots 4,6 \cdot 10^{-6}/K$

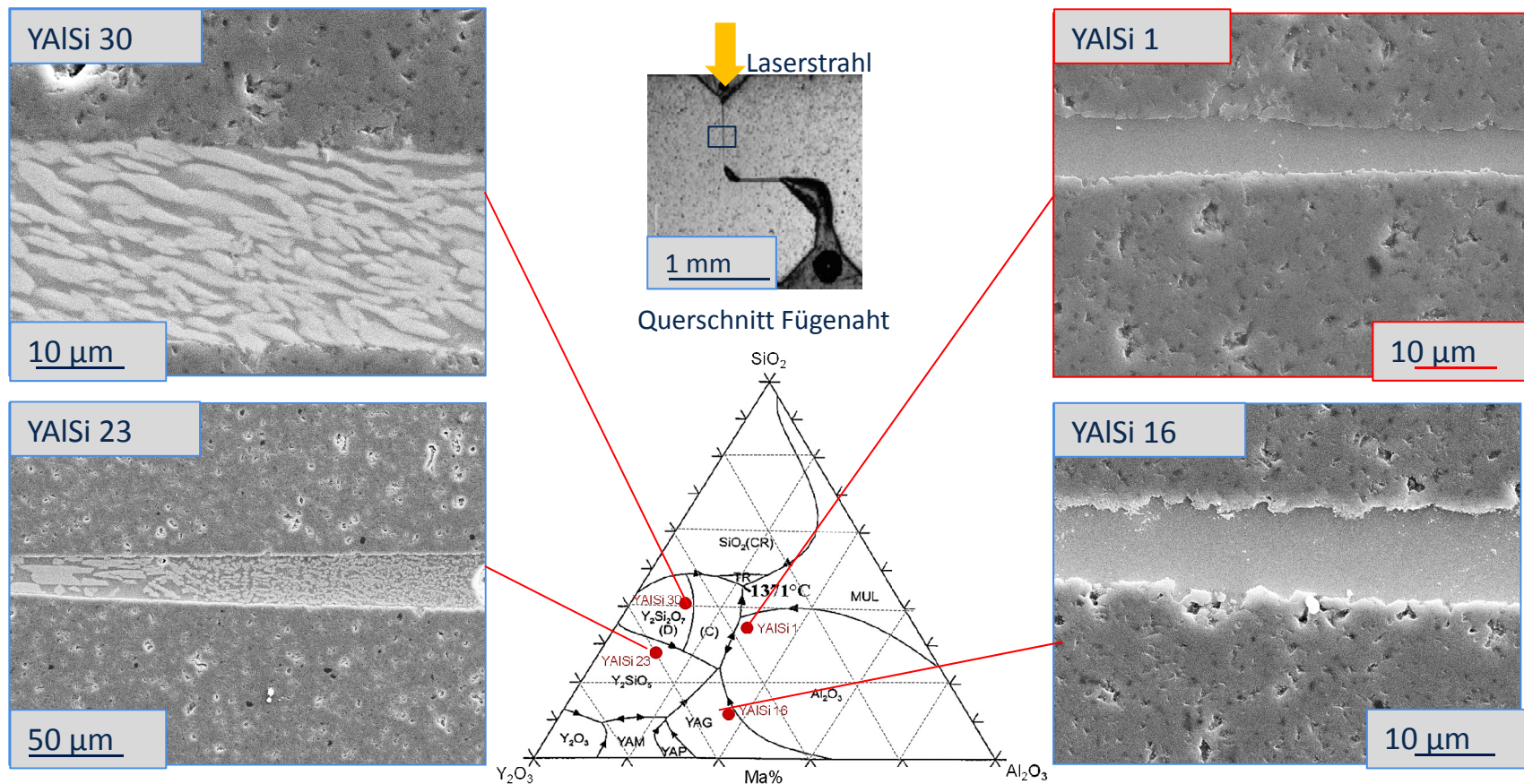
Lot [ma%]	Y_2O_3	Al_2O_3	SiO_2
YAlSi 1	38	27	35
YAlSi 16	51	38	11
YAlSi 23	61	11	28
YAlSi 30	48,7	12,5	38,8

Phasendiagramm nach Fabrichnava [1]

[1] Fabrichnava, O. et al., Zeitschrift f. Metallkunde, 92 (2001) 1083-1097.

