

Kurzbericht
Keramik - Metall - Verbindungen

B. Berberich

IPP /4 /15

September 1964

INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK

GARCHING BEI MÜNCHEN

INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK

GARCHING BEI MÜNCHEN

Kurzbericht
Keramik - Metall - Verbindungen

B. Berberich

IPP /4 /15

September 1964

Die vielen Vorteile in der Plasma-physikalischen Verfahrenstechnik sind durch die Entwicklung von (hochtemperatur) Keramik

Einige Vorteile, die eine gewisse Verbindung zu erhalten bietet das Schmelzverfahren (Sinterverfahren). Bei diesem Verfahren wird aus der Keramik eine Metallschicht aufgebracht; diese Metallschicht wird unter Umständen nach galvanischer Zerkleinerung mit dem Metall durch die Metallschicht, die auf die Keramik gebracht wird, hat dabei die Aufgabe, sich mit der Keramik fest zu verbinden und haltbar zu sein bzw. dauerhaft zu sein.

Es war mir eine Aufgabe gestellt worden, ein Verfahren zur Herstellung einer Metall-Keramik-Verbindung zu entwickeln. Zu dieser Zweck wurde eine Reihe von Legierungen auf ihre Eignung als Metall-Keramik-Verbindung untersucht. Metallpulver wurde in feinsten Pulver zerlegt und diese Mischung mit einer Bindemittelverbindung auf der Basis von Acrylnitril-Amyl-ester auf die Keramik aufgetragen oder aufgespritzt und im Vakuum oder in einer Schutzgasatmosphäre eingebrannt bzw. ausgehärtet.

Bei diesen Untersuchungen ergaben sich die folgenden drei Metalllegierungen als besonders günstig:

Nr. 127 Ni/Ti/Fe 40/30/30

Nr. 128 Ni/Ti/Al 30/30/45/5

Nr. 129 Ni/Ni/Ti/Al/Fe 30/20/30/10/10

Die nachstehende Arbeit wurde im Rahmen des Vertrages zwischen dem Institut für Plasmaphysik GmbH und der Europäischen Atomgemeinschaft über die Zusammenarbeit auf dem Gebiete der Plasmaphysik durchgeführt.

Ein Bericht über die Ergebnisse der Arbeit ist im Anhang beigefügt.

Für viele Zwecke in der Plasmaphysik werden unlösbare Verbindungen zwischen Metallen und (Aluminiumoxyd)-Keramik benötigt. Diese Verbindungen müssen ultrahochvakuumdicht sein und mehrmaliges Ausheizen auf 450° C ohne Schaden ertragen.

Eine Möglichkeit, eine solche Verbindung zu erhalten bietet das Metallisierungsverfahren mit Hartlötung. Bei diesem Verfahren wird auf die Keramik eine Metallschicht aufgebracht; diese Metallschicht wird dann - unter Umständen nach galvanischer Verstärkung - mit dem Metall hart verlötet. Die Metallschicht, die auf die Keramik gebracht wird, hat dabei die Aufgabe, sich mit der Keramik fest zu verbinden und hartlötfähig bzw. galvanisch verstärkbar zu sein.

Es war mir nun die Aufgabe gestellt worden, ein Verfahren zur Herstellung einer Metall-Keramikverbindung zu entwickeln. Zu diesem Zweck wurde 1962 eine Reihe von Legierungen auf ihre Eignung als Metallisierungspartner untersucht. Metallpulver wurde im gewünschten Verhältnis gemischt und diese Mischung mit einem Nitrolackbinder auf der Basis von Essigsäure-Amylester auf die Keramik gestrichen oder aufgespritzt und im Vakuum oder in einer Schutzgasatmosphäre eingebrannt bzw. aufgesintert.

Bei diesen Untersuchungen erwiesen sich die folgenden frei Metallegierungen als besonders günstig:

Nr. 118 Ni/Ti/W 40/30/30
Nr. 128 Mo/Ni/Ti/W 30/20/45/5
Nr. 129 Mo/Ni/Ti/W/Fe 30/20/30/10/10

Bei diesen drei Verbindungen war die mechanische Haftfestigkeit jeweils höher als die Festigkeit der Keramik, so daß ein Bruch bei mechanischer Belastung vorwiegend in der Kera-

mik auftrat. Es konnte daher durch weitere mechanische Prüfungen nicht festgestellt werden, welcher der drei Legierungen der Vorzug zu geben ist (s. auch Jahresbericht IPP 1962 S. 136 und 137).

