



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 13 998 T2 2004.12.09**

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 934 798 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 13 998.8**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 102 225.2**

(96) Europäischer Anmeldetag: **04.02.1999**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **11.08.1999**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **07.01.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **09.12.2004**

(51) Int Cl.7: **B23K 35/00**  
**B23K 20/233**

(30) Unionspriorität:

**2479598            05.02.1998    JP**

**29434098        16.10.1998    JP**

(73) Patentinhaber:

**NGK Insulators, Ltd., Nagoya, Aichi, JP**

(74) Vertreter:

**Tiedtke, Bühling, Kinne & Partner GbR, 80336  
München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**DE, FR, IT**

(72) Erfinder:

**Iwadachi, Takaharu, Handa-city, Aichi Pref., JP**

(54) Bezeichnung: **Durch heissisostatisches Pressen verbundener Körper und dessen Herstellungsverfahren**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung**

## Gebiet der Erfindung

**[0001]** Die Erfindung betrifft einen aus einem Berylliumbauteil und einem Kupferbauteil bestehenden heißisostatisch gepressten Körper sowie ein Verfahren zu dessen Herstellung.

## Stand der Technik

**[0002]** In letzter Zeit wird auf verschiedenen Anwendungsgebieten, etwa bei Neutronenreflektoren von Materialprüfreaktoren, Neutronenbeschleunigern und dergleichen, aufgrund seines hohen Neutronenreflektionsgrads Beryllium als bedeutendes Material angesehen. Beryllium selbst hat zwar eine verhältnismäßig gute Wärmeleitfähigkeit, doch wenn ein Berylliumbauteil unter starker thermischer Beanspruchung eingesetzt werden soll, wird das Berylliumbauteil häufig mit einem Kupferlegierungsbauteil verbunden, damit sich eine noch höhere Wärmeleitfähigkeit ergibt. Als Verfahren zum Verbinden eines Berylliumbauteils und eines Kupferlegierungsbauteils wird heißisostatisches Pressen (HIP) als äußerst vielversprechender Kandidat angesehen.

**[0003]** Falls das Berylliumbauteil und das Kupferlegierungsbauteil durch heißisostatisches Pressen verbunden werden sollen, wurde es bislang als notwendig erachtet, den HIP-Prozess bei einer hohen Temperatur von nicht weniger als 700°C durchzuführen. Dies liegt daran, dass auf der Berylliumoberfläche normalerweise ein Berylliumoxidfilm vorhanden ist und sich nicht ausreichend die gewünschte Verbindung durch Interdiffusion von Beryllium und Kupferlegierung einstellt, solange das Beryllium- und das Kupferlegierungsbauteil nicht auf eine Temperatur von mindestens 700°C erhitzt werden. Bei einem solchen Verbindungsverfahren kann es jedoch auch dazu kommen, dass sich das Kupfer- und das Berylliumbauteil während dessen aufgrund von Wärmeschwankungen an ihren Grenzflächen voneinander trennen. Eine solche Trennung ist oft durch das Vorhandensein spröder intermetallischer Verbindungen wie  $\text{Be}_2\text{Cu}$ ,  $\text{BeCu}$  bedingt, welche die Tendenz haben, sich bei hoher Temperatur an der Grenzfläche zwischen dem Beryllium- und dem Kupferbauteil zu bilden. Abgesehen davon ist das heißisostatische Pressen bei hoher Temperatur in punkto Kosten- und Energieverbrauch nicht besonders günstig.

**[0004]** Angesichts dessen wäre es denkbar, das Oxid auf der Berylliumoberfläche in einer Vakuumatmosphäre zu entfernen, um anschließend auf der gereinigten Berylliumoberfläche durch Ionenplattieren oder dergleichen einen Film aus reinem Kupfer aufzubringen. In diesem Fall wäre es selbst bei einer geringen HIP-Temperatur von 400 bis 550°C möglich, eine starke Verbindung der Beryllium- und Kupferlegierungsbauteile zu erzielen, da an der Grenzfläche zwischen den Bauteilen aus reinem Kupfer und Beryllium keine Oxide vorhanden sind und sich an der Grenzfläche zwischen den beiden Bauteilen keine intermetallischen Verbindungen bilden. Allerdings besteht bei einem Einsatz des Verbundkörpers bei einer Temperatur von nicht weniger als 400°C auch dann, wenn das Beryllium- und das Kupferlegierungsbauteil auf die oben genannte Weise miteinander verbunden werden, die Tendenz, dass sich an der Grenzfläche, an der sich während des Verbindungsvorgangs keine intermetallischen Verbindungen gebildet haben, dennoch spröde intermetallische Verbindungen aus Beryllium und Kupfer bilden, weswegen der Verbundkörper an der Grenzfläche brechen kann.