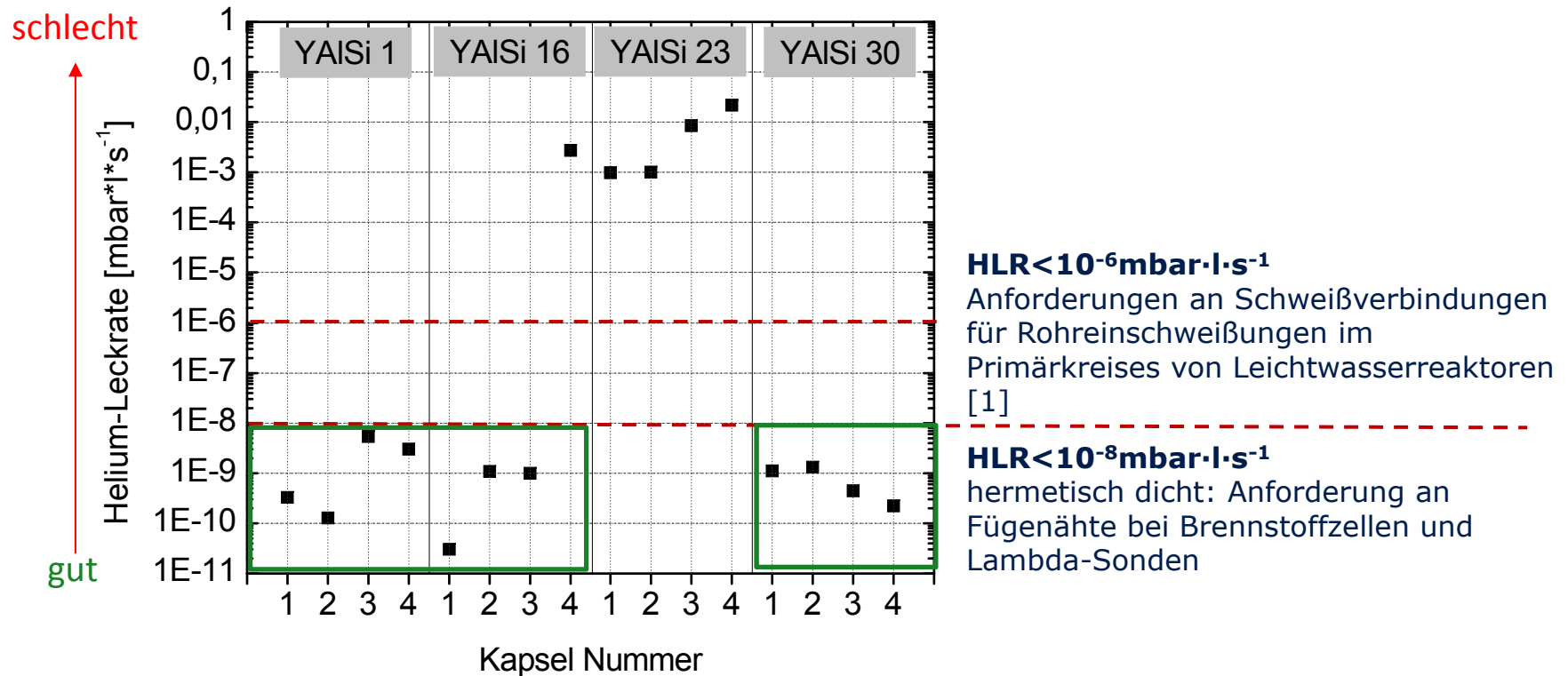
6. Lotauswahl

- **Beispiel: Laserlöten von SiC mit Glasloten aus dem System $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$**



