

Johann Sebastian Kramer, BSc

# Elektronenstrahlschweißen von TZM mit Schweißzusatz

# MASTERARBEIT

zur Erlangung des akademischen Grades

Diplom-Ingenieur

Masterstudium Wirtschaftsingenieurwesen-Maschinenbau

eingereicht an der

## Technischen Universität Graz

Betreuer

Assoc.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Norbert Enzinger Dipl.-Ing. Markus Stütz

Institut für Werkstoffkunde, Fügetechnik und Umformtechnik

unter der Leitung von Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Christof Sommitsch

Graz, im März 2017

## EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe. Das in TUGRAZonline hochgeladene Textdokument ist mit der vorliegenden Masterarbeit identisch.

-----

Unterschrift

-----

Datum

## Kurzfassung

Die Legierung Titan-Zirkon-Molybdän (TZM) findet Gebrauch in vielen technischen Anwendungen wie Schmiedewerkzeuge, Röntgen-Targets für CT-Rohre und Metallbearbeitungswerkzeuge. Das Schweißen spielt eine wichtige Rolle im Produktionsprozess vieler dieser Produkte. Das Schweißen von hochschmelzenden Metallen wie TZM verursacht aufgrund seiner hohen Schmelztemperatur sowie der Neigung zur Grobkornbildung aufgrund der fehlenden Gittertransformation viele Schwierigkeiten. Es wurden Versuche mit WIG. Elektronenstrahlschweißen (EBW) und Laserstrahlschweißen durchgeführt. Jedoch zeigten die Verbindungen einen beträchtlichen Festigkeitsabfall in der Fusions- und Wärmeeinflusszone.

In dieser Arbeit wurden 250x70x2 mm<sup>3</sup> TZM-Bleche erstmals mittels Elektronenstrahlschweißen mit zwei unterschiedlichen Zusatzwerkstoffen auf Basis von Vanadium- und TZM-Drähten stumpfgeschweißt, um deren Potenzial zur Verbesserung der Festigkeit der Schweißnaht zu untersuchen. Zur Optimierung der Schweißnahtqualität wurde eine systematische Untersuchung der wichtigsten Schweißparameter durchgeführt. Mit Hilfe des Design of Experiment (DoE) ergab sich, dass eine genaue Kombination von Schweißparametern erforderlich ist und unter anderem Einfluss auf die Größe der Wärmeeinflusszone und die Korngröße hat. Zusätzlich werden die resultierenden mechanischen Eigenschaften, der Versagensmechanismus und die Härte der durch Fusion und Wärme beeinflussten Zonen dargestellt. Es zeigt sich, dass die Verwendung von Zusatzwerkstoffen zu weniger Porosität und homogeneren Schweißnähten führt.

## Abstract

Titanium-Zirconium-Molybdenum (TZM) alloy is used in many technical applications such as forging dies, X-ray targets for CT-tubes, and metal working tools. Welding plays an important role in the production process of many of these products. The welding of refractory metals like TZM causes a lot of difficulties as a result of its high melting temperature as well as the grain coarsening due to the lack of lattice transformation. Trials with TIG, electron beam welding (EBW), and laser beam welding were performed achieving some success. However, the joints show considerable embrittlement in the fusion and heat affected zone.

In this work 250x70x2 mm<sup>3</sup> TZM sheets were butt welded for the first time using electron beam welding with two different filler metals based on vanadium and TZM wire, respectively, to investigate their potential for improving the ductility of the joints. A systematic investigation of the main welding parameters was performed to optimize the joint quality. With the aid of the Design of Experiment (DoE) it was revealed that a precise combination of welding parameters is necessary and has considerable influence on the size of heat affected zone and grain size, among others. Additionally, the resulting mechanical properties, failure mechanism, hardness of fusion, and heat affected zones are presented. It is shown that the filler metal insertion leads to less porosity and a more homogeneous joint.

## Inhaltsverzeichnis

KurzfassungI
Abstract II
Inhaltsverzeichnis III
Abbildungsverzeichnis VII
TabellenverzeichnisXI
AbkürzungsverzeichnisXIII
1 Einleitung1
1.1 Motivation1
1.2 Ziele
1.3 Inhalt und Struktur2
2 Stand der Technik
2.1 Molybdän
2.2 Anwendung5
2.2.1 Technisch reines Molybdän7
2.2.2 Molybdänlegierungen7
2.2.2.1 TZM Legierung
2.2.2.2 Mischkristalllegierung9
2.2.2.3 Verbundmetall
2.3 Schweißen von Mo und Mo Leg 10
2.4 Zusatzwerkstoffe 12
2.4.1 Vanadium 12
2.4.2 TZM schmelzmetallurgisch hergestellt13
2.5 Elektronenstrahlschweißen 14
2.5.1 EBW Parameter 17
2.5.1.1 Beschleunigungsspannung17
2.5.1.2 Strahlstrom 17
2.5.1.3 Schweißgeschwindigkeit 17
2.5.1.4 Strahlleistung P 18
2.5.1.5 Fokuslage

	2.5.1.6 Strahlablenkung	. 20
	2.5.1.7 Schweißtropfenübergang	. 21
3	Experimente	. 23
	3.1 Design of Experiment (DoE)	. 23
	3.1.1 DoE Bedingungen	. 23
	3.1.2 Versuchspläne	. 23
	3.1.2.1 Vollfaktorieller Versuchsplan (VfV) mit drei Faktoren und zwei Stu	ıfen
		. 24
	3.1.2.2 Central-Composite-Design mit drei Faktoren und 5 Stufen	. 25
	3.1.3 Analyse	26
	3.2 Elektronenstrahlschweißanlage	. 28
	3.2.1 Probeneinspannung	. 28
	3.2.2 Versuchsparameter	. 29
	3.3 Versuchszusatzwerkstoffe	. 29
	3.4 Probenvorbereitung	. 30
	3.4.1 Probenentnahme	. 30
	3.4.2 Polierung und Ätzung	. 31
	3.5 Untersuchungsmethoden	. 31
	3.5.1 Vermessung der Schweißnahtgeometrie	. 31
	3.5.2 Bestimmung der Kornanzahl	32
	3.5.3 Nahtbewertung	. 34
	3.5.4 Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung	35
	3.5.5 Härtemessung	35
	3.5.6 Temperaturmessung	. 36
	3.5.7 Temperatursimulation	. 36
	3.6 Vorversuch mit variabler Leistung	. 37
4	Ergebnisse	. 39
	4.1 Vorversuch mit dynamischem Leistungstest und Vanadium	als
	Schweißzusatz	39
	4.2 Vollfaktorieller Versuchsplan mit Vanadium als Schweißzusatz	40
	4.2.1 Makroskopische Untersuchungen	41
	4.2.1.1 Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung und Nahtbewertung	41

	4.2.2 Mikroskopi	sche Untersuchungen		44
	4.2.2.1 Härteprü	fung		44
	4.2.2.2 Analyse	der WEZ Breite		48
	4.2.2.3 Kornanza	ahl		50
	4.2.2.3.1	Kornanzahl der WEZ		50
	4.2.2.3.2	Kornanzahl der Schme	Izzone	52
	4.2.2.4 REM ED	X Analyse		54
	4.3 Vorversuch	mit dynamischem Leist	ungstest und TZM als Schweißzus	atz
				57
	4.4 Vollfaktorielle	er Versuchsplan mit TZI	A schmelzmetallurgisch hergestellt	als
	Schweißzusatz.			58
	4.4.1 Makroskop	ische Untersuchungen		59
	4.4.1.1 Zerstöru	ngsfreie Werkstoffprüfur	ng und Nahtbewertung	59
	4.4.2 Mikroskopi	sche Untersuchungen		61
	4.4.2.1 Härteprü	fung		61
	4.4.2.2 Analyse	der WEZ Breite		65
	4.4.2.3 Kornanza	ahl		67
	4.4.2.3.1	Kornanzahl der WEZ		67
	4.4.2.3.2	Kornanzahl der Schme	Izzone	69
	4.4.2.4 Riss REM	I EDX Analyse		71
	4.5 Temperaturn	nessung und Vergleich	mit Simulationsergebnis	72
5	Diskussion			. 74
	5.1 Nahtform			. 74
	5.2 Härte			74
	5.3 Breite der W	EZ		75
	5.4 Kornanzahl i	n der WEZ		76
	5.5 Kornanzahl i	n der Schmelzzone		76
6	Zusammenfass	ung und Ausblick		78
	6.1 Schweißpara	meter		78
	6.2 Schweißzusa	atz Vanadium		79
	6.3 Schweißzusa	atz schmelzmetallurgisc	h hergestelltes TZM	79
	6.4 Ausblick			80

Literaturverzeichnis
----------------------

# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1.1 Bohrer, pulvermetallurgisch hergestellt [2] 2
Abbildung 2.1 Schematischer Ablauf der Herstellung von Halbzeugen [1] 3
Abbildung 2.2 Wärmeleitfähigkeit von Mo, TZM und MLR in Abhängigkeit von der Temperatur [1]
Abbildung 2.3 Duktilitätsverhalten beim Zugversuch über die Temperatur von reinem Mo [4]
Abbildung 2.4 Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von Mo, TZM und MLR [2]
Abbildung 2.5 Bei Halogenlampen im rechten Bild kommt Mo im Reflektor zur Anwendung, im linken Bild kommen Mo Platten als Durchführung zur Anwendung [4]6
Abbildung 2.6 Mo Tiegel [2]6
Abbildung 2.7 Typische Zugfestigkeit für Mo- und TZM- Blechmaterial im spannungsarmgeglühten bzw. rekristallisierten Zustand (Blechstärke 2 mm) [2]8
Abbildung 2.8 Elastizitätsmodule verschiedener Metalle [2]
Abbildung 2.9 MoCu-Verbundwerkstoff mit 30 % OF-Kupfer [2]
Abbildung 2.10 Festigkeit von Mo- und TZM-Verbindungen mit unterschiedlichen Schweißverfahren [12]
Abbildung 2.11 Vergleich unterschiedlicher Schweißtechnologien [13] 11
Abbildung 2.12 Dampfdrücke verschiedener Metalle [14] 12
Abbildung 2.13 Schematische Darstellung der Strahlsäule [11] 14
Abbildung 2.14 Elektronenstrahlschweißung mit Zusatzwerkstoff [11] 15
Abbildung 2.15 Strahl bei 500 mbar links und Strahl im Hochvakuum rechts [11]
Abbildung 2.16 Elektronenstrahl Schweißvorgang in Rot die Bildung des Schlüsselloches [11]
Abbildung 2.17 Elektronenstrahlfokussierung mittels magnetischer Linse [11] 19

Abbildung 2.18 Blindschweißung mit unterschiedlicher Fokuslage und
Beschleunigungsspannung: (a) U=150kV, $A_f$ =350mm; (b) U=60kV, $A_f$ =350mm;
(c) U=150kV, A <sub>f</sub> =1200mm; (d) U=60kV, A <sub>f</sub> =1200mm [22]
Abbildung 2.19 Fokuslage [22] 20
Abbildung 2.20 Schematischer Spulenaufbau der Strahlablenkung [11] 20
Abbildung 2.21 Kräfte am Schweißtropfen [23] 21
Abbildung 3.1 Vollfaktorieller Versuchsplan mit drei Faktoren und zwei in 3D
Form [24]
Abbildung 3.2 Central-Composite-Design mit drei Faktoren und fünf Stufen in 3D
Form [24]
Abbildung 3.3 Haupteffektediagramm
Abbildung 3.4 Interaktionsdiagramm 27
Abbildung 3.5 Konturdiagramm links und Reaktionsflächendiagramm rechts 27
Abbildung 3.6 Elektronenstrahlanlage TU Graz [25] 28
Abbildung 3.7 Einspannung [20] 29
Abbildung 3.8 Probenentnahme aus den geschweißten 2mm Platten
Abbildung 3.9 Skizze Probenvorbereitung
Abbildung 3.10 Metallographieprobe geätzt 32
Abbildung 3.11 Auswertung mit AxiovisioGrain 33
Abbildung 3.12 Verschiedene Netz Größen 33
Abbildung 3.13 Schweißgradtypen 34
Abbildung 3.14 Versuch # 29 in Draufsicht 35
Abbildung 3.15 Lage der Prüfpunkte jeweils 16 pro Reihe 36
Abbildung 3.16 Dynamischer Schweißversuch
Abbildung 4.1 Auswertung variabler Leistungstest
Abbildung 4.2 Ergebnisse aus Formbewertung und Oberflächenprüfung 41
Abbildung 4.3 Riss ausgehend vom Schweißnahtfehler bei Versuch 3,

Blickrichtung von oben 42
Abbildung 4.4 PT Bild des Risses bei Versuch 1 42
Abbildung 4.5 DoE Auswertung Nahtform aufgetragen über Strom und Drahtfördergeschwindigkeit
Abbildung 4.6 Gemittelte Härte der Versuche 1-15 und als rote Linie die Durchschnittliche Härte von den Versuche 1-15
Abbildung 4.7 Härteverlauf mit Vanadium als Schweißzusatz
Abbildung 4.8 Haupteffektediagramm Härte in der Schmelzzone mit Vanadium als Schweißzusatz
Abbildung 4.9 Konturdiagramm der Härte in der Schmelzzone mit Vanadium als Schweißzusatz
Abbildung 4.10 Haupteffektediagramm WEZ mit Vanadium als Schweißzusatz
Abbildung 4.11 Konturdiagramm Breite WEZ mit Vanadium als Schweißzusatz
Abbildung 4.12 Haupteffektediagramm Ø Kornanzahl der WEZ 50
Abbildung 4.13 Konturdiagramm Ø Kornanzahl der WEZ mit Vanadium als Schweißzusatz
Abbildung 4.14 Haupteffektediagramm Ø Kornanzahl der Schmelzzone 52
Abbildung 4.15 Konturdiagramm Ø Kornanzahl der Schmelzzone mit Vanadium als Schweißzusatz
Abbildung 4.16 Probenentnahme für REM EDX 54
Abbildung 4.17 REM Bild der Versuchsschweißung 7 vor dem Schweißfehler 55
Abbildung 4.18 EDX Analyse der Versuchsschweißung 7 vor dem Schweißfehler
Abbildung 4.19 REM EDX Bild der Versuchsschweißung 7 nach dem Schweißfehler
Abbildung 4.20 Lage der Messpunkte in der Überhöhung Schweißnahtmitte 56