Ein ausführlicher Bericht über die Versuchsreihen und deren Ergebnisse sowie über die Verfahren zur Herstellung solcher Verbindungen und über die verwendete Literatur ist in Vorbereitung.

Im Jahre 1964 wurden dann die Versuche wieder aufgenommen mit dem Ziel, die Verwendbarkeit dieser Metallisierungsverfahren zur Herstellung von ausheizbaren vakuumdichten Keramikmetallverbindungen M - Ker 44 A entsprechend der Zeichnung 007 (s. Anhang) zu prüfen. Als Keramik wurde Aluminiumoxydkeramik der Firma Feldmühle, Werk Südplastik und Keramik verwendet. Die Tiefziehteile wurden aus Vacon 20 gefertigt. Die Flansche sind aus austenischem Stahl Werkstoff Nr. 4301 bzw. 3941. Als Hartlotmaterial wurden die Vakuumlote Au - Cu - Ni / 20 - 77 - 3 oder Au - Ni / 82 - 18 mit einem Schmelzpunkt zwischen 900 - 1000° C benutzt.

In Bild 1a und 1 b sind solche Hartlotverbindungen ohne angeschweißtem Flansch aufgenommen und im Bild 2 eine fertig verschweißte Verbindung nach Ausführung A.

Die Prüfungen auf Vakuumdichtigkeit und Ausheizbarkeit dieser Versuchsteile, die zum Teil noch bei verschiedenen Bedingungen hergestellt worden waren, ergaben folgendes Ergebnis:

Mischung Nr. 118

Verbindung Nr. 3 :
Leckrate A / kalt
 B / einmal ausgeheizt } < 10⁻¹⁰ Torr 1/sec.

Verbindung Nr. 7 :
Leckrate A / kalt
 B / einmal ausgeheizt
 C / zehnmal ausgeheizt } < 10⁻¹⁰ Torr 1/sec.

Mischung Nr. 128

Verbindung Nr. 1 :	undicht
Verbindung Nr. 2 :	10^{-6} Torr 1/sec.
Leckrate	
Verbindung Nr. 4 :	$3 \cdot 10^{-7}$ Torr 1/sec.
Leckrate	
Verbindung Nr. 6 :	
Leckrate A / kalt	} 10^{-10} Torr 1/sec.
B / einmal ausgeheizt	

Auf Grund der Erfahrungen mit den Verbindungen Nr. 1, 2 und 4 wurde das Verfahren bei dieser Mischung soweit verbessert, daß man in Zukunft mit ähnlichen Ergebnissen wie bei Verbindung Nr. 6 rechnen kann.

Mischung Nr. 129

Verbindung Nr. 5	
Leckrate A / kalt	} 10^{-10} Torr 1/sec.
B / einmal ausgeheizt	
Verbindung Nr. 8	noch nicht geprüft

Die zeitliche Temperaturänderung beim Aufheizen bzw. beim Abkühlen war $\sim 5^{\circ}$ C/Min.

Die Prüfungsergebnisse nach Form A der Keramikmetallverbindungen zeigen, daß es mit allen 3 Legierungen möglich ist, vakuumdichte ausheizbare Verbindungen herzustellen. Zur weiteren Untersuchung ist vorgesehen, die Verbindungen sofort auszuheizen, bis sie undicht werden. Möglicherweise ist die Anzahl der Ausheizvorgänge ein Unterscheidungsmerkmal über die Güte der Verbindungen. Ausserdem wird bei der Verwendung von austenitischem Stahl die Verbindung infolge der Unterschiede in den Ausdehnungskoeffizienten sehr viel stärker mechanisch beansprucht werden.

Zur Zeit werden die Verbindungen Nr. 3, 5 und 6 einem zehnfachen Ausheizzyklus unterworfen.

Als nächster Schritt wurde die Herstellung von Keramik-Metall Verbindungen der Form B (s. Zeichnung Nr. 002) vorbereitet.

Die Ausführung nach Form B entspricht in ihren Abmessungen etwa der von Form A; jedoch wurden die Tiefziehteile so umgestaltet, daß eine günstigere und billigere Schweißverbindung mit den Flanschen möglich ist. Als Tiefziehmaterial wird bei Form B unmagnetischer Stahl Werkstoff Nr. 3941 oder 4301 Verwendung finden. Es sind Versuche mit verschiedenen Blechstärken (0,1 bis 0,5 mm) vorgesehen.