6. Lotauswahl

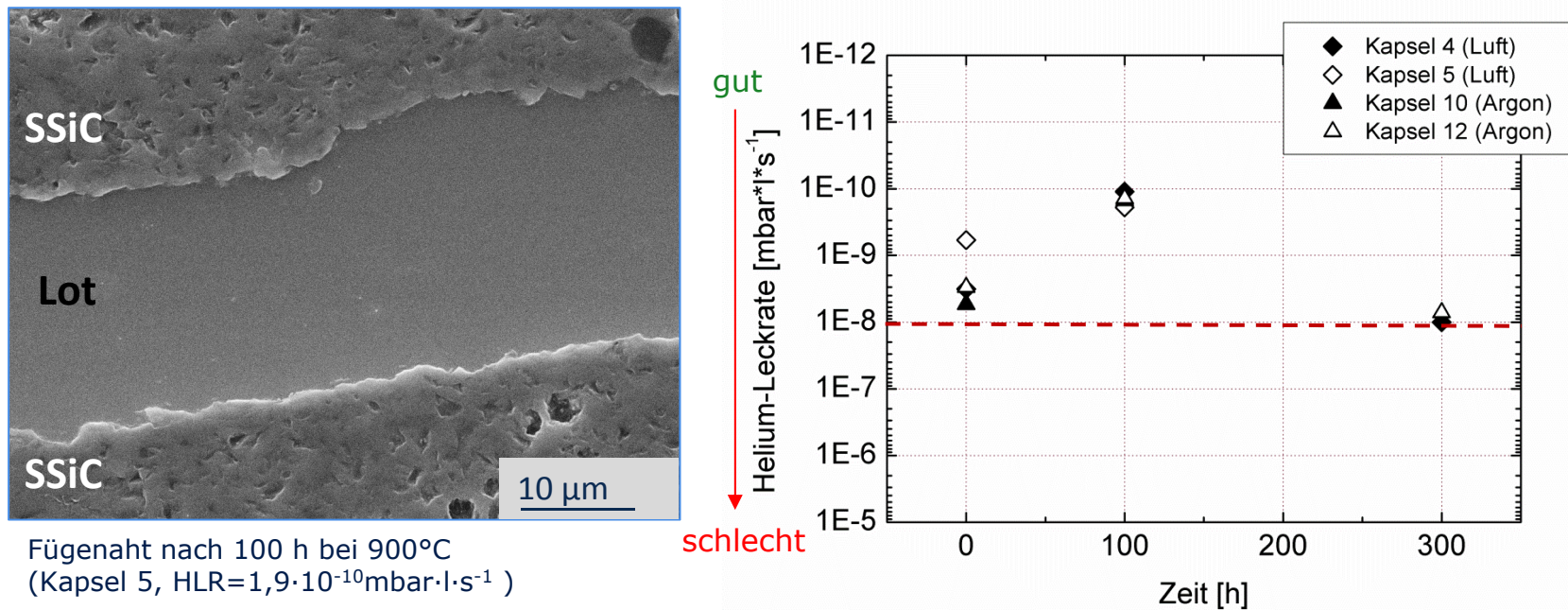
- Beispiel: Laserlöten von SiC mit Glasloten aus dem System $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$**
 Bestimmung der Helium-Leckraten an gefügten Kapselverbunden



[1] Kerntechnischer Ausschuß (KTA 3201.3, Teil 3: Herstellung, KTA-Fassung 11/2007, S. 55

6. Lotauswahl

- **Beispiel: Laserlöten von SSiC mit Glasloten aus dem System $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$**
Thermische Belastung gefügter Kapseln (**YAlSi1, 900°C**)