**[0005]** Um diesen Problemen zu begegnen, könnte das Berylliumbauteil mit einer Weichmetallschicht, etwa einer Aluminiumschicht, versehen werden, die keine intermetallischen Verbindung mit Beryllium eingeht, so dass die Weichmetallschicht mit dem Kupferlegierungsbauteil eine Verbindung eingeht. Wenn mit dem Kupferlegierungsbauteil eine Aluminiumschicht verbunden wird, kann es jedoch andererseits aufgrund von spröden Verbindungen aus Aluminium und Kupfer, die sich an der Grenzfläche zwischen dem Kupferlegierungsbauteil und der Aluminiumschicht bilden, zu einer unzureichenden Verbindung kommen. Daher ist es in diesem Fall wichtig, an die Grenzfläche zwischen die Aluminiumschicht und das Kupferlegierungsbauteil eine die Aluminium/Beryllium-Diffusion verhindernde Schicht aus etwa Titan einzubringen. Mit anderen Worten müsste für das Berylliumbauteil eine Aluminiumzwischen-schicht und für das Kupferlegierungsbauteil eine Titanzwischen-schicht vorgesehen werden. Doch auch dann, wenn für das Berylliumbauteil und das Kupferlegierungsbauteil jeweils Zwischenschichten aus etwa Aluminium und Titan vorgesehen werden, lässt sich dennoch kaum ein fester Verbindungszustand erzielen, da Aluminium und Titan aktive Metalle sind und ihre Oberflächen demnach leicht oxidieren.

**[0006]** Falls ferner auf herkömmliche Weise eine Metallfolie als Zwischenschicht Verwendung finden soll, ist es aufgrund von Oxidfilmen auf ihren Oberflächen nur schwer möglich oder praktisch unmöglich, einen festen Verbindungszustand zu erzielen. Auch wenn die Metallfolie auf ein relativ komplexes Strukturbauteil aufgebracht wird, tendiert die Metallfolie selbst dann, wenn sie mit einer Titanfolie oder einer Kupferfolie kombiniert

wird, dazu, sich bezogen auf das Berylliumbauteil oder das Kupferlegierungsbauteil zu verschieben, oder können Falten auftreten, so dass es nach wie vor schwer ist, eine zuverlässige Verbindung zu erzielen.

**[0007]** Im „Journal of Nuclear Materials (Conf. Proc. ICFRM-8, Sendai JP, October 26–31, 1997)“, Bd. 258–263, Teil A, 1998, S. 258–264 von T. Kuroda et al. ist eine Verbindungstechnologie für eine Be/Cu-Legierung und für Be/SS offenbart, bei der mal mit und mal ohne verschiedene Zwischenschichten eine HIP-Technik Verwendung findet. Zur Grundcharakterisierung der Verbindungsstellen wurden eine metallurgische Untersuchung und Scherversuche durchgeführt. Dabei stellte sich heraus, dass die höchste Verbindungsfestigkeit mit einer Ti-Zwischenschicht und einer HIP-Temperatur von 800°C oder etwas mehr erzielt wurde. Aufgrund des geringen Diffusionsvermögens von Be durch Ti werden Titan und Chrom als Diffusionsbarrierschicht dargestellt.

#### Kurzdarstellung der Erfindung

**[0008]** Die Erfindung dient zur Lösung der oben genannten Probleme. Ihr liegt daher die Aufgabe zugrunde, einen neuartigen, aus einem Berylliumbauteil und einem Kupferlegierungsbauteil bestehenden heißisostatisch gepressten Körper sowie ein Verfahren zu dessen Herstellung zur Verfügung zu stellen, wobei das Berylliumbauteil und das Kupferlegierungsbauteil miteinander durch heißisostatisches Pressen bei einer verhältnismäßig geringen Temperatur verbunden werden sollen, so dass spröde Verbindungen daran gehindert werden, sich während des Verpressens oder durch eine Wärmeschwankung während des Einsatzes zu bilden, um dadurch einen festen Verbindungszustand des Verbundkörpers zu bewahren.

