



Dieses Merkblatt gibt dem Verarbeiter von hartlötfähig metallisierter Keramik Hinweise für eine einfache Prüfmöglichkeit zur Bestimmung der Haftfestigkeit des Verbundes Metallisierung-Keramik und damit zur Qualitätssicherung und Qualitätsbeurteilung, wie sie in der Praxis in Anbetracht der meist unterschiedlichen Geometrien der Bauteile und Herstellparameter wünschenswert sind.

Die DVS-Arbeitsgruppe „Fügen von Metall, Keramik und Glas“ ist bereit, aus dem Leserkreis eingebrachte Erfahrungen und Verbesserungsvorschläge zu diesem Merkblatt bei einer Neubearbeitung zu berücksichtigen.

Teil 2 des Merkblattes DVS 3101 gibt Hinweise zur Durchführung der Vierpunktbiegeprüfung von gelöteten und durch Laser geschweißten Keramik-Metall-Verbindungen.

Inhalt:

- 1 Prinzip der Prüfmethode
- 2 Materialspezifikation
 - 2.1 Metallisierte Keramik
 - 2.2 Ausdehnungslegierungen
 - 2.3 Lot
 - 2.4 Graphit
 - 2.5 Schutzgas
- 3 Probenherstellung und Vorbehandlung
 - 3.1 Teststück der metallisierten Keramik
 - 3.2 Teststab
 - 3.3 Lötformteile
 - 3.4 Lötlehre
- 4 Lötprozeß und Wärmenachbehandlung
 - 4.1 Vorbereitung
 - 4.2 Lötprozeß
 - 4.3 Beurteilung der Lötung
 - 4.4 Wärmenachbehandlung
- 5 Bestimmung der Bruchlast
 - 5.1 Prüfmaschine und Prüfvorrichtung
 - 5.2 Prüfbedingungen
- 6 Haftfestigkeit und Bruchfläche
 - 6.1 Berechnung der Haftfestigkeit
 - 6.2 Beurteilung der Bruchfläche
 - 6.3 Beurteilung der Haftfestigkeit
- 7 Schrifttum

1 Prinzip der Prüfmethode

Diese Methode eignet sich für die Prüfung von hartlötartig metallisierter Keramik, ohne daß dazu bestimmte Prüfkörper notwendig sind.

Für die Prüfung müssen die zu testenden Keramiktteile eine ebene, metallisierte Fläche aufweisen. Geeignet sind stirnseitig metallisierte Keramikringe oder Keramikplättchen. Die Ermittlung der Haftfestigkeit erfolgt durch die Bestimmung der Bruchlast einer Testverbindung gemäß Bild 1. Dazu wird die zu prüfende, metallisierte Keramik mit einem Stab aus einer Ausdehnungslegierung unter Fabrikationsbedingungen zusammengelötet.

2 Materialspezifikationen

2.1 Metallisierte Keramik

Die eben metallisierten Keramiktteile müssen einen Aluminiumoxidgehalt von mindestens 80% aufweisen. Dem entsprechen die Keramikttypen C 780, C 786, C 795 und C 799 [1; 2]. Im Normalfall ist die Metallisierung durch eine Nickelschicht abgedeckt.

Diese Veröffentlichung wurde von einer Gruppe erfahrener Fachleute in ehrenamtlicher Gemeinschaftsarbeit erstellt und wird als eine wichtige Erkenntnisquelle zur Beachtung empfohlen. Der Anwender muß jeweils prüfen, wie weit der Inhalt auf seinen speziellen Fall anwendbar und ob die ihm vorliegende Fassung noch gültig ist. Eine Haftung des DVS und derjenigen, die an der Ausarbeitung beteiligt waren, ist ausgeschlossen.

2.2 Ausdehnungslegierung

Für die Herstellung der Probestäbe sind gezogene Stäbe aus den Ausdehnungslegierungen NiCo 323 (Werkstoff-Nr. 1.3982) und NiCo 2918 (Werkstoff-Nr. 1.3981) zulässig [3].