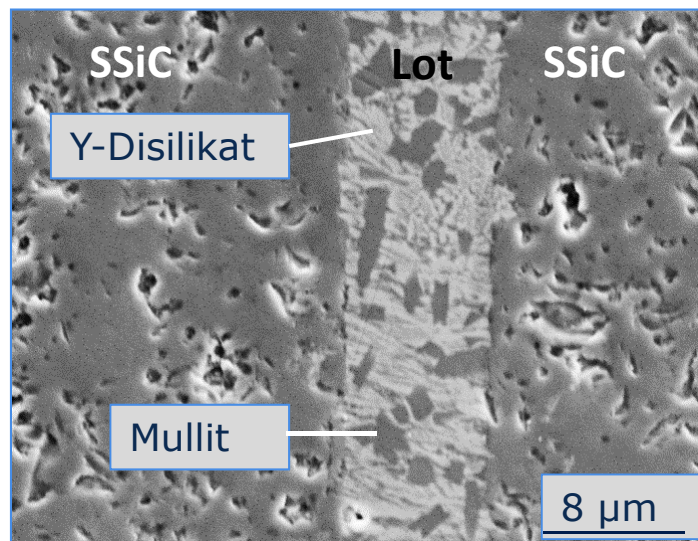


Fügenreife nach 100 h bei 900°C
(Kapsel 5, HLR= $1,9 \cdot 10^{-10} mbar \cdot l \cdot s^{-1}$)

- Keimbildung als vorherrschende Prozess
- Ausheilen durch plastisch-viskoses Fließen → zunächst Verringerung der Leckrate
- parallel langsame Kristallisation → Erhöhung der Leckrate
- weitgehend gleichmäßige Entwicklung der Leckraten bei unterschiedlichen Proben

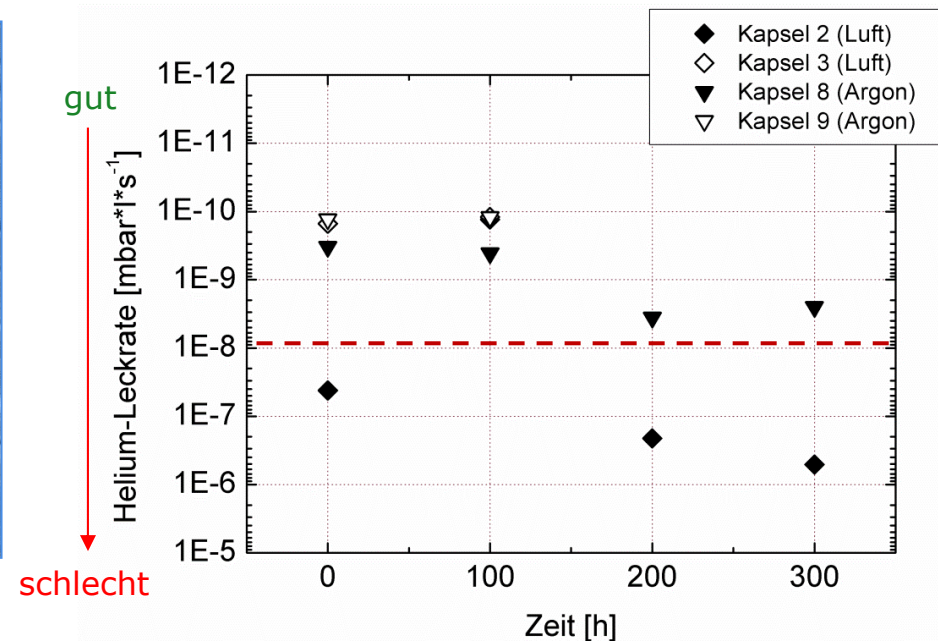
6. Lotauswahl

- **Beispiel: Laserlöten von SSiC mit Glasloten aus dem System $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$**
Thermische Belastung gefügter Kapseln (**YAlSi1, 1.050°C**)