**[0009]** Durch intensive Forschung und Untersuchungen gelangten die Erfindung bei der Suche nach einer Lösung für die oben genannten Probleme zu den folgenden Erkenntnissen.

(1) Bislang wurde es zwar mit Blick auf den Spannungsabbau an der Grenzfläche zwischen dem Berylliumbauteil und dem Kupferlegierungsbauteil als notwendig angesehen, dass eine Diffusionsverhinderungsschicht ein weiches Metall wie Aluminium umfassen muss. Doch kann auch ein hartes Metall wie Chrom oder Molybdän die Funktion als Diffusionsverhinderungsschicht ausreichend erfüllen, wenn es eine geringe Dicke hat.

(2) Ungeachtet dessen lässt sich nur schwer eine ausreichende Verbindungsfestigkeit erzielen, wenn auf den Berylliumoberflächen vor dem Aufbringen eines harten, dünnen Films aus Chrom ein Oxidfilm vorkommt, weshalb der Oxidfilm zuvor von der Berylliumoberfläche entfernt werden muss.

(3) Auf diese Weise lässt sich ein heißisostatisch gepresster Beryllium/Kupferlegierungskörper mit ausreichender Verbindungsfestigkeit und Beständigkeit gegenüber thermischen Schwankungen erzielen. Diese Eigenschaften des Verbundkörpers lassen sich in Anbetracht von Anwendungen, bei denen der Verbundkörper wiederholt einer übermäßigen thermischen Belastung ausgesetzt wird, weiter verbessern, indem als Spannungsabbauschicht eine verhältnismäßig dicke Aluminiumschicht vorgesehen wird, die eine ausreichende Beständigkeit gegenüber thermischer Belastung hat.

**[0010]** Aufbauend auf den oben genannten Erkenntnissen besteht eine Ausgestaltung der Erfindung in einem heißisostatisch gepressten Körper, wie er in Anspruch 3 definiert ist.

**[0011]** Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung besteht in einem Verfahren zur Herstellung eines heißisostatisch gepressten Körpers, wie es in Anspruch 1 definiert ist.

**[0012]** Die Diffusionsverhinderungsschicht umfasst vorteilhafterweise eine ungefähr 0,5 bis 50 µm dicke Titanschicht, eine ungefähr 0,1 bis 5 µm dicke Chromschicht, eine ungefähr 0,5 bis 20 µm dicke Molybdänschicht oder eine ungefähr 0,5 bis 10 µm dicke Siliziumschicht.

**[0013]** Das erfindungsgemäße Verfahren umfasst außerdem den Schritt Ausbilden einer Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel als Verbindungsförderungsschicht auf der Diffusionsverhinderungsschicht. Die Verbindungsförderungsschicht hat eine Dicke von ungefähr 5 bis 500 µm.

**[0014]** Das erfindungsgemäße Verfahren umfasst außerdem den Schritt Ausbilden einer Aluminiumschicht als Spannungsabbauschicht auf der Oberfläche des Berylliumbauteils, wobei die Diffusionsverhinderungsschicht auf der Spannungsabbauschicht ausgebildet wird. Die Spannungsabbauschicht hat eine Dicke von 0,2 mm bis 2,5 mm.

**[0015]** Bei der Erfindung ist es besonders vorzuziehen, wenn das heißisostatische Pressen bei einer Temperatur von ungefähr 400 bis 650°C und einem Druck von ungefähr 20 bis 300 MPa erfolgt.

**[0016]** Die Erfindung wird nun ausführlicher erläutert.

**[0017]** Bei der Erfindung wird auf der Oberfläche eines Berylliumbauteils durch physikalische Dampfabcheidung (PVD) oder durch ein thermisches Spritzverfahren ein harter Metallfilm aus Ti, Cr, Mo oder Si ausgebildet, nachdem die Aktivität der Berylliumoberfläche erhöht wurde, um die Verbindungsfestigkeit zwischen der Oberfläche des Berylliumbauteils und dem harten Metallfilm zu verbessern. Wenn zum Ausbilden des harten Metallfilms ein PVD-Verfahren verwendet werden soll, kann die Aktivität der Berylliumoberfläche erhöht werden, indem von der Berylliumoberfläche unter einer Vakuumatmosphäre Oxidfilme entfernt werden. Das bevorzugte Mittel zum Entfernen der Oxidfilme ist Argonspütern, Ionenbeschuss oder dergleichen. Wenn anstelle dessen zum Ausbilden des Hartmetallfilms ein thermisches Spritzverfahren verwendet werden soll, kann die Aktivität der Berylliumoberfläche durch eine herkömmliche Strahlbehandlung oder durch Säurereinigung/Entfettung mittels Flusssäure, Schwefelsäure, Salpetersäure, Phosphorsäure, Chromsäure oder dergleichen erhöht werden.