Weitere Versuche sind geplant in der Absicht, die teuren Gold-Nickellote durch billigere Lote zu ersetzen.

Für alle Fälle, in denen die Metall-Keramikverbindungen im Betrieb starken Stößen oder Vibrationen (z.B. Schwingungsübertragung von der Vakuumpumpe) ausgesetzt sind, oder in denen infolge langer Metallteile eine thermische Dehnung zugelassen werden soll, oder bei denen kleine Längsverschiebungen (Sondenverstellungen, Justierungen) nötig sind, wurde die Ausführung C (s. Zeichnung Nr. 009) mit einseitigem oder beidseitigem Faltenbalg aus austenitischem Stahl Werkstoff 4541 entworfen.

Ich danke Fräulein Lüders für die Hilfe bei der Herstellung und dem Auftragen der Metallpulvermischungen, Herrn Seitz und Herrn Schirmer für die Ausführung der Einbrenn- und Lötversuche sowie Herrn Dietz für die Herstellung der Zeichnungen. Herrn Münch danke ich für die Durchführung der Dichtigkeitsprüfungen bzw. für die Feststellung der Leckraten.



Bild 1 a

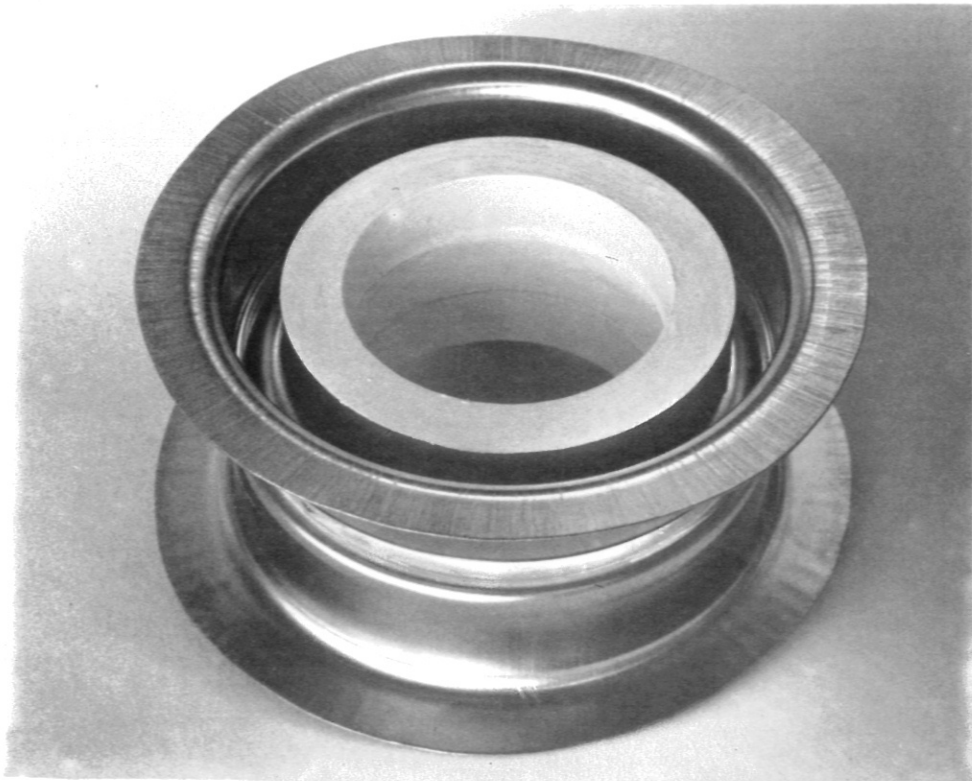


Bild 1 b

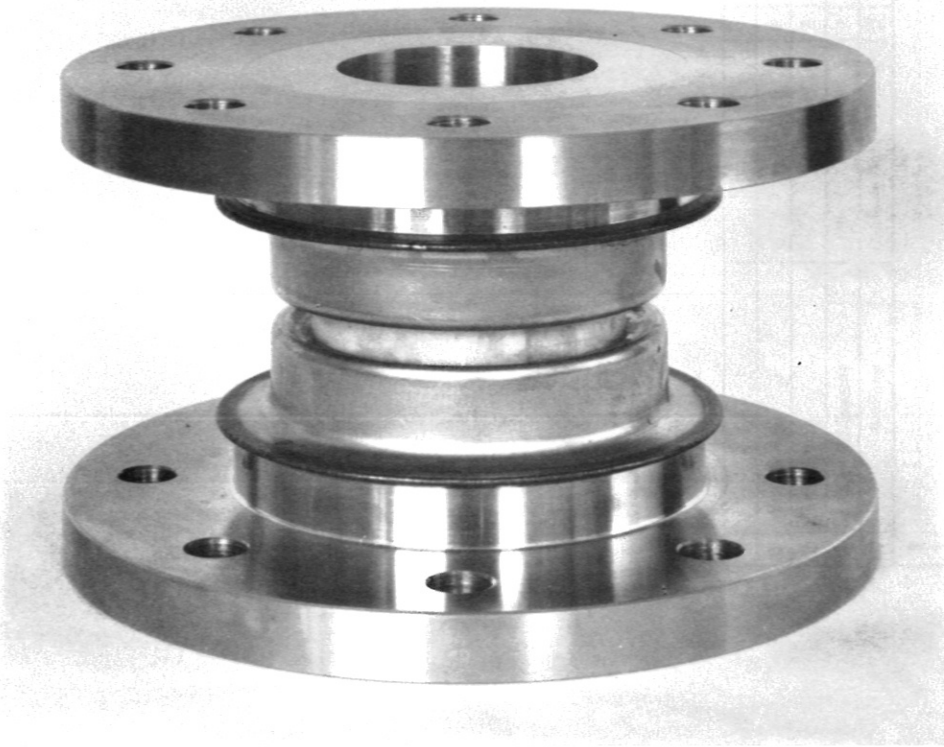
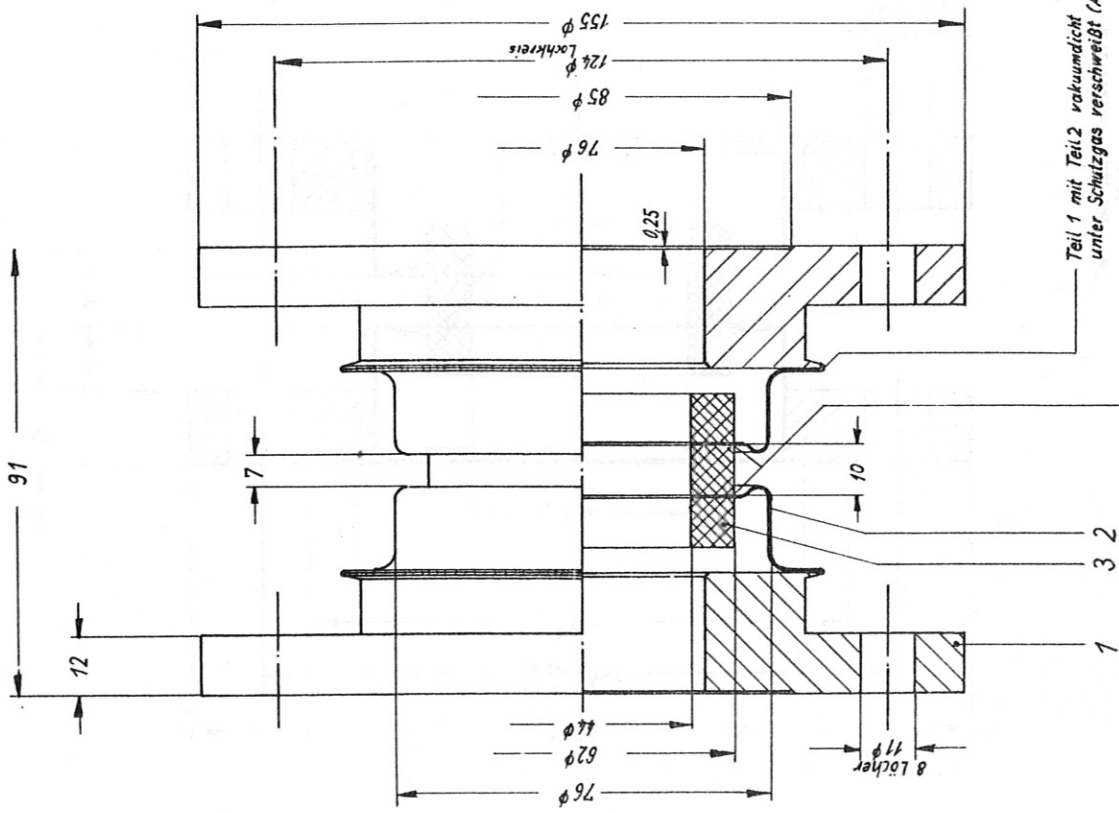
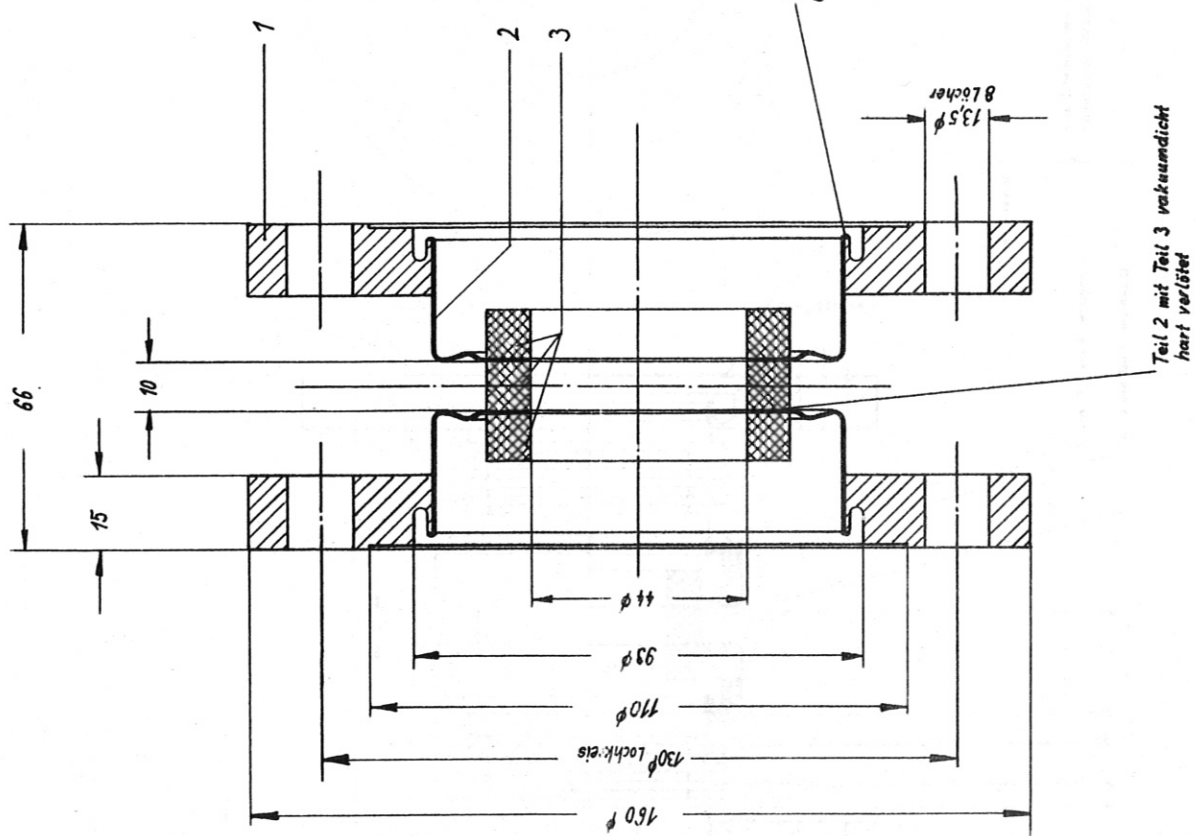