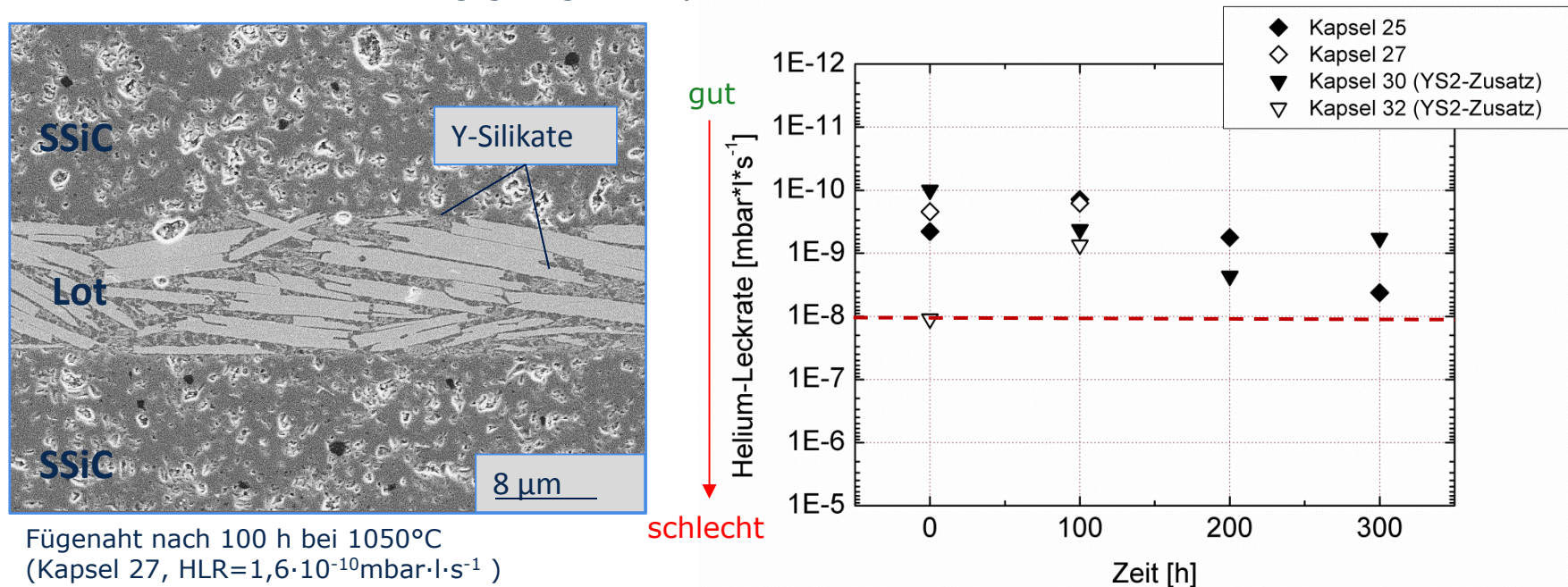
Fügenreihe nach 100 h bei 900°C
(Kapsel 9, HLR = $1,2 \cdot 10^{-10} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$)

- das Lot in der Füge-naht ist weitgehend kristallisiert (Mullit, Y-Silikate)
- schichtartiges Wachstum der Disilikate, unterbrochen durch eine Al-haltige Phase
- inhomogene Verteilung beider Kristallphasen
- differenzierte Entwicklung der Leckraten auf insgesamt hohem Niveau



6. Lotauswahl

- **Beispiel: Laserlöten von SSiC mit Glasloten aus dem System $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$**
Thermische Belastung gefügter Kapseln (**YAlSi30, 1.050°C**)



- das Lot in der Fügehaht ist vollständig kristallisiert, Y-Silikate bis zu 50 μm groß
- feinteilige Sekundärkristallisation in den Zwischenräumen der Primärkristalle
- höhere Dichte der Kristalle führen zu einem Anstieg der Leckraten
- differenzierte Entwicklung der Leckraten als Ergebnis inhomogener Nahtstrukturen

6. Lotauswahl

- **Beispiel: Laserlöten von SSiC mit Glasloten aus dem System $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$**

Fazit für das Lot YAISI1:

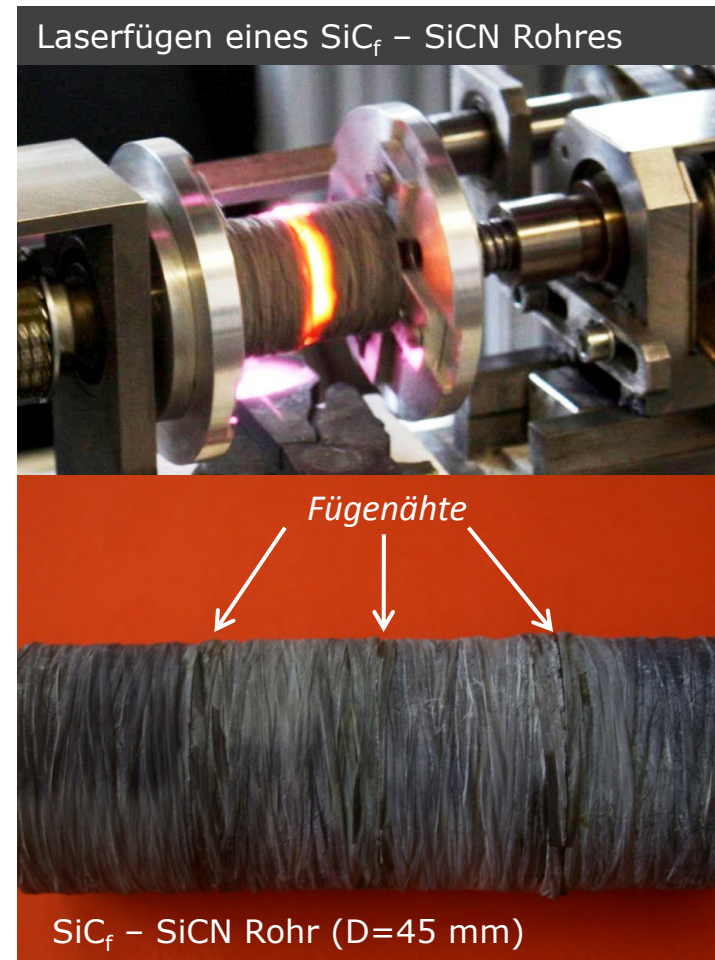
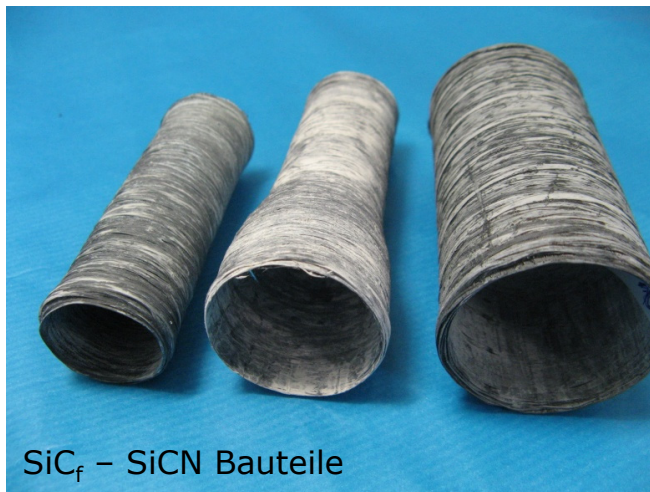
- Verarbeitungstemperaturen $\approx 1450^\circ C$
 - ausreichende Viskosität
 - niedrige Leckraten in allen Testphasen
 - gleichzeitige Kristallisation von Mullit und Y-Disilikat
- Lot ist grundsätzlich zum Fügen der Wärmeübertrager-Rohre geeignet

7. Erfahrungen zum Laserfügen von SiC_f - SiCN

- Fügen in N_2 -Atmosphäre in Kammer
- Lot: $\text{YAlSiO} + \text{SiC}$
- Maximale Temperatur: 1.330 °C
- HT-stabile SiC -Faser UBE SA 3