**[0018]** Auf der aktivierten Oberfläche des Berylliums wird als eine die Beryllium/Kupfer-Diffusion verhandelnde Schicht eine Titanschicht, Chromschicht, Molybdänschicht oder Siliziumschicht ausgebildet. Die Dicke der die Beryllium/Kupfer-Diffusion verhandelnden Schicht beträgt vorzugsweise ungefähr 0,5 bis 50 µm für die Titanschicht, ungefähr 0,1 bis 5 µm für die Chromschicht, ungefähr 0,5 bis 20 µm für die Molybdänschicht und ungefähr 0,5 bis 10 µm für die Siliziumschicht. Wenn die Filmdicke dieser Schichten unter der jeweiligen Untergrenze liegt, ergibt sich nämlich nicht die gewünschte Verhandelndungswirkung, während eine Filmdicke über der jeweiligen Obergrenze zu der Tendenz führt, dass die Verbindungsgrenzfläche versprödet und leicht bricht.

**[0019]** Zum Ausbilden der Diffusionsverhandelndungsschicht wird beim PVD-Verfahren vorteilhafterweise ein Vakuumabdampfvorgang, ein Sputtervorgang, ein Ionenplattiervorgang oder dergleichen eingesetzt. Der Vakuumgrad beträgt während des PVD-Vorgangs vorzugsweise nicht mehr als  $1,3 \times 10^{-2}$  Pa ( $1 \times 10^{-4}$  Torr) da die Metallbauteile ansonsten während des PVD-Vorgangs leicht oxidieren, wodurch sich nur schwer zufriedenstellende Filme erzielen lassen. Abgesehen davon ist es unter dem Gesichtspunkt, dass sich die Adhäsion der Filme durch das Entfernen von Verunreinigungen oder absorbiertem Gas auf der Verbindungsoberfläche des Materials verbessert und Wärmespannungen abgebaut werden können, besonders vorzuziehen, wenn die Temperatur des Substrats möglichst auf 200 bis 400°C erhöht wird.

**[0020]** Wenn die Diffusionsverhandelndungsschicht anstelle dessen durch Flammsspritzen ausgebildet werden soll, finden vorzugsweise ein Vakuumplasmastritzvorgang (VPS), ein Niederdruckplasmastritzvorgang (LPPS) oder ein Flammsspritzvorgang mit Al-Draht unter Außenluft- oder Inertgasumgebung Anwendung. Beim Einsatz von VPS oder LPPS zum Flammsspritzen kann für die angesprochene Aktivierung der Berylliumoberfläche ein CTA-Reinigungsvorgang (CTA: cathode transfer arc) zum Einsatz kommen, bei dem entlang der Plasmadüse und dem mit dem Film auszubildenden Material eine Spannung angelegt wird, so dass sich auf der Oberfläche des Materials mikroskopische Kathodenlichtbogenpunkte bilden, wodurch die Oxidfilme auf der Materialoberfläche entfernt werden.