Abbildung 4.21 Ergebnisse aus Formbewertung und Oberflächenprüfung der Versuche 16 - 30
Abbildung 4.22 DoE Auswertung Nahtform aufgetragen über Strom und Drahtfördergeschwindigkeit
Abbildung 4.23 Zeigt die gemittelte Härte der Versuche 16-30 mit TZM als Schweißzusatz, als rote Linie deren Durschnitt und die schwarze Line den Härtewert ohne Schweißzusatz
Abbildung 4.24 Härtediagramm der Probe 22 mit TZM als Schweißzusatz 62
Abbildung 4.25 Haupteffektediagramm Härte mit TZM als Schweißzusatz 63
Abbildung 4.26 Konturdiagramm der Härte mit TZM als Schweißzusatz 64
Abbildung 4.27 Haupteffektediagramm WEZ mit TZM als Schweißzusatz 65
Abbildung 4.28 Konturdiagramm Breite WEZ mit TZM als Schweißzusatz 66
Abbildung 4.29 Haupteffektediagramm Ø Kornanzahl in der WEZ 67
Abbildung 4.30 Konturdiagramm Ø Kornanzahl in der WEZ mit TZM als Schweißzusatz
Abbildung 4.31 Haupteffektediagramm Ø Kornanzahl der Schmelzzone 69
Abbildung 4.32 Konturdiagramm Ø Kornanzahl der Schmelzzone mit TZM als Schweißzusatz
Abbildung 4.33 Im linken Bild ein Riss einer geschliffenen Probe 1 in der Draufsicht, im rechten Bild eine REM Aufnahme des Risses
Abbildung 4.34 Duktiler Gewaltbruch in einer Stahlzugprobe [29] 71
Abbildung 4.35 Temperaturmessung Versuch 27
Abbildung 4.36 Temperaturverlauf in 8 mm Entfernung erstellt mit den Werten

aus der Simulation. Nur die Spitzentemperatur ist repräsentativ......73

# Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1 Physikalische Eigenschaften Mo [1], [2]
Tabelle 2.2 TZM Zusammensetzung [2][7]
Tabelle 2.3 Physikalische Eigenschaften V [7] 12
Tabelle 2.4 Zusammensetzung TZM-Draht (schmelzmetallurgisch hergestellt) [7]   13
Tabelle 2.5 Unterschiedliche Schweißverfahren und typische Werte für derenStreckenenergie [21]18
Tabelle 2.6 Aufschlüsselung der benutzten Parameter [23] 22
Tabelle 3.1 Vollfaktorieller Versuchsplan mit drei Faktoren [24] 24
Tabelle 3.2 Central-Composite-Design mit drei Faktoren und fünf Stufen [24] 25
Tabelle 3.3 pro-beam EBG 45-150 K14 technische Daten
Tabelle 3.4 Murakami Ätzung [26] 31
Tabelle 3.5 Rosenthal Gleichung [28] 37
Tabelle 3.6 Schweißprogramm Daten
Tabelle 4.1 Werte variabler Leistungstest mit Vanadium als Schweißzusatz 39
Tabelle 4.2 Versuchswerte DoE 1-8 CCD 1-15
Tabelle 4.3 Ergebnisse Härtemessung der Schweißgutzone mit Vanadium als Schweißzusatz
Tabelle 4.4 REM EDX Ergebnisse in Gewichtsprozent 56
Tabelle 4.5 Werte dynamischer Leistungstest mit TZM als Schweißzusatz 57
Tabelle 4.6 Versuchswerte DoE 15-23 CCD 23-30 58
Tabelle 4.7 Ergebnisse Härtemessung der Schweißgutzone mit TZM als Schweißzusatz
Tabelle 5.1 Zusammenfassung der Werte für die besten Ergebnisse (roter Pfeil Wert war niedrig, grüner Pfeil Wert war hoch und blauer Wert Änderung hatte fast keinen Einfluss)

# Abkürzungsverzeichnis

ES	Elektronenstrahl
Мо	Molybdän
0	Sauerstoff
S	Schwefel
Sz	Schweißzusatz
TZM	Titan Zirkon Molybdän
V	Vanadium
WEZ	Wärmeeinflusszone
WIG	Wolfram-Inertgasschweißen

## 1 Einleitung

#### 1.1 Motivation

Die immer neuen Anforderungen an Werkstoffe und Bauteile im Bereich der Hochtemperaturanwendungen stellen auch die Füge- und Fertigungsverfahren vor neue Herausforderungen. Besonders Molybdän und die Legierung TZM (Titan-Zirkon-Molybdän) eignen sich in Bereichen, bei denen Eigenschaften wie hohe Wärmeleitfähigkeit bei gleichzeitig geringer Wärmeausdehnung, hohe Schmelz- und Rekristallisationstemperatur gefordert sind. Um diese Materialien, welche heute großteils pulvermetallurgisch hergestellt werden, in innovativen, komplexen und leistungssteigernden Bauteilen applizieren zu können, braucht es Fügeverfahren, welche die Grundmaterialeigenschaften auch in der Fügezone erhalten.

Molybdän ist sehr reaktionsfreudig mit Sauerstoff und muss daher beim Schmelzschweißen abgeschirmt werden. Dies kann einerseits mit Schutzgasen oder andererseits im Vakuum gewährleistet werden. Ein bereits in Verwendung befindliches Schutzgasschweißverfahren ist das Wolfram-Inert-Gas Verfahren, welches aber die geforderten Festigkeitswerte in der Fügezone bei weitem nicht erreicht.

#### 1.2 Ziele

Der Zweck dieser Masterarbeit war es, 2 mm TZM Bleche mittels Elektronenstrahl stumpf und mit Zusatzmaterial zu schweißen und mittels experimenteller Untersuchungen zu analysieren. Um die bestmöglichen Schweißparameter und deren Wechselwirkungen untereinander abzuschätzen, wurde auf eine statistische Versuchsplanung zurückgegriffen. Eine Bewertung wurde anhand von Härteprüfungen, metallografischen Analysen, Dreipunktbiegeprüfung, ASTM-Bewertungen des Gefüges und qualitativer Schweißnahtbewertung durchgeführt, um ein Prozessfenster von Schweißparametern zu finden beziehungsweise abzugrenzen.

## 1.3 Inhalt und Struktur

Im Kapitel 2 werden der Stand der Technik in der Literatur der Werkstoff- und Schweißtechnologien wiedergegeben. Auf die Herstellung, Verwendung und Eigenschaften des Grundwerkstoffes Molybdän und seiner Legierungen wird detailliert eingegangen. Der Elektronenstrahlschweißprozess und seine Einflussparameter werden aufgelistet und erklärt.

In Kapitel 3 wird der Versuchsaufbau und der Versuchsplan gezeigt. Weiters wurden die Eigenschaften, Zusammensetzung und Merkmale der verwendeten Zusatzwerkstoffe behandelt. Auch die Prüfungs- und Auswertungsverfahren werden in diesem Kapitel erklärt und spezifiziert.

Im Kapitel 4 werden die Ergebnisse aus der statistischen Versuchsplanung dargestellt und diskutiert.

In Kapitel 5 werden abschließend eine Zusammenfassung der Forschungsergebnisse und ein Ausblick auf Zukünftiges gegeben.



Abbildung 1.1 Bohrer, pulvermetallurgisch hergestellt [2]

# 2 Stand der Technik

#### 2.1 Molybdän

Molybdän (Mo) ist ein Metall, welches nicht in Reinform auf der Erde vorkommt. Mo-Halbzeuge werden durch Pulvermetallurgie oder durch Schmelzmetallurgie hergestellt.

Das MoO<sub>3</sub> wird durch eine spezielle Prozessführung aus MoS<sub>2</sub> gewonnen. Der am meisten angewendete Gewinnungsprozess ist die Pulvermetallurgie unter Wasserstoffatmosphäre. In der Abbildung 2.1 ist der Prozessablauf der Pulvermetallurgie zur Herstellung von Mo Halbzeugen dargestellt [1].



Abbildung 2.1 Schematischer Ablauf der Herstellung von Halbzeugen [1]

Kristallstruktur	kubisch raumzentriert
Dichte (20°C)	10.28 g/cm <sup>3</sup>
Schmelzpunkt	2620°C
Siedepunkt	5560°C
Wärmeleitfähigkeit (20°C)	142 W/mK
Spezifische Wärme (20°C)	0,254 J/gK
Dampfdruck bei 1800/2200°C	1·10 <sup>-4</sup> / 5·10 <sup>-2</sup> Pa
thermischer Ausdehnungskoeffizient (20 °C)	5,2·10 <sup>-6</sup> m/mK

Tabelle 2.1 Physikalische Eigenschaften Mo [1], [2]



Abbildung 2.2 Wärmeleitfähigkeit von Mo, TZM und MLR in Abhängigkeit von der Temperatur [1]

Die in Abbildung 2.2 dargestellte sehr große Wärmeleitfähigkeit von Mo sinkt bei der Legierungsvariante TZM und MLR (Mo-Lanthanoxid, rekristallisiert) leicht ab. Bei der mechanischen Bearbeitung oder Beanspruchung muss auf die Spröd-Duktil-Übergangstemperatur geachtet werden [3]. Die Abbildung 2.3 zeigt, dass bei 0°C ca. 50 % Einschnürung erreicht wird. Eine besondere Eigenschaft, der kleine thermische Ausdehnungskoeffizient im Vergleich zu anderen Elementen, ist in der Abbildung 2.4 gezeigt [2].



Abbildung 2.3 Duktilitätsverhalten beim Zugversuch über die Temperatur von reinem Mo [4]



Abbildung 2.4 Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von Mo, TZM und MLR [2]

#### 2.2 Anwendung

Anfang des 20. Jahrhunderts kam es zur ersten technischen Anwendung von Mo durch die sehr hohen Standzeiten bei hohen Temperaturen in der Lampenerzeugung (Abbildung 2.5).

Im Laufe der Zeit wurden Eigenschaften wie geringe thermische Ausdehnung, hoher thermischer Schockwiderstand, Hochtemperaturfestigkeit, Widerstand gegen Abrasion, gute elektrische Leitfähigkeit und Steifigkeit erkannt und in technischen Anwendungen eingesetzt. Diese besonderen Eigenschaften von Mo fanden auch Anwendung in Elektronikbauteilen und in der Leistungselektronik. Beispiele hierfür ist der Hochenergiekonduktor, zur Herstellung von Halbleitermaterialien und als Dünnfilmtransistor (TFT) in LCD Bildschirmen und Solarzellen.

In der Radiologie und Nuklearmedizin werden Mo-Bauteile zur Erzeugung von Röntgenstrahlung eingesetzt. In Computertomographen werden hierfür Drehanoden aus TZM verwendet.

In Hochtemperaturanwendungen über 1100°C kommen Mo-Legierungen zum Einsatz. Mo-Legierungen eignen sich sehr gut als Material für Extrusionswerkzeuge, Behälter für Flüssigmetalle und in der Glasindustrie als Rührwerkzeug und Tiegel (Abbildung 2.6).



Abbildung 2.5 Bei Halogenlampen im rechten Bild kommt Mo im Reflektor zur Anwendung, im linken Bild kommen Mo Platten als Durchführung zur Anwendung [4]

Mo wird auch als Beschichtung eingesetzt, um vor Verschleiß zu schützen, beispielsweise auf Motorkolbenringen [4].



Abbildung 2.6 Mo Tiegel [2]

## 2.2.1 Technisch reines Molybdän

Reines Mo (99,91%) zeichnet sich durch eine hohe Kriechbeständigkeit, gute Formbeständigkeit, gute Wärmeleitfähigkeit und niedrige Wärmeausdehnung aus [2].

## 2.2.2 Molybdänlegierungen

Mit entsprechenden Mo-Legierungen können die Materialeigenschaften dem jeweiligen Einsatzgebiet sehr gut angepasst werden.

Einstellbare Eigenschaften sind im Folgenden aufgezählt [2]:

- Mechanische Eigenschaften
  - o Festigkeit, Bruchverhalten, Kriechverhalten, Duktilität
- Chemische Eigenschaften
  - o Korrosionsbeständigkeit, Ätzverhalten
- Physikalische Eigenschaften
  - Schmelzpunkt, Dampfdruck, Dichte, elektrische Leitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit, Wärmeausdehnung, Wärmekapazität, Rekristallisationstemperatur, Versprödungsneigung, Alterungseffekte

Mo Legierungen lassen sich in drei Hauptgruppen einteilen [5]:

- 1. Ausscheidungsgehärtete Mo-Legierungen (TZM, MHC)
- 2. Mischkristalllegierungen (MoNb, MoRe, ...)
- 3. Verbundmetalle (Mo-Cu)

Eine Zulegierung von wenigen Zehntelprozent kann die mechanischen Eigenschaften bereits stark abändern [6]. Mo-Werkstoffe haben die besondere Eigenschaft, dass mit steigendem Verformungsgrad nicht nur die Festigkeit, sondern auch die Duktilität steigt [2]. Mit dem Metall Rhenium (Re) kann die Übergangstemperatur gesenkt werden, um eine höhere Duktilität bei gleicher Temperatur zu erreichen.