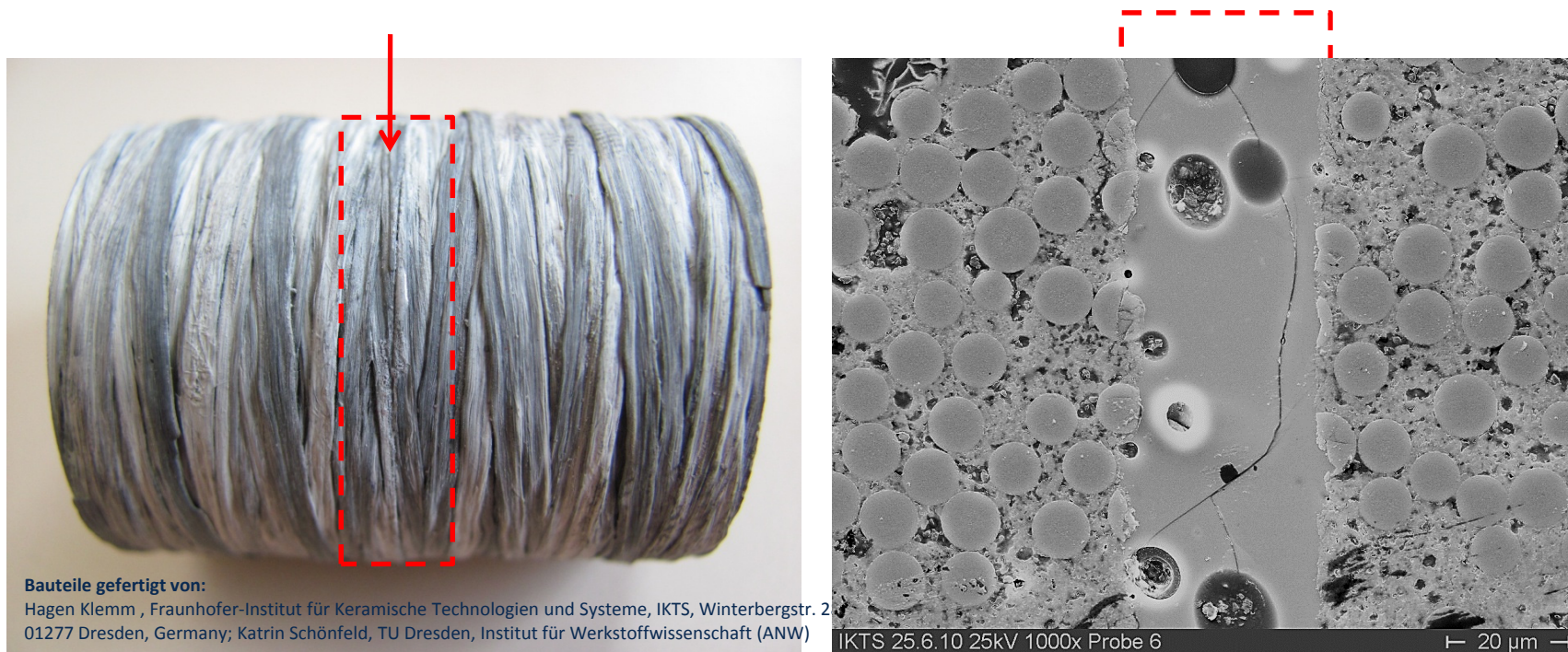
Bauteile gefertigt von:

Hagen Klemm , Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme, IKTS, Winterbergstr. 28, 01277 Dresden, Germany; Katrin Schönfeld, TU Dresden, Institut für Werkstoffwissenschaft (ANW)



7. Erfahrungen zum Laserfügen von SiC_f - SiCN

- Lot wird von Faserverbund „aufgesogen“
- Laserstrahlung wird von Fasern und Grundmaterial unterschiedlich absorbiert
- Anisotrope Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit des Faserlaufes



8. Zusammenfassung

- Mittels Laserfügeverfahren können keramische Rohre für Wärmeübertrager gefügt werden

9. Weiterführende Arbeiten

- Analyse des Langzeitverhaltens der Fügezone hinsichtlich Wechselwirkungen:
 - Wärmeträger-Keramikhüllrohr,
 - Wärmeträger-Lotmaterial,
 - Keramik-Lot
 - Keramik-Lot-Außenatmosphäre
- Lastwechselverhalten der Wärmeübertrager-Rohre
- Weiterentwicklung der Fügetechnologie für Faserkeramiken

Danksagung

Die Arbeiten wurden von der Europäischen Kommission und der Sächsischen Aufbaubank gefördert.



Europa fördert Sachsen.