**[0021]** Falls notwendig, wird anschließend auf der Diffusionsverhandelndungsschicht durch PVD oder Flammsspritzen eine Verbindungsförderungsschicht ausgebildet, die eine Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel umfasst. Wenn unmittelbar nach dem Ausbilden einer Be/Cu-Diffusionsverhandelndungsschicht wie etwa einer Titan-, Chrom-, Molybdän- oder Siliziumschicht auf dem Berylliumbauteil das Berylliumbauteil mit einem Kupferlegierungsbauteil verbunden würde, ohne die Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel auszubilden, würde sich, sobald das Berylliumbauteil aus der Vakuumkammer in eine Außenluftumgebung genommen wird, ein Oxidfilm aus Titan, Chrom, Molybdän oder Silizium bilden, so dass sich nur schwer ein zufriedenstellender Verbindungszustand zwischen der Diffusionsverhandelndungsschicht und dem Kupferlegierungsbauteil erreichen ließe. Wenn das Berylliumbauteil dagegen mit dem Kupferlegierungsbauteil mit der Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel auf der Be/Cu-Diffusionsverhandelndungsschicht des Berylliumbauteils verbunden wird, wird auch dann, wenn sich auf der Be/Cu-Diffusionsverhandelndungsschicht entsprechende Oxide bilden, bei einer verhältnismäßig geringen Temperatur von 400°C bis 650°C ein fest verbundener Körper erzielt, da reines Kupfer und reines Nickel eine ausreichende Affinität zu der Kupferlegierung haben, mit der sie verbunden werden sollen. Daher ist es äußerst empfehlenswert, wenn auf der Diffusionsverhandelndungsschicht eine solche Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel ausgebildet wird, insbesondere auch dann, wenn eine Oxidation der Oberfläche der Be/Cu-Diffusionsverhandelndungsschicht aus Titan, Chrom, Molybdän, Silizium oder dergleichen berücksichtigt werden muss.

**[0022]** Wenn während des Einsatzes eines heißisostatisch gepressten Körpers, der nicht mit der Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel auf der Diffusionsverhinderungsschicht versehen ist, die Temperatur erhöht wird, kann es auch aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten zu einer Ablösung an der Grenzfläche zwischen dem Kupferlegierungsbauteil und der harten Metallschicht aus etwa Titan, Chrom, Molybdän, Silizium oder dergleichen kommen. Indem zwischen dem Kupferlegierungsbauteil und der harten Metallschicht eine Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel eingefügt wird, lässt sich durch die Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel aufgrund des unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten wirksam die Spannung abbauen und aktiv verhindern, dass es an der Grenzfläche zu einem Ablösen zwischen dem Kupferlegierungsbauteil und der harten Metallschicht kommt.

**[0023]** Die Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel hat eine Dicke von ungefähr 5 bis 500 µm. Es stellte sich nämlich heraus, dass sich die gewünschte Wirkung nur schwer erreichen lässt, wenn die Dicke der Verbindungsförderungsschicht weniger als ungefähr 5 µm beträgt, während eine übermäßige Dicke von ungefähr 500 µm unter ökonomischen Gesichtspunkten nachteilig ist.

**[0024]** Das mit der Diffusionsverhinderungsschicht und mit der Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel versehene Berylliumbauteil wird mit dem Kupferlegierungsbauteil durch heißisostatisches Pressen verbunden, während die Seite dieser Zwischenschichten des Berylliumbauteils an das Kupferlegierungsbauteil grenzt. Der Vorgang des heißisostatischen Pressens kann bei einer verhältnismäßig geringen Temperatur von ungefähr 400 bis 650°C erfolgen, einer Temperatur, die weitaus geringer als die herkömmliche HIP-Temperatur ist, sowie unter einem Anpressdruck von ungefähr 20 bis 300 MPa. Als Kupferlegierung kommen bei der Umsetzung der Erfindung durch Aluminiumoxid dispersionsgehärtetes Kupfer (DSCU), eine Chrom/Zirkonium/Kupfer-Legierung und eine Beryllium/Kupfer-Legierung gemäß ASTM C17510 bzw. C17500 oder dergleichen in Frage.

**[0025]** Auf die oben beschriebene Weise lässt sich also erfindungsgemäß, ohne dass sich spröde Verbindungen bilden, stabil ein heißisostatisch gepresster Körper erzielen, der ein Berylliumbauteil und ein Kupferlegierungsbauteil umfasst und eine hohe Verbindungsfestigkeit hat.

**[0026]** Im Übrigen sollte erwähnt werden, dass die Wärmeausdehnungskoeffizienten des Berylliumbauteils und der harten Metallschicht aus etwa Titan, Chrom, Molybdän oder Silizium unterschiedlich sind. Wenn der heißisostatisch gepresste Körper daher bei hoher Temperatur eingesetzt werden soll, ist es wichtig, aktiv zu verhindern, dass es an der Grenzfläche zwischen dem Berylliumbauteil und der harten Metallschicht aufgrund des unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten zu einem Ablösen des Berylliumbauteils und des Kupferlegierungsbauteils kommt. Zu diesem Zweck wird zwischen dem Berylliumbauteil und der harten Metallschicht eine Aluminiumschicht als Spannungsabbauschicht ausgebildet. Aluminium ist ein verhältnismäßig weiches Metall und ist daher zum Abbau der durch den unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten bedingten Spannungen geeignet. Außerdem leistet Aluminium wirksam einen Beitrag als Diffusionsverhinderungsschicht zwischen Beryllium und Kupfer.