2.3 Lot

Die zulässigen Hartlote sind:

- L-Ag 72 (B AG/72 Cu) [4]
- AgCu27 Pd5

Der Kohlenstoffgehalt der Lote soll unter 50 ppm liegen.

2.4 Graphit

Für die Herstellung der Lötlehre wird vorteilhaft ein reiner, feinstkörniger, isostatisch gepreßter Graphit verwendet. Wird eine andere Graphitsorte eingesetzt, so ist bei der Dimensionierung das abweichende thermische Ausdehnungsverhalten zu berücksichtigen und die Vorbehandlung gemäß Schritt 3.4 anzupassen.

2.5 Schutzgas

All thermischen Behandlungen müssen unter Schutzgas vorgenommen werden. Das Schutzgas muß folgende Eigenschaften haben:

Zusammensetzung: 5 bis 100 Vol.-% Wasserstoff, Rest Stickstoff oder ein Edelmetall

Taupunkt: < - 50 °C (Normaldruck)

Sauerstoffgehalt: < 50 ppm

3 Probenherstellung und Vorbehandlung

3.1 Teststück der metallisierten Keramik

Das Teststück der metallisierten Keramik ist in Bild 1, Pos. 1, abgebildet.

3.1.1 Herstellung

Aus stirnseitig metallisierten Keramikringen mit einer Höhe ≤ 25 mm werden mindestens zwei Segmente und aus Ringen mit einer Höhe > 25 mm zwei Probestücke gemäß Bild 1, Pos. 1, mit einer Diamanttrennscheibe unter Wasserkühlung herausgetrennt.

3.1.2 Vorbehandlung

Die noch nassen Proben werden zuerst in destilliertem Wasser, dann in Ethanol oder Aceton gespült und anschließend getrocknet.

DVS, Ausschuß für Technik, Arbeitsgruppe „Fügen von Metall, Keramik und Glas“

3.2 Teststab

Entsprechend Bild 1, Pos. 3.

3.2.1 Dimensionierung

Je nach Metallisierungsbreite wird die zu verlötende Stirnfläche des Teststabes durch eine Andrehung gemäß Bild 1, Pos. 3, auf folgenden Durchmesser d_3 verkleinert:

Breite der Metallisierungsfläche in mm	Durchmesser d_3 der zu verlötenden Stirnfläche in mm
≤ 3	2
≤ 5	3
≤ 8	4
≤ 10	5
> 10	6

3.2.2 Vorbehandlung

Die Vorbehandlung besteht aus Entfetten und Glühen.

3.2.2.1 Entfetten

Das Entfetten erfolgt mit geeigneten Mitteln. Danach wird in Alkohol oder Aceton gespült.

3.2.2.2 Glühen

Das Glühen erfolgt unter Schutzgas über eine Zeit von 30 Minuten im Temperaturbereich von 950 bis 1000 °C.

3.3 Lotformteil

3.3.1 Herstellung

Die Lotformteile werden gemäß Bild 1, Pos. 2, gestanzt.

3.3.2 Vorbehandlung

Entfetten analog 3.2.2.1.

3.4 Lötlehre

3.4.1 Herstellung

Für eine Einzelprüfung wird die Herstellung der Lötlehre gemäß Bild 2 vorgeschlagen.

Für die serienmäßige Prüfung gleicher oder ähnlicher Teile wird vorteilhaft eine Mehrfach-Lötlehre gemäß Bild 3 eingesetzt.

3.4.2 Vorbehandlung

Die Distanzbolzen gemäß Bild 2, Pos. 4, bzw. Bild 3, Pos. 4 oder 5, und das Gewicht gemäß Bild 2, Pos. 6, bzw. Bild 3, Pos. 3, werden analog 3.2.2.1 entfettet. Vor der ersten Lötung oder nach längerer Lagerung muß die gesamte Lötlehre unter Schutzgas bei 820 °C 60 Minuten lang zur Reinigung gegläht werden.