Bild 2



Stk.	Benennung	Zeichnung Nr.	Werkstoff	Lfd. Nr.	Halbzeug Abmessungen	Fertig. Gew. Nr.
3	Keramikringe		Al ₂ O ₃	3		
2	Tiefziehteile		4301	2		
2	Vorschweißflansche		4301	1		

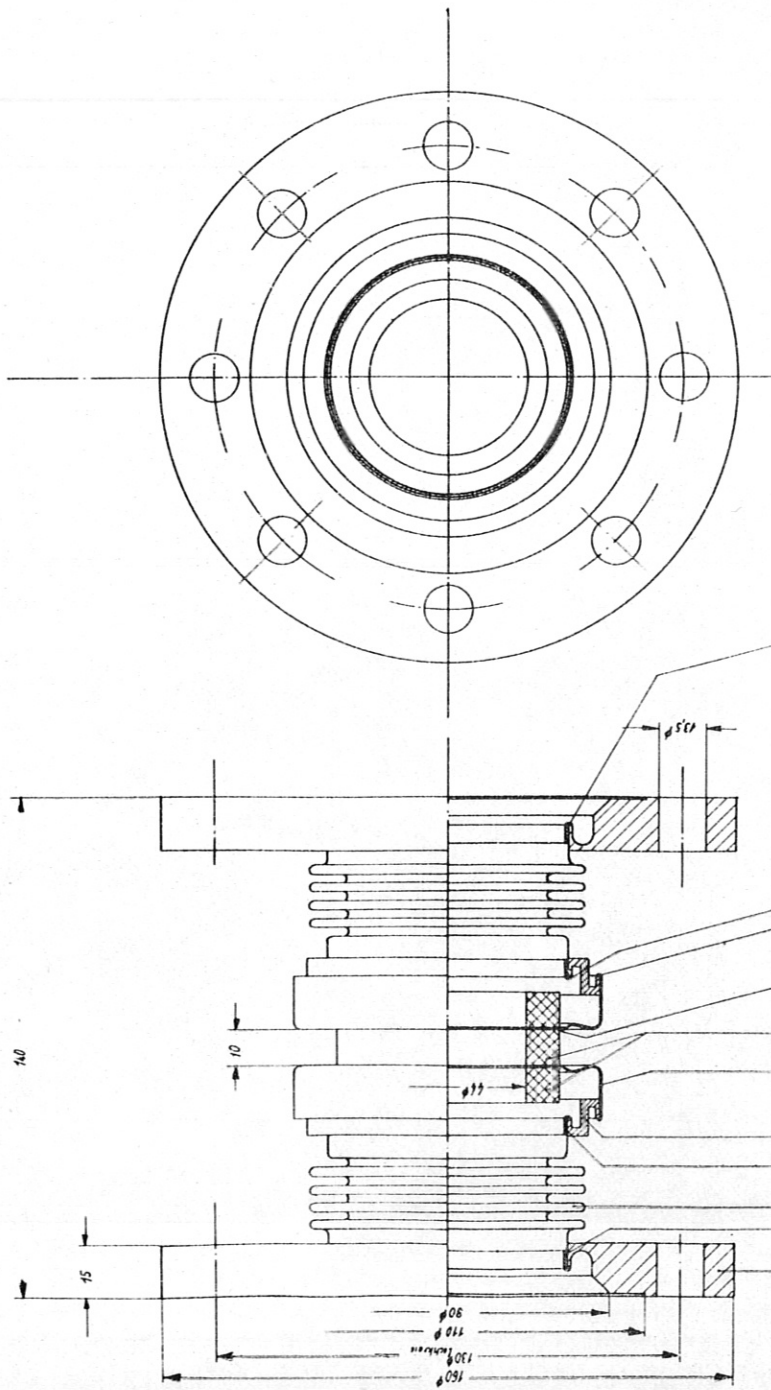
Passung	Abmaß	Gez.	20.8.94	Tag	Name	Institut für Plasmaphysik G. m. b. H. Gerching bei München		4 / 206
		Gepr.						
		Norm.						
		Maßstab						
Stüchl. Nr.								
Stüchl. beauf. aus Blatt								
Isolierstück Form A (M-Ker. 44A)								007-0
Ersetzt für								
Ersetzt durch								



Stück.	Benennung	Zeichnung Nr.	Werkstoff	Lfd. Nr.	Herzueg Abmessungen	Fertig. Gew. Nr.
3	Keramikring	002 - 3	Al ₂ O ₃	3		
2	Tiefziehteil	002 - 2	3061	2		
2	Flansch	002 - 1	6301	1		

Passung	Abmaß	Tag	Name	Institut für Plasmaphysik
		21.7.61	A. J. ...	G. m. b. H. Garching bei München
		Gez.		
		Gepr.		
		Norm.		
		Maßstab		
		1:1		
		Maßstab ohne		
		ang. nach		

Stüchl. Nr.	002 - 0
Stüchl. best. aus	Blatt
Ersetzt durch	Ersetzt durch



4	Ringe	009-6	4301	6	
2	Zwischenringe	009-5	4301	5	
2	Federungskörper	008-1	4541	4	
3	Körnerringe	002-3	Al ₂ O ₃	3	
2	Tropfzylinder	002-2	4301	2	
2	Flansche	009-1	4301	1	
Zusammenfassung		Zusammenfassung	Werkstoff	Stück	Menge
Bezeichnung		Institut für Plasmaphysik G. m. b. H. Greny bei München		4/206	
Form		1:1		009-0	
Stückl. Nr.		Isolierstück mit Federungskörper Form C (M-Ker. 44C)		Erz. Nr. Grenz. Nr.	
Stückl. best. aus		Blatt			