#### 2.2.2.1 TZM Legierung

TZM wird durch Zusetzen von Titan, Zirkon und Kohlenstoff zur Mo-Basis in dem unter Tabelle 2.2 aufgelisteten Verhältnis erzeugt. TZM hat eine höhere Rekristallisationstemperatur, eine höhere Festigkeit und eine höhere Kriechfestigkeit als reines Mo, wie in der Abbildung 2.7 veranschaulicht wird.

Tabelle 2.2 TZM Zusammensetzung [2][7]

Element	Gewichtsprozent
Molybdän	Basis
Titan	0,5%
Zirkon	0,08%
Kohlenstoff	0,01-0,04%

Durch die Zugabe der karbidbildenden Elemente Ti und Zr kommt es zu einer Erhöhung der Rekristallisationstemperatur von 1100°C (bei reinem Mo) auf 1400°C [1] [6].



Abbildung 2.7 Typische Zugfestigkeit für Mo- und TZM- Blechmaterial im spannungsarmgeglühten bzw. rekristallisierten Zustand (Blechstärke 2 mm) [2]

Im Vergleich zu anderen Metallen ist der Elastizitätsmodul auf Grund von starken Bindungskräften bei Mo sehr hoch [2].



Abbildung 2.8 Elastizitätsmodule verschiedener Metalle [2]

#### 2.2.2.2 Mischkristalllegierung

Bei der Mischkristalllegierung werden Fremdatome im Wirtsgitter eingelagert und bilden einen Mischkristall [8]. Die Einlagerung kann durch die Substitution des anderen Elements erfolgen oder zwischen den Gitterplätze [8, 9]. Als Beispiel der Werkstoff MoNb-Solid-Solution, der aus den Elementen Mo und Nb besteht, hat durch den Effekt der Mischkristalllegierung ein einphasiges Gefüge [2]. Durch diese Eigenschaft und deren hohe Homogenität eignet er sich sehr gut als korrosionsbeständige Schicht [2].

#### 2.2.2.3 Verbundmetall

Bei Verbundwerkstoffen werden die Vorteile der einzelnen Werkstoffe verwendet. Als Beispiel kennt man den Verbund von Mo und Cu, bei dem die geringe thermische Ausdehnung von Mo und die hohe Wärmeleitfähigkeit von Kupfer kombiniert werden.



Abbildung 2.9 MoCu-Verbundwerkstoff mit 30 % OF-Kupfer [2]

#### 2.3 Schweißen von Mo und Mo Leg

Im Allgemeinen sind hochschmelzende Metalle nur bedingt durch Schmelzschweißverfahren schweißbar (abhängig von ihrer chemischen Zusammensetzung) [10]. Ti und Zr sind hochreaktive Metalle und reagieren mit O<sub>2</sub> und S<sub>2</sub> sehr stark und müssen daher unter Schutzatmosphäre oder im Vakuum verschweißt werden [11].

Technisch reines Мо bedingt geeignet Werkstoff ist nur als in Schweißkonstruktionen, da es zu einer starken Versprödung der Schweißnaht neigt. Schweißverfahren die angewendet werden sind WIG, Laser, Rotationsreibschweißen und Elektronenstrahlschweißen unter Hochvakuum bei Mo-Legierungen [10]. Beim WIG-Schweißen muss hochreines Inertgas zur Anwendung kommen, um die unter Abbildung 2.10 gezeigte Festigkeit zu erreichen [10]. Beim WIG Schweißen führen die geringe Schweißgeschwindigkeit und geringe Energiedichte gezeigt in der Abbildung 2.11 zu einem großen Wärmeeintrag. Der große Wärmeeintrag führt zu einer breiten WEZ und einem Kornwachstum, was wiederum mit einem Festigkeitsabfall einhergeht [5].



Abbildung 2.10 Festigkeit von Mo- und TZM-Verbindungen mit unterschiedlichen Schweißverfahren [12]



#### 2.4 Zusatzwerkstoffe

Zusatzwerkstoffe beim Schweißen werden verwendet um Nahtvolumen aufzufüllen und Nahteigenschaften durch Legierungen zwischen Grundmaterial und Zusatzwerkstoff einzustellen.

#### 2.4.1 Vanadium

Die Herstellung von elementarem Vanadium erfolgt durch Reduktion aus Vanadiumoxid unter Wasserstoffatmosphäre. Die wichtigsten Materialeigenschaften sind in Tabelle 2.3 und in Abbildung 2.12 aufgezeigt.

Tabelle 2.3 Physikalische Eigenschaften V [7]	
Kristallstruktur	Kubisch raumzentriert
Dichte (20°C)	6.11g/cm <sup>3</sup>
Schmelzpunkt	1735°C
Siedepunkt	3407°C
Wärmeleitfähigkeit (20°C)	31.0W/mK
Spezifische Wärme (20°C)	0.502 J/g°C
Dampfdruck bei 1800/2200°C	1·10 <sup>-4</sup> /5·10 <sup>-2</sup>
thermischer Ausdehnungskoeffizient (20 °C)	8.33 µm/m°C





Auf die in der Abbildung 2.12 färbig dargestellten Verdampfungslinien ist besonders zu achten, da sie alle über der von Mo liegen.

#### 2.4.2 TZM schmelzmetallurgisch hergestellt

Element	Gewichtsprozent
Molybdän	Basis
Titan	0.40 - 0.55 %
Zirkon	0.060 - 0.12 %
Kohlenstoff	0.010 - 0.040 %
Sauerstoff, O	≤ 0.0030 %
Wasserstoff, H	≤ 0.00050 %

Tabelle 2.4 Zusammensetzung TZM-Draht (schmelzmetallurgisch hergestellt) [7]

Der schmelzmetallurgisch hergestellte TZM-Draht wurde als Zusatzwerkstoff ausgewählt, da die Verunreinigung mit Sauerstoff um den Faktor 10 kleiner ist als bei pulvermetallurgisch hergestelltem TZM und somit einer Oxidbildung (entfestigende Wirkung) im Schweißgut vorgebeugt wird. Die Zusammensetzung des Drahtes ist in Tabelle 2.4 aufgelistet.

#### 2.5 Elektronenstrahlschweißen

Das Elektronenstrahlschweißen zählt zu den Schmelzschweißverfahren. Dabei werden Elektronen mit hoher kinetischer Energie zu einem Strahl gebündelt, sodass es beim Aufprall auf dem Werkstück zu einer Wärmeeinbringung durch den Abbau der kinetischen Energie der Elektronen kommt.



Abbildung 2.13 Schematische Darstellung der Strahlsäule [11]

#### In der

Abbildung 2.13 ist der schematische Aufbau einer ES-Anlage dargestellt. Im Strahlerzeuger werden die austretenden Elektronen von der Kathode zur Anode hin beschleunigt. Der aus der Anodenbohrung austretende Elektronenstrahl hat eine divergente Charakteristik und muss daher fokussiert werden. Diese Fokussierung des Elektronenstrahles wird durch Magnetfelder gewährleistet. Eine Reihe von Spulen erzeugt ein Magnetfeld, welches wie eine Linse für den Elektronenstrahl wirkt. Ein Vorteil der magnetischen Fokussierung liegt in der sehr schnellen Änderbarkeit der Ablenkung und der Fokuslage durch Änderung von Strom und/oder der Spannung in der Linsenspule. Restmagnetismus im Werkstück und in der Einspannung kann zu einer ungewollten Strahlablenkung führen und deswegen müssen alle sich in der Kammer befindlichen Teile vor der Schweißung entmagnetisiert werden.



Abbildung 2.14 Elektronenstrahlschweißung mit Zusatzwerkstoff [11]

In der Abbildung 2.14 ist eine Schweißung mittels Elektronenstrahl und Schweißzusatz zusehen, weiters zu sehen ist im rechten Teil des Bildes die Düse, mittels welcher der Schweißzusatz eingebracht wird. Der EBW-Prozess funktioniert eingeschränkt (starke Defokussierung) auch in normaler Atmosphäre, im mittleren Vakuum (500 mbar) und im Hochvakuum (5.10<sup>-4</sup> mbar) [11]. Vorteile des Hochvakuums sind, dass kein Wärmetransport durch Konvektion und kein reaktives Umgebungsmedium vorhanden sind. In Abbildung 2.15 ist der Unterschied zwischen Strahlaufweitung in 500 mbar und unter Hochvakuum ersichtlich. Vorteile EB-Schweißung Die einer wie Tiefschweißeffekt oder Tiefbohren sind also erst im Hochvakuum möglich. Das EBW-Verfahren hat im Vergleich zu anderen Schmelzschweißverfahren eine sehr hohe Energiedichte, was einerseits eine hohe Schweißgeschwindigkeit ermöglicht, und andererseits eine kleine Wärmeeinflusszone und minimalen Verzug verursacht. Das für das Verfahren notwendige Vakuum schützt weiters die Schmelze vor Sauerstoff und anderen Gasen. Die Präparation und die richtige Vorbereitung der Werkstücke tragen wesentlich zur Nahtqualität bei.



Abbildung 2.15 Strahl bei 500 mbar links und Strahl im Hochvakuum rechts [11]

Obwohl die Elektroneneindringtiefe in Metallen nur ca. 0,1 mm beträgt, kommt es durch die fokussierte Energie zur Bildung einer Dampfkapillare und dem so genannten Schlüsselloch. In der Abbildung 2.16 ist im Bild c dargestellt die Bildung der Dampfkapillare, im Bild d ist die Dampfkapillare vollständig ausgebildet. Das Bild e zeigt das erstarrte Schweißgut und im Bild f befindet sich ein Beispiel für eine Schweißnaht. Die Kräftesumme in der Kapillare bilden Druck der Elektronen, Dampfdruck des verdampfenden Werkstoffes, die Oberflächenspannung der flüssigen Kapillarwand und die Gravitation. Bei der Schweißung sind die eben genannten Kräfte für eine gleichmäßige Schweißung sehr wichtig. Die Schweißnaht entsteht durch das abgekühlte, wieder erstarrte Wandmaterial und den sich niederschlagenden Werkstoffdampf [15].



Abbildung 2.16 Elektronenstrahl Schweißvorgang in Rot die Bildung des Schlüsselloches [11]

## 2.5.1 EBW Parameter

Im folgenden Abschnitt werden die Einflussparameter, die an einer EBW eingestellt werden müssen, aufgezählt und deren Einfluss auf die Schweißnaht erläutert. Für die Festlegung und Benennung der Ausdrücke wurden die Normen ÖNORM EN ISO 15609-3 und ÖNORM EN 1011-7 herangezogen [16], [17].

## 2.5.1.1 Beschleunigungsspannung

Hauptsächlich verantwortlich für die Geschwindigkeit und Beschleunigung der Elektronen ist die Beschleunigungsspannung. Sie wird in Kilovolt (kV) angegeben. Mit einer sehr hohen Beschleunigungsspannung und sehr niedrigem Strahlstrom kann der kleinste Fokusdurchmesser erzeugt werden [18]. Daher wird die Beschleunigungsspannung U in der Regel auf den höchst möglichen zugelassenen Anlagenwert eingestellt, um dünne und tiefe Schweißnähte produzieren zu können. Bei einem Wert ab ca. 80 kV entstehen Röntgenstrahlen. Diese sind aber durch die Kammer abgeschirmt. Die Energie bei dieser Anlage reicht aber noch nicht für eine Aktivierung des Werkstückes [19].

## 2.5.1.2 Strahlstrom

Der Strahlstrom I stellt das Maß für die transportierte Ladungsmenge dar und wird in Milliampere (mA) angegeben. Der Strahlstrom ist eine sehr wesentliche Größe, die dem Material und der Bauteildicke anzupassen ist, um eine hohe Nahtqualität und Schweißnahttiefe zu erreichen.

## 2.5.1.3 Schweißgeschwindigkeit

Als Schweißgeschwindigkeit Vs ist die Relativgeschwindigkeit zwischen Elektronenstrahl und Werkstück definiert und wird meist in mm/s oder mm/min angegeben. In Verbindung mit der Leistung, der Schweißgeschwindigkeit und dem Anlagenwirkungsgrad ergibt sich die Streckenenergie. Die Geschwindigkeit beeinflusst die Schlüssellochausbildung, Porenbildung und die Rissbildung sehr stark. Aus einer niedrigen Schweißgeschwindigkeit resultieren eine breite WEZ und eine schlechte Nahtoberfläche [20].

#### 2.5.1.4 Strahlleistung P

Die Strahlleistung ist definiert durch

$$P = U * I \qquad (2.1)$$

Die Streckenenergie ist definiert durch

$$E = \frac{P}{V_s}$$
 (2.2)

In der Tabelle 2.5 sind verschiedene Schweißverfahren und die dazu gehörigen Streckenenergien aufgelistet. Das Elektronenstrahlschweißen hat eine sehr niedrige Streckenenergie und eignet sich daher sehr gut, wo eine kleine Wärmeeinbringung erforderlich ist.

> Tabelle 2.5 Unterschiedliche Schweißverfahren und typische Werte für deren Streckenenergie [21]

Verfahren	Streckenenergie (kJ/cm)
Elektronenstrahlschweißen	0,25
Schutzgasschweißen	2,6
Lichtbogenschweißen	7,95
Autogenschweißen	13

## 2.5.1.5 Fokuslage

Durch die Verwendung einer magnetischen Linse in der Strahloptik (Abbildung 2.17), kann der Elektronenstrahl genau fokussiert werden. Der an der Linsenspule angelegte Strom beeinflusst den Fokuspunkt in Strahlrichtung (z-Achse) und verändert damit die Fokuslage.