**[0027]** Auch die Aluminiumschicht kann vor dem Ausbilden der harten Metallschicht aus etwa Titan, Chrom, Molybdän oder Silizium auf der aktiven Oberfläche des Berylliumbauteils, die von Oxidfilmen befreit wurde, durch ein PVD-Verfahren oder Flammsspritzen ausgebildet werden, wobei die Dicke der Aluminiumschicht nicht weniger als 200 µm beträgt. Dies ist dann günstig, wenn auf den heißisostatisch gepressten Körper im Einsatz wiederholt eine übermäßige thermische Belastung wirkt. Andererseits ist aus ökonomischen Gesichtspunkten und deswegen, weil keine weitere Verbesserung im Hinblick auf den Spannungsabbau erzielt werden kann, in vielen Fällen eine Dicke von mehr als 2,5 mm unnötig. Daher beträgt die Obergrenze für die Dicke der Aluminiumschicht nicht mehr als 2,5 mm. Der bevorzugte Bereich für die Dicke der Aluminiumschicht liegt bei 0,5 bis 1,5 mm.

**[0028]** Wie oben erwähnt wurde, kann die Aluminiumschicht durch ein PVD-Verfahren ausgebildet werden. Allerdings kann es ökonomisch nachteilig sein, zum Ausbilden einer Aluminiumschicht mit einer Dicke von nicht weniger als 200 µm ein PVD-Verfahren anzuwenden, da nicht nur eine beträchtliche Zeitdauer erforderlich ist, um die Schichtbildung abzuschließen, sondern weil auch eine entsprechende Vorrichtung verwendet werden muss, die groß ist und einen komplizierten Aufbau hat. Abgesehen davon erlaubt der PVD-Vorgang in der Praxis in vielen Fällen nicht, eine Aluminiumschicht mit einer Dicke von nicht weniger als 500 µm auszubilden. Es ist daher vorzuziehen, wenn zum Ausbilden einer Aluminiumschicht mit einer Dicke von nicht weniger als 200 µm Flammsspritzen eingesetzt wird.

**[0029]** Wenn auf der Berylliumoberfläche durch Flammsspritzen, etwa durch einen VPS- oder LPPS-Vorgang, eine Aluminiumschicht ausgebildet wird, wird auf die Berylliumoberfläche als Ausgangsmaterial ein Aluminium-

pulver gesprüht, das durch ein Plasma aufgeschmolzen wurde. VPS oder LPPS können auch dazu eingesetzt werden, auf der Aluminiumschicht auf der Berylliumoberfläche eine dünne Schicht Titan, Chrom, Molybdän oder Silizium und/oder auf dieser dünnen Schicht eine Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel aufzubringen. In diesem Fall lassen sich die gewünschten Zwischenschichten nacheinander ausbilden, indem einfach das Ausgangsmaterialpulver gewechselt wird. Wenn die Zwischenschichten nacheinander durch einen VPS- oder LPPS-Prozess gebildet werden, mag es angemessen sein, die Oberfläche jeder einzelnen Schicht vor dem Ausbilden der nächsten Schicht durch einen CTA-Vorgang zu reinigen. Falls zum Ausbilden der Aluminiumschicht ein Flammgespritzvorgang mit Draht eingesetzt wird, muss ein VPS- oder LPPS-Vorgang zum Einsatz kommen, wenn die Diffusionsverhinderungsschicht in Form einer Titan-, Chrom-, Molybdän oder Siliziumschicht und/oder die Verbindungsförderungsschicht in Form der Schicht aus reinem Kupfer oder Nickel durch Flammgespritzen ausgebildet werden. In diesem Fall muss die Oberfläche der Aluminiumschicht auf die oben genannte Weise gereinigt werden, um von ihr Oxide und/oder Dämpfe zu entfernen.