4 Lötprozeß und Wärmenachbehandlung

4.1 Vorbereitung

Alle Teile dürfen nach dem Entfetten und Glühen nur noch mit geschützten Händen (Baumwollhandschuhe) oder mit Pinzette angefaßt werden. Die Molten der Teststücke in die Lötlehre erfolgt entsprechend Bild 2 bzw. Bild 3.

4.2 Lötprozeß

Das Löten erfolgt unter Schutzgas in einem Chargenofen nach dem Temperaturprogramm gemäß Bild 4a oder in einem Durchlaufofen unter Fabrikationsbedingungen.

4.3 Beurteilung der Lötung

Die Lötstelle der Testverbindung muß eine kleine, lunker- und porenfreie Lötkehle aufweisen. Für die Lagetoleranz sind die Angaben in Bild 1 zu beachten.

4.4 Wärmenachbehandlung

Die Bestimmung der Bruchlast gemäß Abschnitt 6 erfolgt im Normalfall direkt nach dem Lötprozeß. Hat aber im normalen Fabrikationsablauf eine Metall-Keramik-Verbindung nach dem Lötprozeß noch weitere Wärmebehandlungen zu durchlaufen, so ist es empfehlenswert, einen Teil der gelöteten Testverbindungen vor der Prüfung ebenfalls dieser Wärmebehandlung zu unterwerfen. Ein Beispiel zeigt Bild 4b.

5 Bestimmung der Bruchlast

5.1 Prüfmaschine und Prüfvorrichtung

Für die Bestimmung der Bruchlast werden eine Prüfmachine mit geeignetem Meßbereich und eine Prüfvorrichtung nach Bild 5 verwendet. Um Einflüsse von kleinen Unebenheiten in der Metallisierung der Keramikprobe zu vermeiden, wird zwischen die Auflageflächen der metallisierten Keramikprobe und der Prüfvorrichtung eine 0,5 bis 1 mm dicke Teflonfolie eingelegt.

5.2 Prüfbedingungen

Der Meßbereich richtet sich nach der Lötfläche, meist 1000 bis 10 000 N. Die Zuggeschwindigkeit beträgt 0,5 bis 1,0 mm/min entsprechend 0,02 bis 0,04 mm/min.

6 Haftfestigkeit und Bruchfläche

6.1 Berechnung der Haftfestigkeit

$$R_h = \frac{4B}{d^2 \cdot n} \quad [N/mm^2]$$

R_h = Haftfestigkeit in N/mm²

B = Bruchlast

d = Durchmesser des gelöteten Teststabes nach Bild 1, Pos. 3

n = Anzahl der Teststäbe

6.2 Beurteilung der Bruchfläche

Bruchzustand	Bemerkung (Ursache)
abwchslnd im Grundmaterial und in der Metallisierung	gute Metallisierung
geschliffene Keramikfläche sichtbar	schlechte Haftung der Metallisierung auf der Keramik
in der Metallisierung	Metallisierung zu porös (evtl. zu wenig gesintert)
zwischen Metallisierung und Nickelschicht	schlechte Haftung der Nickelschicht auf der Metallisierung
zwischen Lot und Nickelschicht	schlechte Benetzung durch Lot (evtl. Löttemperatur zu niedrig)
abwechslnd Nickel-schicht / Metallisierung	meistens durch Blasen in der Nickelschicht
Lunker im Lot	Gasabgabe von Verunreinigungen beim Löten (unzureichende Reinigung)
linsenförmiger Ausbruch in der Keramik	Teststab nicht axial aufgelötet (Lötlehre nicht zeichnungskonform) oder Testverbindung nicht axial in der Prüfmaschine eingespannt

6.3 Beurteilung der Haftfestigkeit

Für metallisierte Keramik gemäß Abschnitt 2.1 sollte die Haftfestigkeit ≥ 100 N/mm² liegen.

7 Schrifttum

- [1] EN 60672 / IEC 60672 Keramik- und Glasisolierstoffe
Teil 1 Begriffe und Gruppeneinteilungen
Teil 2 Prüfverfahren
Teil 3 Anforderungen für einzelne Werkstoffe