Abbildung 2.17 Elektronenstrahlfokussierung mittels magnetischer Linse [11]

So sind Über- und Unterfokussierungen einstellbar. In der Abbildung 2.17 wird der Zusammenhang der Fokuslage und der Beschleunigungsspannung gezeigt.



Abbildung 2.18 Blindschweißung mit unterschiedlicher Fokuslage und Beschleunigungsspannung: (a) U=150kV,  $A_f$ =350mm; (b) U=60kV,  $A_f$ =350mm; (c) U=150kV,  $A_f$ =1200mm; (d) U=60kV,  $A_f$ =1200mm [22]

Die Fokuslage beeinflusst die Eindringtiefe, die Kräfte im Schmelzbad und die Breite des Einschweißprofiles. Bei dünnen Platten und hoher Schweißgeschwindigkeit ist die Fokuslage von untergeordneter Rolle [18]. Bei dicken Bauteilen ist die Fokuslage wichtig, um in den prozessstabilen Bereich C wie in Abbildung 2.19 zu kommen und somit Riss- und Lunkerbildung zu vermeiden [11], [22].



Abbildung 2.19 Fokuslage [22]

## 2.5.1.6 Strahlablenkung

Die Elektronenstrahlablenkung erfolgt durch gekreuzte, homogene, magnetische Felder quer zum Elektronenstrahl [11]. Die erzeugbaren Strahlformen sind frei programmierbar. Wird zum Beispiel der Spulenstrom in Abbildung 2.20 geändert, kommt es zu einer Strahlablenkung, die mit einer Geschwindigkeit von bis zu 150x10<sup>6</sup> m/s stattfindet.



Abbildung 2.20 Schematischer Spulenaufbau der Strahlablenkung [11]

#### 2.5.1.7 Schweißtropfenübergang

Der Schweißtropfenübergang ist für Schweißungen mit Zusatzmaterial sehr wichtig, um eine gleichmäßige Naht zu produzieren. Die wirkenden Kräfte auf den Tropfen sind in der Abbildung 2.21 dargestellt.



Abbildung 2.21 Kräfte am Schweißtropfen [23]

Kräftesumme in vertikaler Richtung  $F_g + F_e = F_v + F_s$  (2.3)

Gewichtskraft  $F_g = mg$  (2.4)

- Strahldruckkraft  $F_e = \frac{m_t v_s}{t}$  (2.5)
- Kraft der Dampfkapillare  $F_v = P_v S$  (2.6)
- Adhäsionskraft  $F_s = 2\pi r_w \sigma_w sin\theta$  (2.7)
| т                     | Masse des Tropfens[kg]                               |
|-----------------------|--|
| g                     | Gravitation $\left[\frac{m}{s}\right]$               |
| Vs                    | Strahlgeschwindigkeit $[\frac{m}{s}]$                |
| <i>m</i> <sub>t</sub> | Masse der Elektronen $\left[\frac{mA  kg}{C}\right]$ |
| t                     | Zeit [sec]   |
| P <sub>v</sub>        | Strahldruck [Pa]                                     |
| S                     | Auftreffende Strahlfäche am Tropfen[m <sup>2</sup> ] |
| r <sub>w</sub>        | Radius des Zusatzwerkstoffes [m]                     |
| $\sigma_w$            | Oberflächenspannug[Pa]                               |
| θ                     | Winkelzwischen der Drahtzuführung[°]                 |

Tabelle 2.6 Aufschlüsselung der benutzten Parameter [23]

Die beste Beeinflussung der Tropfenablösung, ist mit einer Veränderung des Winkels der Drahtzuführung am leichtesten zu bewerkstelligen.

# **3 Experimente**

# 3.1 Design of Experiment (DoE)

Die folgenden Absätze referenzieren sich hauptsächlich auf das Buch "Statistische Versuchsplanung" von Karl Siebertz [24] und auf die Software Minitab 16, andere Quellen werden gesondert aufgezählt.

"Design of Experiment" oder auch "statistische Versuchsplanung" genannt, ist eine Methodik, um Eingangs- und Ausgangsvariablen mit Wirkung und Effekt in Verbindung zu setzen. DoE ist eine Zeit, Ressourcen und Material sparendes Werkzeug zur Versuchsdurchführung. DoE hat gegenüber "Trial and Error" den Vorteil, statistisch besser und schneller auswertbar zu sein, da die Werte der Versuchsschritte in Variablen definiert sind. Die wichtigste Aufgabe in dieser Arbeit war, mithilfe von DoE den Einfluss der Schweißparameter auf die Nahtgüte der Schweißverbindung systematisch zu untersuchen.

# 3.1.1 DoE Bedingungen

In der statistischen Versuchsplanung gibt es zwei Arten von Größen: Einflussgrößen als Eingabegrößen, welche veränderbar sind und Zielgrößen, welche dem Versuchsergebnis entsprechen. Die Zielgrößen werden durch die Einflussgrößen beeinflusst und werden nach der Durchführung der DoE quantifiziert und bewertet. Die Einflussgrößen entsprechen den gewählten Versuchsparametern.

# 3.1.2 Versuchspläne

Unter einem Versuchsplan versteht man das Ergebnis der strukturierten Versuchsplanung. Dabei unterscheidet man Faktoren (Einflussgrößen zum Beispiel Strom) und Laststufen, die den Abstand (in Abbildung 3.1 wäre das zum Beispiel der Pfeil A zwischen y<sub>1</sub> und y<sub>2</sub>) beschreiben. In dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Arten von Versuchsplänen verwendet.

# 3.1.2.1 Vollfaktorieller Versuchsplan (VfV) mit drei Faktoren und zwei Stufen

Der unter Abbildung 3.1 dargestellte Versuchsplan ist eine 3D-Darstellung mit zwei Faktorstufen und den Faktoren A, B und C, welche den zu untersuchenden Faktoren zugewiesen sind.



Abbildung 3.1 Vollfaktorieller Versuchsplan mit drei Faktoren und zwei in 3D Form [24] Tabelle 3.1 Vollfaktorieller Versuchsplan mit drei Faktoren [24]

A	B	C	y
—	—	—	$y_1$
+	—	—	$y_2$
—	+	—	$y_3$
+	+	—	$y_4$
—	—	+	$y_5$
+	—	+	$y_6$
_	+	+	$y_7$
+	+	+	$y_8$

In der Tabelle 3.1 steht das Minus für die untere Lastfaktorstufe und das Plus für die obere Lastfaktorstufe.

### 3.1.2.2 Central-Composite-Design mit drei Faktoren und 5 Stufen

Der unter Abbildung 3.2 dargestellte Versuchsplan ist eine 3 D Darstellung mit fünf Faktorstufen und den Faktoren A, B und C, welche den zu untersuchenden Faktoren zugewiesen sind. Das CCD wurde gewählt, um die Eckpunkte der VfV, in der Abbildung 3.2 grün eingezeichnet, einbinden zu können und so besser ein eventuell auftretendes nichtlineares Verhalten zu erkennen.



Abbildung 3.2 Central-Composite-Design mit drei Faktoren und fünf Stufen in 3D Form [24] Tabelle 3.2 Central-Composite-Design mit drei Faktoren und fünf Stufen [24]

A	B	C	y
_	_	_	$y_1$
+	_	—	$y_2$
	+	—	$y_3$
+	+	—	$y_4$
		+	$y_5$
+		+	$y_6$
	+	+	$y_7$
+	+	+	$y_8$
0	0	0	$y_9$
	0	0	$y_{10}$
++	0	0	$y_{11}$
0		0	$y_{12}$
0	++	0	$y_{13}$
0	0		$y_{14}$
0	0	++	$y_{15}$

# 3.1.3 Analyse

Die Datenanalyse der VfV und CCD wurde mittels Haupteffekte-, Interaktions-, Flächenwirkungsdiagramm Konturund durchgeführt. Das Haupteffektediagramm (Abbildung 3.3) wird verwendet, um die relative Stärke vergleichen und um die Wirkung der Faktoren der Effekte zu zu veranschaulichen. Bei mehreren Faktoren (A, B, C) kommt man mit dieser Art der Auswertung schnell zum Haupteffekt. Ein Haupteffekt liegt vor, wenn unterschiedliche Faktorstufen das Ergebnis, in Abbildung 3.3 die vertikale Achse, unterschiedlich beeinflussen. In der Abbildung 3.3 ist der Haupteffekt C, da er die größte Steigung verursacht.



Abbildung 3.3 Haupteffektediagramm

Das Interaktionsdiagramm wird verwendet, um Interaktionen zwischen zwei Effekten und deren Resonanz auf das Ergebnis erkennen zu können. Eine Interaktion liegt vor, wenn die im Diagramm gezeichneten Linien nicht parallel sind. In der Abbildung 3.4 ist die größte Interaktion zwischen den Effekten A und C, die kleinste zwischen B und C.



Abbildung 3.4 Interaktionsdiagramm

Um die Faktorkombinationen für einen Zielwert zu bestimmen und ein nichtlineares Verhalten zu erkennen, ist das Reaktionsflächenmodell oder das Konturdiagramm sehr gut geeignet. Bei dem dreidimensionalen Reaktionsflächenmodell stellt die aufgespannte Fläche die Zielvariable dar. Das zweidimensionale Konturdiagramm zeigt in den einzelnen Farbschichten Bereiche mit den gleichen Zielvariablen. In der Abbildung 3.5 sind beide Diagramme mit denselben Daten dargestellt.



Abbildung 3.5 Konturdiagramm links und Reaktionsflächendiagramm rechts

# 3.2 Elektronenstrahlschweißanlage

Die Versuche wurden an der Elektronenstrahlschweißanlage pro-beam EBG 45-150 K14 der TU Graz (Abbildung 3.6) durchgeführt. Der Arbeits- und Leistungsbereich ist in der Tabelle 3.3 aufgelistet.

Max. Leistung	45 kW
Max. Spannung	150 KV
Max. Strahl Strom	300 mA
Kammervolumen	1,4 m³
Vakuum	5-10 <sup>-4</sup> mbar

Tabelle 3.3 pro-beam EBG 45-150 K14 technische Daten



Abbildung 3.6 Elektronenstrahlanlage TU Graz [25]

# 3.2.1 Probeneinspannung

Um die 2 mm dicken Platten schnell und sicher einspannen zu können, wurde auf ein bestehendes Einspannsystem (Abbildung 3.7) zurückgegriffen. Es besteht aus zwei Aluminiumwinkeln die pro Seite mit jeweils zwei Bohrungen versehen sind, wodurch die Winkel verschraubt werden können. Die mit Alkohol gereinigten Platten wurden zwischen die Aluwinkel gelegt, ausgerichtet und dann geklemmt. Mit diesem Aufbau konnte die Höhe für die Fokuslage optimal eingestellt werden und es war noch genug Platz unter den Proben vorhanden, um den Strahlfang schnell und sicher zu platzieren.



Abbildung 3.7 Einspannung [20]

### 3.2.2 Versuchsparameter

Als variable Versuchsparameter wurden die Strahlfigur Kreis und deren Durchmesser (Ø), Strahlstrom (I), Schweißzusatzwerkstoff unter 3.3 behandelt und Drahtfördergeschwindigkeit (V<sub>D</sub>) gewählt. Der Fokus wurde auf die Plattenoberfläche eingestellt. Die Spannung wurde auf 150 kV eingestellt. Die Schweißgeschwindigkeit (V<sub>S</sub>) wurde auf 30 mm/s eingestellt. Die fixen Versuchsparameter wurden aus den besten Versuchen der Masterarbeit "Electron Beam Welding of TZM Plates" übernommen [20].

# 3.3 Versuchszusatzwerkstoffe

Wichtig für die Auswahl des Versuchszusatzwerkstoffs war, dass die Einsatztemperatur und mechanische Gütewerte wie Härte, Festigkeit und Duktilität annähernd dem Grundmaterial entsprechen. Rhenium als Zusatzwerkstoff war aufgrund der Rohstoffkosten, trotz der bekannten guten Schweißeignung unerwünscht [12]. Die Auswahl fiel auf den artfremden Zusatzwerkstoff auf Vanadium (99,9%). Als artähnlicher Zusatzwerkstoff wurde

schmelzmetallurgisch hergestelltes TZM in der unter Tabelle 2.4 gezeigten Zusammensetzung ausgewählt.

# 3.4 Probenvorbereitung

# 3.4.1 Probenentnahme

Bei jedem Schweißversuch wurden wie in Abbildung 3.8 dargestellt zwei Proben für die metallographischen Untersuchungen entnommen.



Abbildung 3.8 Probenentnahme aus den geschweißten 2mm Platten

Der Anlieferungszustand der TZM-Platten war gebeizt und vakuumverpackt. Die Platten wurden für eine V-Nahtschweißung mit 8° Öffnungswinkel spanabhebend vorbereitet.



Abbildung 3.9 Skizze Probenvorbereitung

# 3.4.2 Polierung und Ätzung

Um die Korngrenzen sichtbar zu machen, wurden die polierten Metallographieproben mittels der Mikroätzung "Murakami" 35 Sekunden lang tauchgeätzt [26]. Für die Ätzung wurden die in Tabelle 3.4 aufgelisteten Chemikalien verwendet.

Tabelle 3.4 Murakami Ätzung [26]

#	Chemikalie	Menge
1	Natriumhydroxid	10 g
2	Kaliumferricyanid	10 g
3	Destilliertes Wasser	100 ml

### 3.5 Untersuchungsmethoden

# 3.5.1 Vermessung der Schweißnahtgeometrie

Die in Abbildung 3.10 gezeigten drei Bereiche

- Grundwerkstoff (GW)
- Wärmeeinflusszone (WEZ)
- Schweißgut (SG)

wurden für die Bewertung herangezogen.

Bei allen Metallographieproben wurden mehrere Bilder der geätzten Mikrostruktur mit dem Stereomikroskop Zeiss Z1m angefertigt. Die Bilder wurden wie in Abbildung 3.10 mit dem Programm AxioViso vermessen, um die Größe der Kennwerte zu erhalten.



Abbildung 3.10 Metallographieprobe geätzt

# 3.5.2 Bestimmung der Kornanzahl

Die Kornanzahl pro Fläche beziehungsweiße Korngröße hat einen wesentlichen Einfluss auf die mechanischen Gütewerte der Schweißverbindung [8]. Mit kleineren Körnern steigen Härte und Duktilität nach dem Mechanismus der Feinkornhärtung. Mittels des Programmes AxiovisioGrain wurde jede geätzte Metallographieprobe im Bereich Schmelzzone und WEZ ausgewertet. Als Messmethode wurde ASTM verwendet. Bei der ASTM-Methode wird nicht die Korngröße, sondern die Kornanzahl pro Fläche bestimmt. Hierbei wird ein genormtes Dichtenetz über das Metallographiebild gelegt und mit den genormten Dichtenetzen abgeglichen, bis es der einer ASTM Größe entspricht. In der Abbildung 3.11 wird die ASTM-Methode mit AxiovisioGrain exemplarisch vorgestellt. In der Abbildung 3.12 a ist ein zu grobes Netz, in b ein passendes und in c ein zu feines Netz dargestellt.



Abbildung 3.12 Verschiedene Netz Größen

### 3.5.3 Nahtbewertung

Um die Schweißnahtform bewerten zu können, wurde das Aussehen der Schweißnaht in drei Bewertungskategorien eingeteilt:

- 1. Ist die Wurzel ausgebildet?
- 2. Ist die Naht über die gesamte Querschnittsfläche ausgebildet?
- 3. Ist die Decklage ausgebildet?

Schweißnaht typ	Makroauf nahme	Grafik	Wurzel ausgebildet	Durchsch weißung des Spaltes	Decklage ausgebildet
Α			-	-	-
В			+	-	-
	1		-	-	+
D	-		+	+	+

Abbildung 3.13 Schweißgradtypen

Abbildung 3.13 zeigt die Bewertungsmatrix nach obenstehenden Kategorien. Die Makroaufnahmen sind Beispiel Bilder. Beim Schweißnahttyp A kommt es zu keiner Anbindung. Beim Schweißnahttyp B wurde nur die Wurzellage angebunden. Beim Schweißnahttyp C wurde die Wurzel angebunden. Beim Schweißnahttyp D, der den Optimalfall darstellt, wurde der gesamte Nahtquerschnitt angebunden.

# 3.5.4 Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung

Mit der Farbeindringmethode (PT) wurden die Platten beidseitig auf Oberflächenfehler geprüft. Das verwendete Prüfsystem war PT/DiffuTherm. Bei der Bewertung wurden Ein- und Auslauf (10 mm von Plattenanfang und -ende) nicht bewertet.

Arbeitsschritte der Prüfung (beidseitig)

- 1. Reinigen der Platten
- 2. Farbe auftragen und einziehen lassen (5 min)
- 3. Erneutes Reinigen der Platten
- 4. Entwickler auftragen, 15 min warten
- 5. Bewerten der Oberfläche und Dokumentieren
- 6. Reinigen der Platten



Abbildung 3.14 Versuch # 29 in Draufsicht

Die Abbildung 3.14 zeigt eine fehlerfreie Nahtoberseite des Versuches #29.

# 3.5.5 Härtemessung

Die Härtemessung wurde mit der Emco M1C ausgeführt. Die dreilagige Härtemessung mit 16 Prüfpunkten pro Reihe ist in der Abbildung 3.15 gezeigt.

Die gelbe Line zeigte den oberen Bereich der Naht, in dem die Härte gemessen wurde. Die blaue Line sollte zeigen, ob die Härte über die Höhe und in der Mitte homogen war. Die rote Line sollte den Härteverlauf in der Nahtoberseite zeigen. Die automatische Auswertung wurde mit dem Programm ECOS durchgeführt. Die Messung wurde mit HV 1 und 30 Sekunden Haltezeit durchgeführt.



Abbildung 3.15 Lage der Prüfpunkte jeweils 16 pro Reihe

# 3.5.6 Temperaturmessung

Die Temperaturmessung sollte den Temperaturverlauf vom Beginn der Schweißung bis zum Abkühlen auf Raumtemperatur aufzeichnen. Es wurden Thermoelemente vom Typ K verwendet, welche einen Messbereich von -220 bis 1250°C aufweisen. Die Thermoelemente wurden in 5 mm und 8 mm Abstand von der Oberkante der V-Nahtvorbereitung, an der Oberseite und in der Plattenmitte angebracht. Zur Isolierung wurde ein gummierter Schlauch, Keramikröhrchen und Aluminiumfolie verwendet. Durch Spannungsinduktion in der Messleitung und der Bildung eines geschlossenen Stromkreises durch den Elektronenstrahl mit dem Messaufbau konnten nur wenige Messungen trotz der umfangreichen Abschirmungsmaßnahmen ausgewertet werden.

#### 3.5.7 Temperatursimulation

Um die Spitzentemperatur nicht nur durch einen sehr aufwendigen Messaufbau zu erhalten, wurde versucht, sie mit einem mathematischen Modell zu simulieren. Eine Temperatursimulation wurde mit dem Softwareparket QuikSim2 anhand der Schweißparameter, Streckenenergie und der Materialkennwerte durchgeführt. Zur Simulation der Temperatur wurde die Rosenthal Gleichung herangezogen [27].

$$T - T_0 = \frac{Q\eta}{2\pi k} \exp(-\lambda v(r - vt)) \quad (3.1)$$

Q	Streckenenergie
η	Thermischer Wirkungsgrad
v	Strahlgeschwindigkeit [ <mark>Wcm</mark> ]
r	Distanz zur Naht
k	Wärmeleitfähigkeit [ <del>W</del> cm°C]
С	Spezifische Wärme [ <mark>J</mark> ]
λ	$\frac{1}{2 * \alpha}$
α	$\frac{k}{\rho * c}$

Tabelle 3.5 Rosenthal Gleichung [28]

#### 3.6 Vorversuch mit variabler Leistung

Um den DoE Bereich einzuschränken, wurden auf Basis der Versuchswerte von der Masterarbeit "Electron Beam Welding of TZM plates" [20] dynamische Schweißversuche durchgeführt. Es wurde bei konstanter Schweißgeschwindigkeit der Schweißstrom von 15 mA auf 25 mA erhöht. Die Schweißprozesswerte sind in Tabelle 3.6 angeführt. Die Fokuslage war wie auch

bei allen weiteren Schweißungen auf der Plattenoberfläche. Um wenig Material zu verbrauchen, und schnell ein grobes Prozessfenster abzuschätzen, wurde nur ein Wert variiert.

Durch die Gleichung v = kx+d (Formel 3.2) kann die Geschwindigkeit an jedem Punkt der Versuchsschweißung ermittelt werden.



Abbildung 3.16 Dynamischer Schweißversuch

	V (KV)	I (mA)	V <sub>s</sub> (mm/s)	V <sub>D</sub> (m/min)	X (mm)
Einlauf	0	0	30	0	0
Start Pkt.	150	15	30	0,58	5
End Pkt.	150	25	30	0,58	95
Auslauf	0	0	0	0	100

Bei der Versuchsauswertung wurden Nahtfehler und die Penetration, insbesondere die Wurzelausbildung bewertet.

# 4 Ergebnisse

# 4.1 Vorversuch mit dynamischem Leistungstest und Vanadium als Schweißzusatz

Der dynamische Leistungstest wurde wie unter 3.6 beschrieben und mit den in der Tabelle 4.1 stehenden Werten durchgeführt.

#	I <sub>A</sub> (mA)	I₌ (mA)	V₀(m/min)	D (mm)	Vs (mm/s)	U (kV)	P (kJ/m)
1	15	25	0,58	1,2	30	150	75-125

Tabelle 4.1 Werte variabler Leistungstest mit Vanadium als Schweißzusatz

90 mm Dben 25.5 mm

Abbildung 4.1 Auswertung variabler Leistungstest

In der Abbildung 4.1 ist die Ober- und Unterseite der Schweißung dargestellt.

Bei der visuellen Untersuchung wurde auf die Ausbildung der Oberseite geachtet, die sich sehr schnell (ab 2 mm) fehlerfrei einstellte.

Die Wurzel bildete sich nach 25,5 mm aus. Mit der Formel 3.2 und dem Wert 25,5 wurde der untere Strom mit 17,7 mA berechnet, ab dem es zur Durchschweißung der Naht kommt.

### 4.2 Vollfaktorieller Versuchsplan mit Vanadium als Schweißzusatz

In der Tabelle 4.6 sind die Werte für die experimentellen Versuche aufgelistet. Die Werte wurden durch die Vorversuche mit Vanadium und durch die statistische Versuchsauswertung ermittelt.

#	I <sub>A</sub> (mA)	V₀(m/min)	D (mm)
1	17,7	0,58	1,2
2	17,7	0,88	1,2
3	17,7	0,58	1,0
4	17,7	0,88	1,0
5	18,7	0,58	1,2
6	18,7	0,88	1,2
7	18,7	0,58	1,0
8	18,7	0,88	1,0
9	19,7	0,73	1,1
10	18,2	0,73	1,1
11	18,2	0,73	0,8
12	18,2	1,18	1,1
13	18,2	0,73	1,4
14	18,2	0,28	1,1
15	16,7	0,73	1,1

Tabelle 4.2 Versuchswerte DoE 1-8 CCD 1-15

#### 4.2.1 Makroskopische Untersuchungen

#### 4.2.1.1 Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung und Nahtbewertung

Die makroskopische Untersuchung der Proben mit Vanadium als Schweißzusatz auf Oberflächenfehler wurde wie unter 3.5.4 beschrieben durchgeführt.



Abbildung 4.2 Ergebnisse aus Formbewertung und Oberflächenprüfung

Bei den Versuchen 1 bis 8 wurde die Vakuumkammer nach 2 Minuten geöffnet, bei den Versuchen 9 bis 15 nach 5 Minuten. Es wurden als Oberflächenfehler Querrisse bei der PT Prüfung identifiziert, die von der Schweißnaht oder von Schweißspritzer ausgingen. In der Abbildung 4.2 zeigt sich, dass es bei einer Kammeröffnung nach 5 Minuten (Versuche 9 bis 15) zu keinen Rissen mehr kam. Die Risse gingen immer von Schweißnahtfehlern aus. In der Abbildung 4.3 ist ein Schweißfehler mit Riss zu sehen. In der Abbildung 4.4 sieht man ein PT-Bild mit einem Schweißfehler und einem Riss. In die folgende DoE Auswertung für den Schweißzusatz Vanadium wurden alle Nahtformen (A, B, C & D) und auch die rissbehafteten Versuche mit einbezogen was die Auswertung beeinflusste.



Abbildung 4.3 Riss ausgehend vom Schweißnahtfehler bei Versuch 3, Blickrichtung von oben



Abbildung 4.4 PT Bild des Risses bei Versuch 1

Im Konturdiagramm Abbildung 4.5 sind die untersuchten Schweißnahttypen in Abhängigkeit von den größten Einflussfaktoren (Strom und Drahtvorschub) mit einem konstant gehaltenen Wert (Strahldurchmesser d=1 mm) dargestellt.



Abbildung 4.5 DoE Auswertung Nahtform aufgetragen über Strom und Drahtfördergeschwindigkeit

Um die optimale Nahtgüte D mit dem Schweißzusatz Vanadium zu schweißen, muss der Parameterbereich wie im Konturdiagramm gezeigt bei kleinem Strom und geringer Drahtförderung liegen.

Zu sehen ist auch, dass bei sehr hoher Drahtförderleistung und kleinem Strom es zur Bildung der schlechtesten Kategorie kommt.

# 4.2.2 Mikroskopische Untersuchungen

#### 4.2.2.1 Härteprüfung

In der Tabelle 4.3 sind die Mittelwerte der Schweißzone aus den Metallographieproben pro Platte aufgelistet. Die Mittelwerte der Härte der Versuche 1-15 weichen untereinander ab, durch die Schweißspritzer kam es zu unzureichender Aufmischung und damit zu einer geringeren Härte.

#	Maximalwert (HV 1)	Mittelwert (HV 1)	Standardabweichung
1	330	254,5	20,7
2	302	248,2	24,3
3	300	248,6	16,2
4	335	261,1	21,3
5	253	243,3	9,1
6	256	246,9	11,4
7	305	244,9	15,1
8	257	239,2	11,6
9	329	253,4	21,9
10	315	242,8	14,2
11	253	234,8	9,0
12	252	239,3	10,8
13	262	240,1	13,1
14	252	235,6	8,7
15	264	236,2	13,6

Tabelle 4.3 Ergebnisse Härtemessung der Schweißgutzone mit Vanadium als Schweißzusatz

Die in der Abbildung 4.6 gezeigten Ergebnisse der Versuche 1-15 mit einem Durchschnitt von 245 HV 1 liegen 12,5 % unter dem des Grundmaterials, welches eine Härte von durchschnittlich 280 HV 1 aufweist.



Abbildung 4.6 Gemittelte Härte der Versuche 1-15 und als rote Linie die Durchschnittliche Härte von den Versuche 1-15



Abbildung 4.7 Härteverlauf mit Vanadium als Schweißzusatz

Abbildung 4.7 zeigt drei Härteverläufe im oberen (gelbe Linie), mittleren (rote Linie) und unteren Bereich (blaue Linie) der Schweißnaht, die Messungen des Grundmaterials, der WEZ und der Schmelzzone. Der gelbe Verlauf liegt im Bereich der Härte des Grundmaterials sowohl in der WEZ als auch in der Schmelzzone. Die rote und gelbe Linie zeigen einen Abfall in der Wärmeeinflusszone und einen noch stärkeren in der Schmelzzone. Bei diesem Versuch ist im oberen Bereich viel Vanadium vorhanden und die Aufmischung sinkt Richtung Wurzel ab, was zum beobachteten Härteabfall führt. Siehe auch die Ergebnisse der REM EDX-Analyse unter 4.2.2.4.



Abbildung 4.8 Haupteffektediagramm Härte in der Schmelzzone mit Vanadium als Schweißzusatz

In der Abbildung 4.8 sieht man, dass den größten Effekt auf die Härte der Schweißstrom hatte. Der Drahtvorschub beeinflusste die Härte nur mäßig bis weinig. Der Strahldurchmesser hat fast keinen Einfluss im Vergleich zu den anderen Effekten.



Abbildung 4.9 Konturdiagramm der Härte in der Schmelzzone mit Vanadium als Schweißzusatz Im Konturdiagramm in Abbildung 4.9 sind die Härtebereiche in Abhängigkeit der größten Einflussfaktoren (Strom und Drahtvorschub) mit einem konstant gehaltenen Wert (Strahldurchmesser D = 1 mm) dargestellt. Um die höchsten Härten mit dem Schweißzusatz Vanadium zu schweißen, musste der Parameterbereich, wie im Konturdiagramm gezeigt, bei kleinem Strom und hoher Drahtförderung liegen.

Zu sehen ist auch, dass es bei sehr hoher Drahtförderleistung und hohem Strom zu niedrigen Härten kam. Das Konturdiagramm zeigt auch, dass bei ausreichender Drahtfördergeschwindigkeit die erzielte Härte in der Schweißnaht durch den Strahlstrom I gesteuert wurde.

### 4.2.2.2 Analyse der WEZ Breite

In der Abbildung 4.10 sind die Haupteffekte auf die Breite der WEZ dargestellt.



Abbildung 4.10 Haupteffektediagramm WEZ mit Vanadium als Schweißzusatz

Aus den Darstellungen des Haupteffektediagramms sieht man, dass den größten Effekt auf die Breite der WEZ der Strahldurchmesser hatte. Der Strom hatte den zweitstärksten Effekt und der Drahtvorschub hatte fast keinen Effekt im Vergleich zu den anderen.



Abbildung 4.11 Konturdiagramm Breite WEZ mit Vanadium als Schweißzusatz Im Konturdiagramm Abbildung 4.11 wurde die WEZ in Bereiche eingeteilt und in Abhängigkeit der größten Einflussfaktoren (Strahldurchmesser und Strom) mit dem konstant gehaltenen Wert (Drahtvorschub vD = 0,58 m/min) dargestellt. Der Konturbereich mit der kleinsten Breite ergab sich bei kleinstem Strahldurchmesser und war hier nahezu unabhängig vom eingestellten Strom. Mit dem größten Strahldurchmesser und dem größten Strom war die WEZ am breitesten.

# 4.2.2.3 Kornanzahl

# 4.2.2.3.1 Kornanzahl der WEZ

In der Abbildung 4.12 sind die Haupteffekte auf die gemittelte Kornanzahl in der WEZ dargestellt.



Abbildung 4.12 Haupteffektediagramm Ø Kornanzahl der WEZ

Aus der Abbildung 4.12 sieht man, dass den größten Effekt auf die mittlere Kornanzahl der WEZ der Strom hatte. Die Drahtfördergeschwindigkeit und Strahldurchmesser traten hier nur mäßig als Effekt in Erscheinung.



Abbildung 4.13 Konturdiagramm Ø Kornanzahl der WEZ mit Vanadium als Schweißzusatz

Im Konturdiagramm (Abbildung 4.13) wurde die durchschnittliche Kornanzahl der WEZ in Bereiche eingeteilt und in Abhängigkeit der größten Einflussfaktoren (Drahtvorschub und Strom) mit dem konstant gehaltenen Wert (Strahldurchmesser) dargestellt. Der Konturbereich mit der kleinsten Kornanzahl ergab sich bei größter Drahtförderleistung und kleinstem Strom. Mit dem größten Strom und der größten Drahtförderleistung war die Kornanzahl am größten. Auffällig war, dass es bei maximaler Drahtförderung zu beiden Extremfällen kam.

# 4.2.2.3.2 Kornanzahl der Schmelzzone

In der Abbildung 4.14 sind die Haupteffekte auf die gemittelte Kornanzahl in der Schmelzzone dargestellt.



Abbildung 4.14 Haupteffektediagramm Ø Kornanzahl der Schmelzzone

Aus der Abbildung 4.14 sieht man, dass die größten Effekte Strahldurchmesser und Strom auf die durchschnittliche Kornanzahl der WEZ hatten. Der Strahldurchmesser trat hier besonders stark in Erscheinung. Die Beeinflussung durch die Drahtfördergeschwindigkeit ist im Vergleich zu den anderen gering.



Abbildung 4.15 Konturdiagramm Ø Kornanzahl der Schmelzzone mit Vanadium als Schweißzusatz

Im Konturdiagramm Abbildung 4.15 wurde die durchschnittliche Kornanzahl der Schmelzzone in Bereiche eingeteilt und in Abhängigkeit der größten Einflussfaktoren (Strahldurchmesser und Strom) mit dem konstant gehaltenen Wert (Drahtvorschub) dargestellt. Der Konturbereich mit der kleinsten Kornanzahl ergab sich mit kleinstem Strahldurchmesser und kleinstem Strom. Bei kleinem Strom und größtem Strahldurchmesser war die Kornanzahl am größten. Im Diagramm ist ersichtlich, dass man mit kleinem Strom und über die Änderung des Strahldurchmessers sowohl eine kleine als auch eine große Kornanzahl erhielt.

### 4.2.2.4 REM EDX Analyse

Um den teils unregelmäßigen Tropfenübergang besser zu verstehen, wurden, wie in der Abbildung 4.16 gezeigt, vor und nach einer Schweißnahtüberhöhung Proben entnommen und mittels REM EDX untersucht.



Abbildung 4.16 Probenentnahme für REM EDX

In der Abbildung 4.17 ist die Lage der Linienuntersuchung ersichtlich und in der Abbildung 4.18 die Ergebnisse über die Länge des Linienscans. Bei der Punktanalyse Abbildung 4.20 der Schweißnahtüberhöhung wurden die in der Tabelle 4.4 gemessenen Werte aufgelistet. Bei dieser Analyse wurde erkannt, dass ein gleichmäßiger Tropfenübergang sehr wichtig für die Schweißprozessstabilität ist.



Abbildung 4.17 REM Bild der Versuchsschweißung 7 vor dem Schweißfehler



Abbildung 4.18 EDX Analyse der Versuchsschweißung 7 vor dem Schweißfehler

In der Abbildung 4.18 ist sehr gut ersichtlich, dass der Vanadiumanteil vor einem solchen Schweißfehler klein ist und somit zu diesem Zeitpunkt eigentlich kein Schweißzusatz in die Naht überging.



Abbildung 4.19 REM EDX Bild der Versuchsschweißung 7 nach dem Schweißfehler

In der Abbildung 4.19 sind Lage und Analyse der Linienuntersuchung (grüne Linie) in einem Bild dargestellt. Hier gut ersichtlich nach dem Schweißfehler kommt es wieder zur Aufmischung von V und Mo.



Abbildung 4.20 Lage der Messpunkte in der Überhöhung Schweißnahtmitte

Punkt	Мо	V
1	16,5	83,5
2	29,4	70,6

Tabelle 4.4 REM EDX Ergebnisse in Gewichtsprozent

Abbildung 4.20 zeigt die Lage der Messpunkte im Schweißfehler. Gut zu erkennen ist der stärkere Ätzungsgrad beim Punkt 1 mit 83,5% V gegenüber dem Punkt 2 mit 70,6% V (beide aus Tabelle 4.4). Außerdem wurde gezeigt, dass es im Schweißfehler zu einer Aufmischung kommt.

# 4.3 Vorversuch mit dynamischem Leistungstest und TZM als Schweißzusatz

Der dynamische Leistungstest wurde wie unter 3.6 beschrieben und mit den in der Tabelle 4.5 stehenden Werten durchgeführt.

#	I <sub>A</sub> (mA)	l₌ (mA)	V₀(m/min)	D (mm)	Vs (mm/s)	U (kV)	P (kJ/m)
1	15	25	0,58	1,2	30	150	75-125

Bei der visuellen Untersuchung wurde auf die Ausbildung der Oberseite geachtet, die sich wie beim Versuch mit Vanadium sehr schnell (ab 2 mm) fehlerfrei einstellte. Die Wurzel bildete sich nach 33,6 mm aus. Mit der Formel 3.2 und dem Wert 33,6 wurde der untere Strom mit 18,7 mA berechnet, mit dem es zur Durchschweißung der Naht kommt. Mit dem TZM Draht braucht man 1 mA (das entspricht 5,3 %) mehr Strom für eine Durchschweißung als mit einem Vanadiumdraht.
# 4.4 Vollfaktorieller Versuchsplan mit TZM schmelzmetallurgisch hergestellt als Schweißzusatz

Tabelle 4.6 Versuchswerte DoE 15-23 CCD 23-30				
#	I <sub>A</sub> (mA)	V⊳(m/min)	D (mm)	
16	19,7	0,58	1,2	
17	19,7	0,88	1,2	
18	19,7	0,58	1,0	
19	19,7	0,88	1,0	
20	20,7	0,58	1,2	
21	20,7	0,88	1,2	
22	20,7	0,58	1,0	
23	20,7	0,88	1,0	
24	20,7	0,73	1,1	
25	21,7	0,73	1,1	
26	20,2	0,73	0,8	
27	20,2	1,18	1,1	
28	20,2	0,73	1,4	
29	20,2	0,28	1,1	
30	18,7	0,73	1,1	

In der Tabelle 4.6 sind die Werte für die Versuche aufgelistet. Die Werte wurden durch die Vorversuche mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM und durch die statistische Versuchsauswertung ermittelt.

#### 4.4.1 Makroskopische Untersuchungen

#### 4.4.1.1 Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung und Nahtbewertung

Die makroskopische Untersuchung der Proben mit TZM als Schweißzusatz auf Oberflächenfehler wurde wie unter 3.5.4 beschrieben durchgeführt.





Bei den Versuchen 16 bis 23 wurde die Vakuumkammer nach zwei Minuten geöffnet, bei den Versuchen 24 bis 30 nach fünf Minuten. Es wurden als Oberflächenfehler Querrisse bei der PT-Prüfung identifiziert, die von der Schweißnaht oder von Schweißspritzern ausgingen. In der Abbildung 4.21 zeigt sich, dass bei einer längeren Verweilzeit in der Kammer nur noch einmal zu einem Riss kam. In den folgenden DoE Auswertungen für den Schweißzusatz TZM wurden alle Nahtformen und auch die rissbehafteten Versuche mit einbezogen.

Die makroskopische Untersuchung der Proben mit TZM als Schweißzusatz wurde wie unter 3.5.3 beschrieben durchgeführt.



Abbildung 4.22 DoE Auswertung Nahtform aufgetragen über Strom und Drahtfördergeschwindigkeit

Im Konturdiagramm Abbildung 4.22 sind die untersuchten Schweißnahttypen in Abhängigkeit der größten Einflussfaktoren (Strom und Drahtvorschub) mit einem konstant gehaltenen Wert (Strahldurchmesser) dargestellt.

Um die optimale Nahttype D mit dem Schweißzusatz Vanadium zu schweißen, musste der Parameterbereich, wie im Konturdiagramm gezeigt bei kleinem Strom und geringer Drahtförderung liegen.

Ersichtlich ist auch, dass bei sehr hoher Drahtförderleistung und kleinem Strom es zur Bildung der schlechtesten Nahtkategorie kam.

#### 4.4.2 Mikroskopische Untersuchungen

#### 4.4.2.1 Härteprüfung

Die Härteprüfung wurde wie unter 3.5.5 beschrieben durchgeführt. In der Tabelle 4.7 sind die Mittelwerte aus den Metallografieproben pro Platte aufgelistet. Tabelle 4.7 Ergebnisse Härtemessung der Schweißgutzone mit TZM als Schweißzusatz

#	Maximalwert (HV 1)	Mittelwert (HV 1)	Standardabweichung
16	290	230,8	17,3
17	259	229,0	14,2
18	252	229,1	12,2
19	242	223,4	18,7
20	246	228,1	16,7
21	252	232,0	16,8
22	258	227,7	12,2
23	249	235,6	10,5
24	254	232,7	14,7
25	251	233,6	8,4
26	258	227,0	14,6
27	248	230,0	13,3
28	242	215,6	20,8
29	250	236,0	7,3
30	275	239,6	14,4

Die in der Abbildung 4.23 gezeigten Ergebnisse der Versuche 16-30 mit einem Durchschnitt von 229,6 HV 1 (rote Linie) liegen deutlich unterhalb der des Grundmaterials, das eine Härte von ca. 280 HV 1 aufweist. Die gemessenen Werte lagen über dem Durchschnittswert (217 HV 1, schwarze Linie) bei gleichem Material nach Literatur [20].



Abbildung 4.23 Zeigt die gemittelte Härte der Versuche 16-30 mit TZM als Schweißzusatz, als rote Linie deren Durschnitt und die schwarze Line den Härtewert ohne Schweißzusatz



Abbildung 4.24 Härtediagramm der Probe 22 mit TZM als Schweißzusatz

Die Abbildung 4.24 zeigt drei verschiedene Härteverläufe (Lage der Messpunkte wie in Abbildung 3.15), die Messungen von Grundmaterial, Wärmeeinflusszone und Schmelzzone beinhalten. Alle drei Linien zeigen einen Abfall in der Wärmeeinflusszone und einen noch stärkeren Abfall in der Schmelzzone, sehr ähnlich den bekannten Versuchen aus der Literatur ohne Zusatzwerkstoff [20].



Abbildung 4.25 Haupteffektediagramm Härte mit TZM als Schweißzusatz

In Abbildung 4.25 sieht man, dass alle drei Parameter das Ergebnis kaum beeinflussten (228-231 HV 1). Angesichts der Standardabweichung von 5,7 bei der Härtemessung sind die Effekte nicht aussagekräftig.



Abbildung 4.26 Konturdiagramm der Härte mit TZM als Schweißzusatz

Im Konturdiagramm in Abbildung 4.26 sind die Härtebereiche in Abhängigkeit der Einflussfaktoren (Strom und Drahtvorschub) mit einem konstant gehaltenen Wert (Strahldurchmesser) dargestellt. Um den höchsten Härtebereich mit dem Schweißzusatz TZM zu schweißen, muss der Parameterbereich, wie im Konturdiagramm gezeigt, bei großem Strom und hoher Drahtförderung liegen. Zu sehen ist auch, dass bei sehr großen Drahtförderleistung und kleinem Strom es zu niedrigen Härten kommt. Die Kombination hoher Strom / kleiner Drahtvorschub führte auch zu einem niedrigen Härtewert. Der Einfluss ist aber insgesamt gering da der kleinste Wert bei 225 HV1 und der größte bei 235 HV 1 was also nur zu einer Steigerung um 4,4% führt.

# 4.4.2.2 Analyse der WEZ Breite

In der Abbildung 4.27 sind die Haupteffekte auf die Breite der WEZ dargestellt.



Abbildung 4.27 Haupteffektediagramm WEZ mit TZM als Schweißzusatz

Aus der Abbildung 4.27 sieht man, dass alle drei Einflussgrößen einen großen Effekt auf die WEZ Breite haben. Der Strahlstrom trat hier besonders stark in Erscheinung.



Abbildung 4.28 Konturdiagramm Breite WEZ mit TZM als Schweißzusatz

Im Konturdiagramm Abbildung 4.28 wurde die WEZ in Bereiche eingeteilt und in Abhängigkeit der größten Einflussfaktoren (Strahldurchmesser und Strom) mit dem konstant gehaltenen Wert (Drahtvorschub) dargestellt. Der Konturbereich mit der kleinsten Breite ergibt sich mit größtem Strahldurchmesser und kleinstem Strom. Mit dem kleinsten Strahldurchmesser und dem größten Strom war die WEZ am breitesten.

# 4.4.2.3 Kornanzahl

Die Messung der Kornanzahl wurde wie unter 3.5.2 beschrieben durchgeführt.

# 4.4.2.3.1 Kornanzahl der WEZ

In der Abbildung 4.29 sind die Haupteffekte auf die gemittelte Kornanzahl in der WEZ dargestellt.



Abbildung 4.29 Haupteffektediagramm Ø Kornanzahl in der WEZ

Aus der Abbildung 4.29 sieht man, dass den größten Effekt auf die durchschnittliche Kornanzahl der WEZ der Strom hatte. Wurde der Strom gesenkt, kam es zu den meisten Körnern. Eine hohe Drahtfördergeschwindigkeit führte zu wenig Körner der Strahldurchmesser hatte wenig Effekt im Vergleich zu den anderen auf die durchschnittliche Kornanzahl der WEZ.



Abbildung 4.30 Konturdiagramm Ø Kornanzahl in der WEZ mit TZM als Schweißzusatz

Im Konturdiagramm Abbildung 4.30 wurde die durchschnittliche Kornanzahl der WEZ in Bereiche eingeteilt und in Abhängigkeit der größten Einflussfaktoren (Drahtvorschub und Strom) mit dem konstant gehaltenen Wert (Strahldurchmesser) dargestellt. Der Konturbereich mit der kleinsten Kornanzahl ergibt sich mit größtem Drahtvorschub und größtem Strom. Mit dem kleinsten Strom und dem kleinsten Drahtvorschub ist die Kornanzahl am größten.

# 4.4.2.3.2 Kornanzahl der Schmelzzone

In der Abbildung 4.31 sind die Haupteffekte auf die gemittelte Kornanzahl in der WEZ dargestellt.



Abbildung 4.31 Haupteffektediagramm Ø Kornanzahl der Schmelzzone

Aus der Abbildung 4.31 sieht man, dass den größten Effekt die Drahtvorschubgeschwindigkeit auf die durchschnittliche Kornanzahl in der Schmelzzone hatte. Die Erhöhung der Drahtfördergeschwindigkeit führte zu einer größeren Kornanzahl in der Schmelzzone. Der Strom hatte auch einen Effekt auf die Kornanzahl, jedoch führte hier der kleinste wert zu einer Kornanzahl Steigerung. Im Vergleich zu den andern hatte der Strahldurchmesser nur einen geringen Einfluss auf die Kornanzahl.



Abbildung 4.32 Konturdiagramm Ø Kornanzahl der Schmelzzone mit TZM als Schweißzusatz

Im Konturdiagramm Abbildung 4.32 wurde die durchschnittliche Kornanzahl der Schmelzzone in Bereiche eingeteilt und in Abhängigkeit der größten Einflussfaktoren (Drahtvorschub und Strom) mit dem konstant gehaltenen Wert (Strahldurchmesser) dargestellt. Der Konturbereich mit der kleinsten Kornanzahl ergibt sich mit kleinstem Drahtvorschub und größtem Strom. Mit dem größten Strom und größten Drahtvorschub ist die Kornanzahl am größten.

# 4.4.2.4 Riss REM EDX Analyse

Wie schon in den Abschnitten 4.2.1.1 und 4.4.1.1, dort aber nur als Riss identifiziert, soll in diesem Abschnitt nochmals genauer auf die Rissproblematik eingegangen werden. Die mittels REM untersuchten Proben aus den Versuchen (1, 7, 18, 22) kamen alle zum gleichen Ergebnis, dass es sich um einen Härteriss handelt. Bei den untersuchten Proben wurde die Kammer nach 2 min geöffnet. In der Abbildung 4.33 im rechten Bild ist ein reiner Sprödbruch sehr gut zu erkennen.



Abbildung 4.33 Im linken Bild ein Riss einer geschliffenen Probe 1 in der Draufsicht, im rechten Bild eine REM Aufnahme des Risses

Der Abbildung 4.34 dargestellte duktile Bruch stellt mit seinen runden Ausbrüchen den Gegensatz zum Härteriss mit seinen geraden Linien dar.



Abbildung 4.34 Duktiler Gewaltbruch in einer Stahlzugprobe [29]

In der Abbildung 4.35 ist zu erkennen, dass es bei einer Kammeröffnung nach 450 Sekunden (in grün dargestellt) zu einem Temperaturabfall kommt. Bei dieser

Messung kam es zu keinem Riss und auch bei einer Öffnung der Kammer nach 300 Sekunden kam es zu keinen Rissen mehr mit Ausnahme des Versuches 28. Bei den Versuchen 1-8 und 16-24 wurde die Kammer immer nach 120 Sekunden geöffnet, was sehr häufig zu Rissen führte. Eine Kammeröffnung bei 120 Sekunden (in rot dargestellt) führte zu einem größeren Abkühlungsgradienten als bei einer Öffnung bei 450 Sekunden, ein höherer Gradient führte zu Rissen.

# 4.5 Temperaturmessung und Vergleich mit Simulationsergebnis

Die Temperaturmessung im Abstand von 8 mm des 27. Schweißversuches ergab die in Abbildung 4.35 dargestellte Temperaturkurve. Der Maximalwert der Messung lag bei 277°C. Bei den Simulationen mit QuikSim2 unter Anwendung der Rosenthal-Gleichung wurde ein Wert von 245°C ermittelt. In

Abbildung 4.36 ist das dargestellt. Im Programm QuikSim2 ist der Dichtewert jedoch mit 10 g/cm<sup>3</sup> begrenzt, was zu einem systematischen Fehler führte. Die Rosenthal-Gleichung erfüllte jedoch im Vergleich zur Messung die Anforderung für eine Temperaturabschätzung der Spitzentemperatur ausreichend. Das Abkühlverhalten kann mit der Rosenthal-Gleichung nicht beschrieben werden, da sie die verminderte Konvektion im Hochvakuum nicht berücksichtigt.



Abbildung 4.35 Temperaturmessung Versuch 27



Abbildung 4.36 Temperaturverlauf in 8 mm Entfernung erstellt mit den Werten aus der Simulation. Nur die Spitzentemperatur ist repräsentativ.

# 5 Diskussion

In der Tabelle 5.1 eine Zusammenfassung der besten Ergebnisse aus dem Kapitel 4. Die Pfeile stehen für den besten Parameterberreich, rote Pfeile stehen für niedrige Werte, grüne Pfeile für hohe Werte und die blauen Pfeile, wenn eine Wert Änderung wenig Einfluss hatte.

Tabelle 5.1 Zusammenfassung der Werte für die besten Ergebnisse (roter Pfeil Wert war niedrig, grüner Pfeil Wert war hoch und blauer Wert Änderung hatte fast keinen Einfluss)

Basismaterial TZM mit TZM Zusatz	Basismaterial TZM mit Vanadium Zusatz
Beste Nahtform bei	Beste Nahtform bei
I↓Vd ↓D➡	IŲVd ŲD 🔿
Kleinster Härteabfall in der Schmelzzone gegenüber	Kleinster Härteabfall in der Schmelzzone gegenüber
Basismaterial bei	Basismaterial bei
I <b>⇔Vd ⇔D⇒</b>	I↓Vd îp ➡
Kleine WEZ bei	Kleine WEZ bei
I <mark>↓</mark> Vd î₽ îî	I ➡Vd➡D ↓
Größte Kornanzahl in der WEZ bei	Größte Kornanzahl in der WEZ bei
IŲ Vd ↓D ⇒	I û Vd û D ↓
Größte Kornanzahl in der Schmelzzone bei	Größte Kornanzahl in der Schmelzzone bei
I <mark>↓ Vd</mark> îD ⇒	I <b>↓</b> Vd <b>↓</b> D <b>î</b>
Nur ein Riss bei langsamer Abkühlung (5 Min)	Kein Riss bei langsamer Abkühlung (5 Min)

# 5.1 Nahtform

Das Parameterfenster um die beste Nahttype D zu erhalten, war bei beiden Schweißzusätzen sehr ähnlich. Die beste Nahttype kam bei geringem Strom und geringer Drahtfördergeschwindigkeit zustande. Bei geringer Drahtfördergeschwindigkeit kam es zu keinen Schweißspritzern und damit zu einem stabilen Schweißprozess. Durch die dynamischen Vorversuche konnte der Strom für die optimale Nahtausprägung sehr gut bestimmt werden, was sich auch in den weiteren Versuchen bewahrheitete.

# 5.2 Härte

Die Versuche mit Vanadium im Vergleich zu den Versuchen mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM als Schweißzusatz, erreichten die höchsten Härtewerte in der Schweißzone bei genügend Aufmischung. Dies ist zurückzuführen auf den Mo-V Mischkristall, der härter ist als der reine Mo-Kristall.

Bei der Härteauswertung wurde erkannt, dass die Versuche die mit Vanadium als Schweißzusatz verschweißt wurden, die höchsten Härtewerte bei der größten Drahtfördergeschwindigkeit erreichten. Bei den Versuchen mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM war die Differenz der Härtewerte bei unterschiedlichen Parameterwerten sehr klein und damit wenig Aussage kräftig. Durch die vermehrte Einbringung von V und die Bildung eines Mo-V Mischkristalls stieg die Härte bei den Versuchen mit Vanadium. Bei den Versuchen mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM wurde versucht dem Ausdampfen der Ausscheidungsbildner Ti und Zr durch Zufuhr eines schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM Drahtes, der einen um den Faktor 10 geringeren Sauerstoffanteil als das TZM Grundmaterial hatte, (Oxide wirken entfestigend in der TZM Legierung) entgegen zu wirken und erhielt dadurch höhere Härtewerte als bei Schweißungen ohne Zusatzwerkstoff. Durch Verdampfung und Schweißspritzer wurde nicht das ganze geförderte Drahtvolumen in die Naht eingebracht. Die Versuche mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM zeigten ein ähnliches Verhalten (ein leichter Härteanstieg bei hohem Strom) analog zu den Ergebnissen aus der Arbeit "Electron Beam Welding of TZM plates" [20].

### 5.3 Breite der WEZ

Bei der Auswertung der Versuche mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM wurde erkannt, dass es bei hohem Strahlstrom zu einer breiten WEZ kommt. Die breite WEZ bei hohem Strahlstrom war zu erwarten, da die Streckenenergie steigt und es somit zu mehr Wärmeeinbringung kommt. Bei den Versuchen mit Vanadium wurde die Auswertung der WEZ durch die Schweißspritzer beeinflusst. Die Effekte Strahlstrom und Strahldurchmesser verhielten sich gegensätzlich wie in den Haupteffektediagrammen (Abbildung 4.10/4.27) ersichtlich, was wahrscheinlich durch die Beeinflussung durch die Schweißspritzer bei den Versuchen mit Vanadium kam. Dadurch das in die DoE Analyse alle Schweißnahttypen mit einbezogen wurden führte das auch zu einer Beeinflussung. Bei den Schweißnahttypen A, B und D ging Energie in den Strahlfang verloren, d.h. es wurde nicht die gesamte Strahlenergie eingekoppelt. Der größere Strahldurchmesser verringerte die Energiekonzentration und in

manchen Fällen kam es dadurch zu keiner vollständigen Durchschweißung. Durch die im Veraleich zur Durchschweißung effektiv größere Energieeinbringung führte, dass bei den Vanadium Versuchen zu einer breiteren WEZ. Ahnliche Ergebnisse sind für den Faktor Strom auch aus der Arbeit "Electron Beam Welding of TZM plates" bekannt [20] und zeigten sich auch bei den Versuchen in dieser Arbeit. Die durchschnittliche Breite der WEZ war bei den Versuchen mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM größer, das wurde aber sehr Wahrscheinlich durch den um 2 Ampere höheren Strom verursacht, der bei den Versuchen mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM verwendet wurde.

#### 5.4 Kornanzahl in der WEZ

Beide Schweißzusätze zeigten ein sehr unterschiedliches Verhalten. Bei TZM als Zusatzwerkstoff führte ein hoher Strom und hohe Drahtfördergeschwindigkeit zu wenigen Körnern. Bei Vanadium als Zusatzwerkstoff hingegen führte ein hoher Strom und hohe Drahtfördergeschwindigkeit zu vielen Körnern. Dies könnte von der Beeinflussung durch die unterschiedlichen Verdampfungspunkte und Wärmekapazitäten der Zusatzwerkstoffe kommen. Der hohe Dampfdruck von Vanadium im Vergleich zu schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM beeinflusst den gleichmäßigen Tropfenübergang stark. Dies dürfte mit der Neigung zu Schweißspritzern und der dadurch verlorenen Energie, bei den Versuchen mit Vanadium zusammenhängen. Die Kornanzahl fiel auf die kleinsten Werte bei den Versuchen mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM bei hohem Strom. Der hohe Strom erhöhte die Streckenenergie was mit einem gesteigerten Kornwachstum einherging.

#### 5.5 Kornanzahl in der Schmelzzone

Die Auswertung der Haupteffektediagramme der zeigte, dass den größten Effekt bei den Versuchen mit Vanadium der Strahldurchmesser hatte und bei den Versuchen mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM die Drahtfördergeschwindigkeit hatte. Dies könnte den unterschiedlichen Verdampfungspunkten Zusatzwerkstoffe und damit der auch deren unterschiedlichen Niederschlag geschuldet sein. Bei den Vanadium-Versuchen wurde bei größtem Strahldurchmesser und kleinstem Strom die größte Kornanzahl gemessen, bei den Versuchen mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM wurde die größte Kornanzahl gemessen bei hoher Drahtfördergeschwindigkeit und hohem Strom. Der Strahlstrom und der Strahldurchmesser zeigte bei beiden Zusatzwerkstoffen einen ähnlichen Effekt im Haupteffektediagramm. Jedoch war der Effekt des Strahldurchmessers bei den Versuchen mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM sehr klein im Vergleich zu den Versuchen mit Vanadium.

# 6 Zusammenfassung und Ausblick

Das Hauptziel der Arbeit war es, die Elektronenstrahl-Schweißeignung von TZM Blechen mit Vanadium oder schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM zu untersuchen und gegebenenfalls ein Prozessfenster zu finden. Die die resultierenden Charakterisierung erfolgte durch Härtewerte, Schweißnahtfehler, Kornanzahl in WEZ und Schmelzzone, Nahtform und Breite der WEZ. Die Untersuchungen wurden mit Stereomikroskopie, Härteprüfung, PT-Rasterelektronenmikroskopie mit energiedispersiver Prüfung und Röntgenspektroskopie (EDX) durchgeführt. Die Ergebnisse aus oben genannten Versuchen und Auswertungen sind im Folgenden aufgezählt.

#### 6.1 Schweißparameter

- Es war möglich, fehlerfreie Schweißungen mit den Schweißzusätzen Vanadium und schmelzmetallurgisch hergestelltes TZM erfolgreich herzustellen.
- Bei allen metallurgischen Untersuchungen zeigte sich ein homogenes Gefüge der WEZ.
- Bei hohen Abschmelzleistungen kam es zur Tropfenbildung und Schweißspritzern.
- Es wurde jeweils ein funktionierendes Prozessfenster pro Schweißzusatz bei der Auswertung mittels statistischer Versuchsplanung gefunden und auf Wechselwirkungen unter den Zielvariablen untersucht. Bei den Versuchen mit Vanadium lag der beste Versuch bei I<sub>A</sub>=17,7mA / V<sub>D</sub>=0,58 m/min / D=1,2mm, der beste Versuch mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM war bei I<sub>A</sub>=19,7mA / V<sub>D</sub>=0,58 m/min / D=1,0mm.
- Es wurden bei fast allen Versuchen transkristalline Risse in den geschweißten Platten gefunden, die nach dem Schweißen nur zwei Minuten in der ungeöffneten Vakuumkammer verblieben.
- Es konnte eine erfolgreiche Temperaturmessung während des Schweißens in der Elektronenstrahlanlage durchgeführt werden.

 Durch die erfolgreiche Anwendung der Rosenthal-Gleichung im Softwarepaket QuickSim 2 und dem Vergleich der Ergebnisse aus der Temperatursimulation mit den gemessenen Werten der Temperatur konnten Temperaturabschätzungen der Spitzentemperatur vorgenommen werden.

# 6.2 Schweißzusatz Vanadium

- Es wurde ein Prozessfenster bei (bei I<sub>A</sub>=17,7mA / V<sub>D</sub>=0,58 m/min / D=1,2mm) mit der Auswertung mittels statistischer Versuchsplanung gefunden und auf Wechselwirkungen unter den Zielvariablen untersucht.
- Besonders bei Vanadium und bei hohen Abschmelzleistungen kam es zur Tropfenbildung und Schweißspritzern.
- Der hohe Dampfdruck von Vanadium und der verwendete Draht mit 1,2 mm führten zu Prozessinstabilitäten beim Schweißen.
- Bei allen Versuchen, bei denen die Kammer erst nach fünf Minuten geöffnet wurde, kam es zu keinen Rissen mehr.
- Die erreichten Härtewerte mit Vanadium als Schweißzusatz lagen nochmals höher, als die mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM-Schweißzusatz und erreichten annähernd Grundmaterialfestigkeit.

### 6.3 Schweißzusatz schmelzmetallurgisch hergestelltes TZM

- Es wurde ein Prozessfenster bei (<sub>A</sub>=19,7mA / V<sub>D</sub>=0,58 m/min / D=1,0 mm) der Auswertung mittels statistischer Versuchsplanung gefunden und auf Wechselwirkungen unter den Zielvariablen untersucht.
- Die erreichten Härtewerte mit schmelzmetallurgisch hergestelltem TZM-Schweißzusatz lagen höher, als die aus der Literatur bekannten Werte für TZM Schweißungen ohne Schweißzusatz.

 Bei allen Versuchen, bei denen die Kammer erst nach fünf Minuten geöffnet wurde, kam es, mit Ausnahme des Versuches 28 zu keinen Rissen mehr.

#### 6.4 Ausblick

Hinsichtlich des Elektronenstrahl-Schweißprozesses mit Schweißzusatz von TZM-Platten sollte das Schweißprozessfenster weiter verdichtet werden. Erforscht werden sollte auch der Tropfenübergang mit einem dünneren Draht oder einem anderen Zufuhrwinkel des Zusatzwerkstoffes. Bei der Analyse der Versuche mit Vanadium zeigte sich, dass das Ausdampfen von Elementen zu einem geringen Härteabfall führt. Vanadium als Schweißzusatz würde sich empfehlen, da es weniger Streckenenergie benötigt und somit zu weniger Kornwachstum führt. Ein anderer Weg könnte eine andere Einbringungsart des Zusatzwerkstoffes, wie durch eine Beschichtung oder durch eine Folieneinlage vor der Schweißung sein. Das kleine Parameterfenster für die Nahttype D beider Schweißzusätze sollte genauer mit weiteren Versuchen untersucht werden. Dadurch würden sich auch die DoE Ergebnisse deutlich besser analysieren lassen. Die Materialeigenschaften, die zu Härterissen bei einigen Versuchen geführt haben, sollten erforscht werden. Versuche mit einer zweilagigen Schweißung könnten der Problematik bei hohen Abschmelzleistungen entgegenwirken. Eine gesteuerte Wärmeführung nach dem Schweißen in der Kammer könnte Härterisse verhindern. Empfehlenswert wäre eine Untersuchung der Karbide in der Schweißnaht mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).

# Literaturverzeichnis

- [1] Plansee, Molybdän Werkstoffeigenschaften und Anwendungen Molybdenum Material Properties and Applications Molybdän Molybdenum. Plansee SE, 2016.
- [2] "molybdaen @ www.plansee.com," 2016. [Online]. Available: http://www.plansee.com/de/werkstoffe/molybdaen.html.
- [3] T. Takida, H. Kurishita, M. Mabuchi, T. Igarashi, Y. Doi, and T. Nagae,
   "Mechanical properties of fine-grained, sintered molybdenum alloys with
   dispersed particles developed by mechanical alloying," *Mater. Trans.*,
   vol. 45, no. 1, pp. 143–148, 2004.
- [4] J. Shields, Applications of Molybdenum Metal and its Alloys. München: International Molybdenum Association, 2013.
- [5] J. Wang, J. Wang, and Y. Li, "Progress of research on welding for molybdenum alloys," *High Temp. Mater. Process.*, vol. High Tempe, pp. 193–200, 2014.
- [6] W. & K. Schatt, *Pulvermetallurgie Technologien und Werkstoffe*. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- [7] "MatWeb." [Online]. Available: http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?MatGUID=b8c128d2be
   524236a5a4d5998a4082dd&ckck=1. [Accessed: 08-Feb-2017].
- [8] Prof. Dipl.-Ing. Hans-Jürgen Bargel, Werkstoffkunde. Heidelberg: Springer-Verlag Berlin, 2008.
- [9] Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, 3rd ed. Aachen: Springer Berlin Heidelberg New York, 2007.

- [10] T. Fahrenwaldt, Schuler, *Praxiswissen Schweißtechnik*, 5th ed. Berlin Heidelberg: Springer Vieweg, 2014.
- [11] D. D. v. Dobeneck, *Elektronenstrahlschweissen*, 1st ed. Pro-Beam AG & Co. KGaA, 2011.
- [12] B. Tabernig and N. Reheis, "Int . Journal of Refractory Metals and Hard Materials Joining of molybdenum and its application," *RMHM*, vol. 28, no.
  6, pp. 728–733, 2010.
- [13] Régis Blondeau, Metallurgy and Mechanics of Welding: Processes and Industrial Applications. London: ISTE Ltd and John Wiley & Sons Inc, 2008.
- [14] E. M. S. and G. S. Burkhanov, PHYSICAL MET ALLURGY OF REFRACTOR Y METALS AND ALLOYS. Moskau: CONSULTANTS BUREAU, 1970.
- [15] J. Ruge, Handbuch der Schweißtechnik. New York: Springer, 2012.
- [16] ISO, "ÖNORM EN ISO 15609-3 Anforderung und Qualifizierung von Schweißverfahren für metallische Werkstoffe- Schweißanweisung Teil 3: Elektronenstrahlschweißen.," *Wien*, 2004.
- [17] ISO, "ÖNORM EN 1011-7 Schweißen Empfehlungen zum Schweißen metallischer Werkstoffe Teil 7: Elektronenstrahlschweißen.," *Wien*, 2004.
- [18] C. Wiednig, *Electron Beam Welding Alloy 625, Diploma Thesis*. Graz University of Technology, 2013.
- [19] K. Hanno, *Grundlagen der Strahlungsphysik und des Strahlenschutzes*,4th ed. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2011.
- [20] D. C. Oliveira, *Electron Beam Welding of TZM plates*. Lissabon: Diogo Caldas Oliveira, 2015.

- [21] K. R. Schulze, "Durch dick und dünn Elektronen strahlschweißen -Verfahren und Technologien," *Schweiss. und Schneid.*, vol. 63, pp. 320– 325, 2011.
- [22] H. Schultz, "Electron beam welding," ed. Elsevier, 1994.
- [23] J. Zhao, B. Zhang, X. Li, and R. Li, "Journal of Materials Processing Technology Effects of metal-vapor jet force on the physical behavior of melting wire transfer in electron beam additive manufacturing," *J. Mater. Process. Tech.*, vol. 220, pp. 243–250, 2015.
- [24] D. van B. Karl Siebertz and H. Thomas, *Statistische Versuchsplanung*.New York: Springer-Verlag Berlin, 2010.
- Ing. Norbert Novotny, "Schweißen mit der Energie der Elektronen," xtechnik. [Online]. Available: http://www.schweisstechnik.at/detail/schweisen-mit-der-energie-derelektronen\_76195. [Accessed: 18-Jan-2017].
- [26] P. Günter, *Metallographisches, keramographisches, plastographiches Ätzen*. Berlin: Gebrüder Borntraeger, 2006.
- [27] Dynamic Systems Inc., *QuikSim2 User`s Guide*. Dynamic Systems Inc., 2013.
- [28] Alois Jan Sykora, "Finite Element Analysis of Heat Distribution and Cooling in Welding," Charles Darwin University, 2015.
- [29] A. Lorenz, "Elektonenmikroskopie," 2010. [Online]. Available: http://www.elektronenmikroskopie.de/emtec/index.htm?emt1.htm. [Accessed: 21-Feb-2017].