**[0030]** Die Oberfläche der durch Flammgespritzen gebildeten Aluminiumschicht ist im Allgemeinen rau, weswegen es zu bevorzugen ist, wenn die Oberfläche der durch Flammgespritzen gebildeten Aluminiumschicht vor dem Reinigen und dem nachfolgenden Ausbilden der Diffusionsverhinderungsschicht aus Titan, Chrom, Molybdän oder Silizium oder der Verbindungsförderungsschicht in Form einer Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel durch einen mechanischen Vorgang wie Schleifen oder Polieren geglättet wird. Wenn die Oberfläche der Aluminiumschicht geglättet ist, lässt sich die Diffusionsverhinderungsschicht aus Titan, Chrom, Molybdän oder Silizium oder die Verbindungsförderungsschicht in Form der Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel nicht nur durch Flammgespritzen, sondern auch durch einen PVD-Vorgang passend ausbilden.

**[0031]** Es ist also möglich, einen heißisostatisch gepressten Körper mit besseren Spannungsabbauereigenschaften zu erzielen, indem auf der Oberfläche des Berylliumbauteils nacheinander eine Aluminiumschicht, eine Diffusionsverhinderungsschicht und eine Verbindungsförderungsschicht ausgebildet werden.

**[0032]** Die Erfindung wird im Folgenden näher anhand von Versuchsdaten erläutert.

#### Versuch 1

**[0033]** Es wurden Beryllium und verschiedene Kupferlegierungen verwendet, um Probekörper mit einer Größe von jeweils 50 mm × 50 mm × 10 mm anzufertigen. Unter den in Tabelle 1 angegebenen Bedingungen wurden auf der Berylliumoberfläche Zwischenschichten ausgebildet. Jeder Probekörper wurde dann in ein Gehäuse aus korrosionsbeständigem Stahl gesetzt und unter den in Tabelle 1 angegebenen Bedingungen durch heißisostatisches Pressen verbunden.

**[0034]** Dann wurden aus den auf diese Weise erzielten heißisostatisch gepressten Körpern durch elektrische Entladungsbearbeitung Scherversuchsstücke herausgeschnitten, die eine Größe von 4 mm × 4 mm im Querschnitt hatten und die Bereiche auf beiden Seiten der Verbindungsgrenzflächen enthielten, wobei die Scherflächen vor einer Messung der Vierpunkt-Biegefestigkeit poliert wurden. Außerdem wurden die erfindungsgemäßen heißisostatisch gepressten Körper in einem Versuch wiederholt thermischen Schwankungen zwischen einer hohen Temperatur von 380°C und einer tiefen Temperatur von -196°C (Temperatur von flüssigem Stickstoff) ausgesetzt, um ihre Beständigkeit gegenüber Wärmeschwankungen beurteilen zu können. Die Ergebnisse der oben genannten Versuche sind in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1

Nr.	Zwischenschichten und Herstellungsverfahren dafür	Heißisostatisches Pressen		Scherfestigkeit (MPa)	Thermische Schwankungen bis Delamination (Male)
		Temp. x Std. (°C x h)	Druck (MPa)		
1*	Be / Al (100 µm Abdampfung) - Ti (50 µm Abdampfung) - Cu (200 µm Abdampfung) / DSCu	580 x 4	140	105	850
2*	Be / Al (20 µm Abdampfung) - Ti (20 µm Abdampfung) - Cu (100 µm Abdampfung) / DSCu	580 x 4	140	100	720
3	Be / Al (800 µm Niederdruckplasmastritzen) - Ti (20 µm Niederdruckplasmastritzen) - Cu (20 µm Niederdruckplasmastritzen) / DSCu	580 x 4	140	108	3000 (nicht delaminiert)
4	Be / Al (600 µm Flammstritzen mit Draht) - Ti (20 µm Abdampfung) - Cu (20 µm Abdampfung) / DSCu	600 x 4	150	110	2850
5*	Be / Al (1200 µm Flammstritzen mit Draht) - Ti (10 µm Abdampfung) / DSCu	600 x 4	160	125	3000 (nicht delaminiert)
6	Be / Al (1300 µm Niederdruckplasmastritzen) - Ti (10 µm Niederdruckplasmastritzen) - Cu (50 µm Niederdruckplasmastritzen) / DSCu	550 x 4	140	98	3000 (nicht delaminiert)
7	Be / Al (1000 µm Flammstritzen mit Draht) - Ti (10 µm Abdampfung) - Ni (50 µm Abdampfung) / DSCu	580 x 4	140	103	2700
8	Be / Al (1000 µm Niederdruckplasmastritzen) - Cr (2 µm Abdampfung) - Ni (50 µm Abdampfung) / CuCrZr	550 x 4	140	112	2660
9	Be / Al (800 µm Niederdruckplasmastritzen) - Mo (10 µm Niederdruckplasmastritzen) - Cu (50 µm Niederdruckplasmastritzen) / CuCrZr	580 x 4	150	102	2780
10	Be / Al (800 µm Flammstritzen mit Draht) - Si (5 µm Abdampfung) - Cu (50 µm Abdampfung) / CuCrZr	550 x 4	150	103	2660
11	Be / Al (800 µm Plasmastritzen) - Ti (15 µm Niederdruckplasmastritzen) - Ni (20 µm Niederdruckplasmastritzen) / CuCrZr	610 x 4	140	115	3000 (nicht delaminiert)

\* außerhalb des Schutzbereichs

[0035] Wie sich aus der obigen Tabelle 1 ergibt, haben die heißisostatisch gepressten Körper, die mit einer dicken Aluminiumschicht als Spannungsabbauschicht ausgebildet wurden, hervorragende Verbindungseigenschaften und eine hervorragende Beständigkeit gegenüber Wärmeschwankungen, so dass es selbst nach ei-

nem 3000-maligen Auftreten dieser Wärmeschwankungen nicht zum Ablösen kam. Es sei angemerkt, dass der Prüfkörper Nr. 5 ohne die Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel ungefähr die gleiche hervorragende Verbindungsfestigkeit und Beständigkeit gegenüber Wärmeschwankungen zeigte wie die Prüfkörper, die mit einer Verbindungsförderungsschicht ausgebildet waren.

**[0036]** Wie aus der vorstehenden Beschreibung hervorgeht, ermöglicht es die Erfindung, stabil einen heißsostatisch gepressten Körper aus einem Berylliumbauteil und einem Kupferlegierungsbauteil zu erzielen, der, ohne dass sich während des heißsostatischen Pressens oder während des Einsatzes des Verbundkörpers an der Verbindungsgrenzfläche spröde Verbindungen bilden, eine hohe Verbindungsfestigkeit und eine zufriedenstellende Beständigkeit gegenüber Wärmeschwankungen hat. Das heißsostatische Pressen kann bei der Erfindung in einem deutlich niedrigeren Temperaturbereich von ungefähr 400°C bis ungefähr 650°C durchgeführt werden als beim Stand der Technik, was unter dem Gesichtspunkt der Energieeinsparung und Kostenreduzierung äußerst vorteilhaft ist.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines aus einem Berylliumbauteil und einem Kupferlegierungsbauteil bestehenden heißsostatisch gepressten Körpers, mit den Schritten:

Ausbilden einer 0,2 mm bis 2,5 mm dicken Aluminiumschicht als Spannungsabbauschicht auf der Oberfläche des Berylliumbauteils,

Ausbilden einer dünnen Schicht aus Titan, Chrom, Molybdän oder Silizium als Diffusionsverhinderungsschicht auf der Spannungsabbauschicht,

Ausbilden einer ungefähr 5 bis 500 µm dicken Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel als Verbindungsförderungsschicht auf der Diffusionsverhinderungsschicht,

Verbinden des Berylliumbauteils mit dem Kupferlegierungsbauteil durch heißsostatisches Pressen, wobei sich die Spannungsabbauschicht, die Diffusionsverhinderungsschicht und die Verbindungsförderungsschicht zwischen beiden Bauteilen befinden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem das heißsostatische Pressen bei einer Temperatur von ungefähr 400 bis 650°C und einem Druck von ungefähr 20 bis 300 MPa erfolgt.

3. Heißsostatisch gepresster Körper mit einem Berylliumbauteil und einem Kupferlegierungsbauteil, wobei das Berylliumbauteil auf seiner einen Seite

als Spannungsabbauschicht eine 0,2 mm bis 2,5 mm dicke Aluminiumschicht auf der Oberfläche des Berylliumbauteils,

als Diffusionsverhinderungsschicht eine dünne Schicht aus Titan, Chrom, Molybdän oder Silizium und als Verbindungsförderungsschicht eine ungefähr 5 bis 500 µm dicke Schicht aus reinem Kupfer oder reinem Nickel auf der Diffusionsverhinderungsschicht umfasst,

wobei das Berylliumbauteil mit dem Kupferlegierungsbauteil verbunden ist und sich die Spannungsabbauschicht, die Diffusionsverhinderungsschicht und die Verbindungsförderungsschicht zwischen diesen Bauteilen befinden.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen