

Entwicklung eines Metall-Keramik- Verbundes für thermo-mechanisch hochbelastbare Sichtfenster

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN
(Dr.-Ing.)

von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

angenommene

Dissertation

von

M.Sc. Luigi Spatafora

Tag der mündlichen Prüfung: 19.04.2024

Hauptreferent: Prof. Dr. Jarir Aktaa
Korreferent: Prof. Dr. Veit Hagenmeyer
Prüfungsvorsitz: Prof. Dr. Daniel Banuti

Kurzfassung

Für die Weiterentwicklung des Videoinspektionssystems GeoKam, ein System zur optischen Inspektion von Tiefenbohrungen, z.B. für die Tiefengeothermie, sind Untersuchungen zur Optimierung des Designs des Seitenkameragehäuses, zur Auswahl der am besten geeigneten Werkstoffe und den Ansprüchen im Einsatz der Sonde angepassten Aufbau- und Verbindungstechnik durchzuführen. Auf Seiten der Werkstoffauswahl ist hierbei die Wahlfreiheit eingeschränkt, da das Sondensystem auf den Werkstoffen Inconel® 718 und Perlucaor® basiert. Als Verbindungstechnologie zwischen Perlucaor® und Inconel® 718 bietet sich hier die Technik des Aktivlötens mit dem Aktivlot Incusil™ ABA als erfolgversprechendste Möglichkeit an.

Mit Hilfe detaillierter Auslegungsrechnungen mit der Finite Elemente Software ABAQUS® und dem Post-Prozessor STAU kann die Integrität des Seitenkameragehäuses im Betrieb gewährleistet werden. Im Zuge dieser Analysen wurde festgestellt, dass zur Reduzierung der auftretenden Spannungen - vor allem in der Keramik Perlucaor® - der Einsatz einer Verbindungshülse zwischen Keramik und Metall notwendig ist. Ebenfalls zur Spannungsreduktion sind deshalb Optimierungen am Design der Verbindungshülse und dem Aktivlot als Verbindungsglied zwischen Perlucaor® und Inconel® 718 durchzuführen. Das Ergebnis dieser Optimierungen zeigt, dass die beim Lötvorgang auftretenden thermo-mechanischen Spannungen und auch die Versagenswahrscheinlichkeiten innerhalb zulässiger Grenzen liegen.

Eine entscheidende Herausforderung besteht in der Gestaltung und Formgebung des Aktivlotes und der Verbindungshülse. Insbesondere müssen bei der Gestaltung der Verbindungshülse und der Kontur des Aktivlotes scharfe Kerben am Übergang (freier Rand) Metall-Keramik vermieden werden. Um dies zu realisieren, wird in einem mehrstufigen Prozess in Anlehnung an Mikrogussverfahren und Abformverfahren in der Dentaltechnik eine Form aus Paraffin, quasi als verlorene Gussform, hergestellt. Diese Gussform gibt als Negativform die Gestalt und vor allem die Kontur der aus den Berechnungen

gewonnenen dreidimensionalen Kerbgeometrie als Kavität wieder und lässt sich am freien Rand des Verbundes platzieren. Mittels eines Dispensers wird die in dieser Gussform wiedergegebene Kavität über eine Bohrung mit Aktivlotpaste befüllt, während über eine zweite Bohrung die Gussform evakuiert wird bis das Aktivlot die Kavität bläschenfrei vollständig auffüllt. Auf diese Weise lässt sich die berechnete komplexe Form der Kerbgeometrie realisieren. Wie bei einem Gießprozess nach dem Guss, muss auch hier nach dem Füllen der Kavität und vor dem anschließenden Lötvorgang in einem beheizten Hexan-Bad die Gussform aus Paraffin wieder aufgelöst werden.

Durch diese optimierte Formgebung des Aktivlotes lassen sich sowohl Spannungsspitzen als auch die Versagenswahrscheinlichkeit reduzieren.

Die Ergebnisse der analytischen Rechnungen lassen sich durch nachfolgende Laborversuche verifizieren. Mikrostrukturelle Untersuchungen der Fügezone zwischen PerLucor®, Incusil™ ABA und Inconel® 718 zur Charakterisierung des Gefüges sind zur Absicherung der bisherigen Ergebnisse und zur Ergänzung und Abrundung der Untersuchungen notwendig.

Abstract

The video system GeoKam is a system for optical inspection of deep geothermal boreholes. In the course of further development and improvement, investigations are necessary in order to optimize the design of the side camera housings as well as the applied materials. Another aim of the current investigations is the development of an optimized technique for assembly and joining. The number of materials, which can be used is limited. The GeoKam system is based on the materials Inconel® 718 and Perlucor®, the latter is a transparent ceramic. Active soldering using the active brazing material Incusil™ ABA promises to be a suitable technology for joining Inconel® 718 to Perlucor®.

In order to guarantee the integrity of the side camera housing during operation detailed design calculations have to be performed using the Finite Element software ABAQUS® and the post processor STAU. During these analyses it could be realized that in order to reduce existing stresses, occurring mainly in the Perlucor® ceramic, the development of a sleeve as an adapter part between the Perlucor® and the Inconel® 718 cylinders is necessary. Design optimizations for the adapter sleeve and for the active brazing material, which acts as a connecting link between Perlucor® and Inconel® 718, are also necessary. Following this optimization, the thermo-mechanical stresses occurring during the brazing process, as well as the failure probability can be kept within tolerable limits.

A critical challenge is the design and shape forming of the active brazing material and of the adapter sleeve. Especially important is to avoid sharp edges and notches at the point of transition (the free edge) from metal to ceramic. This problem can be solved using a multi-step process. A casted Paraffin-mold - according to micro casting and molding in the dental technology - quasi serves as mold for dead-mold casting. This mold can reproduce the shape and especially the contour of the three-dimensional notch geometry as a cavity resulting from the calculations. It can be placed at the free edge of the composite. Using a dispenser nozzle, the cavity in the mold can be filled with the brazing

paste while via a second nozzle the mold can be evacuated until the active brazing material has filled the cavity entirely and without voids. This processing solves the problem to realize the calculated complex shape of the notch geometry. Similar to a casting process, the paraffin must be removed by solving it in a heated Hexane bath after the cavity is filled and before the subsequent brazing process.

This optimized shaping technique leads to an appreciable reduction of stress peaks as well as of the failure probability.

The results of the calculations are verified by adjacent laboratory tests. Finally, microstructural investigations of the joining zone between Perlucor®, Incusil™ ABA and Inconel® 718 have to be performed as a completion and additional assurance in order to characterize the microstructure of this region.

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	iii
Abstract	v
Inhaltsverzeichnis	vii
1 Einleitung	1
1.1 Motivation	1
1.2 Zielsetzung	7
1.3 Struktur der Arbeit	8
2 Stand der Forschung und Technik	9
2.1 Entwicklung von Videoinspektionssonden	9
2.1.1 Systemplattform für Bohrlochwerkzeuge	16
2.1.2 GeoKam - Plattformbasierte Inspektionssonde	17
2.2 Werkstoffe für Bohrlochsonden	21
2.2.1 Nickelbasis-Superlegierung Inconel® 718	23
2.2.2 Transparentkeramik PerLucor®	29
2.3 Herstellung von Metall-Keramik-Verbunden	32
2.3.1 Übersicht über mögliche Verfahren	32
2.3.2 Herstellung von Metall-Keramik-Verbunde mittels Lötens ..	35
2.3.3 Aktivlot Incusil™ ABA	39
2.4 Beurteilungskriterien für Metall-Keramik-Verbunde	42
2.4.1 Berechnungsmodelle zu Lötspannungen	43
2.4.2 Berechnungsmodelle zur Zuverlässigkeit keramischer Werkstoffe	48
3 Konzeption des weiteren Vorgehens	53
3.1 Überlegungen zum Design des Gesamtsystems und der Sichtfenster unter Verbindungsaspekten	53
3.2 Realisierung des Verbundes	60
3.3 Ansatz zur Lösung des Problems	60
4 Auslegungs- und Simulationsrechnungen, Designstudie	63

4.1	Überlegungen zur Simulationsberechnung.....	63
4.1.1	Modellierung des Seitenkameragehäuses im Bereich der Sichtfenster.....	63
4.1.2	Simulationsparameter.....	69
4.2	Designstudie – Analyse und spannungstechnische Optimierung....	72
4.2.1	Simulationsuntersuchungen zur Entwicklung eines optimalen Metall-Keramik-Verbundes.....	76
4.2.2	Spannungsreduzierende Maßnahmen.....	82
5	Verbindungs- und Verfahrenstechnologie – Umsetzung der Designstudie.....	93
5.1	Überlegungen zur Verbindungs- und Verfahrenstechnologie.....	93
5.2	Technische Umsetzung der Kerbgeometrie am freien Rand.....	97
6	Experimentelle Ergebnisse – Analyse und Bewertung.....	103
6.1	Prüfungs- und Qualifizierungsumfang.....	103
6.2	Eigenschaften und Mikrostruktur der Einzelkomponenten und des Verbundes.....	106
6.2.1	Das Aktivlot Incusil™ ABA.....	106
6.2.2	Mikrostrukturanalyse des Verbundes.....	109
6.3	Herstellungsprozess des Verbundes.....	130
7	Diskussion der Simulations- und Versuchsergebnisse.....	139
7.1	Übersicht.....	139
7.2	Verifizierung und Optimierung des Designs durch Simulationsberechnungen.....	141
7.3	Validierung der Verbindungs- und Verfahrenstechnologie.....	145
7.4	Experimentelle Absicherung der analytischen Ergebnisse.....	148
7.5	Transfer des Lösungsansatzes auf das anwendungsbezogene Problem.....	157
8	Zusammenfassung und Schlussfolgerung.....	159
	Literaturverzeichnis.....	164
	Abbildungsverzeichnis.....	187
	Tabellenverzeichnis.....	199

Abkürzungsverzeichnis.....	201
Danksagung	203

1 Einleitung

1.1 Motivation

“Geothermal energy is potentially the largest – and presently the most misunderstood – source of energy in the U.S. and the world today.” - Albert Gore [1]

Das Energievorkommen im Erdinneren ist aus menschlicher Sicht unerschöpflich. Im Erdkern werden Temperaturen zwischen 5000 – 7000 °C vermutet, sodass nur 0,1 % der Erde kälter als 100 °C sind. Bei einem durchschnittlichen Temperaturgradienten von 3 °C pro 100 m Tiefe in Mitteleuropa, kann schon nach wenigen Kilometern Bohrlochtiefe ein wirtschaftlicher Betrieb von Geothermiekraftwerken realisiert werden, um Wärme oder auch Strom CO₂-neutral und grundlastfähig zu produzieren [2]. Für die Erzeugung von Fernwärme werden z.B. in Deutschland Thermalwassertemperaturen von 80 °C und für die Stromerzeugung von mindestens 120 °C, mit entsprechender Förderrate angestrebt, die je nach Region schon ab 2000 m Bohrlochtiefe vorzufinden sind [3].

Das geothermische Reservoir, aus dem die Wärmeenergie gewonnen wird, wird über mehrere Tiefenbohrungen erschlossen. Begonnen wird in der Regel mit einer Injektions- und einer Förderbohrung. Je nach Verfahren werden entweder die natürlichen Warmwasservorkommen (hydrothermales System) oder die im Gestein gespeicherte Wärme (petrothermales System) für die Energiegewinnung genutzt. Für den Energietransport wird das vorzufindende Thermalwasser oder ein spezielles injiziertes Fluid verwendet. Herstellungsprozess, Aufbau und Betrieb einer Bohrung sind bei beiden Verfahren sehr ähnlich. Mit speziellen Bohrern wird in mehreren Bohrdurchmessern eine teleskopartige, in die Tiefe verjüngende Bohrung bis in 6 km Tiefe abgeteuft. Vor Änderung des Bohrdurchmessers, werden abschnittsweise Stahlrohre, genannt Casings, zur Stützung der Bohrlochwand einzementiert. Die Zementierung erfüllt hierbei noch weitere, wichtige Funktionen, wie die sichere

Trennung der unterschiedlichen wasserführenden Horizonten zum Schutz vor Verunreinigungen oder die Möglichkeit einer gezielten Gesteinsbehandlung (Stimulationsmaßnahme) in der Zielteufe [4]. Eine dichte Verrohrung erfolgt demnach bis zum sogenannten open-hole, dem untersten Teil einer Bohrung aus dem die Wärme gewonnen wird. Die Verrohrung und Zementierung übernehmen eine wichtige Schlüsselfunktion für einen sicheren Betrieb des Geothermiekraftwerks und bedürfen eines besonderen Augenmerks.

Ein wirtschaftlicher Betrieb einer Geothermieanlage wird erreicht, wenn aus dem open-hole eine genügend hohe Wassertemperatur mit entsprechender Fließrate gefördert werden kann. Inwieweit eine Bohrung die geplante Temperatur und Fließrate aufweist, hängt auch davon ab, ob das geothermische Reservoir beim Bohren gefunden wird und wie die natürlichen Wasserwegsamkeiten im Gesteinsverband ausgeprägt sind. Bei zu geringer Produktivität können je nach Gesteinsstruktur mit geeigneten Stimulationsmaßnahmen natürliche Klüfte erweitert und/oder neue Risse erzeugt werden, sodass das Wasser besser zirkulieren und dem Gestein mehr Wärme entziehen kann [5]. Eine weit verbreitete Methode aus der Erdöl- und Erdgasindustrie ist die hydraulische Stimulation des Reservoirs, bei der mit Überdruck ein Fluid durch die Bohrung ins Gestein gepresst wird, um das natürliche Rissystem zu erweitern und somit die Produktivität zu verbessern [6]. Bei Bedarf wird dem hochviskosen Fluid ein Stützmittel in Form von Keramikkügelchen oder Sand zur Stabilisierung der Rissöffnung beigemischt. Auf den Einsatz von Chemikalien wie in der Erdöl- und Gasindustrie wird weitestgehend verzichtet [5]. Wird demnach eine Stimulation zur Steigerung der Produktivität benötigt und diese erfolgreich durchgeführt, kann ein wirtschaftlicher Betrieb erzielt und folglich das Risiko von Investoren und Betreiber minimiert werden.

Eine sichere und lohnende Inbetriebnahme eines Geothermiekraftwerks setzt eine einwandfreie Verrohrung, Zementierung und gegebenenfalls erfolgreich durchgeführte Stimulation einer Geothermiebohrung voraus. Nach Inbetriebnahme ist ein regelmäßiges Monitoring der Bohrungen und Anlagen für einen zuverlässigen Betrieb über mehrere Jahrzehnte hinweg erforderlich. In der Betriebsphase wird dem Thermalwasser wegen seines hohen Mineralisationsgrads große Bedeutung gewidmet [2, 7, 8]. Die heißen Thermalwässer sind

zum Teil hoch korrosiv und neigen bei ungünstigen Bedingungen zu Feststoffausfällungen und Gasauslösungen, die einen bedeutenden Einfluss auf die gesamte unterirdische und oberirdische Anlage haben. Durch eine gezielte Materialauswahl der Geothermieanlage und angepassten Produktionsparametern können die vom Thermalwasser negativen hervorgebrachten Effekte auf ein beherrschbares Maß reduziert werden [9].

Diese hier genannten Anforderungen sind zwar die wichtigsten, erfüllen jedoch nicht den gesamten Anforderungskatalog, der berücksichtigt werden muss, um alle auftretenden Risiken und Einflüsse wie Fündigkeit, Umwelt, Wirtschaftlichkeit, geologische und geotechnische Gesichtspunkte zu erfassen und auch eine gesellschaftliche Akzeptanz zu erreichen [2, 10]. Nach dem gegenwärtigen Stand der Technik kann anhand zahlreicher Projekte bewiesen werden, dass diese Herausforderungen zu erfüllen sind und mit Hilfe der Geothermie grundlastfähige, saubere Energie produziert werden kann. Leider gab es aber auch negative Beispiele mit verheerenden Auswirkungen auf die Umwelt und Bevölkerung [11–13]. Die Ursachen hierfür sind vielfältig, da je nach Gebiet unterschiedliche Geologien und Hydrogeologien bestehen und somit jedes Geothermiekraftwerk individuell darauf angepasst werden muss.

Eine besondere Stellung zur Vermeidung zukünftiger negativer Ereignisse nimmt das Reservoir-Engineering ein. Dieser Bereich befasst sich speziell mit dem unterirdischen Teil einer Geothermieanlage, von der Erkundung, Erschließung bis zum Betrieb von Geothermiebohrungen. Das bestehende Know-how des Reservoir-Engineering kommt überwiegend aus der Erdöl- und Gasindustrie (Bohrtiefen < 3000 m) und kann nur zum Teil auf die Geothermie angewandt werden [4]. Ein Vergleich der Förderraten zeigt z.B., dass bei einer Geothermalbohrung möglichst hohe Produktionsraten (> 8000 m³/Tag) angestrebt werden, während bei einer Erdöl-/Erdgasbohrung die Förderraten relativ gering ausfallen ($\ll 1000$ m³/Tag). Das bedeutet, dass Geothermalbohrungen größere Bohrungsdurchmesser aufweisen. Sie befinden sich auch eher in tektonisch aktiven Schichten (Oberrheingraben) mit hohen Temperaturen, wodurch das Bohrrisiko in diesen Bruchzonen steigt [14]. Ein weiterer Unterschied besteht in der stark unterschiedlichen Mineralisation der Thermalwässer je nach Gebiet. Im Oberrheingraben entspricht der NaCl-Gehalt etwa 100-200

g/kg, wobei im Norddeutschen Becken der Salzgehalt über 300 g/kg betragen kann [15]. Auch der Einsatz von Stimulationsmaßnahmen wie das Hydraulic Fracturing erweist sich in der Praxis oft als sehr schwierig. Bei der Risserzeugung im Gestein kann es zu ruckartigem Spannungsabbau durch Plattenbewegungen kommen, die vom Menschen als leichte Beben wahrgenommen werden. Diese treten prinzipiell auch bei Erdöl- und Erdgasbohrungen auf, die Wahrscheinlichkeit ist jedoch wegen der anzufindenden tektonisch stabilen Schichten geringer. Da sich Geothermiebohrungen im Gegensatz zu Erdöl- und Erdgasbohrungen meist in der Nähe von bewohnten Gebieten befinden, werden solche Beben negativ wahrgenommen [14].

Die genannten Beispiele verdeutlichen, dass die Geothermie andere, höhere Anforderungen stellt als z.B. Erdöl- oder Erdgasbohrungen. Zur Erfüllung dieser Anforderungen können unter anderem spezielle, für die Geothermie entwickelte Bohrlochmesssonden beitragen. Mit Bohrlochmesssonden werden wichtige Daten aus dem Untergrund geliefert, die elementar dazu beitragen die zuvor genannten geologischen und geotechnischen Risiken zu minimieren. Grundlegend übernehmen diese Systeme folgende drei Hauptaufgaben [16]:

- Akquirierung von detaillierten Informationen zur Bestätigung des Startmodells (Simulation) der lokalen Geologie
- Erkundung des Reservoirs (open-hole) und Bestimmung der Eigenschaften in-situ
- Inspektion des Ausbaus der Bohrung über den kompletten Bohrlochverlauf

Diese Aufgaben können nur durch spezielle Sonden erfüllt werden, die den extremen Einsatzbedingungen: Hohe Temperaturen, hohe Drücke und korrosive Fluide standhalten. Die gegenwärtig verfügbaren Bohrlochsonden können diese Anforderungen nur unzureichend erfüllen und können deshalb nicht in besonders kritischen Bereichen wie z.B. für die Untersuchung des open-hole eingesetzt werden. Sonden aus der Öl- und Gasexploration sind üblicherweise für Temperaturen bis 175 °C und Drücke bis 140 bar ausgelegt. Spezielle Sonden aus diesem Bereich können auch bei 250 °C und 140 bar eingesetzt werden, wobei dies nur für wenige Bohrlochmessverfahren gilt [16]. Für die

unterschiedlichen Bohrlochmessverfahren existieren nur vereinzelt Sonden, sodass wichtige Informationen aus dem Untergrund fehlen und somit eine Wissenslücke hinsichtlich der Erfassung und Reduzierung der genannten Risiken besteht.

Zur Schließung der Wissenslücke entwickelt das Institut für Automation und angewandte Informatik (IAI) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT) im Rahmen der programmorientierten Förderung (PoF) eine Systemplattform namens ZWERG als Grundlage für unterschiedliche Bohrlochsonden, die den extremen Anforderungen (200 °C, 600 bar) in der Geothermie gewachsen sind. Auf Basis dieser Plattform sollen gängige Komponenten standardisiert und durch einen modularen Aufbau der Sonden eine kostengünstige und schnelle Entwicklung ermöglicht werden [17]. Eine erste Sonde basierend auf ZWERG, ist die Videoinspektionssonde GeoKam, die im Rahmen eines BMWi geförderten Projektes (FKZ: 41V6278) entwickelt worden ist. Sie eignet sich für eine maximale Umgebungstemperatur von 165 °C und Druck von 480 bar (entspricht ca. 4 km Bohrlochtiefe) (Abbildung 1-1).

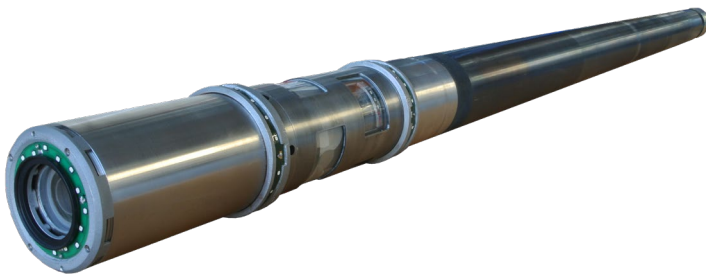


Abbildung 1-1 Videoinspektionssonde GeoKam für Umgebungsbedingungen von bis zu 165 °C und 480 bar [18]

Mit ihr können etwa 90 % der in Europa bestehenden Geothermiebohrungen inspiziert werden. Im nächsten Schritt soll ihre Einsatzfähigkeit für Geothermiebohrungen mit bis zu 200 °C und 600 bar (entspricht ca. 5 km Bohrlochtiefe) erweitert werden, was auch die Anforderungen der ZWERG Plattform erfüllt. Durch eine Erhöhung der Einsatzbedingungen müssen auch die unterschiedlichen Komponenten der GeoKam, insbesondere das widerstandsfähige

Gehäuse im Bereich der Kamera mit seinen Sichtfenstern angepasst werden. Das Kameragehäuse übernimmt hier wichtige Funktionen wie der Schutz von innenliegenden, empfindlichen Aktoren und Sensoren gegen Flüssigkeiten, hohen Drücken, Stöße und Reibung, fungiert als Stützstruktur zum Anbauen und Fixieren von Komponenten und dient als stabiler Anschluss für das Wireline¹. Außerdem muss das Gehäuse dünnwandig ausfallen und für bestimmte Sensoren wie eine Kamera zum Teil auch transparent sein. Für das Gehäuse wird bevorzugt die Nickelbasis-Superlegierung Inconel® 718 und für die Sichtfenster eine polykristalline Transparentkeramik ($MgAl_2O_4$, Perluco®) eingesetzt. Beide Werkstoffe weisen exzellente Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit bei hohen Temperaturen sowie sehr gute mechanische Eigenschaften aus.

Mit dem aktuellen Kameragehäuse der GeoKam können die neuen Anforderungen nur zum Teil erfüllt werden. Das Kameragehäuse besteht aus zwei Gehäuseteilen, eins für die Frontkamera und eins für die Seitenkamera. Insbesondere das Gehäuse der Seitenkamera, wo für den Verbund sehr wenig Platz zur Verfügung steht und für optimale Sichtverhältnisse größtmögliche Sichtfenster benötigt werden, erfordert einen hohen Forschungsaufwand. Um der Inspektionsaufgabe in Zukunft gerecht zu werden, widmet sich diese Arbeit speziell der Entwicklung eines optimierten Seitenkameragehäuses. Hauptaugenmerk liegt hierbei nicht nur auf das Design, sondern auch auf die Verbindungs- und Verfahrenstechnologie.

¹ Eine Wireline ist ein spezielles Kabel an dem eine Sonde hängt und im Bohrloch bewegt wird. Der Kabelmantel besteht aus vielen Drähten und ist dadurch sehr Reißfest und flexibel. Im Kabelkern sind Leitungen zur Übertragung von Daten und elektrischer Leistung.

1.2 Zielsetzung

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung eines optimierten Designs sowie der Fertigungs- und Verbindungstechnik im Rahmen der Weiterentwicklung des Seitenkammergehäuses der Videoinspektionssonde GeoKam. Hierzu gehört insbesondere die Lösung von Materialfragen und Fragen zu einer zuverlässigen Verbindungstechnik zwischen einem transparenten Keramikmaterial und der Nickel-Basislegierung Inconel® 718, um das Einsatzgebiet der Sonden in den interessantesten Bereich der Bohrungen in der tiefsten Teufe zu erweitern, wo Arbeits- und Umgebungsbedingungen besondere Herausforderungen darstellen. Zur Erfüllung der Inspektionsaufgabe gelten für alle Sonden der ZWERG Plattform folgende Anforderungen (Tabelle 1-1):

Tabelle 1-1 Auslegungskriterien für Bohrlochsonden auf Basis der ZWERG Plattform, insbesondere für ein Gehäuse mit Sichtfenstern; modifiziert nach [17, 19]

Anforderungen im Bohrloch	
Tiefe der Geothermiebohrung	- ≤ 5 km
Open-hole Durchmesser	- 8,5" (ca. 220 mm)
Max. Umgebungsdruck	- 60 N/mm ² (600 Bar)
Max. Umgebungstemperatur	- 200 °C
Inhaltsstoffe des Thermalwassers, standortspezifisch [15]	- Mineralien, feste Partikel: Kalk, MnO ₂ , Fe(OH) ₂ , Metalle - Salzgehalt: 1 - 300 g/l - pH-Wert: sauer oder basisch je nach Gestein - Gelöste Gase: CO ₂ , H ₂ S, CH ₄
Bohrlochwand	- Gestein, Verrohrung aus Metall

Anforderungen an die Sonde	
Außendurchmesser Gehäuse	- ≤ 95 mm
Einsatzdauer der Sonde je Einsatz	- 8 h
Blickwinkel	- Komplette Sicht der Bohrlochwand
Sichtverhältnisse	- Beleuchtung erforderlich
Transmission der Sichtfenster	- > 80 %
Kompatibilität	- Integrierbar in ZWERG
Metallischer Werkstoff	- Inconel® 718
Transparentwerkstoff	- Perlucor®; MgAl ₂ O ₄

1.3 Struktur der Arbeit

Zur Erreichung der genannten Ziele gilt es, mehreren Herausforderungen zu begegnen. Beginnend mit dem aktuellen Stand der Forschung und Technik in Kapitel 2, wird insbesondere auf die Entwicklung von Videoinspektionssonden, auf die in der Tiefen-Geothermie verwendeten metallischen und keramischen Werkstoffe, auf den Verbund der artungleichen Werkstoffe Metall und Keramik mit Hilfe des Aktivlötens sowie auf die Auslegung des Verbundes auf Basis unterschiedlicher Berechnungsmodelle eingegangen. In Kapitel 3 werden anschließend die Überlegungen zur Lösung des Problems unter Berücksichtigung der Designanforderungen aus der Systemplattform-ZWERG und Randbedingungen aus der Tiefen-Geothermie als auch der erarbeitete Lösungsansatz vorgestellt. Eine Designstudie zum Seitenkameragehäuse im Bereich der Sichtfenster, d.h. von der Modellierung bis zur Analyse und spannungstechnischen Optimierung des Verbundes durch Simulationsrechnungen (FEM & STAU), wird in Kapitel 4 vorgestellt. In Kapitel 5 werden der Aktivlotprozess und die entwickelte Verfahrenstechnologie zur Herstellung des Verbundes bestehend aus PerLucor®, Inconel® 718 und Incusil™ ABA beschrieben. Für die technische Umsetzung des Verbundes werden hierzu vier Lösungsvarianten aufgezeigt. Die experimentellen Ergebnisse auf Grundlage der Simulationsberechnungen und der vier Lösungsvarianten aus den Kapiteln 4 und 5 werden in Kapitel 6 vorgestellt. Die Ergebnisse aus Kapitel 6 bilden für das anschließende Kapitel 7 die entsprechende Diskussionsgrundlage. Neben der Verifizierung und Optimierung des Designs durch Simulationsberechnungen, der Verbindungs- und Verfahrenstechnologie, der experimentellen Absicherung der analytischen Ergebnisse, wird auch der Transfer des Lösungsansatzes auf das anwendungsbezogene Problem diskutiert. In Kapitel 8 werden schlussendlich eine Zusammenfassung der Arbeit sowie eine Schlussfolgerung vorgestellt.

2 Stand der Forschung und Technik

2.1 Entwicklung von Videoinspektionssonden

Die Entwicklungen von Bohrlochsonden, speziell für den Einsatz in der Tiefegeothermie, basieren überwiegend auf dem Know-how aus der Erdöl- und Gasindustrie [16]. Hier bietet die Geothermie einen neuen Markt, um die bisherigen Bohrlochtools anderweitig, innovativ einzusetzen. Jedoch müssen die kommerziell verfügbaren Bohrlochsonden auf die neuen Gegebenheiten hin optimiert werden, um der Inspektionsaufgabe gerecht zu werden. Bei einer Videoinspektionssonde ist eine Optimierung zu höheren Temperaturen und Drücken besonders schwierig. Es gibt z.B. nur eine geringe Auswahl an Aktoren und Sensoren für Einsatztemperaturen über 125 °C. Die bestehenden Komponenten entstammen überwiegend aus dem Militärbereich oder aus der Automobilbranche, wo hitzebeständige Bauteile in heißen Bereichen wie Motoren eingesetzt werden. So gibt es z.B. sehr wenige Kamerasensoren, die von ihrer Größe, Leistung und max. Betriebstemperatur für Videoinspektionssonden in Frage kommen. Die Einsatztemperatur solcher Kamerachips liegt im Bereich zwischen 105 °C bis 125 °C [20–22]. Sie können ohne entsprechende Kühlung nur für kurze Zeit im heißen Bereich bis 200 °C in Betrieb genommen werden. Für eine Verlängerung der Einsatzzeit werden spezielle Hochtemperatur-De-wargefäße und/oder Dämmmaterialien sowie Wärmesenken, z.B. in Form von Phasenwechsel-Materialien (PCM), eingesetzt. In Tabelle 2-1 sind einige der auf dem Markt verfügbaren Videoinspektionssonden mit ihren maximalen Einsatztemperaturen und –drücken aufgelistet. Die meisten Videoinspektionssonden können bei einer maximalen Umgebungstemperatur von 177 °C (350 °F) und Druck von 103,4 N/mm² (15000 psi) laut Herstellerangaben eingesetzt werden. Eine Ausnahme ist hier die Sonde Big Boy der Firma Hitwell, die bis maximal 204 °C (400 °F) und 69 N/mm² (10000 psi) eingesetzt werden kann. Der Hersteller begrenzt jedoch die Betriebszeit auf vier Stunden und weist

darauf hin, dass die Aufnahmequalität bei solch hohen Temperaturen deutlich abnimmt. Inwieweit die aufgelisteten Kamerasonden tatsächlich unter den angegebenen Bedingungen eingesetzt werden können, wird von den Herstellern und Servicedienstleistern aus Wettbewerbsgründen nicht veröffentlicht und kann somit nicht verifiziert werden.

Tabelle 2-1 Unterschiedliche Videoinspektionssonden mit ihren maximalen Einsatzbedingungen [23–29]

Bezeichnung	Hersteller	Max. Einsatzbedingungen	
		Temperatur	Druck
HawkEye III	EXPRO	177 °C	103,4 N/mm ²
EyeDeal™	Halliburton	177 °C	103,4 N/mm ²
KATEYE™	KATWELL	150 °C	103,4 N/mm ²
OptEye	Zerlux	177 °C	69 N/mm ²
WellCAM®	Vision iO	125 °C	103,4 N/mm ²
Big Boy	Hitwell	204 °C	69 N/mm ²
Optis™	EVCAM	177 °C	103,4 N/mm ²

Damit die hohen Einsatztemperaturen im Betrieb die wärmesensiblen Aktoren und Sensoren nicht überhitzen, ist eine effiziente Wärmedämmung erforderlich. Die Anforderungen an diese Dämmungen sind sehr hoch, da sie unter anderem hohen Temperaturgradienten ausgesetzt sind, nur einen geringen Bauraum in Anspruch nehmen dürfen und hervorragende Dämmeigenschaften aufweisen müssen. Diese Voraussetzungen erfüllen Dewar-Gefäße. Sie können sowohl aus Stahl oder im Bereich der Kamera auch aus Glas hergestellt werden. Diese hervorragenden Eigenschaften können jedoch im Bereich der Kamera, wo eine freie Sicht von der Kamera auf die Bohrlochwand benötigt wird, nur bedingt erfüllt werden. Im Bereich der Sichtfenster besteht lediglich eine Dämmung gegen Wärmeleitung und -konvektion, jedoch nicht oder eingeschränkt gegen Wärmestrahlung. Jede Reflektionsschicht zwischen Kamera und Bohrlochwand würde sich negativ auf die Aufnahmequalität des Kamerasensors auswirken und ist nicht erwünscht. Dies zwingt die Hersteller die Anzahl an Sichtfenstern gering zu halten und diese nur so groß wie nötig auszuliegen, um den Wärmeeintrag gering zu halten und somit die Betriebsdauer zu verlängern. Dies zeigt sich auch bei den Kamerasonden aus Tabelle 2-1 bei

denen nur eine Kamera im Frontbereich mit einem Sichtfenster von maximal 50 mm Durchmesser verwendet wird.

Neben den genannten Videoinspektionssonden gibt es auch Sonden, deren Details nicht veröffentlicht werden. Hier ist ein Blick auf bestehende Patente ganz aufschlussreich.

In Tabelle 2-2 sind eine Reihe an Patenten mit dem Schwerpunkt auf Kamerasonden aufgeführt. In den unterschiedlichen Patenten werden meistens flache Sichtfenster in Form einer Ronde offenbart und beansprucht. Lediglich ein Patent offenbart Sichtfenster in Form eines Fischauges. Hierbei ist es jedoch wichtig zu erwähnen, dass in keinem der vorliegenden Patente ein bestimmter Temperatur- oder Druckbereich offenbart und beansprucht wird. Somit kann nur eine vage Aussage bezüglich der Einsatzbedingungen dieser Videoinspektionssonden gemacht werden. Eine wichtige Feststellung ist jedoch, dass in den Zeichnungen der Patente ein Verbund zwischen dem Metallgehäuse und dem Sichtfenster mittels O-Ringen ausgeführt ist und die dichtenden Flächen planar gestaltet sind.

Tabelle 2-2 Patente über optische Bohrlochsonden, insbesondere mit Schwerpunkt auf das Gehäuse mit Sichtfenstern und deren Fenstergeometrie [30–36]

Art der Sonde	Patent-Nr.	Geometrie der Sichtfenster	
		Frontfenster	Seitenfenster
Kamera	EP 0 846 840 B1	Fischauge	Fischauge
Kamera	DE 10 2012 103 960 B4	Ronde	-
Kamera	US 6,115,061 A	-	Ronde
Kamera	EP 1 301 687 B1	Ronde	-
Strahlungsdetektor	WO 2014/178938 A1	Ronde	-
Kamera	GB 2500671 A	Ronde	Ronde
Kamera	WO 2012/066309 A1	Ronde	-

Generell beschreibt der aktuelle Stand der Technik die Realisierung eines zuverlässigen Verbundes zwischen einem Sichtfenster und einem Metallgehäuse im Bereich der Frontkamera. Ein flaches Sichtfenster in Form einer Ronde wird in einem Metallrahmen, meistens das SONDENGEHÄUSE, mittels Kraft- oder Formschluss abgedichtet und fest fixiert. Häufig werden O-Ringe aus Fluor-

Kautschuk (Viton®, Fluorel® oder Technoflon®) oder aus modifiziertem Fluor-Kautschuk (Viton®Extreme oder Aflas®) verwendet. Diese sind sehr resistent gegenüber heißen und aggressiven Medien (H_2S , Heißwasser, Öle etc.) wie sie in der Tiefengeothermie vorzufinden sind. Lediglich die Kombination aus heißer, aggressiver Umgebung gepaart mit hohem Druck bringt diese Werkstoffe an ihre Grenzen, sodass bereits nach einer kurzen Einsatzzeit ein Austausch erforderlich ist. Für die O-Ringe Viton®Extreme und Aflas® garantieren die Hersteller lediglich eine maximale Einsatztemperatur von bis zu 200 °C ohne Angaben zu Maximaldrücken.

Die technische Umsetzung einer Seitenkamera erweist sich im Vergleich zur Frontkamera als technisch anspruchsvoller.

Das ist auf mehrere Ursachen zurückzuführen. Abbildung 2-1 zeigt schematisch den Querschnitt einer Videoinspektionssonde mit flachen Sichtfenstern im Bereich der Seitenkamera. Die Kamera ist bei dieser Konstruktion parallel zur Sondenachse eingebaut und mit Hilfe eines Spiegels ist die Sicht auf die Bohrlochwand gerichtet. Bei dieser Konstruktion liegt der Vorteil in der Verwendung relativ großer Objektive für eine qualitativ hohe Aufnahme. Jedoch wird durch den Einsatz eines flachen Sichtfensters der effektive, zur Verfügung stehende Bauraum reduziert. Es können nur kleinere Kameraobjektive und –sensoren eingesetzt werden, was zu einer Verkleinerung des Blickwinkels führt. Wegen der zylindrischen Form der Glas-Dewargefäße entsteht außerdem ein Totvolumen und kostbarer Bauraum geht verloren. [37]

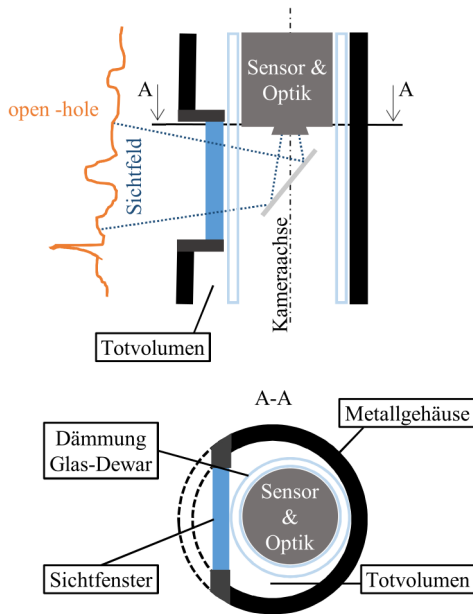


Abbildung 2-1 Schematische Darstellung des Querschnitts (A-A) einer Videoinspektionssonde im Bereich der Seitenfenster mit flachen Sichtfenstern; effektiver Bauraum für Sensoren und Optik hängt direkt mit der Fenstergeometrie zusammen; modifiziert nach [37]

Damit mit einer Seitenkamera ein Rundumblick und somit die gesamte Aufnahme der Bohrlochwand aufgenommen werden kann, ist es erforderlich, dass entweder das Sondengehäuse oder das Kamerasystem im Inneren einer Sonde drehbar ist. Beide Systeme sind mehr oder weniger technisch umsetzbar, müssen jedoch nach bestehenden ATEX-Richtlinien 94/4/EG (**AT**mosphäres **Ex**plosibles) [38] der Europäischen Union, die für *Geräte und Schutzsysteme zur bestimmungsgemäßen Verwendung in explosionsgefährdeten Bereichen* gilt, ausgelegt werden. Eine Sonde muss demnach in explosionsgefährdeten Bereichen so ausgelegt werden, dass keine potenziellen Zündquellen von ihr ausgehen können, die zur Zündung instabiler Gase oder Fluide in einer Geothermiebohrung führen könnten. Ein Kameragehäuse mit Drehgelenk stellt unter den Umgebungsbedingungen in der Geothermie ein dynamisches Bauteil

dar und damit vor allem bei Verwendung von O-Ringen eine kritische Komponente und unterliegt besonderen Auslegungsregeln nach den Normen DIN EN 50495 [39] und DIN EN 60079-0/1 [40]. Beide Normen setzen die Europäischen ATEX-Richtlinien in deutsches Recht durch die Explosionsschutzverordnung (11. ProdSV) [41] um. Ein Kameragehäuse ohne Drehgelenk ist nach den genannten Normen sicherer und technisch einfacher umzusetzen, sofern die eingesetzten Werkstoffe wie O-Ringe die Anforderungen erfüllen [42]. Außerdem fordern die erwähnten Normen, besonders beim Verbund eines Metallgehäuses mit einem Sichtfenster mittels O-Ring eine bestimmte Überlappung des Metallgehäuses über dem Sichtfenster unter Einhaltung einer maximalen Spaltbreite, siehe Abbildung 2-2.

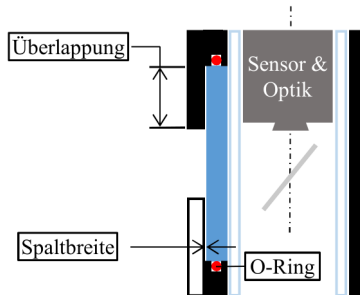


Abbildung 2-2 Schematische Darstellung zur Auslegung der Spaltbreite und Überlappung des Metallgehäuses im Bereich der Seitenkamera unter Berücksichtigung der geltenden Normen; modifiziert nach [37]

Ein weiterer Nachteil von flachen Sichtfenstern ist, dass mehrere Sichtfenster am Gehäuseumfang platziert sein müssten und damit der effektive Bauraum auf ein Minimum reduziert wird. Um eine gewünschte Rundumerfassung zu ermöglichen, wären mehrere Seitenkameras nötig, was aus Platzgründen nahezu ausgeschlossen ist.

Ein weiterer, nicht zu vernachlässigender Gesichtspunkt, der gegen den Einsatz einer Seitenkamera spricht, sind störende Reflexionen, die durch die innenliegende Beleuchtung einer Sonde erzeugt werden. Um dieses Problem zu umgehen, wird derzeit die Kamerabeleuchtung bis zu einer Umgebungs-

temperatur von 175 °C außerhalb der Bohrlochsonde, im nichtgekühlten Bereich der in Tabelle 2-1 aufgeführten Sonden montiert. Störende Reflexionen können dadurch auf ein Minimum reduziert und die Leuchtmittel relativ leicht ersetzt werden. Als Leuchtmittel werden unter anderem High End LEDs (lichtemittierende Dioden) der Firma Osram (Osolon® Black Flat, [43]) mit einer maximalen Einsatztemperatur von bis zu 175 °C eingesetzt. Ab Temperaturen von 175 °C kann jedoch ein zuverlässiger Einsatz der Leuchtmittel nicht gewährleistet werden, sodass bei einem Ausfall der außenliegenden Beleuchtung auf eine innenliegende Beleuchtung, die hinter den Sichtfenstern innerhalb der Sonde sitzt, zurückgegriffen werden muss [44]. Die Auswirkungen solcher Reflexionen, verursacht durch eine innenliegende Beleuchtung und die Verwendung eines flachen Sichtfensters, sind in Abbildung 2-3 deutlich zu sehen. Außerdem ist die Platzierung einer Seitenkammerbeleuchtung wegen des begrenzten Sonden-Außendurchmessers, der zylindrischen Gehäusegeometrie, der geringen Gehäusewandstärke und der elektrischen Durchkontaktierung in diesem Bereich mit einem sehr hohen technischen Aufwand verbunden.

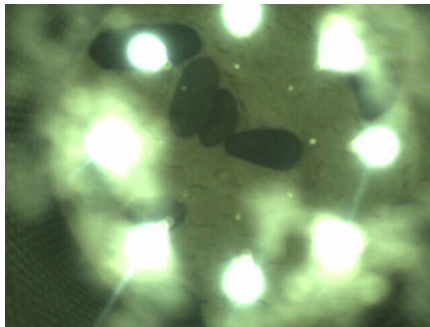


Abbildung 2-3 Kameraaufnahme einer Videoinspektionssonde mit flachem Sichtfenster; flache Sichtfenster erzeugen störende Reflexionen durch die Kamerabeleuchtung im Sondeninneren

Die genannten Herausforderungen, die es bei der Entwicklung eines Seitenkammergehäuses, insbesondere unter Beachtung des Verbundes zwischen Gehäuse und Sichtfenster für extreme Umgebungsbedingungen wie sie in der Zielsetzung gefordert werden, zu beachten gilt, geben zu verstehen, weshalb

nach aktuellem Stand der Technik Sondenhersteller derzeit auf den Einsatz einer Seitenkamera verzichten. Unter diesem Aspekt gilt es eine praktikable Lösung zum bestehenden Problem zu erarbeiten, was im Rahmen der vorliegenden Arbeit mit der Entwicklung eines Seitenkameragehäuses für die Videoinspektionssonde GeoKam realisiert wird.

2.1.1 Systemplattform für Bohrlochwerkzeuge

Mit der Entwicklung der ZWERG Systemplattform können in Zukunft eine Reihe offener, wichtiger Fragen aus den tiefsten Teufen einer Geothermiebohrung beantwortet werden. Ziel dieser Plattform ist die Entwicklung unterschiedlicher Bohrlochwerkzeuge/ -sonden, die auf dieselben standardisierten Komponenten basieren und so eine schnelle und kostengünstige Möglichkeit bieten die Geothermie ein Stück sicherer zu machen. Die unterschiedlichen Tools müssen in extremen Umgebungsbedingungen (siehe Tabelle 1-1) einsetzbar sein und bei Bedarf auch mechanische Tätigkeiten wie eine Reparatur oder Abtastung der Bohrlochwand durchführen können. Um diesen Anforderungen gerecht zu werden, benötigen Bohrlochsonden eine Vielzahl an Komponenten, die bei jeder Sonde gleichermaßen gebraucht werden. Durch die Einführung gewisser Standards und einem modularen Aufbau dieser „Basis“-Komponenten können sie universell für jede Art von Sonden verwendet werden und müssen nicht individuell für jede Sonde neu entwickelt werden. Weiteres Potential liegt in der Verwendung von standardisierten Komponenten aus anderen Bereichen wie aus der Luft- und Raumfahrt oder Automobilbranche. Hier werden zum Teil Aktoren und Sensoren bei hohen Temperaturen eingesetzt, die auch für den Einsatz in der Geothermie geeignet sind. Allerdings ist die maximale Einsatztemperatur solcher Bauteile meist auf 125 °C begrenzt [45], sodass bei Verwendung in einer Geothermie-Bohrlochsonde es einer effizienten Dämmung sowie einer Kühlung, um akzeptable Einsatzzeiten zu realisieren, bedarf. Neben den Basis-Komponenten werden auch einsatzspezifische „Zusatz“-Komponenten wie im Falle der Videoinspektionssonde GeoKam für die Kameraeinheit entwickelt. Für diese gelten dieselben Anforderungen und setzen sich zum Teil auch aus Basis-Komponenten zusammen.

Einen schematischen Aufbau der Videoinspektionssonde GeoKam mit den unterschiedlichen Komponenten ist in Abbildung 2-4 zu sehen.

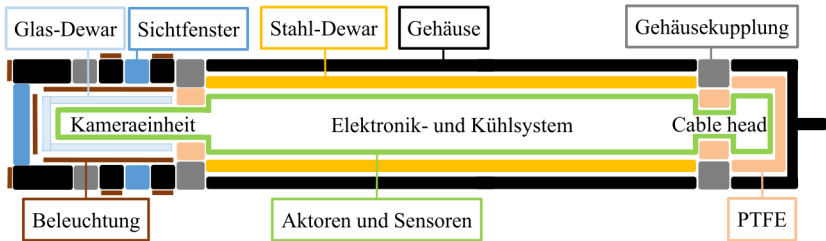


Abbildung 2-4 Schematische Darstellung des modularen Aufbaus der Videoinspektionssonde GeoKam; modifiziert nach [46]

Grob besteht die Sonde aus drei Einheiten, das Cable Head², das Elektronik- und Kühlsystem und die Kameraeinheit. Jede Einheit besteht wiederum aus einem Gehäuse, einer Dämmung sowie Aktoren und Sensoren. Mit speziellen Kupplungen können die einzelnen Einheiten zu einer Sonde miteinander verbunden werden. Die Sonde hat eine zylindrische Geometrie, sodass die einzelnen Komponenten wie das Gehäuse, die Dämmung und die unterschiedlichen Systeme aus Aktoren und Sensoren dementsprechend universell eingesetzt und relativ leicht als Sonde zusammengebaut werden können. Wiederum gibt es für jede Komponente gemeinsame Standards wie z.B. für das Gehäuse, das einen bestimmten Außen- und Innendurchmesser besitzt und aus einem bestimmten Werkstoff hergestellt wird.

2.1.2 GeoKam - Plattformbasierte Inspektionssonde

Die Weiterentwicklung der Kameraeinheit für GeoKam zur Realisierung der genannten erweiterten Ansprüche stellt wegen der Verwendung optischer, transparenter Werkstoffe eine besondere Herausforderung dar. Dies gilt

² Das Cable Head ist eine mechatronische Komponente, die mittels eines Gewindes mit der Sonde verschraubt wird und somit eine mechanische und elektrische Verbindung mit einer Wireline herstellt.

insbesondere für das Kameragehäuse mit seinen Sichtfenstern, das hohen Temperaturen, Drücken sowie Stößen mit der Verrohrung oder dem Gestein im Betrieb standhalten und zusätzlich Designstandards der ZWERG Plattform einhalten muss. Der Entwicklungsschwerpunkt für das Kameragehäuse der GeoKam liegt hierbei, wie bereits beschrieben, auf der Entwicklung des Seitenkameragehäuses.

Das aktuelle Seitenkameragehäuse ist in Abbildung 2-5 als Zusammenbau und in Einzelteile dargestellt. Es misst zusammengebaut eine Länge von circa 360 mm und hat einen Innendurchmesser von 67 mm und Außendurchmesser von 105 mm. Die einzelnen Komponenten wie Gehäusekupplung, Fensterrahmen, Sichtfenster und Verbinder sind zylindrisch und werden mit O-Ringe aus Viton® zu einem dichten Verbund zusammenbaut. Das Metallgehäuse (Kupplung, Fensterrahmen, Verbinder) ist aus der Nickelbasis-Superlegierung Inconel® 718 und die Seitenfenster sind aus der Transparentkeramik Perlucor® ($MgAl_2O_4$) hergestellt.

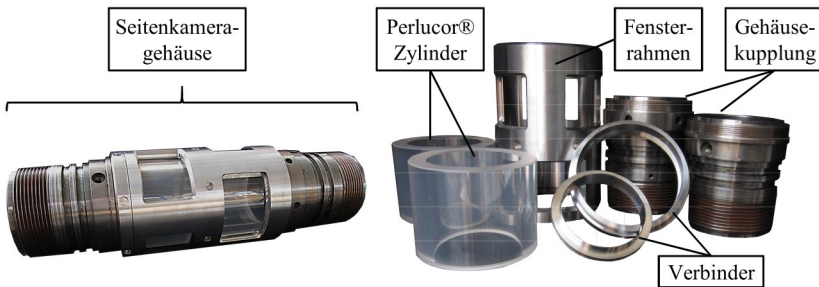


Abbildung 2-5 Seitenkameragehäuse aus Inconel® 718 und Perlucor® der Videoinspektionssonde GeoKam (165 °C, 480 bar); Zusammenbau des Gehäuses und Einzelteile des Gehäuses (v. l. n. r.)

Damit bei diesem Design eine komplette Inspektion der Bohrlochwand (360° Blick um die Sondenachse) möglich ist, werden zwei Kameras mit je einem Sensor und Objektiv benötigt. Bei einem erforderlichen Innendurchmesser von 67 mm und eine Beschränkung des Außendurchmessers auf 95 mm ergibt sich für die zylindrischen Bauteile eine maximale Wandstärke von 14 mm.

Untersuchungen des Perlucor® Herstellers (CeramTec ETEC GmbH) haben ergeben, dass bei der verwendeten zylindrischen Geometrie und unter Berücksichtigung des Herstellungsprozesses der Sichtfenster sowie der Anforderungen aus der ZWERG Plattform, eine minimale Wandstärke von 12 mm und maximale Höhe von 70 mm einzuhalten ist. Außerdem empfiehlt der Hersteller aus Gründen der Endbearbeitung (Bohren, Schleifen, Polieren) der Sichtfenster und der hydrostatischen Belastung im Betrieb eine zylindrische Form. Die Auslegung des Sichtfensters beruhend auf Erfahrungen und empirischer Berechnungen der Firma CeramTec ETEC GmbH konnte in einem Autoklav zusätzlich verifiziert werden. Der Druck- und Temperaturverlauf des Autoklaventests sowie das Testobjekt werden in Abbildung 2-6 gezeigt [46]. Außerdem konnte mit den Autoklaventests die Annahme bestätigt werden, dass für Temperaturen um 200 °C und 60 N/mm² (600 bar) Druck, O-Ringe sich irreversibel deformieren und nach jedem Versuch ausgetauscht werden müssen. Für das Gehäuse aus Inconel® 718 wird eine Mindestwandstärke nach Druckgeräterichtlinie AD-2000, B6 (2006) [47] von mindestens 7,3 mm (bei 95 mm Außendurchmesser und 2 m Länge) vorgeschrieben, sodass für Sonden auf Basis von ZWERG eine Mindestwandstärke von 8 mm als Standard festgelegt wird [48].

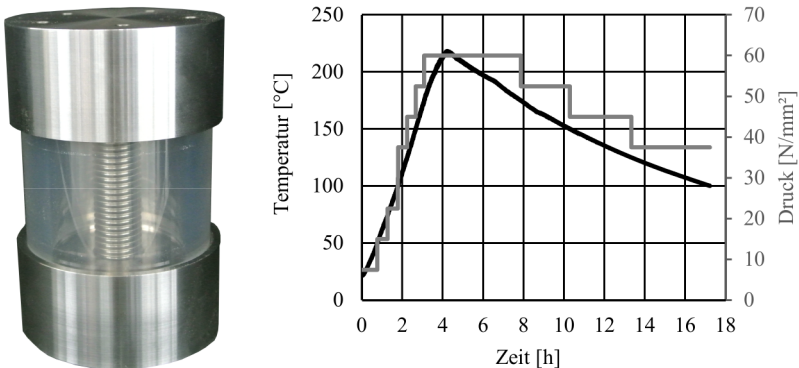


Abbildung 2-6 Autoklaventest unter Einsatzbedingungen von ca. 200 °C und 60 N/mm²; Testobjekt aus Inconel® 718, Viton® O-Ringe und Perlucor® Sichtfenster, Diagramm zu Temperatur- und Druckverlauf über die Zeit (v. l. n. r.) [46]

Mit einem Außendurchmesser von 105 mm des Seitenkameragehäuses wird mit dem aktuellen Design die gesetzte Anforderung von maximal 95 mm nicht erreicht. Der Grund hierfür liegt in der Verwendung von O-Ringen, die eine stärkere Wandung des Gehäuses wegen den erforderlichen Verschraubungen zum Verspannen der einzelnen Komponenten benötigt. Hierbei werden zwei PerLucor® Zylinder zwischen zwei Gehäusekupplungen mittels eines Rahmens mit O-Ringen zu einem dichten und druckfesten Verbund verschraubt (siehe Abbildung 2-5). Wegen des Fensterrahmens ist folglich ein Rundumblick ohne störendem Gehäuse im Bild und eine vollständige Inspektion der Bohrlochwand nicht möglich. Dies wird nur durch ein weiteres Sichtfenster und zusätzlicher Kamera erreicht, weshalb bei dieser Konstruktion zwei PerLucor® Zylinder benötigt werden. Das zusätzliche Sichtfenster führt auch zu weiteren Nachteilen wie z.B. einen höheren Wärmeeintrag oder eine höhere Versagenswahrscheinlichkeit des Seitenkameragehäuses.

Derzeit sind die Einsatzbedingungen für die GeoKam auf 165 °C und 48 N/mm² begrenzt. Nur so kann ein zuverlässiger Betrieb gewährleistet werden. Für eine Optimierung des Seitenkameragehäuses hinsichtlich der Erweiterung des Einsatzbereiches sind jedoch folgende Restriktionen zu berücksichtigen:

- Die zur Verfügung stehenden PerLucor® Zylinder haben einen Außendurchmesser von 91 mm und Innendurchmesser von 67 mm. Eine maximale Höhe von 70 mm kann hergestellt werden.
- Eine minimale Wandstärke von 8 mm für einen Inconel® 718 Zylinder ist ZWERG Standard.
- Ein Verbund mit O-Ringen scheidet aus den genannten Gründen aus.
- Die Anzahl an Sichtfenstern ist wegen eines hohen Wärmeeintrags auf ein Minimum zu reduzieren.
- Das Gehäuse besitzt kein Drehgelenk und ein Rundumblick wird durch Drehen der Kamera im Inneren der Sonde erreicht.
- Der Innendurchmesser des Seitenkameragehäuses muss mindestens 67 mm betragen und der Außendurchmesser darf höchstens 95 mm sein.

2.2 Werkstoffe für Bohrlochsonden

Der Wärmetransport aus den tiefsten Teufen einer Geothermiebohrung wird, ob es sich um ein hydrothermales- oder petrothermales System handelt, über das natürlich vorhandene oder über ein zugeführtes Fluid vorgenommen. Diese Fluide können Schäden an den eingesetzten Werkstoffen hervorrufen. Meist liegen die zirkulierenden Fluide hoch mineralisiert und gasreich bei hohen Temperaturen und Drücken vor (siehe Tabelle 1-1). Das kann zu Korrosions-, Erosions- und Lösungsprozessen mit Beschädigungen der Werkstoffe führen [49, 50]. Somit muss den eingesetzten Werkstoffen besondere Beachtung geschenkt werden, da diese die hohen Anforderungen erfüllen müssen und maßgeblich den Lebenszyklus einer Geothermieanlage bestimmen. Die eingesetzten Bohrlochtools sind davon gleichermaßen betroffen, da sie von wenigen Stunden bis Monate für Langzeituntersuchungen im Bohrloch verbleiben und dem heißen, korrosiven Thermalwasser unter hohem Druck ausgesetzt sind. Für die Entwicklung von Bohrlochsonden spielen allerdings auch andere Werkstoffeigenschaften eine besondere Rolle. Für die Auswahl von Werkstoffen, insbesondere für das Seitenkameragehäuse der GeoKam müssen folgende Kriterien erfüllt sein:

- Hohe Festigkeit und Steifigkeit der Gehäusewerkstoffe bei hohen Temperaturen für eine dünnwandige Auslegung des Designs.
- Korrosionsbeständigkeit der Werkstoffe gegen Thermalwässer für einen langen Sonden-Lebenszyklus.
- Bearbeitbarkeit der Werkstoffe für komplexe Geometrien.
- Passende Materialpaarung zwischen Gehäuse und Sichtfenster für einen hochbelastbaren Verbund.
- Hohe optische Transparenz der Sichtfenster auch bei dicken Wandstärken.
- Verfügbarkeit der Werkstoffe in der erforderlichen Geometrie.

Bei der Auswahl der Werkstoffe sind diese Randbedingungen zu berücksichtigen und hinsichtlich der Anforderungen ein Optimum zu finden.

Für die genannten Anforderungen kommen für ein Sondengehäuse nur spezielle Werkstoffe wie Nickelbasis-Legierungen wegen ihrer hohen thermo-mechanischen Festigkeiten und sehr guten Korrosionsbeständigkeit in Betracht [51, 52]. In diversen Forschungsarbeiten wird insbesondere die Legierung Inconel® 718 für den Einsatz in heißen, aggressiven Fluiden wie Thermalwässern empfohlen [53]. Der Werkstoff besitzt und entwickelt unter H_2S und CO_2 eine stabile Passivierungsschicht (u.a. FeCO_3 , Cr_2O_3 , MoO_2) und weist eine sehr gute Korrosionsbeständigkeit auf [54, 55]. Dies konnte auch in einer salinen Lösung (25 Gew.-% NaCl) mit CO_2 bei einer Umgebungstemperatur von 205 °C und –druck von 11,6 N/mm² unter Bildung einer stabilen Passivierungsschicht aus FeCO_3 auf der Probenoberfläche nachgewiesen werden [56]. Die hervorragende Korrosionsbeständigkeit gegenüber Thermalwässern gepaart mit hohen thermo-mechanischen Eigenschaften sind der Grund für eine bevorzugte Verwendung des Werkstoffes Inconel® 718 für Geothermie-Bohrlochsonden in der Praxis [57, 58]. Außerdem wird dieser Werkstoff vermehrt im Turbinen- und Kraftwerksbau und in der Luft- und Raumfahrt gebraucht, sodass eine fundierte Datenbasis der Materialeigenschaften, viele Standards (Normen, etc.) und in unterschiedlichen Abmessungen und Formen Halbzeuge zur Verfügung stehen.

Neben dem Gehäuse werden auch hochbelastbare transparente Werkstoffe für die Seitenfenster des Kameragehäuses benötigt. Die zuvor genannten Anforderungen grenzen auch hier die Materialauswahl ein. Geeignete Werkstoffe lassen sich jedoch in anderen Bereichen, mit ähnlichen hohen Anforderungen wie in der Luft- und Raumfahrt oder der Rüstungsindustrie finden. In der Vergangenheit sind hier bevorzugt hoch SiO_2 -haltige Gläser eingesetzt, die seit einiger Zeit aufgrund besserer Werkstoffeigenschaften und geringerer Dichte durch kristalline Keramiken ersetzt worden [59]. Unter den transparenten Hochleistungskeramiken haben sich die drei Werkstoffe Aluminiumoxynitrid-Spinell ($\text{Al}_{23}\text{O}_{27}\text{N}_5$, polykristallin), Einkristall-Aluminiumoxid (Al_2O_3 , Saphir) und Magnesiumaluminat-Spinell (MgAl_2O_4 , polykristallin) etabliert [60]. Am häufigsten wird Saphir als Sichtfenster für Bohrlochsonden verwendet. Saphir ist der ausgereifteste transparente Werkstoff und wird von vielen Herstellern angeboten. Die Verwendung von Saphir eignet sich jedoch, dem Herstellungsprozess geschuldet, nur für kleine Volumina wie flache Sichtfenster. Die

Herstellung komplexer Geometrien mit großen Volumina ist nur unter erheblichen Aufwand möglich, weshalb hier bevorzugt polykristalline Keramiken eingesetzt werden. Die mechanischen Eigenschaften dieser Materialien übertreffen zum Teil die des Saphirs [61–63], weisen eine exzellente chemische Beständigkeit bei Temperaturen bis 1600 °C auf und sind für einen Einsatz in der Tiefengeothermie sehr gut geeignet.

Unter Beachtung der zuvor genannten Vor- und Nachteile der einzelnen Werkstoffe sowie der Anforderungen basierend auf der ZWERG Systemplattform, stehen für die Entwicklung eines optimierten Seitenkameragehäuses die Nickelbasis-Superlegierung Inconel®718 im lösungsgeglühten Zustand für das Gehäuse und der Magnesiumaluminat-Spinell (MgAl_2O_4) für die Sichtfenster zur Verfügung. Der Magnesiumaluminat-Spinell (MgAl_2O_4) mit dem Handelsnamen PerLucor® stammt von der Firma CeramTec ETEC GmbH. Die hier vorliegenden Materialdaten bilden die Basis für die Auslegung des Verbundes. Inconel® 718 stammt von der Firma Special Metals Co. und entspricht der Spezifikation UNS N07718 / W.-Nr. 2.4668.

2.2.1 Nickelbasis-Superlegierung Inconel® 718

Der Werkstoff Inconel® 718 (W.-Nr.: 2.4668) ist eine Nickel-Chrom-Eisen-Legierung mit wesentlichen Anteilen an Niob und Molybdän sowie geringeren Anteilen an Titan und Aluminium. Die chemische Zusammensetzung kann je nach Hersteller und Einsatzanforderungen leicht variieren. Der für die Entwicklung des Seitenkameragehäuses untersuchte Nickelbasis-Superlegierung Inconel® 718 ist in Tabelle 2-3 aufgeführt.

Tabelle 2-3 Chemische Zusammensetzung der Legierung Inconel® 718 (UNS N07717, W.-Nr.:2.4668) nach Abnahmeprüfzeugnis 3.1 [64]

Inconel® 718	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Ti	Al	Co
Gewicht - %	53,62	18,44	17,86	5,01	2,89	0,93	0,58	0,18
	Si	Mn	Cu	C	P	B	S	
	0,1	0,07	0,06	0,03	0,008	0,002	0,001	

Die hohe Anzahl an Legierungselementen von Inconel® 718 machen das Gefüge komplex, das je nach Zusammensetzung und Wärmebehandlung aus einer kubisch-flächenzentrierten γ -Matrix mit γ' -, γ'' - und δ -Ausscheidungen sowie Karbiden, Nitriden und anderen Phasen, besteht. Die besonderen Werkstoffeigenschaften von Inconel® 718 werden folglich nicht nur durch eine bestimmte Legierungszusammensetzung erreicht, sondern auch durch eine gezielte Wärmebehandlung wie der Homogenisierungs-, Lösungsglüh- und Ausscheidungsprozess. Eine detaillierte Beschreibung über die Wirkung der einzelnen Legierungselementen in Nickelbasiswerkstoffen ist in [65] gegeben.

Die γ -Matrix

Den Hauptbestandteil der γ -Matrix bildet das austenitische Nickel (Ni) mit einer kubisch-flächenzentrierten Gitterstruktur. Mit wesentlichen Zusätzen der mischkristallverfestigenden Elementen Eisen (Fe) und Chrom (Cr) sind diese in der Matrix mit ähnlichen Atomradien gelöst (Kovalenz-Radius für Ni = 1,24 Å, Fe = 1,32 Å, Cr = 1,39 Å, Mo = 1,54 Å; [66]) [67, 68]. Durch die Zugabe von Niob (Nb = 1,64 Å), Titan (Ti = 1,6 Å) und Aluminium (Al = 1,21 Å) wird die Matrix beim Erstarren aus der Schmelze zusätzlich gedehnt (Substitutionsmischkristalle), sodass Verzerrungsenergie gespeichert wird und Versetzungsbewegungen im Kristallgitter behindert werden [69]. Bei entsprechender Wärmebehandlung, wird der thermisch aktivierbare Werkstoff wieder in einen energieärmeren Zustand überführt, sodass durch die drei Legierungselemente Nb, Ti und Al die festigkeitssteigernden Ausscheidungen γ' (Al, Ti) und γ'' (Nb) aus der γ -Matrix gebildet werden können. Die treibende Kraft für den Ausscheidungsmechanismus und der Bildung von Keimen entstammt vom Inconel® 718 selbst, der als übersättigter Mischkristall im Auslieferungszustand mit stochastisch verteilten Legierungselementen vorliegt [68].

Die γ' -Ausscheidung

Die γ' -Ausscheidung ist eine kohärente Entmischungszone ohne klare Grenze zur γ -Matrix [68]. Sie ist eine kubisch-flächenzentrierte Ordnungsphase und kristallisiert im $L1_2$ -Gittertyp mit der Stöchiometrie $Ni_3(Al, Ti)$ [70]. Im Vergleich zu anderen Nickelbasis-Werkstoffen, wo die intermetallische γ' -Ausscheidung aus dem γ -Wirtsgitter eine entscheidende Rolle bei der

Festigkeitssteigerung spielt, sind in Inconel® 718 nur wenig Al und Ti zugunsten von Nb zulegiert, sodass diese Phase einen geringen Einfluss auf die Werkstoffeigenschaften im ausgelagerten Zustand hat. Der Volumenanteil der γ' -Phase entspricht lediglich zwischen 2,5 bis 4 % je nach Wärmebehandlung und Legierungsanteilen [71].

Die γ'' -Ausscheidung

Die intermetallische γ'' -Ausscheidung ist eine tetragonal-raumzentrierte Ordnungsphase und kristallisiert im $D0_{22}$ -Gittertyp mit der Stöchiometrie Ni_3Nb [72, 73]. Diese Phase ist metastabil und scheidet sich ab einer Temperatur von circa 650 °C aus dem γ -Wirtsgitter aus. Die ausgebildete semikohärente Phase trägt maßgeblich zur Festigkeitssteigerung und Härtung von Inconel® 718 bei. Untersuchungen haben ergeben, dass auch Fe neben Nb eine wichtige Funktion bei der γ'' -Ausscheidung übernimmt. Ohne das Zulegieren von Eisen bildet sich auch bei hoher Nb-Konzentration bis 12 Gew.-% keine γ'' -Phase aus [65]. Die γ'' -Teilchen scheiden sich ellipsoidisch, scheibenförmig aus und haben eine scharfe Orientierung zur γ -Matrix [73]. Eine Festigkeitssteigerung beruht also nicht nur in der Ausscheidung an sich, sondern auch in der geringen Korngröße von mehreren Nanometern, deren Form und deren Zwillingfähigkeit [74]. Durch eine gezielte Wärmebehandlung können die festigkeitssteigernden Faktoren eingestellt werden, weshalb der γ'' -Phase eine große Bedeutung zugesprochen wird. Da sich diese Phase in einem metastabilen Zustand befindet, ist die maximale Einsatztemperatur und -dauer, wegen ihres Strebens nach dem thermodynamischen Gleichgewicht, begrenzt. Bei Temperaturen ab 700 °C und 100 h Einsatzzeit geht die metastabile γ'' -Phase z.B. in die stabile Gleichgewichtsphasen δ über, was eine Verschlechterung der Werkstoffeigenschaften mit sich bringt.

Die δ -, η - und σ -Phase

Die δ -Ausscheidung ist eine stabile Phase mit orthorhombischer Struktur und kristallisiert im $D0_a$ -Gittertyp mit der Stöchiometrie Ni_3Nb [74–76]. Sie wandelt sich bei einer Temperatur ab 650 °C und langer Haltezeit (> 1000 h) aus der metastabilen γ'' -Phase um und ist völlig inkohärent [77]. Die stabile δ -Phase fällt an Korn- und Zwillingsgrenzen oder intergranular mit einer

plattenförmigen oder globularen Morphologie aus [78]. Da γ'' und δ dieselbe chemische Zusammensetzung haben, kann das Wachstum der δ -Phase zum Nachteil der γ'' -Phase führen. Bei höheren Temperaturen zwischen 700 °C und 900 °C löst sich die γ'' -Ausscheidung sehr schnell in die δ -Phase um und führt zu einem Verlust der Härtebarkeit und Abnahme der Plastizität von Inconel® 718 [74, 79, 80]. Eine kontrollierte Ausfällung der δ -Phase an Korngrenzen führt jedoch auch zu einem positiven Effekt. Bei einem gewissen δ -Phasenanteil kann die Kerbempfindlichkeit reduziert und das Kornwachstumsverhalten während dem Lösungsglühprozess kontrolliert werden [76, 78].

Die η -Ausscheidung ist eine topologisch dichtgepackte Phase (TCP) mit hexagonaler $D0_{24}$ -Kristallstruktur mit der Stöchiometrie $Ni_3(Al, Ti)$, wobei hauptsächlich Ti als Ausscheidungsbildner fungiert [81]. Die η -Phase wandelt sich aus der γ' -Phase um und ist völlig inkohärent zur γ -Matrix. Die η -Teilchen scheiden sich lamellen- und/oder stabförmig aus, die eine verbundene Struktur innerhalb der Mikrostruktur bilden. Eine ausgeprägte Bildung der η -Phase ist jedoch durch die stabile γ' -Phase begrenzt und spielt erst im Temperaturbereich zwischen 1080 °C bis 1160 °C eine Rolle [82].

Die σ -Ausscheidung zählt wie die η -Ausscheidung zu den TCP Phasen mit dem Unterschied, dass diese zu negativem Werkstoffverhalten führt und deshalb nicht erwünscht ist. Sie besitzt eine komplexe tetragonal-raumzentrierte Kristallstruktur und bildet sich aus der γ -Matrix heraus [65, 83]. Die Ausscheidungskinetik ist eher träge und es sind relativ lange Betriebszeiten in einem gewissen Temperaturfenster für die Bildung nötig [84].

Die Karbide, Boride und Nitride

In Inconel® 718 sind verschiedenste Arten an Karbiden, Boriden und Nitriden vorzufinden. Sie sind von der Legierungszusammensetzung (Kohlenstoff, Bor und Stickstoff) und der Wärmebehandlung des Werkstoffes abhängig. Zu den bedeutendsten Karbiden zählen Monokarbide (MC) wie TiC und NbC, die bei bestimmten Temperaturen in eine stabilere Form übergehen und sich in Form von $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$; $MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma'$ und $M_6C \rightarrow M_{23}C_6$ bilden [85, 86]. Am häufigsten ist die Karbidform $M_{23}C_6$ vorzufinden, die auf $Cr_{23}C_6$ basiert, wobei Cr durch eine Vielzahl an Elementen mit hoher Kohlenstoff-

affinität substituiert werden kann [65, 87]. $M_{23}C_6$ tritt globular auf und scheidet sich gleichmäßig im Wirtsgitter und an den Korngrenzen aus. Eine gezielte Ausscheidung führt zu einer Verbesserung der Kriech- und Kriechrisseigenschaften sowie zu einer Behinderung des Korngrenzengleitens [65]. Die Karbidform M_6C basiert wiederum auf Mo und bildet sich mit hoher Temperaturstabilität nadelförmig an den Korngrenzen aus. Neben Karbiden treten als wichtiger Bestsandteil im Inconel® 718 auch Boride in Form von M_3B_2 mit tetragonaler Struktur auf. Diese haben eine Block- oder Halbmondform und scheiden sich an Korngrenzen aus [65]. Durch ihre Form und Härte haben diese ebenfalls eine positive Wirkung und behindern das Korngrenzengleiten. Auch Nitride sind in geringer Anzahl in Form von TiN mit kubischer Struktur in Inconel® 718 vorzufinden, die jedoch auf Verunreinigungen im Herstellungsprozess basieren [68, 84].

Wärmebehandlung von Inconel® 718

Die besonderen Materialeigenschaften von Inconel® 718 sind Grund für einen vielfältigen Einsatz des Werkstoffes. Entsprechend den Anforderungen können durch eine gezielte Wärmebehandlung geeignete Werkstoffeigenschaften je nach Einsatzart wie z.B. Härte, Festigkeit, Wärmestabilität oder Korrosionsbeständigkeit eingestellt werden. Die Wärmebehandlung erfolgt hierbei in einer bestimmten Reihenfolge, beginnend mit dem Homogenisieren, anschließendem Lösungsglühen und zuletzt dem Ausscheidungsglühen. Das entsprechende Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm (ZTA) von Inconel® 718 nach [88] mit den dazugehörigen Wärmebehandlungsprozessen ist in Abbildung 2-7 dargestellt.

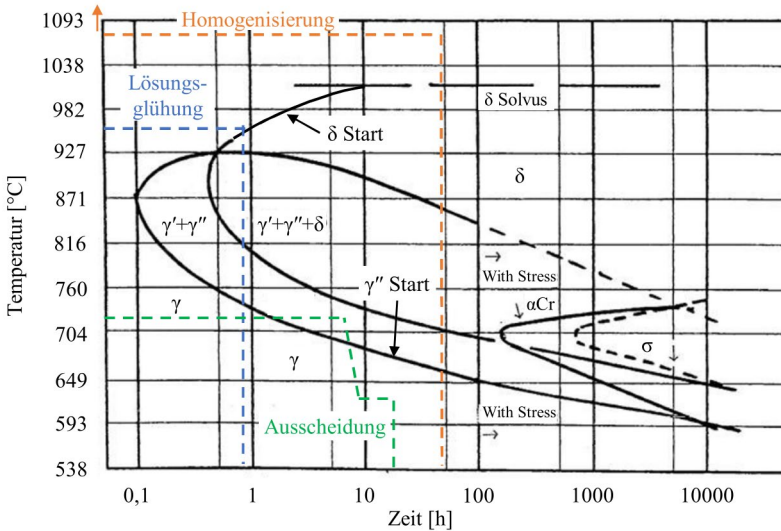


Abbildung 2-7 Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm (ZTA) von Inconel® 718, gültig für geschmiedete, kleine Proben nach [88], mit Lösungsglüh- und Ausscheidungsbehandlung für das Seitenkameragehäuse der GeoKam

Das Homogenisieren ist ein wichtiger Bestandteil der Wärmebehandlung von Inconel® 718 wegen seines hohen Anteils an Seigerungelementen wie Nb, Ti und Al. Dieser Schritt erfolgt zwischen den Umformzyklen beim Herstellungsprozess und mindert die Bildung von Nb- und Ti-Mikroseigerungen sowie die Auflösung von unerwünschten Phasen (δ , Laves) im Gussgefüge [65]. Eine Gefügehomoenisierung dauert bis zu 50 Stunden, wobei der Werkstoff langsam auf bis zu 1180 °C erwärmt wird [89].

Für den Lösungsglüh- und Ausscheidungsprozess gibt es verschiedene Bedingungen (Variation in Zeit und Temperatur) mit denen die Werkstoffeigenschaften eingestellt werden. Für die Anwendung des Werkstoffes im Bereich der Erdöl- und Gasindustrie oder der Tiefengeothermie hat sich folgende Wärmebehandlung für das Lösungs- und Ausscheidungsglügen als geeignet herausgestellt (siehe Abbildung 2-7):

- Lösungsglühen: 954 °C für 1 h;
Abschrecken in Wasser
- Ausscheidungsglühen: 718 °C für 8 h;
Innerhalb 2 h auf 621 °C abkühlen;
621 °C für 8 h;
Abkühlen an Luft

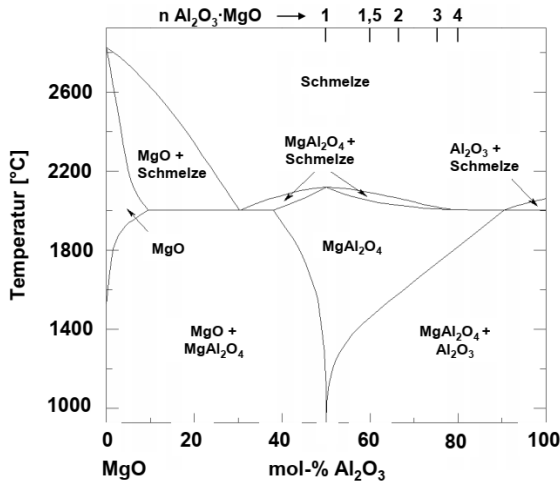
Das Lösungsglühen erfolgt bei einer Temperatur bei dem die primäre δ -Phase erhalten bleibt, aber sich unter anderem die beiden Phasen γ' und γ'' in der γ -Matrix lösen [68]. Durch das Abschrecken des Werkstoffes in Wasser, wird die γ' - und γ'' -Solvustemperatur unterschritten und der Werkstoff erstarrt in einem übersättigten Zustand. Durch das folgende Ausscheidungsglühen bei 718 °C diffundieren γ' und γ'' bildende Elemente aus der Matrix und die Übersättigung und folglich die Ausscheidungsrate nehmen langsam ab. Damit genügend γ'' -Anteil gebildet werden kann, wird ein weiterer Ausscheidungszyklus bei 621 °C durchgeführt. Durch den Temperaturunterschied zwischen den beiden Stufen wird die Übersättigung und Ausscheidungsrate wieder erhöht und die Phasen weiter ausgebildet [65], ohne dass sich die primäre δ -Phase aus der γ -Matrix ausscheidet. Mit der vorgestellten Wärmebehandlung wird je nach Zusammensetzung im Toleranzbereich ein Feinkorngefüge von ASTM 8 (16,8 – 23,8 μm), eine Härte von 460 HV, eine Dehngrenze $R_{p0,2}$ von 1030 N/mm² und Zugfestigkeit von 1280 N/mm² bei Raumtemperatur erreicht [64, 75].

2.2.2 Transparentkeramik PerLucor®

Der Hochleistungswerkstoff PerLucor® von der Firma CeramTec ETEC GmbH ist ein transparenter polykristalliner MgAl_2O_4 -Spinell. PerLucor® ist u.a. für ballistische Anwendungen entwickelt worden. Es verspricht eine hohe Härte (14 GPa; HV1), Festigkeit ($\sigma_0 = 268 \text{ N/mm}^2$; $m = 15$; 4-PBP) sowie Korrosionsbeständigkeit (<1600 °C, außer Flusssäure und grenzflächenaktive Metalle (Ti, Zr, Y, V, Nb, Cr) und besitzt auch bei dicken Wandstärken eine hohe Transmission im sichtbaren, UV- und IR-Bereich (Real-In-Line-Transmission

(RIT) $\geq 80\%$ [90]. Die hohe Transmission verdankt Perlucon® seiner kubischen Kristallstruktur, sodass keine Doppelbrechung besteht und auch im Zentimeterbereich der Werkstoff durchsichtig bleibt [91, 92]. Zur Erlangung der genannten Werkstoffeigenschaften bedarf es eines optimalen Herstellungsprozesses, da schon geringe Gefügeinhomogenitäten in Form von Poren oder Zweit- / Fremdphasen negative Auswirkungen auf die thermo-mechanischen Eigenschaften und Transmission der Bauteile haben [93, 94].

In Abbildung 2-8 ist das MgO-Al₂O₃-Phasendiagramm dargestellt, das einen einzigen einphasigen Bereich des MgAl₂O₄-Spinells aufweist. In diesem Bereich (Molverhältnis 1-MgO zu 1-Al₂O₃) besitzt der Spinell eine stabile kubisch-flächenzentrierte Phase und kristallisiert im Fd3m-Gittertyp, der ab circa 1000 °C mit steigender Temperatur zunimmt [95, 96]. Unterhalb von 1000 °C verschwindet die Löslichkeit zwischen MgO und Al₂O₃ und geht in eine stöchiometrische Verbindung (AB₂O₄) über. Eine zweite Phase bildet sich theoretisch demnach, wenn das Molverhältnis nur leicht abweicht. Mit einem optimierten Sinterprozess und einer speziellen Nachverdichtung durch Heißisostatisches Pressen (HIP) eines Bauteils, konnten auch überstöchiometrische Zusammensetzungen (n=2) phasenrein hergestellt werden [97]. Die Kristallstruktur des Spinells ist gekennzeichnet durch sein kubisch-dichtes Gitter aus Sauerstoffanionen (O²⁻), dessen Tetraederlücken zu einem Achtel von Magnesiumkationen (Mg²⁺) und dessen Oktaederlücken zur Hälfte von Aluminiumkationen (Al³⁺) besetzt sind [91].

Abbildung 2-8 MgO - Al₂O₃ Phasendiagramm aus [91]

Im Vergleich zu Metallen weist der Spinell ein anderes thermo-physikalisches Materialverhalten auf. Das Strukturgitter des Spinells mit seinen starken Ionenbindungen, wobei ein positiv geladenes Metallkation auf ein negativ geladenes Oxidation aufeinanderfolgt oder sich gegenübersteht, weist keine Möglichkeit zur plastischen Verformung auf. Eine Verschiebung der Ionen um einen Atomabstand untereinander hätte zur Folge, dass z.B. zwei Kationen sich gegenüberstehen und die abstoßenden Kräfte den Mischkristall zerstören. Das Versagensverhalten von Keramiken wird folglich nicht wie bei Metallen durch Versetzungen bestimmt, sondern durch Gefügeinhomogenitäten, Poren oder Risse. Durch die hohen Bindungskräfte sind diese Art von Werkstoffen jedoch sehr steif, sodass das Elastizitätsmodul in der Regel höher als bei Metallen liegt. Außerdem weisen Spinelle eine wesentlich höhere Druckfestigkeit als Zugfestigkeit auf und werden folglich vorzugsweise auf Druck belastet. Dieses Materialverhalten beruht auf der Tatsache, dass durch Druckspannungen Defekte wie Risse oder Poren geschlossen werden und Zugspannungen dazu führen, dass diese aufgeweitet und vergrößert werden bis es zum Versagen kommt. Ein weiterer Unterschied zwischen Metallen und Keramiken, liegt im unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten, der bei Keramiken meistens geringer ausfällt. Zum Vergleich: Perlucor® weist einen Wärmeaus-

dehnungskoeffizienten (20-200 °C) von $6,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und Inconel® 718 von $13,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ auf.

2.3 Herstellung von Metall-Keramik-Verbunden

Die zuvor beschriebenen Hochleistungswerkstoffe Inconel® 718 und Perluorcor® sind anhand ihrer besonderen Materialeigenschaften geeignete Werkstoffe für die Entwicklung eines Seitenkameragehäuses für die GeoKam, die den widrigen Umgebungsbedingungen in einer Tiefengeothermiebohrung gewachsen sind. Die Zuverlässigkeit des Seitenkameragehäuses hängt jedoch nicht nur von den einzelnen Werkstoffen ab, sondern ebenfalls vom Verbund beider. Einen bedeutenden Einfluss auf die Zuverlässigkeit eines Metall-Keramik-Verbundes hat deshalb die angewandte Verbindungstechnologie, die es erlaubt beide in der Art unterschiedlichen Werkstoffe zu verbinden. Die Herstellung eines sicheren und zuverlässigen Metall-Keramik-Verbundes für das Seitenkameragehäuse der GeoKam erweist sich in der Praxis als sehr komplex. Eine technische Umsetzung erfordert die Einhaltung der zuvor genannten Restriktionen sowie die Beantwortung offener Fragen bezüglich einer geeigneten Verbindungs- und Verfahrenstechnologie. Die unterschiedlichen thermo-physikalischen Eigenschaften beider Verbundwerkstoffe gepaart mit den Anforderungen für Bohrlochmesssonden für die Tiefengeothermie, grenzen die Auswahl möglicher Verbindungstechnologien sehr ein.

2.3.1 Übersicht über mögliche Verfahren

Ein Verbund zwischen Metall und Keramik kann im Kraft-, Stoff- und Formschluss erfolgen. Wegen der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten mit dem Anspruch auf Dichtheit der Verbindung, verbietet sich hier jedoch ein Verbund ausschließlich mittels Formschluss. Es gibt eine Vielzahl an Verbindungstechnologien mit Hilfe derer durch Kraft- und Stoffschluss ein hochbelastbarer Metall-Keramik-Verbund hergestellt werden kann.

Wie bereits beschrieben (siehe Kapitel 2.1), wird ein dichter Verbund im gegenwärtigen Stand der Forschung und Technik bevorzugt mittels O-Ringen hergestellt. Mit dieser Technologie ist jedoch ein Verbund im Bereich des Seitenkameragehäuses aus Design- und Werkstoffgründen für die genannten Anforderungen nicht geeignet. Außerdem geht die Entwicklung auf dem Gebiet der Tiefengeothermie zu immer höheren Thermaltemperaturen, um den Gesamtwirkungsgrad und damit die Wirtschaftlichkeit einer Anlage zu erhöhen. Der Einsatz von Kunststoffen (O-Ringe, Klebstoffe) bietet hier derzeit, bedingt durch chemische Zusammensetzung und Materialverhalten der Werkstoffe, wenig Optimierungspotentiale. Die Anforderungen an das Seitenkameragehäuse der GeoKam erfordern viel mehr eine Verbindungstechnologie, die auch bei höheren Temperaturen und Drücken verwendet werden kann und es außerdem erlaubt, komplexe Verbundgeometrien zu realisieren, die Voraussetzung für die Umsetzung wichtiger thermischer (z.B. Wärmeeintrag) und optischer (z.B. Rundumblick) Forderungen sind.

Schrumpfverbund / Lösbare Verbindungstechnik

Eine weitere Möglichkeit zur Herstellung eines Verbundes zwischen Keramik und Metall ist der Schrumpfverbund. Der Vorteil liegt hier bei den Komponenten der GeoKam Sonde in der relativ einfachen Geometrie der Bauteile sowie in der Herstellung des Verbundes. Beim Schrumpfprozess werden die Perlucon® Zylinder in das erwärmte und somit ausgedehnte Inconel® 718 Fenster Rahmgehäuse eingeführt (siehe Abbildung 2-5). Durch das anschließende Abkühlen entsteht am Fugenumfang zwischen Metall und Keramik eine gleichmäßige Fugenpressung und damit eine Haftkraft zur Übertragung wechselnder und stoßartiger Drehmomente und Längskräfte. Bei angepasster Oberflächenrauigkeit der Komponenten, wird zudem der gesamte Fugenumfang abgedichtet.

Dieser vermeintlich einfache Prozess ist jedoch nur bedingt in der Tiefengeothermie einsetzbar, da es sich um eine "lösbare" Verbindungstechnik handelt und eine Höchsttemperatur im Betrieb nicht überschritten werden darf. Ein weiterer Nachteil dieser Technologie besteht nicht nur in der Notwendigkeit der thermischen Abstimmung der einzelnen Werkstoffe aufeinander, sondern auch hinsichtlich des Designs der jeweiligen Komponenten. Damit ein

erforderlicher Fugendruck bis zur angestrebten Höchsttemperatur erreicht wird, muss ein bestimmtes Verhältnis zwischen Wellen- und Naben-Durchmesser eingehalten werden, was wiederum von den Werkstoffeigenschaften abhängt. Da der Perlucor® Zylinder einen Außendurchmesser von 91 mm hat, bleiben, um die Einbaumaße einzuhalten, lediglich 2 mm Wandstärke für die Nabe aus Inconel® 718 und, das bedeutet eine maximale Einsatztemperatur von 184 °C nach DIN 7190. Auch können bei großflächigen Metall-Keramik Schrumpfverbunden ungewollte mehrachsige Spannungsverhältnisse mit lokalen Spannungsspitzen auftreten, die zum Versagen der Keramik führen können [98].

Schweiß- und Lötverbund / Unlösbare Verbindungstechnik

Weitere Beispiele zur Herstellung von Metall-Keramik-Verbunden sind das Diffusionsschweißen und das Löten. Diese Verbindungstechniken ermöglichen unlösbare Verbindungen zwischen Metall und Keramik. Sie ermöglichen die Herstellung von hochbelastbaren Werkstoffverbunden mit unterschiedlichen Materialpartnern wie z.B. der Sichtfenster einer Videoinspektionssonde. Durch den Einsatz von duktilen Zusatzwerkstoffen können zudem die kritischen Spannungen von der Keramik in den Zusatzwerkstoff verlagert und somit die Zug- und Biegespannungen deutlich reduziert werden. Der Zusatzwerkstoff bringt außerdem den Vorteil, dass durch die Verwendung eines Werkstoffes mit einem Ausdehnungskoeffizienten zwischen dem metallischen und keramischen Werkstoff, Spannungen im Verbund geringgehalten werden und die Zuverlässigkeit des Verbundes insgesamt erhöht wird. Bei entsprechender Materialpaarung können Festigkeiten zwischen 100 und 1000 N/mm² eines diffusionsgeschweißten Metall-Keramik-Verbundes erzielt werden [99]. Bei dieser Methode entfällt die Flüssigphase im Grenzbereich, wie es beim Löten der Fall ist. Die thermisch induzierte Eigenspannung, die beim Abkühlen des Werkstoffes von einer hohen Prozesstemperatur auf Raumtemperatur hervorgerufen wird, kann durch eine richtige Wahl der Vermittlerschicht aus Metall oder aus einem funktionalgradierten Material (FGM) deutlich verringert werden. Im Bereich der Wärmedämmschichten haben Kim et al. [100] FGM aus einem Yttrium stabilisiertem Zirkoniumoxid und NiCrAlY mittels des „Detonation Gun Spray“-Verfahrens hergestellt. Bykov et al. [101] haben mittels des Mikrowellensinter-Verfahrens drei verschiedene FGM-Systeme,

nämlich $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ni}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-NiAl}$ und $\text{ZrO}_2\text{-Mo}$ untersucht. Die Herstellung von Multilagen-FGM ohne thermisch induzierte Eigenspannung wird mit einem $\text{ZrO}_2\text{-Mo}$ -System erreicht, wie von Torrecillas et al. [102] berichtet. Nach der Herstellung des FGM muss dieser in einem weiteren Verbindungsverfahren wie z.B. dem uniaxialen Diffusionsschweißen mit den Grundwerkstoffen verbunden werden. Mit dem uniaxialen Diffusionsschweißen ist die Herstellung komplexer Geometrien nur sehr schwer oder gar nicht möglich. Im Falle einer dreidimensionalen Füge-Freiformfläche müssten die Teile „eingepackt“ und z.B. mit einer Heiisostatischen Presse (HIP) zusammengepresst thermisch beaufschlagt werden. Nichtsdestotrotz msste ein Vermittlerwerkstoff (z.B. Titan) zwischen Metall und Keramik eingebracht werden. Im Fgeprozess mssen dann relativ hohe Temperaturen knapp unterhalb der Solidustemperatur, erreicht werden. Hierbei wrden sich die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten noch gravierender auswirken als bei anderen Prozessen. D.h. fr die genannten Werkstoffe Inconel® 718 und PerLucor® gilt es, eine optimale Verbindungstechnik zu realisieren. Hierzu bietet sich die Technik des Ltens an.

2.3.2 Herstellung von Metall-Keramik-Verbunde mittels Lten

Dieses thermische Verfahren stellt einen unlsbaren stoffschlssigen Verbund zwischen artgleichen und -ungleichen Werkstoffen her. Dabei liegt die Schmelztemperatur des Lotes, abhngig von der Lot-Legierung, stets unterhalb der Schmelztemperatur der Fgepartner. Mit dieser Technologie knnen thermo-mechanisch hochbelastbare Verbunde mit komplexen Geometrien vakuum-/druckwasserdicht hergestellt werden. Bei der Herstellung eines Metall-Keramik-Verbundes besteht jedoch grundstzlich das Problem, dass konventionelle Lote auch bei hohen Lttemperatures einen keramischen Werkstoff nicht ohne weiteres benetzen. Grund hierfr liegt in den unterschiedlichen Atombindungen, Oberflchenenergien und Grenzflchenenergien der zu verbindenden Werkstoffe. Erst mit der Verwendung von grenzflchenaktiven Elementen wie z.B. Ti, Hf, Zr, Y, V, Nb oder Cr, bildet sich eine Reaktionszone am Grenzflchenbergang (Phasengrenze) zwischen Metall und Keramik aus [103–106]. Diese Elemente haben eine starke chemische Anziehungskraft zu

Sauerstoff- und/oder Stickstoff und wirken als Tenside [107]. Die genannten Elemente werden jedoch auch bei der Lötung von Metallen verwendet. Werkstoffe wie die Nickelbasis-Superlegierung Inconel® 718 besitzen eine starke Passivierungsschicht (siehe Kapitel 2.2) und benetzen folglich sehr schlecht mit konventionellen Loten, vor allem bei niedrigen Löttemperaturen. Erst mit der Verwendung von speziellen Flussmitteln oder grenzflächenaktiven Elementen, lässt sich deren Oberfläche aktivieren und benetzen.

Eine ausreichende Benetzung des Lotwerkstoffes ist folglich zwingende Voraussetzung für die Bildung eines Verbundes. Wie gut ein Lot benetzt, lässt sich mit dem Benetzungswinkel Θ (Abbildung 2-9) und der Youngschen Gleichung beschreiben (Formel(2-1)).

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{SG} - \gamma_{LS}}{\gamma_{LG}} \quad (2-1)$$

θ	Benetzungswinkel bzw. Kontaktwinkel
γ_{SG}	Oberflächenenergie des Festkörpers
γ_{LS}	Grenzflächenenergie zwischen Festkörper und Flüssigkeit
γ_{LG}	Oberflächenenergie der Flüssigkeit

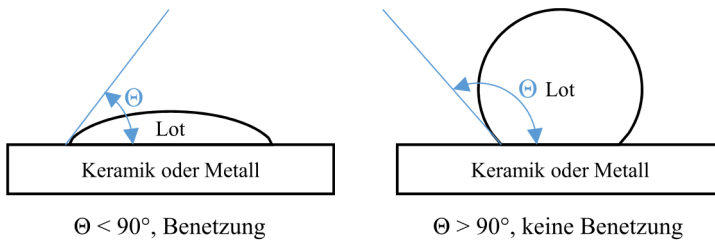


Abbildung 2-9 Schematische Darstellung des Benetzungswinkels Θ für $\Theta < 90^\circ$ und $\Theta > 90^\circ$

Eine Benetzung ($\Theta < 90^\circ$) wird nach Formel 2-1 erreicht, wenn die Oberflächenenergie des Festkörpers γ_{SG} höher als die Grenzflächenenergie zwischen Festkörper und Lot γ_{LS} ist. Falls das Lot benetzt, wirkt eine Verringerung der Oberflächenenergie des Lotes γ_{LG} benetzungsfördernd. Benetzt das Lot nicht, führt auch eine Verringerung der Oberflächenenergie des Lotes γ_{LG} zu keiner

Benetzung, da $\Theta > 90^\circ$ bzw. $\cos \Theta < 0$ ist. Mit diesen drei Hauptparametern (γ_{SG} , γ_{LS} , γ_{LG}) kann der Benetzungswinkel Θ beeinflusst werden. Eine Erhöhung der Oberflächenenergie und Verringerung der Grenzflächenenergie bei Metallen wird z.B. mit speziellen Flussmitteln erreicht. Eine Metallisierung von Keramikenoberflächen mit aktiven Elementen, führt zu einer Erhöhung der Oberflächenenergie. Im Lot lässt sich z.B. die Oberflächenenergie durch Zulegieren von Indium und die Grenzflächenenergie durch Zulegieren von aktiven Elementen reduzieren [103–106, 108, 109]. Es gilt jedoch zu beachten, dass auch die Temperatur sowie die umgebende Atmosphäre eine entscheidende Rolle bei der Benetzung einnehmen und nicht bei der Youngschen Gleichung berücksichtigt werden. Die Youngsche Gleichung gilt für ideal glatte und chemisch homogene Festkörper sowie reine Flüssigkeiten, bei denen sich ein Dreiphasensystem im thermodynamischen Gleichgewicht (fest, flüssig, gas) befindet und keine Wechselwirkung untereinander stattfindet. Bei der Lötung von technischen Werkstoffen finden jedoch komplexe Diffusionsvorgänge zwischen den Werkstoffen und der Atmosphäre statt, die zu einer Änderung der Oberflächen- und Grenzflächenenergie der Verbundwerkstoffe führen und eine Benetzung zusätzlich beeinflussen. Insbesondere grenzflächenaktive Elemente wie Ti, mit einer hohen Reaktionsaffinität zu Sauer- und Stickstoff, erfordern eine genaue Lötprozessführung sowie eine adäquate Lötatmosphäre bei einem Vakuum von mindestens 10^{-5} mbar [110].

Für die Herstellung eines Verbundes stehen prinzipiell zwei Verfahren zur Bildung einer reaktiven Oberfläche bei Werkstoffen wie Inconel® 718 und Perlucor® zur Verfügung. Entweder, die zu benetzenden Werkstoffe werden vor dem Löten mit einem aktiven Metall beschichtet (Metallisierung), sodass ein konventionelles Lot verwendet werden kann, oder aktive Elemente werden einem Lot zulegiert und die Fügeworkstoffe können direkt verlötet werden. Bei Letzterem handelt es sich um sogenannte Aktivlote. Mit beiden Verfahren besteht grundsätzlich die Möglichkeit einen Verbund zwischen Inconel® 718 und Perlucor® herzustellen. Sie unterscheiden sich jedoch in mancher Hinsicht wie z.B. in der Oberflächenvorbehandlung, dem Fließvermögen der Lote, Lötprozessparameter, Lotaufbringung, Verbundfestigkeit, Korrosionsbeständigkeit oder Benetzungseigenschaften.

Zu den Metall-Keramik-Lötverfahren zählen auch das Molybdän-Mangan-Plattierungsverfahren sowie das Dünnschichtabscheidungsverfahren (Metallisierung). Bei dem Mo-Mn-Plattierungsverfahren handelt es sich um eine Beschichtung auf der zu verbindenden Keramikoberfläche mit einer Schichtlage aus Molybdän- und Manganpartikeln, die mit einem Glas-Additiv und flüchtigen Trägerelementen zusammen gemischt sind. Durch das Sintern bei z.B. 1450 – 1600 °C wird eine glasartige Schicht hergestellt. Diese steht als Vermittler zur weiteren Verbindung mit einem beliebigen Metall (z.B. Lot) bereit. Mishra et al. [111] berichten über die Verbindung zwischen Edelstahl und Al_2O_3 unter Verwendung eines 72Ag-28Cu Lot. Auch Walker et al. [112] haben mit dieser Methode Lötversuche für die Verbindung zwischen 94 % Aluminiumoxid und Fe-29Ni-17Co durchgeführt. Für diese Versuche sind Lotmaterialien, wie z.B. 77Au-13Ag-10Ge, 72Ag-28Cu, 50Au-50Cu und 65Cu-35Au verwendet worden. Die Prozesstemperaturen haben sich je nach verwendetem Lotmaterial unterschieden und variierten zwischen 455 und 1040 °C.

Beim Dünnschichtabscheidungsverfahren handelt es sich um die Abscheidung einer dünnen Metallschicht auf der Keramikoberfläche z.B. mittels eines physikalischen Abscheidungsverfahrens (PVD), chemischen Abscheidungsverfahrens (CVD) oder Salzschnmelze-Verfahrens. Des Öfteren wird Titan mit einer Schichtdicke zwischen 0,05 und 0,25 μm verwendet. Durch eine Edelmetallbeschichtung wird zusätzlich die Oxidation der Titanschicht vermieden. In ihrer Arbeit haben Walker et al. [112] dieses Verfahren zum Verbinden von 94 % Aluminiumoxid mit Fe-29Ni-17Co angewandt. Die Lotmaterialien sind 63Ag-27Cu-10In, 72Ag-28Cu und 50Au-50Cu. Zum Verbinden mit Metall ließen sich auch andere Keramiken wie Si_3N_4 mit Titan beschichten. Wei et al. [113] berichteten z.B. über die Metallisierung von Si_3N_4 mit Titan mittels eines Salzschnmelze-Verfahrens.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird das Aktivlötverfahren für den Verbund zwischen Inconel® 718 und Perlucor® verwendet. Mit der Verwendung eines Aktivlotes bietet sich hier der große Vorteil, einen direkten Verbund durch Entwicklung einer spannungsoptimierten Lotgeometrie herzustellen. Das bedeutet, dass durch ein optimiertes Design der Komponenten und Wahl eines geeigneten Lotes die notwendigerweise auftretenden thermisch

induzierten Spannungen während und nach dem Lötvorgang auf ein Minimum reduziert werden können.

Aktivlote weisen generell ein geringes Fließvermögen auf. Dies basiert auf ihrem Gehalt an grenzflächenaktiven Elementen. Aufgrund ihres hohen Reaktionsvermögens im schmelzflüssigen Zustand zu Keramiken entwickeln sie infolge einer chemischen Reaktion eine hohe Viskosität, die gegen die Lotausbreitung wirkt. Im Vergleich zum Löten mit einer metallisierten Keramik, wird während des Lötens das konventionelle Lot durch die Kapillarwirkung in den Lotspalt gezogen, bevor das Titan aus der Metallisierungsschicht im Lot gelöst werden kann. [108]

2.3.3 Aktivlot Incusil™ ABA

Für den Verbund zwischen Inconel® 718 und Perlucor® stehen eine Reihe an Aktivloten kommerziell zur Verfügung. Neben guten Benetzungseigenschaften müssen diese auch weitere Anforderungen erfüllen, je nach den Komponenten des Verbundes und den Einsatzbedingungen. Bei der Auswahl eines Aktivlotes für den Metall-Keramik-Verbund des Seitenkameragehäuses ist unter anderem auf die Kompatibilität hinsichtlich Elastizitätsmodul, Streckgrenze, Zugfestigkeit, Benetzungseigenschaften, Phasenbildung, Korrosionsbeständigkeit, Temperaturstabilität und Löttemperatur aller drei Komponenten (Inconel® 718, Perlucor®, Lotmaterial) zu achten. Die Löttemperatur ist hier deshalb von Bedeutung, weil bei der Herstellung des Verbundes Inconel® 718 im ausgelagerten Zustand verwendet werden muss. Eine Wärmebehandlung nach dem Aktivlötprozess würde, bedingt durch die Temperaturgradienten des Auslagerungsprozesses, den Verbund und somit die Keramik zerstören. In Abbildung 2-10 ist das ZTA Diagramm von Inconel® 718 mit entsprechenden Lötzyklen unterschiedlicher Aktivlote dargestellt. Es lässt sich erkennen, dass die Verwendung der beiden Lote Cusil™ ABA (Active Brazing Alloy) [114] und Copper™ ABA [115] das Inconel® 718 in nicht gewollte Ausscheidungsbereiche führen würde. In Vorversuchen mit dem Aktivlot Cusil™ ABA war eine deutliche Erweichung von circa 44 auf 36 HRC von ausgelagertem Inconel® 718 festzustellen, verbunden mit einer Änderung der Werkstoffeigenschaften. Im Vergleich dazu erfordert das Aktivlot Incusil™ ABA [116] einen

moderateren Lötzyklus, befindet sich jedoch auch für kurze Zeit in der metastabilen γ'' -Phase des Inconel® 718. Eine Veränderung der Materialeigenschaften ist jedoch wegen einer kurzen Inkubationszeit³ bei relativ geringer Temperatur nicht zu erwarten [119]. Damit bietet sich Incusil™ ABA als vielversprechendes Lot für den Verbund Inconel® 718 und PerLucor® an. Das Aktivlot weist die erforderlichen Materialeigenschaften für eine technische Realisierung des Verbundes auf und verspricht mit den beiden Werkstoffen einen thermo-mechanisch hochbelastbaren Verbund mit einer komplexen Verbundgeometrie herstellen zu können. Aktivlote wie Copper™ ABA sind wegen der hohen Löttemperatur im Bereich der Lösungsglühtemperatur von Inconel® 718 nicht geeignet.

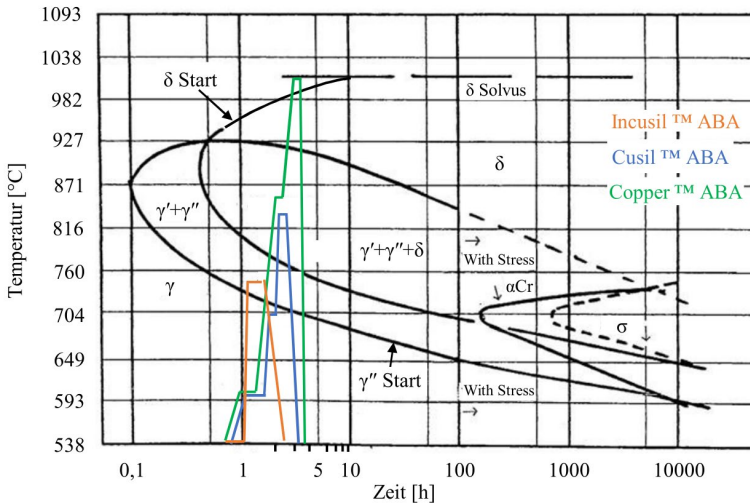


Abbildung 2-10 Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm (ZTA) von Inconel® 718, gültig für geschmiedete, kleine Proben nach [88], mit den Aufheiz-, Halte- und Abkühlzeiten der Aktivlote Incusil™ ABA, Cusil™ ABA und Copper™ ABA

³ Die Inkubationszeit beschreibt den Zeitraum, der benötigt wird bevor es zu einer Ausscheidung von bestimmten Phasen im Gefüge kommt. Bei Inconel® 718 wird dieser Zeitraum durch die geringe Diffusionsrate von Nb und der vorhandenen Gitterbaufehler bestimmt [117, 118].

Das Aktivlot Incusil™ ABA des Herstellers Morgan Advanced Materials (USA) ist eine eutektische Ag-Cu Legierung mit Zusätzen von In und Ti. Das Zulegieren von In ermöglicht eine deutliche Reduzierung des Schmelzpunktes und fördert eine Absenkung der Oberflächenenergie des Lotes. Die Zugabe von Ti im Lot verringert die Grenzflächenenergie zum Metall und Keramik und bildet eine metallähnliche Keramikoberfläche, sodass eine Benetzung möglich ist. Die chemische Zusammensetzung von Incusil™ ABA ist in Tabelle 2-4 aufgeführt.

Tabelle 2-4 Chemische Zusammensetzung des Aktivlotes Incusil™ ABA der Firma Morgan Advanced Materials nach Herstellerangaben [116]

Incusil™ ABA	Ag	Cu	In	Ti
Gewicht - %	59,00	27,25	12,50	1,25

Eine detaillierte Beschreibung der Gefügezusammensetzung sowie der einzelnen Phasen von Incusil™ ABA im Auslieferungszustand ist in [120–122] gegeben. Demnach besteht das Aktivlot aus zwei Hauptphasen, einer Ag-In reichen Matrix mit lamellenartigen Primärausscheidungen und einer Cu reichen Phase, die ein Kristallgemisch bilden. In der Ag-In Matrix bilden sich zusätzlich feine Ausscheidungen (ca. 50 nm) von Cu und Ag₃In aus. Weitere Phasen mit der Zusammensetzung Cu₄Ti und Cu₂InTi bilden sich wegen des geringen Legierungsanteiles von Ti nur in sehr geringem Maße aus. Wobei die intermetallische Phase Cu₄Ti sich nicht homogen im Gefüge, sondern in einigen clusterförmigen Ausscheidungen bildet. In der Phase Cu₂InTi bildet Ti eine intermetallische Phase mit Cu und In aus.

Mit der genannten Legierungszusammensetzung liegt die Liquidustemperatur von Incusil™ ABA bei 715 °C und Solidustemperatur bei 605 °C. Das Aktivlot besitzt bei 20 °C ein Elastizitätsmodul von 76 kN/mm², Dehngrenze Rp_{0,2} von 338 N/mm² und Zugfestigkeit von 455 N/mm².

2.4 Beurteilungskriterien für Metall-Keramik-Verbunde

Bei der Herstellung eines Metall-Keramik-Verbundes mittels Aktivlötten liegt eine Herausforderung in der Auswahl eines Lotes, das die zuvor genannten Eigenschaften wie gute Benetzungseigenschaften, geeignetes Fließvermögen oder geringe Löttemperatur kombiniert mit einer ausreichend hohen Festigkeit des Verbundes aufweist. Eine höhere Löttemperatur wirkt sich hierbei nicht nur auf die Materialeigenschaften wie im Falle von Inconel® 718 aus, sondern auch auf die thermisch induzierten Eigenspannungen, die bei unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) der Fügwerkstoffe entstehen. Hierin liegt die zweite Herausforderung, die es bei der Herstellung eines zuverlässigen Metall-Keramik-Verbundes zu lösen gilt. In der Regel sind es Zugspannungen, die infolge der Umgebungsbedingungen im Betrieb oder schon während des Lötprozesses sich negativ auf die Keramik auswirken und somit zu einem vorzeitigen Versagen des Verbundes führen. Im Allgemeinen weisen Keramiken einen geringeren WAK als Metalle auf, sodass beispielsweise schon während des Abkühlvorgangs eines Lötprozesses, beim Unterschreiten der Solidustemperatur des Lotes, der metallische Werkstoff mehr schrumpft und ein komplexer Spannungszustand in der Nähe der Grenzflächen (Keramik-Lot, Lot-Metall) aufgebaut wird. Besonders zu beachten sind die hierdurch in der Keramik induzierten Zugspannungen, die an der freien Oberfläche entstehen und schnell jenseits der zulässigen Zugfestigkeit der Keramik liegen. Dies führt zum Versagen der Keramik mit einem kalottenförmigen Rissprofil als typisches Versagensbild, da in der Regel Aktivlote eine sehr gute Verbindung zur Keramik und Metall herstellen und die Verbundfestigkeit höher ist als die Festigkeit der Keramik [123]. Für die Auslegung eines zuverlässigen Metall-Keramik-Verbundes ist es aus diesem Grund erforderlich, die entstehenden kritischen Spannungen möglichst genau zu analysieren, um auf dieser Berechnungsgrundlage mit Hilfe der Parameter wie Bauteildimensionen, Spalt- und Lotgeometrie sowie Lötzyklus einen optimalen Verbund zu entwickeln.

2.4.1 Berechnungsmodelle zu Lötspannungen

Zahlreiche Berichte zu Untersuchungen zur Auslegung von Metall-Keramik-Verbunden liegen vor, und es existieren eine ganze Reihe entsprechender Theorien. Mit der Formel (2-2) kann z.B. eine grobe Annäherung an die Schubspannung τ in einem Lotverbund berechnet werden unter der Annahme, dass eine eindimensionale und konstant-elastische Scherverformung sowie keine Berücksichtigung der Ausdehnungseigenschaften des Lotes erfolgt [124, 125].

$$\tau = G_L \tan(\gamma) \quad (2-2)$$

Hierbei sind:

$$\gamma = \frac{l}{2h} \Delta\alpha \Delta T$$

$$\Delta T = T_{Max} - T_{Min}$$

$$\Delta\alpha = \alpha_1 - \alpha_2$$

$$G_L = \frac{E}{2(1 + \nu)}$$

τ	Schubspannung
G_L	Schubmodul des Lotes
γ	Schubwinkel
l	Benetzungslänge des Lotes
h	Lotspaltdicke
$\alpha_{1,2}$	Wärmeausdehnungskoeffizienten (Metall, Keramik)
T_{Max}	Solidustemperatur des Lotes
T_{Min}	Temperatur nach dem Lötprozess (Raumtemperatur)
E	Elastizitätsmodul des Lotes
ν	Querkontraktionszahl

Aus Formel 2-2 lässt sich folgern, dass mit einer Vergrößerung der Benetzungslänge des Lotes sich die Schubspannungen erhöhen. Eine Verringerung der Schubspannungen lässt sich durch Vergrößerung der Lotspaltdicke sowie Reduzierung des Elastizitätsmoduls des Lotes erzielen.

Einen genaueren Ansatz zur analytischen Berechnung auftretender Eigenspannungen in Metall-Keramik-Verbunde liefert die Theorie zur elastischen Durchbiegung eines Bimetall-Streifens unter homogener Erwärmung nach Timoshenko [126]. Eine Weiterentwicklung dieser Theorie, mit einer Erweiterung von zwei Schichten (Bimetall) auf beliebig viele Schichten, wie es bei einem Lötverbund der Fall ist, entwickelte unter anderen Iancu [127]. Demnach können nach Formel (2-3) die Eigenspannungen σ_i jeder Schicht i (Abbildung 2-11) berechnet werden unter der Voraussetzung, dass ein zweiachsiger thermischer Eigenspannungszustand, elastisches Materialverhalten und temperaturunabhängige Werkstoffeigenschaften vorliegen:

$$\sigma_i(z_i) = \frac{E_i}{(1-\nu_i)} \left(\epsilon_i^0 + \frac{z_i}{R} - \alpha_i \Delta T \right) \quad (2-3)$$

Aus Gleichgewichtsbedingungen und geometrischer Verträglichkeit lässt sich für die Lösung von ϵ_i^0 und R aus Formel (2-3) die Formel (2-4) ausdrücken:

$$\sigma_i(z_i) = E'_i \left(\tilde{\alpha} - \alpha_i + \frac{(z_i - \bar{z}_i)}{\bar{R}} \right) \Delta T \quad (2-4)$$

Hierbei sind:

$$E'_i = \frac{E_i}{(1 - \nu_i)}$$

$$\tilde{\alpha} = \frac{\sum_{i=1}^3 E'_i h_i \alpha_i}{\sum_{i=1}^3 E'_i h_i}$$

$$\frac{1}{\bar{R}} = \frac{1}{R \Delta T}$$

$$\frac{1}{R} = \frac{E'_2(\tilde{\alpha} - \alpha_2)H_2h_2 + E'_3(\tilde{\alpha} - \alpha_3)h_3(H_2 + H_3)}{E'_2H_2h_2\bar{z}_2 + E'_3h_3\bar{z}_3(H_2 + H_3) - \frac{1}{12} \sum_{i=1}^3 E'_i h_i^3} \Delta T$$

$$\bar{z}_1 = \frac{E'_2H_2h_2 + E'_3h_3(H_2 + H_3)}{\sum_{i=1}^3 E'_i h_i}$$

$$\bar{z}_2 = \frac{-E'_1H_2h_1 + E'_3H_3h_3}{\sum_{i=1}^3 E'_i h_i}$$

$$\bar{z}_3 = -\frac{E'_1h_1(H_2 + H_3) + E'_2H_3h_2}{\sum_{i=1}^3 E'_i h_i}$$

σ_i	Eigenspannungen
E_i	Elastizitätsmodul
ν_i	Querkontraktionszahl
ϵ_i^0	Gesamtdehnung in der Mittelebene der einzelnen Komponenten i
R	Krümmungsradius der Biegeebene des Systems
α_i	Lineare Wärmeausdehnungskoeffizient
ΔT	Temperaturdifferenz zwischen Löt- und Raumtemperatur
z_i	
\bar{z}_i	
H_i	Abstände gemäß Abbildung 2-11
h_i	

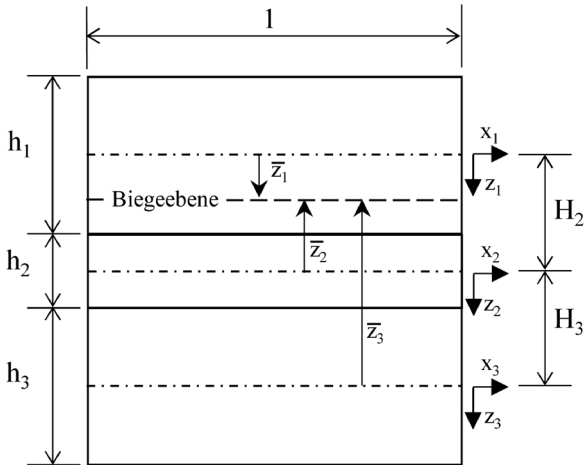


Abbildung 2-11 Querschnitt eines Dreischicht-Verbundes mit Bezeichnungen [127]

In [108, 128] wird der analytische Ansatz nach Iancu für die Berechnung einfacher, zweidimensionaler Modelle erfolgreich angewendet und verifiziert. Bei diesem Ansatz ist jedoch zu berücksichtigen, dass in Metall-Keramik-Verbunden komplexe Spannungszustände bestehen, die mit dem Iancu'schen Ansatz nicht berücksichtigt werden. Vor allem am freien Rand liegt ein mehrachsiger Spannungszustand vor, der nach einschlägiger Literatur die häufigste Versagensursache darstellt und bei der Auslegung eines Verbundes besonders beachtet werden muss [129–131]. Die Ursache sind auftretende Spannungsspitzen, die infolge von geometrischen Diskontinuitäten (scharfe Kerben) oder Werkstoffdiskontinuitäten (unterschiedlicher WAK im Verbund) auftreten. Mit Maßnahmen, wie einer Angleichung der WAK der Verbundwerkstoffe oder durch eine Designoptimierung der Komponenten eines Metall-Keramik-Verbundes, können die genannten kritischen Spannungen deutlich reduziert werden [132, 133]. Einen geeigneten Ansatz für die Berechnung komplexer Verbundgeometrien, wie es in dieser Arbeit gefordert wird, bietet die Finite Elemente Methode (FEM) an. Sie ermöglicht unter anderem die Berücksichtigung von temperaturabhängigen und elastisch-plastischen Werkstoffeigen-

schaften. Diese höhere Komplexität der Modellierung erlaubt eine weitgehende Annäherung der Simulationsrechnungen an die Realität.

Bei dieser numerischen Methode wird die zu untersuchende strukturmechanische Komponente (Bauteil oder Baugruppe) in kleine endliche Bereiche (finite Elemente) diskretisiert. Für jedes Element werden an dessen Integrationspunkten, die die materiellen Punkte repräsentieren, Ansatzfunktionen in Form von Differenzialgleichungen gewählt, die das reale physikalische Verhalten unter Berücksichtigung von Randbedingungen möglichst genau abbilden. Unter einer Ansatzfunktion versteht sich die Kombination von Bilanzgleichungen (u. a. Massen- und Impulsbilanz) mit der Kinematik (u. a. Verschiebung, Deformation) und den Konstitutivgleichungen (u. a. individuelles Materialverhalten), die zur Formulierung und Beschreibung kontinuumsmechanischer Problemstellungen benötigt werden [134]. Die gewählten Ansatzfunktionen bilden über die Knoten i eines jeden Elements, worüber alle Elemente miteinander verbunden sind, die Kontinuität ab. Die Näherungsfunktion zur Beschreibung des physikalischen Verhaltens der Gesamtstruktur, setzt sich folglich aus den Lösungsansätzen der einzelnen Elemente zusammen. Z.B. basiert die Festigkeitsberechnung bei einem strukturmechanischen Problem auf der Summe der Knotenverschiebungen der einzelnen Elemente. Die Gleichungen zur Beschreibung des Gleichgewichtes und der Kontinuität an den Knoten der Elemente ergeben zusammen mit den Spannungs-Dehnungsbeziehungen ein lineares Gleichungssystem. Dieses Gleichungssystem kann mit Hilfe der vorgegebenen Randbedingungen gelöst und damit die Verschiebungen jedes einzelnen Knotens und die Spannungen in jedem Element bestimmt werden (Inversion der globalen Steifigkeitsmatrix). Die Näherungslösung erfolgt, indem die virtuelle Arbeit Π als eine Funktion der Knotenverschiebungen u_i minimal wird (Formel (2-5)) und führt zu:

$$\frac{\partial \Pi (u_i)}{\partial u_i} = 0 \quad (2-5)$$

Die Formel (2-5) liefert ein algebraisches Gleichungssystem zur Berechnung der unbekanntenen Knotenverschiebungen zu (Formel (2-6)):

$$[K] (u_i) = (F_i) \quad (2-6)$$

wobei sich die Steifigkeitsmatrix $[K]$ aus Material- und Geometriedaten und der Lastvektor (F) aus den äußeren Belastungen unter anderem zusammensetzt. Eine Auflösung der Formel (2-6) nach u_i liefert die Verschiebungsgrößen, die abgeleitet zu weiteren Ergebnissen wie die Spannungen σ_i führen (Formel (2-7)). [108, 135]

$$\sigma_i = D B u_i \quad (2-7)$$

wobei D die Materialmatrix und B die Ableitungen der Ansatzfunktionen beschreibt.

2.4.2 Berechnungsmodelle zur Zuverlässigkeit keramischer Werkstoffe

Eine zuverlässige Auslegung von Metall-Keramik-Verbunden erfordert die genaue Kenntnis der mechanischen, thermischen und chemischen Beanspruchungen, die im Betrieb oder bereits bei der Herstellung auf den Verbund wirken. Mit Hilfe von analytischen und numerischen Methoden können diese realitätsnah berechnet werden (siehe Kapitel 2.4.1). Die Berechnungsergebnisse geben jedoch nicht Aufschluss darüber, wie zuverlässig ein Verbund unter einer bestimmten Beanspruchung ist, sondern geben lediglich Größen aus, ohne Bezug auf die materialspezifischen Festigkeitsstreuungen. Die Festigkeitsstreuung eines Werkstoffes hängt unter anderem von der Werkstoffart, dem Herstellungsprozess und der Endbearbeitung ab. Dabei haben Werkstoffe wie Metalle und Keramiken prinzipiell ein unterschiedliches statistisches Streuverhalten der Festigkeit. Weitläufig unterliegen Metalle einer normalverteilten Festigkeitsstreuung. Die Festigkeitsstreuung von Keramiken basiert auf einer „Festigkeit des schwächsten Gliedes“ (weakest-link Theorie) [136]. Dabei weisen Keramiken in der Regel eine größere statistische Streuung, bedingt durch das typische spröde Versagensverhaltens (siehe Kapitel 2.2.2) und der herstellungsbedingten Fehlerpopulation, als Metalle auf. In einem Metall-Keramik-Verbund ist stets die Keramik der kritische Werkstoff, d.h. sie hat maßgeblichen Einfluss auf die Zuverlässigkeit des gesamten Verbundes.

Mit einer auf Weibull basierenden Theorie stellt die DIN EN 843-5 [137] eine Möglichkeit zur Verfügung, eine statistische Auswertung über die Ausfallwahrscheinlichkeit von monolithischen Keramiken unter mechanischer Beanspruchung durchzuführen. Bei dieser Methode erfolgt die statistische Auswertung von Festigkeitsdaten in Form eines Zwei-Parameter Ansatzes mit einem Schätzwert nach der Maximum-Likelihood-Methode. Die für die statistische Auswertung erforderlichen Materialkennwerte σ_0 (charakteristische Bruchspannung) und m (Weibullmodul) können mit genormten Prüfverfahren wie z.B. dem Vierpunkt-Biegeversuch nach DIN EN 843-1 [138] ermittelt werden. Die charakteristische Bruchspannung σ_0 entspricht hierbei einem Festigkeitswert bei einer Versagenswahrscheinlichkeit von 63,21 % und der Weibullmodul m die breite der Festigkeitsstreuung. Sind diese Parameter bekannt ergibt sich mit Formel (2-8) ein Zusammenhang zwischen der Ausfallwahrscheinlichkeit P_f , der Bauteilbeanspruchung σ_f , der Bruchspannung σ_0 und des Weibullmoduls m [137–139]:

$$P_f = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0} \right)^m \right\} \quad (2-8)$$

P_f	Ausfallwahrscheinlichkeit
σ_f	Bauteilbeanspruchung (Spannung)
σ_0	Charakteristische Bruchspannung oder charakteristische Weibull-Festigkeit bei 63,21 % Ausfallwahrscheinlichkeit
m	Weibullmodul

Bei Anwendung der Formel (2-8) gilt jedoch zu beachten, dass lediglich die Ausfallwahrscheinlichkeit von Bauteilen, die der Probengeometrie entsprechen und mit derselben Beanspruchungsart (ein-, zwei- oder dreiaxig) des Prüfverfahrens beansprucht werden, ermittelt werden kann. Eine Erweiterung der Formel (2-8), um eine Berücksichtigung unterschiedlicher Bauteilgrößen in Volumen oder Oberfläche in Bezug auf den Prüfkörper, ist mit den Formeln (2-9) und (2-10) gegeben [140, 141]:

$$P_f = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0} \right)^m \frac{V_{eff}}{V_0} \right\} \quad (2-9)$$

$$P_f = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0} \right)^m \frac{A_{eff}}{A_0} \right\} \quad (2-10)$$

V_0	Effektiv beanspruchtes Volumen des Probenkörpers
V_{eff}	Effektiv beanspruchtes Volumen des Bauteils
A_0	Effektiv beanspruchte Oberfläche des Probenkörpers
A_{eff}	Effektiv beanspruchte Oberfläche des Bauteils

Auch hier gilt zu beachten, dass eine Berechnung der statistische Ausfallwahrscheinlichkeit mit den Formeln (2-9) und (2-10) nur gültig ist, wenn die Bauteilbeanspruchung der Beanspruchungsart des Prüfverfahrens entspricht.

Mit dem vorgestellten Berechnungsmodell nach DIN EN 843-5 können einfache Geometrien für bestimmte Bauteilbelastungen analytisch ausgelegt werden. Für komplexe Bauteilgeometrien unter mehrachsiger Belastung, wie es bei Metall-Keramik-Verbunden der Fall ist, ist diese Methode aus zuvor genannten Gründen weniger geeignet. Für diesen Fall bietet der Postprozessor STAU (STatistische AUswertung) eine ausgereifte Berechnungsmethode, die auf Basis einer numerischen Spannungsberechnung und bekannter Materialkennwerte (vorzugsweise aus 4-Punkt-Biegung) die Ausfallwahrscheinlichkeit mehrachsig belasteter Monolith-Keramiken berechnet. Eine detaillierte Beschreibung zu STAU ist in [142, 143] zu finden.

Bei der Berechnung der Ausfallwahrscheinlichkeit verwendet STAU einen erweiterten Weakest-Link-Ansatz unter Berücksichtigung von Volumen- und

Oberflächendefekten. Ein spontanes Versagen geht demnach vom schwächsten Glied aus, nämlich von einem Defekt mit einer ungünstigen Kombination aus Größe, Lage und Orientierung. Volumendefekte werden als elliptische Kerben (penny-shaped cracks) und Oberflächendefekte als halb-elliptische Kerben normal zur Oberfläche (through-wall cracks) modelliert. Mit Hilfe des äquivalenten mode-I Spannungsintensitätsfaktors K_{Ieq} als Funktion von K_I, K_{II}, K_{III} kann die Intensität des Spannungsfeldes durch die Äquivalentenspannung σ_{eq} eines beliebig orientierten Defektes mit der Länge a mit Formel (2-11) beschrieben werden. Der Geometriefaktor Y_I ist dabei ein konstanter Wert und dient zur Charakterisierung des bruchmechanischen Rissmodells. Des Weiteren gilt, dass bei Überschreitung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{Ic} Bauteilversagen eintritt:

$$K_{Ieq}(K_I, K_{II}, K_{III}) = \sigma_{eq} Y_I \sqrt{a} \geq K_{Ic} \quad (2-11)$$

Entsprechend dem Versagenskriteriums $K_{Ieq} \geq K_{Ic}$ kann die Beziehung für die kritische Risslänge a_c mit Formel (2-12) beschrieben werden:

$$a_c = \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_{eq} Y_I} \right)^2 \quad (2-12)$$

K_{Ieq}	Äquivalenter mode-I Spannungsintensitätsfaktor
K_I, K_{II}, K_{III}	Spannungsintensitätsfaktor je nach Belastungsmodus am Riss
K_{Ic}	Kritischer Spannungsintensitätsfaktor
σ_{eq}	Äquivalente Bruchspannung
Y_I	Entsprechender mode-I Geometriekorrekturfaktor
a	Risslänge
a_c	Kritische Risslänge

Sowohl die kritische Risslänge a_c als auch die äquivalente Spannung σ_{eq} hängen von der Position x und Orientierung ω eines Defektes im Spannungsfeld ab. Für die Berechnung der Ausfallwahrscheinlichkeiten lassen sich unter Berücksichtigung der Formeln (2-11) und (2-12) die elementaren STAU-Formeln (2-13) und (2-14) bezogen auf Volumen- ($P_{f,V}$) und Oberflächendefekten ($P_{f,A}$) herleiten:

$$P_{f,V} = 1 - \exp \left\{ -\frac{1}{V_u} \int_V \frac{1}{4\pi} \int_{\Omega} \left(\frac{\sigma_{eq}(x,\omega)}{\sigma_0} \right)^m d\Omega dV \right\} \quad (2-13)$$

$$P_{f,A} = 1 - \exp \left\{ -\frac{1}{A_u} \int_A \frac{1}{2\pi} \int_{\Omega} \left(\frac{\sigma_{eq}(x,\omega)}{\sigma_0} \right)^m d\Omega dA \right\} \quad (2-14)$$

$P_{f,V}$	Ausfallwahrscheinlichkeit bezogen auf Volumenfehler
$P_{f,A}$	Ausfallwahrscheinlichkeit bezogen auf Oberflächenfehler
V_u	Einheitsvolumen in Bezug auf σ_0
A_u	Einheitsfläche in Bezug auf σ_0
x	Position eines Defektes im Spannungsfeld
ω	Orientierung eines Defektes im Spannungsfeld
Ω	Lokale Orientierung des Fehlers im Volumen/Oberfläche

3 Konzeption des weiteren Vorgehens

3.1 Überlegungen zum Design des Gesamtsystems und der Sichtfenster unter Verbindungsaspekten

Zur Lösung der in dem Abschnitt 2.1 geschilderten Probleme kann ein den besonderen Anforderungen der Tiefen-Geothermie angepasstes Design der Videoinspektionssonde beitragen. Erforderlich sind neben entsprechenden konstruktiven Ansätzen insbesondere die Bereitstellung, Erprobung und Ertüchtigung entsprechender Materialien sowohl als Strukturmaterialien auch als optisch transparente Fenster, die Entwicklung und Verifizierung einer auf diese Materialien abgestimmten Verbindungstechnik, die Realisierung der erforderlichen Fertigungsprozess-technik sowie die Erprobung des Systems unter realistischen oder zumindest realitätsnahen Bedingungen. Eine besondere Herausforderung ist die Entwicklung und Erprobung entsprechender, thermisch-mechanisch hochbelastbarer Metall-Keramik-Verbunde, wie sie unter den herrschenden Bedingungen zur Lösung der Inspektionsaufgaben notwendig sind. Eine weitere Herausforderung an die auszuwählenden Werkstoffe und deren Verbindungstechnik ist es, eine größtmögliche Flexibilität des Seitenkameragehäuses zu realisieren, nicht zuletzt, um auf unterschiedliche Fragestellungen und Anforderungen reagieren zu können. Beispielsweise soll das Design des Seitenkameragehäuses mit seinen Sichtfenstern, hochwertigen Kamerasensoren und Objektiven, mit dem Design der GeoKam kompatibel sein, um die fortschrittliche Technik der GeoKam weiter nutzen zu können.

Das zu entwickelnde Seitenkameragehäuse unterliegt folglich einer Vielzahl an Anforderungen. Zum einen ist die Umsetzung des ZWERG-Standards zwingend erforderlich, um z.B. die Integrität jeder Neuentwicklung zu garantieren und zum anderen muss das Gesamtsystem den extremen Bedingungen

im Bohrloch standhalten. Somit gibt es Randbedingungen, wie die Umgebungsbedingungen im Bohrloch, die nichtveränderbar sind und Designanforderungen, wie das Design des Seitenkameragehäuses, die sich in einem gewissen Toleranzbereich bewegen. Nachfolgend eine Übersicht zu den Anforderungen, die bei der Entwicklung des Verbundes des Seitenkameragehäuses und des Gesamtsystems zu berücksichtigen sind (Tabelle 3-1).

Tabelle 3-1 Randbedingungen und Designanforderungen, die bei der Entwicklung des Seitenkameragehäuses der GeoKam zu berücksichtigen sind; modifiziert nach [17, 19]

Randbedingungen	
Max. Umgebungsdruck	- 60 N/mm ² (600 Bar)
Max. Umgebungstemperatur	- 200 °C
Gehäuseaußendurchmesser	- 95 mm
Gehäuseinnendurchmesser	- 67 mm
Gehäusewerkstoffe	- Perlucor® - Inconel® 718
Kompatibilität	- Integrierbar in ZWERG
Blickfenster	- 360° Rundumblick, Höhe 44 mm
Zusammenbau der Sonde	- Kompatibilität der Gehäuseverbinder
Designanforderungen	
Verbindungstechnologie	- Aktivlöten
Aktivlot	- Incusil™ ABA
Anzahl Sichtfenster	- Ein Perlucor®-Zylinder zur Rundumsicht

Unter Berücksichtigung der aufgeführten Anforderungen aus Tabelle 3-1 gilt es nun, ein zuverlässiges Seitenkameragehäuse für die GeoKam zu entwickeln. Dieses zu entwickelnde Design hat entscheidenden Einfluss auf die Einsatzmöglichkeiten und die Lebenserwartungen des Verbundes und erfordert somit eine entsprechende Konstruktion und Auslegung, stets unter Beachtung der Verfahrens- und Verbindungstechnologie.

Als Entwicklungsgrundlagen dienen die vorliegende Konstruktion und die Auslegung des Seitenkameragehäuses (Abbildung 3-1). Wie bereits in Kapitel 2 beschrieben, genügt das gegenwärtige Design nicht den oben beschriebenen Anforderungen, insbesondere hinsichtlich des Außendurchmessers und der

Verwendung von O-Ringen. Insbesondere negativ bemerkbar macht sich hierbei die Beeinträchtigung der Sichtverhältnisse durch Stege (siehe Abbildung 3-1, Fensterrahmen).

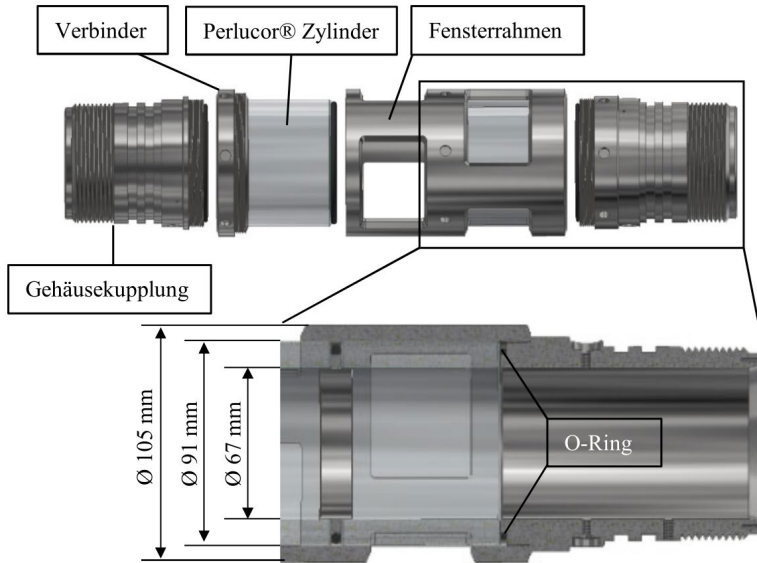


Abbildung 3-1 Konstruktionsmodell des Seitenkameragehäuses der GeoKam mit zwei Perlucor® Zylindern und dem Einsatz von O-Ringen zur Abdichtung; einzelne Seitenkamera-Gehäuseteile werden miteinander verschraubt; Explosionsansicht und Viertelschnitt (v.o.n.u.); modifiziert nach [19]

Das Konstruktionsmodell in Abbildung 3-1 verdeutlicht die Notwendigkeit des sichteinschränkenden Fensterrahmens, welcher zum Fügen aller Seitenkameragehäuseteile dient und eine Druckdichtigkeit mittels O-Ringen gewährleistet. Die Eliminierung des Fensterrahmens durch einen direkten Verbund zwischen den Inconel® 718 Gehäusekupplungen und dem Perlucor® Zylinder konnte bisher nicht erfolgreich umgesetzt werden. Aufgrund der unterschiedlichen thermo-physikalischen Eigenschaften von Perlucor® und Inconel® 718 (WAK, elastisch-plastische Verformungsmöglichkeiten) würde eine direkte

Anbindung (stirnseitiger Verbund beider Partner) unter den genannten Anforderungen zum Versagen des Perlucor® Zylinders führen.

In Abbildung 3-2 ist ein entsprechender Versuch, durchgeführt durch die Fa. CeramTec ETEC GmbH, gezeigt. Hierbei wird die Inconel® Gehäusekupplung stirnseitig mit Hilfe eines speziellen, firmenspezifischen Einkomponenten-Epoxidharzklebers, über den keine weiteren Details bekannt sind, starr verbunden.



Abbildung 3-2 Bruch eines Perlucor® Zylinders nach stirnseitiger Verklebung mit einer Inconel® 718 Gehäusekupplung; Einkomponenten-Epoxidharzkleber mit Al_2O_3 Partikel verstärkt (Kleber der Fa. CeramTec ETEC GmbH); Verbund bei 200 °C unter Luftatmosphäre im Rohröfen ausgehärtet [46]

Hieraus ergeben sich folgende Gesichtspunkte:

- Aufgrund der Anforderungen hinsichtlich des modularen Aufbaus ist die Verwendung einer Gehäusekupplung notwendig (Abbildung 3-1).
- Hinsichtlich der Herstellbarkeit müssen die entsprechenden fertigungstechnischen Gesichtspunkte berücksichtigt werden.
- Als wichtigster Aspekt ist zu berücksichtigen, dass aufgrund der unterschiedlichen thermo-physikalischen Eigenschaften der Verbundwerkstoffe, die auftretenden Belastungen, nicht nur während des Fügeprozesses, sondern auch während des späteren Einsatzes, vorzugsweise auf Druck- und Schubbeanspruchungen zu beschränken sind.

Zur Lösung des letztgenannten Problems wird folgender Ansatz gewählt: Als Adapter zwischen dem Perlucor® Zylinder und der Inconel® 718

Gehäusekupplung wird eine Verbindungshülse, ebenfalls aus Inconel® 718, zur Kompensation der unterschiedlichen thermo-physikalischen Eigenschaften gewählt. Aus folgenden Gründen erweist sich der Werkstoff Inconel® 718 als optimal geeignet: Zum einen ist dies eine Forderung aus der Systemplattform ZWERG, zum anderen ist dieses Material gemäß ATEX (Explosionsschutzrichtlinie) zertifiziert. Weiterhin zeigen Erfahrungswerte von Bohrlochsonden-Anwendern, dass Inconel® 718 unter den Bedingungen in der Geothermie zu empfehlen ist (siehe Kapitel 2.2).

Die Lösung des Verbindungsproblems mittels des genannten Adapters kann dazu beitragen, die auftretenden Belastungen hauptsächlich auf Druck- und Schubbeanspruchungen zu beschränken.

Dieses Design bietet noch weitere Vorteile:

- Der Außendurchmesser der Sonde von 95 mm lässt sich einhalten.
- Die vorliegenden Designs des Perlucor® Zylinders und der Inconel® 718 Gehäusekupplung können unverändert übernommen werden.
- Der Verbindungsprozess kann vorteilhafterweise in zwei Schritten erfolgen. Einmal kann die Verbindungshülse mit dem Perlucor® Zylinder verlötet werden; zum anderen lässt sich dieser Verbund in einem zweiten Schritt einfach mit der Gehäusekupplung mittels Schweißen verbinden.
- Dieser Zweistufenprozess ermöglicht auch, dass im ersten Prozessschritt (Aktivlötung) die Hülse, bedingt durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten, während des Abkühlprozesses auf den Perlucor® Zylinder aufschumpft. Im zweiten Prozessschritt wird die Hülse mit der Gehäusekupplung z.B. durch Elektronenstrahlschweißen verbunden. Durch diese getrennte Prozessführung ist die Belastung des Perlucor® Zylinders sowohl während des Fügeprozesses als auch später während des Einsatzes von der Belastung der Gehäusekupplungen entkoppelt.

- Durch die Verbindungshülse, die auf den Perlucor® Zylinder aufgelötet wird, schrumpft im Abkühlprozess die Hülse auf den Zylinder. Dadurch können mögliche Lunker im Lot geschlossen und ein thermo-mechanisch hochbelastbarer Metall-Keramik-Verbund realisiert werden.
- Der Metall-Keramik-Verbund erfährt durch den Lötprozess während der Abkühlphase einen höheren Temperaturgradienten und somit eine höhere Belastung als die Sonde unter Einsatzbedingungen. Im Betrieb der Sonde wird der Verbund wieder erwärmt, was die Belastungen wieder reduziert. Folglich stellen Einsatzbedingungen mit Temperaturen innerhalb der Solidustemperatur und Streckgrenze des Lotes keine Herausforderung mehr dar.
- Anstatt der zwei Perlucor® Zylinder des gegenwärtigen Designs kann nun ein Zylinder mit einer Sichtfeldhöhe von 44 mm verwendet werden. Dadurch reduziert sich der Wärmeeintrag ins Sondeninnere durch das heiße Thermalwasser. Der Verzicht auf einen zweiten Perlucor® Zylinder wirkt sich außerdem maßgebend auf das Sondengehäuse aus, da die Versagenswahrscheinlichkeit des Gesamtsystems minimiert wird.

Das hier beschriebene Design ist im Detail in Abbildung 3-3 dargestellt.

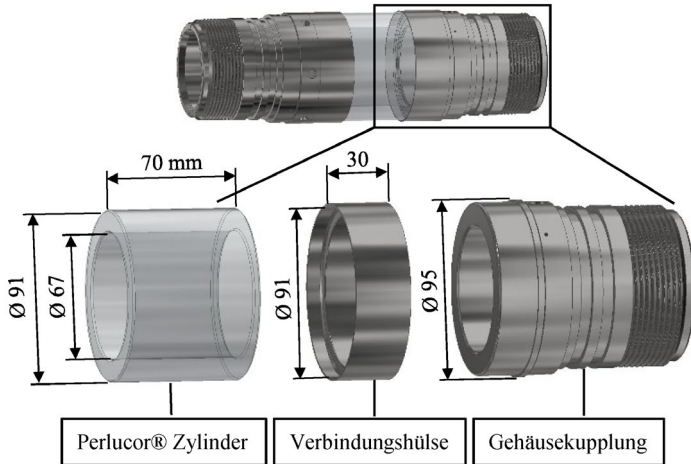


Abbildung 3-3 Konstruktionsmodell des Seitenkameragehäuses der GeoKam mit einem Perluco® Zylinder; Verbund zwischen der Gehäusekupplung und dem Zylinder erfolgt mittels einer aktiv gelöteter Verbindungshülse; perspektivische und Teil-Explosionsansicht (v.o.n.u); modifiziert nach [19]

Wie im Kapitel 2.4 bereits beschrieben, treten kritische Spannungsspitzen am freien Rand zwischen beiden Lötpartnern auf (Abbildung 3-4). Dies kann zur Initiierung von Rissen führen. Der freie Rand muss deshalb so gestaltet und der Verbindungs- sowie Verfahrensprozess so angepasst werden, dass Versagen vermieden werden kann.

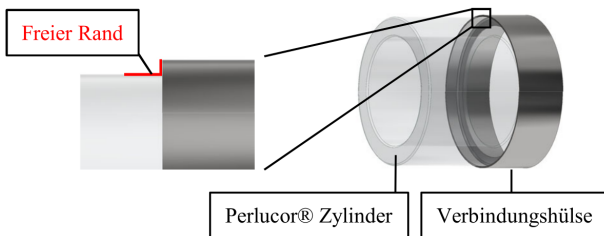


Abbildung 3-4 Schematische Darstellung des freien Randes zwischen dem Perluco® Zylinder und der Inconel® 718 Verbindungshülse; Viertelschnitt und perspektivische Ansicht (v.l.n.r.)

3.2 Realisierung des Verbundes

Folgende Schritte in der genannten Reihenfolge sind zur Realisierung des Verbundes notwendig:

- Die Wärmebehandlung der einzelnen Inconel® 718 Komponenten (Verbindungshülse und Gehäusekupplung) muss vor den jeweiligen Fügeprozessen erfolgen. Anderenfalls würde bei einer nachfolgenden Ausscheidungsglühung die Solidustemperatur des Aktivlotes Incusil™ ABA überschritten (siehe Kapitel 2.3).
- Das Aktivlot Incusil™ ABA ist in drei Varianten verfügbar, als Lotfolie, in Drahtform und als Lotpaste. Bei den hier anstehenden Untersuchungen werden sowohl die Lotfolie als auch die Lotpaste in Betracht gezogen. Die Lotfolie ermöglicht im Ringspalt zwischen der Verbindungshülse und dem Perlucor® Zylinder eine flächige Verbindung. Die Reduzierung kritischer Spannungsspitzen am freien Rand der Partner erfordert eine Anpassung der Geometrie des Lotes (siehe Kapitel 2.4). Dies lässt sich beispielsweise durch das Anbringen einer Abschrägung/Fase (Kerbgeometrie) des Lotes am freien Rand realisieren.

3.3 Ansatz zur Lösung des Problems

Die Entwicklung und Optimierung dieser Kerbgeometrie zur Spannungsreduzierung am freien Rand der Partner (Inconel® 718 Verbindungshülse und Perlucor® Zylinder) erfordert als Herausforderung intensive Untersuchungen.

Zur Lösung dieses Problems, d.h. zur Generierung und Optimierung einer Kerbgeometrie, werden folgende Ansätze in Betracht gezogen:

- Verwendung von Lotpaste zur Modellierung der Kerbgeometrie am freien Rand; Anformung der Lotpaste mit einem Rakel (Abbildung 3-5, a).

- Anbringen von Lotpaste am freien Rand und Formung der Kerbgeometrie mit einer vorher tiefgezogenen Metallfolie (Abbildung 3-5, b).
- Aufbau einer Kavität aus Paraffin am freien Rand, Auffüllen mit Lotpaste und anschließendem Ausschmelzen des Paraffins vor oder während des Lötprozesses (Abbildung 3-5, c).
- Aufbau einer Kavität aus Paraffin am freien Rand, Auffüllen mit Lotpaste und anschließendem Auflösen des Paraffins in Hexan vor dem Lötprozess (Abbildung 3-5, c).

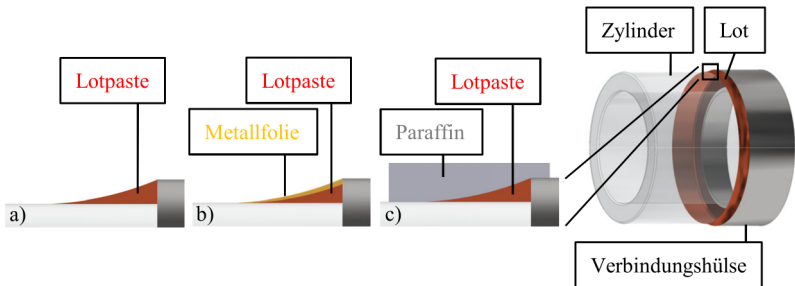


Abbildung 3-5 Herstellung der Kerbgeometrie am freien Rand zwischen dem Zylinder und der Verbindungshülse (perspektivische Ansicht); Viertelschnitt: a) Anbringen der Lotpaste am freien Rand und mittels Rakel in Form bringen; b) Anbringen der Lotpaste am freien Rand und mittels vorgeformter Metallfolie in Form bringen; c) Anbringen der Lotpaste am freien Rand und mittels Kavität aus Paraffin in Form bringen

Die gewählte Vorgehensweise zur Lösung der Gesamtproblematik, d.h. der Lösungspfad, ist im folgenden Ablaufdiagramm (Abbildung 3-6) dargestellt:

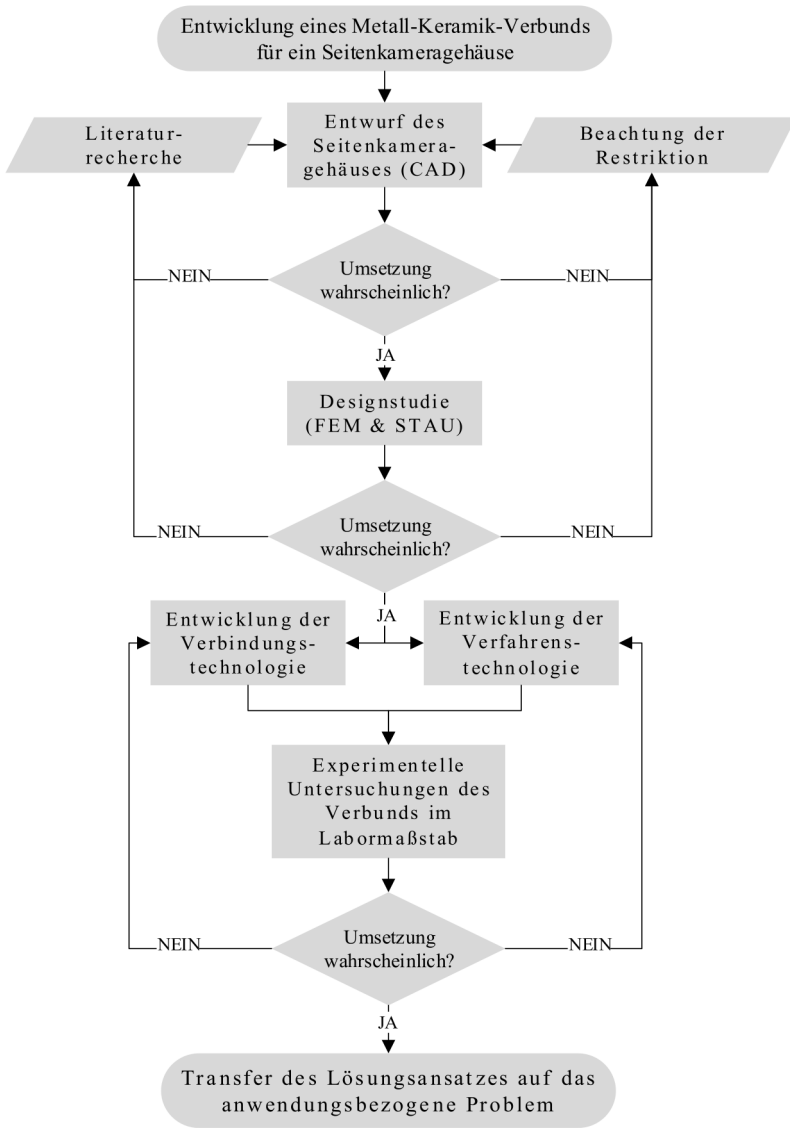


Abbildung 3-6 Ablaufdiagramm zur gewählten Vorgehensweise zum Lösen der Gesamtproblematik

4 Auslegungs- und Simulationsrechnungen, Designstudie

4.1 Überlegungen zur Simulationsberechnung

Um die beschriebenen Anforderungen an das System zu erfüllen und damit die Integrität und Funktionalität nachzuweisen, werden zur Validierung und Absicherung umfangreiche Auslegungsrechnungen durchgeführt. Hierzu werden folgende Geometrien zugrunde gelegt:

- Das Realmodell (Simulationsmodell) mit den Abmessungen wie in Abbildung 3-3 dargestellt. Es entspricht 1:1 dem Metall-Keramik-Verbund des Seitenkameragehäuses für die GeoKam.
- Aufgrund der Nichtverfügbarkeit großer Perlucor® Zylinder werden Analysen am verkleinerten Realmodell (Labormodell) durchgeführt, die zur Basis sämtlicher experimenteller Untersuchungen dienen. Für die experimentellen Untersuchungen stehen 18 Perlucor® Quader mit den Abmaßen 25x25x12 mm (LxBxH) zur Verfügung.

Die Simulationsberechnungen (FEM & STAU) werden am Realmodell (mit der/n Realgeometrie/-abmessungen) durchgeführt. Anschließend werden die Simulationsergebnisse der Realgeometrie auf ein Labormodell, entsprechend der Perlucor® Quader für die experimentellen Untersuchungen, skaliert.

4.1.1 Modellierung des Seitenkameragehäuses im Bereich der Sichtfenster

Bei der Modellierung des Seitenkameragehäuses, d.h. vom Entwurf und der Konstruktion bis zum Simulationsmodell, müssen die zuvor aufgezeigten

Restriktionen (siehe Kapitel 2 und 3) berücksichtigt werden. Als kritische Stelle muss hier die Fügestelle zwischen Perlucor® und Inconel® 718 betrachtet werden. Grund hierfür ist die relativ geringe Zugfestigkeit und Sprödigkeit des Perlucor® Werkstoffes. Durch die Verwendung des genannten zweistufigen Herstellungsprozesses (siehe Kapitel 3.1) und einer Inconel® 718 Verbindungshülse, als Kompensator zwischen dem Perlucor® Zylinder und den Inconel® 718 Gehäusekupplungen (siehe Abbildung 3-3), lassen sich die zu betrachtenden Komponenten des Simulationsmodells auf den Zylinder und die Verbindungshülse reduzieren. Folglich sind, unter Berücksichtigung der Restriktionen, die Verbindungshülse aus Inconel® 718 und die Lot- und Lotspaltgeometrie die Variablen für die Auslegung des Seitenkameragehäuses der Videoinspektionssonde GeoKam.

Erste Näherungsrechnungen zur Erzielung einer optimierten Geometrie von Lotspalt und Verbindungshülse ist, wie in Kapitel 2.4.2 beschrieben, unter Zuhilfenahme der dort angegebenen Formeln (2-2) und (2-4), möglich. Demnach lassen sich nach Formel (2-2) die Schubspannungen im Lotverbund, durch eine Reduzierung des E-Moduls und der Benetzungsfläche des Lotes sowie durch eine Vergrößerung der Lotspaltdicke, reduzieren. Nach Formel (2-4) wirkt sich außerdem eine Reduzierung der Materialstärke des Metalls, durch eine Reduzierung der Druckeigenspannungen in der Keramik, positiv auf den Verbund aus. Eine dünne Verbindungshülse ist jedoch nur unter der Annahme realisierbar, dass diese dem hydrostatischen Außendruck von 60 N/mm^2 im Bohrloch (siehe Tabelle 3-1) standhält. Dies würde jedoch, unter Berücksichtigung der Druckgeräterichtlinie AD-2000, B6 (2006) [47], eine Mindestwandstärke von mindestens $7,3 \text{ mm}$ (siehe Kapitel 2.1.2) voraussetzen. Folglich wäre der Außendurchmesser der Sonde mindestens $105,9 \text{ mm}$, anstatt maximal 95 mm (Außendurchmesser des Zylinders + $2 \times$ Wandstärke der Verbindungshülse; $(91 \text{ mm} + (2 \times 7,3 \text{ mm})) = 105,6 \text{ mm}$). Bei Einhaltung der Anforderungen stehen aber für die Verbindungshülse und den Lotspalt nur ein Ringspalt von 2 mm zur Verfügung (Außendurchmesser des Perlucor® Zylinders + $2 \times$ Wandstärke der Verbindungshülse inklusive Lotspalt; $(91 \text{ mm} + (2 \times 2 \text{ mm})) = 95 \text{ mm}$)).

Das beschriebene Problem lässt sich lösen, indem die Verbindungshülse lediglich als Kompensator und abdichtendes Element fungiert. Der Außendruck muss demnach vom Perlocor® Zylinder und den Gehäusekupplungen aufgenommen werden. Durch das Auflöten der Verbindungshülse am Umfang des Zylinders und das Aufschiessen der Hülse auf die Gehäusekupplung wird dies gewährleistet (Abbildung 4-1). Die Dichtigkeit des Verbundes erfolgt durch das Aktivlot Incusil™ ABA und der Schweißnaht. Außerdem reduziert sich durch eine relativ dünne Verbindungshülse der entstehende Fugendruck, welcher sich, bedingt durch den Lötprozess, zwischen dem Zylinder und der Verbindungshülse einstellt und folglich sich auf die kritischen Biege- und Zugspannungen positiv auswirkt.

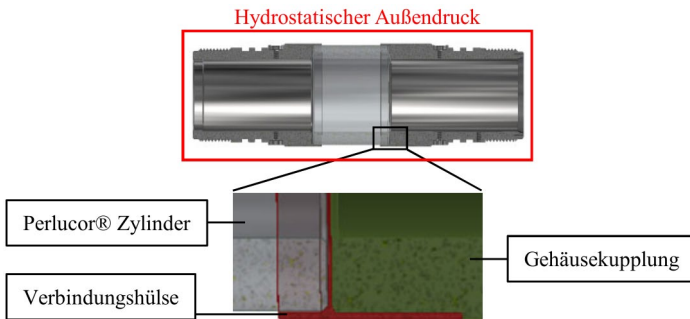


Abbildung 4-1 Konstruktionsmodell des Seitenkammergehäuses der GeoKam mit einem Perlocor® Zylinder; Perlocor® Zylinder und Inconel® 718 Gehäusekupplung dienen als Stützkomponenten für die Inconel®718 Verbindungshülse gegen den Außendruck im Betrieb; Halb- und Viertelschnitt (v.o.n.u)

Neben dem Gehäusedurchmesser gilt es, bei der Modellierung des Verbundes das erforderliche freie Sichtfeld zu berücksichtigen, das die Kameraeinheit benötigt. Das optimierte Design ermöglicht zwar einen Rundumblick der Bohrwand (radial zur Sondenachse), muss jedoch auch die nötige Höhe des Sichtbereichs (axial zur Sondenachse) gewährleisten. Aus der Restriktion, dass der Zylinder maximal mit einer Höhe von 70 mm hergestellt werden kann und die Kameraeinheit ein Sichtfeld mit einer Höhe von 44 mm benötigt, ergibt sich eine nutzbare Benetzungslänge des Verbundes am Umfang des Zylinders

(vertikaler Verbund) von 13 mm je Verbindungshülse. Da der höchste Wärmeeintrag in die Sonde über das Sichtfenster erfolgt, darf das Sichtfeld mit einer Höhe von 44 mm auch nicht größer sein als nötig. Die Höhe des vertikalen Verbundes hängt auch direkt mit der Höhe der Verbindungshülse zusammen. Ist die Höhe der Verbindungshülse am vertikalen Verbund zu gering, wirkt sich dies negativ auf die Herstellung des Verbundes aus. Beim Aufsetzen einer zu kurzen Verbindungshülse auf den Perlucor® Zylinder sowie während des Lötprozesses fehlt die erforderliche Führungslänge der Hülse, sodass beide Verbundpartner nicht konzentrisch gefügt werden können.

Eine Maximalwertberechnung unter Verwendung der Formel (2-2) aus Kapitel 2.4.1 und mit den Annahmen, dass die maximale Benetzungslänge auf dem Zylinder je Verbindungshülse 13 mm, die Lotspaltdicke maximal 1,25 mm und die Schubspannung im Verbund 400 N/mm² betragen darf, liefert die in Abbildung 4-2 gezeigte/n Schnitt- und Lösungsmenge/n.

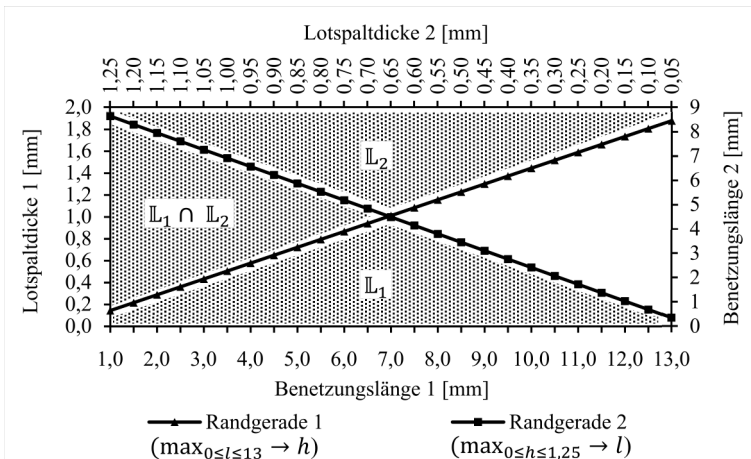


Abbildung 4-2 Randgeraden 1 & 2 mit den/r entsprechenden Lösungs- und Schnittmenge/n aus einer Maximalwertberechnung mit Formel (2-2) und den Annahmen: $E_{\text{Incusil}}^{\text{TM}} = 76 \text{ kN/mm}^2$; $\Delta T_{\text{Incusil}}^{\text{TM}} = 583 \text{ K}$ ($T_{\text{solidus}} \rightarrow \text{RT}$); $\Delta \alpha_{\text{M,K}} = 7,1 \cdot 10^{-6} \text{ mm}$; $v_{\text{Incusil}}^{\text{TM}} = 0,36$; $\tau_{\text{max}} = 400 \text{ N/mm}^2$; $l_{\text{max}} = 13 \text{ mm}$; $h_{\text{max}} = 1,25 \text{ mm}$

Unter Berücksichtigung einer späteren technischen Umsetzung werden für die Simulationsuntersuchungen, als erste Annäherung an ein optimales Design der Verbindungshülse und des Lotes, gemäß Abbildung 4-2, eine Lotspaltdicke von 0,5 mm mit einer Benetzungslänge von 5 mm gewählt. Darauffolgend werden mit Formel (2-4) aus Kapitel 2.4.1 weitere Verfeinerungen zur Optimierung der Materialstärke der Verbindungshülse für die Modellierung des Verbundes vorgenommen und die Ergebnisse in folgender Abbildung 4-3 dargestellt.

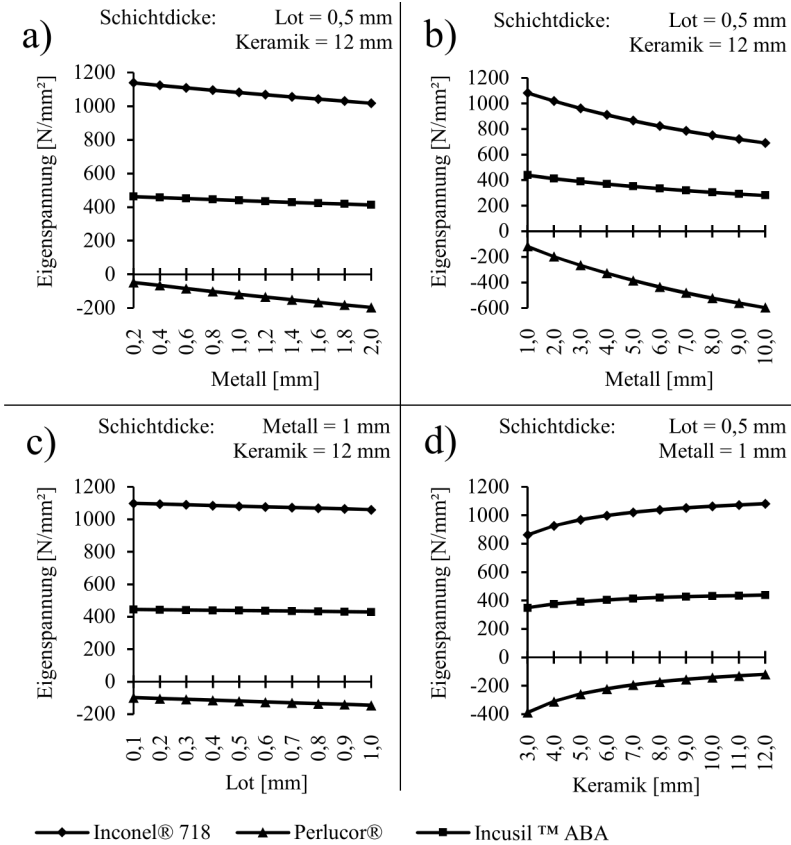


Abbildung 4-3 Eigenspannungsverläufe der einzelnen Verbundwerkstoffe bei Variation der Schichtdicken (a, b, c, d) nach Formel (2-4) mit den Annahmen: $E_{\text{Inconel}} = 205 \text{ kN/mm}^2$; $E_{\text{Incusil}} = 76 \text{ kN/mm}^2$; $E_{\text{PerLucor}} = 280 \text{ kN/mm}^2$; $\alpha_{\text{Inconel}} = 14,6 \cdot 10^{-6} \text{ mm/mm}^\circ\text{C}$; $\alpha_{\text{PerLucor}} = 7,7 \cdot 10^{-6} \text{ mm/mm}^\circ\text{C}$; $\alpha_{\text{Incusil}} = 18,2 \cdot 10^{-6} \text{ mm/mm}^\circ\text{C}$; $\nu_{\text{Inconel}} = 0,3$; $\nu_{\text{PerLucor}} = 0,22$; $\nu_{\text{Incusil}} = 0,36$; $\Delta T = 583 \text{ K}$

Die Ergebnisse aus Abbildung 4-3 lassen erkennen, dass die Spannungen im Verbund entscheidend von der Metall-Keramik-Paarung abhängen und die relativ dünne Lotschicht nur einen geringen Einfluss hat (Abbildung 4-3 a, c, d). Die Kombination der unterschiedlichen WAK führt unter Berücksichtigung der getroffenen Annahmen in der Keramik zu Druckspannungen und im Lot

und Metall zu Zugspannungen (siehe Kapitel 2.4.1). Aus der Forderung, dass die Abmaße des Zylinders als gegeben gelten und für die Modellierung des Verbundes die Metall-Keramik-Paarung maßgeblich ist, wird für das Start-Simulationsmodell eine Wandstärke der Verbindungshülse von 1 mm angenommen.

Zusammenfassend ergeben sich somit folgende Startparameter für das Design des Verbundes:

- PerLucor® Zylinder mit einem Außendurchmesser von 91 mm, Innendurchmesser von 67 mm und Höhe von 70 mm; Kanten mit 1 mm Fase.
- Verbindungshülse aus Inconel® 718 mit einer Wandstärke 1 mm.
- Aktivlot Incusil™ ABA mit einer Lotschichtdicke von 0,5 mm und Benetzungslänge von 5 mm.

Die Ergebnisse aus den analytischen Berechnungen mit den Formeln (2-2) und (2-4) aus Kapitel 2.4.1 liefern lediglich Anhaltswerte. Sie geben keinen detaillierten Aufschluss über die Spannungen am freien Rand des Verbundes (siehe Abbildung 3-4). Am freien Rand liegt ein mehrachsiger Spannungszustand vor, der in dieser Arbeit mit der Finite Elemente Methode untersucht wird.

4.1.2 Simulationsparameter

Als Auslegungswerkzeug wird der Finite Elemente Code ABAQUS® verwendet. Die ABAQUS® Analysen werden auf der Basis einer 2D-achsensymmetrischen Geometrie durchgeführt. Die Diskretisierung des Modells erfolgt mit dem Element CAX4, d.h. achsensymmetrischer Festkörper -Kontinuumelement- mit 4 Knoten. In Verbindung dazu sollen die Simulationsergebnisse aus ABAQUS® mit dem Postprozessor STAU (siehe Kapitel 2.4.2) untersucht und damit eine Aussage zur Versagenswahrscheinlichkeit des Zylinders, als kritische Komponente des Verbundes, getroffen werden. Für die Berechnung der Versagenswahrscheinlichkeit der PerLucor® Keramik mittels STAU wird die Normalspannungshypothese zugrunde gelegt.

Als Datenbasis für eine spannungstechnische Optimierung des Verbundes wird eine Vielzahl an Werkstoffkennwerten benötigt. Die Qualität der Simulationsergebnisse hängt dabei sehr stark von diesen Materialdaten ab. Für den metallischen Werkstoff Inconel® 718 liegt eine breite Datenbasis an temperaturabhängigen Materialeigenschaften vor, aufgrund des weit verbreiteten Einsatzes des Werkstoffes in der Luft- und Raumfahrt. Von der Transparentkeramik Perlocor® liegt lediglich der temperaturabhängige WAK vor, ansonsten stehen nur temperaturunabhängige Werkstoffdaten des Herstellers zur Verfügung. Ähnlich ist die Materialdatenbasis beim Aktivlot Incusil™ ABA. Hier stehen ausschließlich temperaturunabhängige Materialdaten zur Verfügung. Basierend auf den Betrachtungen aus Kapitel 4.1.1, nach denen eine dünne Lot-schichtdicke (in Relation zu den Metall/Keramik-Partnern) nur einen geringen Einfluss auf die Spannungen in der Keramik und im Metall hat, können für die Berechnungen temperaturunabhängige Materialdaten des Aktivlotes Incusil™ ABA zugrunde gelegt werden. Dies lässt sich dadurch rechtfertigen, dass das Aktivlot Incusil™ ABA eine relativ geringe Steifigkeit bei relativ hohen Festigkeiten besitzt (Tabelle 4-1). Im Allgemeinen ist derzeit die Datenbasis bezüglich Aktivloten gering. Dies gilt insbesondere für solche die ähnliches Verhalten wie Incusil™ ABA zeigen. Damit ist eine Abschätzung oder gar Vergleichbarkeit und Übertragbarkeit von temperaturabhängigen Eigenschaften wie des WAK von Incusil™ ABA zu ähnlichen Aktivloten nicht möglich.

In nachfolgender Tabelle 4-1 und Abbildung 4-4 sind die für die Berechnung verwendeten physikalisch-mechanischen Materialeigenschaften der einzelnen Verbundwerkstoffe aufgeführt.

Tabelle 4-1 Physikalisch-mechanische Materialeigenschaften der Werkstoffe Inconel®718, Incusil™ ABA und Perlocor® aus [64, 90, 116]

(20 – 200 °C)		Inconel® 718	Incusil™ ABA	Perlocor®
Elastizitätsmodul E	[kN/mm ²]	190	76	280
Streckgrenze R _{p0,2}	[N/mm ²]	1120	338	
Zugfestigkeit R _m	[N/mm ²]	1370	455	
Tangentenmodul E _T	[N/mm ²]	1488	563	
Charakt. Festigkeit σ (aus 4-Punkt-Biegung)	[N/mm ²]			268
Weibull-Modul m				15
Bruchzähigkeit K _{IC}	[MPa \sqrt{m}]			2,4
Querkontraktionszahl ν		0,3	0,36	0,22
Liquidustemperatur	[°C]		715	
Solidustemperatur	[°C]		605	

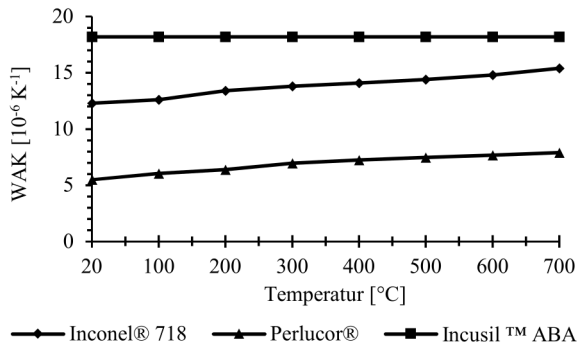


Abbildung 4-4 Temperaturabhängige Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) von Inconel® 718 und Perlocor® sowie temperaturunabhängiger WAK von Incusil™ ABA [19, 64, 90, 116]

Die Simulationsberechnungen berücksichtigen insbesondere die Abkühlphase des Lötvorgangs unter folgenden Annahmen: Jenseits der Solidustemperatur des Lotmaterials ist der Verbund spannungsfrei. Unterhalb dieser Temperatur treten Spannungen, entsprechend dem thermo-elastisch-plastischen Verhalten der Verbundwerkstoffe, auf (siehe Kapitel 3.1).

Für die Berechnungen wird ein elastisch-plastisches Materialverhalten (bilinear, verfestigend) der Werkstoffe Inconel® 718 und Incusil™ ABA sowie ein linear-elastisches Materialverhalten des Werkstoffes Perlucor®, berücksichtigt. Das Tangentenmodul E_T für Inconel® 718 und Incusil™ ABA wird gemäß der Formel (4-1) aus [144] berechnet. Dabei wird für die Berechnung die Bruchdehnung anstatt die Gleichmaßdehnung verwendet, unter der Annahme, dass das Materialversagen von Inconel® 718 und Incusil™ ABA unmittelbar nach Erreichen der Zugfestigkeit eintritt. Diese Annahme wird durch Untersuchungen von Bissig et al. [122] für das Aktivlot Incusil™ ABA bestätigt. Das Incusil™ ABA verfestigt sich nach der Fließgrenze $R_{p0,2}$ bis zum Erreichen der maximalen Zugfestigkeit quasi-linear und versagt unmittelbar danach [122]. Hochfeste Metalle wie Inconel® 718, mit hoher Steifig- und Festigkeit, weisen ein ähnliches Materialverhalten auf. Weitergehende Materialdaten sind in der offenen Literatur nicht verfügbar.

$$E_T = \frac{\sigma_{Rm} - \sigma_{Rp0,2}}{\varepsilon_{Bruch} - \varepsilon_{Rp0,2}} \quad (4-1)$$

E_T	Tangentenmodul
σ_{Rm}	Zugfestigkeit
$\sigma_{Rp0,2}$	Streckgrenze
ε_{Bruch}	Bruchdehnung
$\varepsilon_{Rp0,2}$	Elastische Dehnung

4.2 Designstudie – Analyse und spannungstechnische Optimierung

Die in Kapitel 4.1 getroffenen Annahmen und Vorauslegungen bilden die Basis für ein vereinfachtes Simulationsmodell. Auf dieser Grundlage ergeben sich eine Vielzahl an Gestaltungsmöglichkeiten für die Verbindungshülse. Unter Berücksichtigung der Anforderungen an den Metall-Keramik-Verbund wird hierzu eine Basis-Designstudie durchgeführt, um mögliche

Verbindungshülsen-Geometrien und deren thermo-mechanisches Verhalten, nach der Herstellung des Verbundes, aufzuzeigen.

In Abbildung 4-5 sind die drei vielversprechendsten Verbunde aus der Basis-Designstudie mit unterschiedlichen Verbindungshülsen-Geometrien dargestellt. Zur besseren Einschätzung der thermo-mechanischen Belastung, durch die Verbindungshülse auf den Zylinder, werden die maximale Hauptspannung (ABAQUS®, Max. Principal, σ_1) sowie die betragsmäßig maximale Hauptspannung (ABAQUS®, Max. Principal (Abs)) im Zylinder aufgezeigt. Um die Modelle miteinander vergleichen zu können, wird für die Visualisierung der Hauptspannungen ein Spannungsbereich von -200 N/mm² bis 500 N/mm² gewählt und verschieden farblich dargestellt - unter 200 N/mm² (blau) und über 500N/mm² (rot) wird herausgefiltert. Das Ergebnis liefert drei Lösungsvarianten zur grundlegenden Gestaltung der Verbindungshülse und berücksichtigt zunächst nicht den mehrachsigen Spannungszustand am freien Rand des Verbundes.

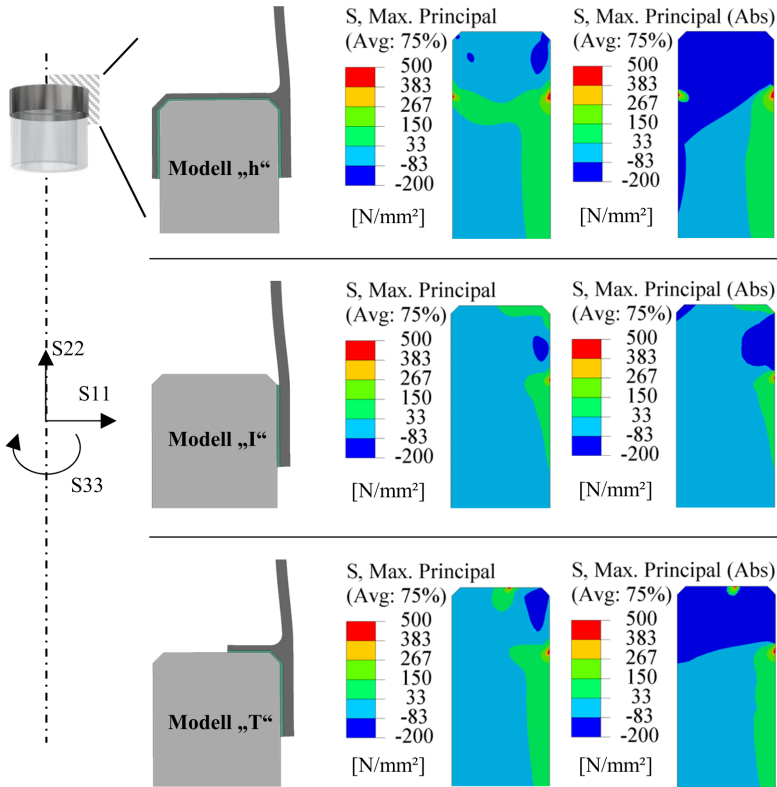


Abbildung 4-5 Designstudie zur grundlegenden Gestaltung der Verbindungshülse; Viertelschnitt der Simulationsmodelle „h“, „l“ und „T“ sowie die auftretenden Hauptspannungen (Max. Principal, Max. Principal (Abs)) im Bereich von -200 N/mm² bis 500 N/mm² im Zylinder (v.l.n.r.)

Aus den Ergebnissen der Designstudie wird ersichtlich, wie sich die geometrische Gestaltung der Verbindungshülse auf die Spannungsverteilung im Zylinder auswirkt. Demnach verursacht das Aufschrupfen der Verbindungshülse auf den Zylinder, bedingt durch den größeren WAK des Inconel® 718, Zugspannungen an der äußeren Umfangsfläche des Zylinders (Abbildung 4-5, grünes Farbspektrum), die im Bereich der Verbindungshülse (Benetzungsfläche) in Druckspannungen übergehen (Abbildung 4-5, blaues Farbspektrum).

Außerdem ist hieraus ersichtlich, dass die Verbindungshülse im oberen Bereich nicht durch den Zylinder beim Schrumpfen behindert wird, sodass eine größere Deformation der Verbindungshülse zugelassen werden kann. Bei den Modellen „h“ und „T“ wird eine Deformation der Verbindungshülse durch einen Stützring (horizontaler Ring an der Verbindungshülse) im Bereich der Stirnfläche des Zylinders deutlich behindert und führt somit zu relativ hohen Druckspannungen im Zylinder (siehe Max. Principal (Abs.), blaues Farbspektrum). Des Weiteren wird ersichtlich, welchen Einfluss der Metall-Keramik-Übergang am freien Rand auf die Zugspannungsverteilung, vor allem bei den Modellen „h“ und „T“, hat. Der Stützring beschränkt eine axiale Bewegung (Abbildung 4-5, S22) der Verbindungshülse und beeinflusst folglich die Schrumpfrichtung. Hieraus ergibt sich ein größerer Zugspannungsbereich.

Aufgrund der Simulationsberechnungen aus den Ergebnissen der Abbildung 4-5 verspricht die Lösungsvariante „T“ das beste Optimierungspotential. Eine technische Umsetzbarkeit des Verbundes ist hier jedoch (noch) nicht berücksichtigt. Aus Sicht der Verbindungs- und Fertigungstechnologie eignen sich Verbindungshülsen-Geometrien zur Herstellung eines Seitenkameragehäuses, die während des Fügeprozesses die Freiheitsgrade der einzelnen Fügekomponenten auf ein Minimum reduzieren. Außerdem wird hierdurch das gleichzeitige Verlöten der beiden Verbindungshülsen (beide Stirnseiten) mit dem Zylinder deutlich erleichtert. Die Modelle „h“ und „T“ weisen bezüglich der Freiheitsgrade im Herstellungsprozess, eine bessere Handhabung auf und ermöglichen einen sicheren und beherrschten Herstellungsprozess mit hoher Wiederholgenauigkeit. Die Vorteile des Modells „T“ überwiegen jedoch im Vergleich zum Modell „h“. Hier erschwert zum einen keine störende Kante in der inneren Umfangsfläche des Zylinders eine Montage des Kamerasystems. Zum anderen fällt die Benetzungsfläche deutlich kleiner aus, was sich positiv auf die Zugspannungen im Verbund (siehe Abbildung 4-2) und den Herstellungsprozess auswirkt. Somit stellt das Modell „T“ einen machbaren Kompromiss bezüglich des Designs der Verbindungshülse dar, der den Zielkonflikt zwischen einer optimalen Spannungsverteilung im Verbund und einer technischen Umsetzbarkeit der Verbindungs- und Verfahrenstechnologie löst.

Detailliertere Berechnungen am Modell „T“ führen zu folgendem Design (Abbildung 4-6), auf Basis dessen weiterführende Simulationsberechnungen gemacht werden:

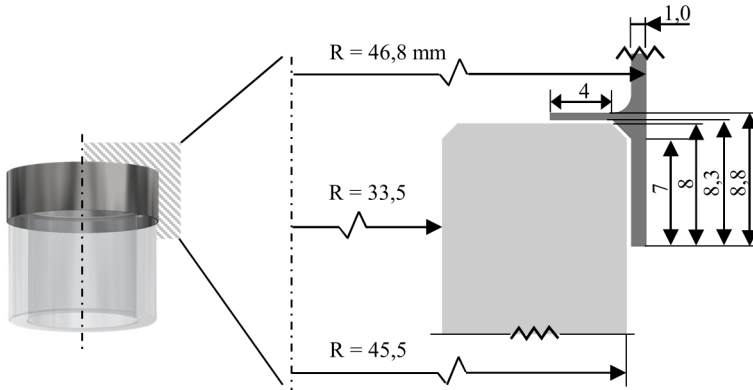


Abbildung 4-6 Designstudie zum Modell „T“ der Verbindungshülse; Viertelschnittebene des Metall-Keramik-Verbundes sowie Viertelschnitt der mit den berechneten Abmaßen der Verbindungshülse (v.l.n.r.); modifiziert nach [19]

4.2.1 Simulationsuntersuchungen zur Entwicklung eines optimalen Metall-Keramik-Verbundes

Es ist bekannt, dass am freien Rand eines Metall-Keramik-Verbundes, z.B. wegen der unterschiedlichen WAK der Fügeworkstoffe (Werkstoffdiskontinuitäten) oder aufgrund scharfer Kerben (geometrischen Diskontinuitäten), kritische Spannungsspitzen, z.B. bei der Herstellung eines Lötverbundes oder unter Einsatzbedingungen, auftreten, die zur Rissinitiation an der Keramikoberfläche, infolge auftretender Spannungsspitzen, führen (siehe Kapitel 2.4.1).

In Abbildung 4-7 zeigt eine Berechnung des Verbundes auf Basis des Simulationsmodells „T“ die auftretenden Spitzenspannungen auf der Keramikoberfläche (roter und grüner Bereich), welche am freien Rand nach dem Lötprozess zu erwarten sind.

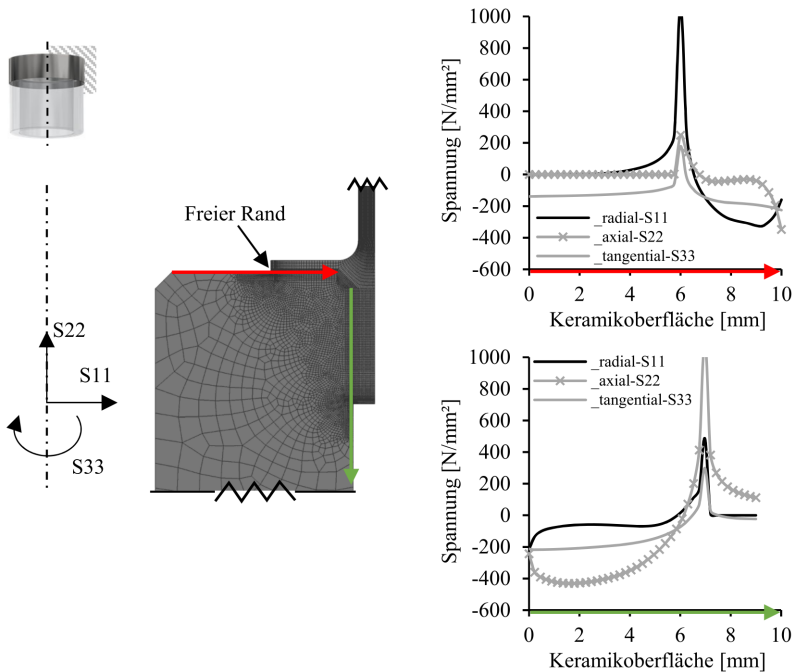


Abbildung 4-7 Spannungen auf der Oberfläche des Zylinders (roter und grüner Bereich) nach dem Auflöten der Verbindungshülse; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells „T“ und Spannungsverteilung auf der Zylinder-Oberfläche (v.l.n.r.); modifiziert nach [19]

Wie erwartet finden sich die Zugspannungsmaxima am freien Rand beim Übergang der Verbindungshülse auf die Keramik. Der Spannungsverlauf aus Abbildung 4-7 zeigt unmittelbar am Metall-Keramik-Übergang kritische Zugspannungen, die auf der Keramikoberfläche von Zug- auf Druckspannungen in einem lokal sehr begrenzten Bereich übergehen und folglich eine Rissinitiation begünstigen. Das Ergebnis gibt Anlass, diesen Bereich mit Hilfe von ABAQUS® Analysen detaillierter zu untersuchen. Für den Bereich am freien Rand, d.h. für die offensichtlich kritische Zone, wird für die Analysen ein sehr engmaschiges Netz mit einer Elementgröße von 0,01 mm zugrunde gelegt. Die Auswahl der Elementgröße ergab sich aus folgenden Überlegungen: Am freien Rand existiert theoretisch eine Spannungssingularität, weshalb die

Elementgröße entscheidenden Einfluss auf die Aussagegenauigkeit der berechneten Spitzenspannungen hat. Entsprechend einem Ansatz nach Wellmann [145], können die realen Spannungen näherungsweise durch eine Bestimmung der kritischen Risslänge a_C abgeschätzt werden, die sich wiederum anhand der Bruchzähigkeit K_{IC} bestimmen lässt. Für Perlucor® lässt sich die Bruchzähigkeit K_{IC} mit $2,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ und die charakteristische Festigkeit σ_0 mit 268 MPa angeben (siehe Tabelle 4-1). Hieraus ergibt sich nach Formel (2-12) aus Kapitel 2.4.2 eine kritische Risslänge a_C von $0,02 \text{ mm}$. Legt man die Hälfte der kritischen Risslänge als minimale Elementgröße den Analysen zugrunde, spiegelt dies die realen Verhältnisse in guter Annäherung wieder [145].

In einer beispielhaften Untersuchung hat Iancu [133] den Einfluss der Geometrie am freien Rand untersucht und zeigt, dass mit Hilfe einer Abschrägung (Fase) die Maximalspannungen reduziert werden können. Auch Mattheck [146] demonstriert in einer Vielzahl an Untersuchungen, insbesondere im Bereich der Biomechanik, dass eine adäquate Gestaltung der Kerbgeometrie auftretende Kerbspannungen deutlich herabsetzt. Dadurch wird die Versagenswahrscheinlichkeit des Bauteils reduziert. Nach Mattheck führt eine adäquate Kerbgeometrie, z.B. in Anlehnung an die Form eines Kieselsteines, zu einer gleichmäßigen Spannungsverteilung entlang einer Kerbe. Eine Analyse des Simulationsmodells „T“ unter Formung der Kerbe am freien Rand des Metall-Keramik-Verbundes ist in Abbildung 4-8 dargestellt.

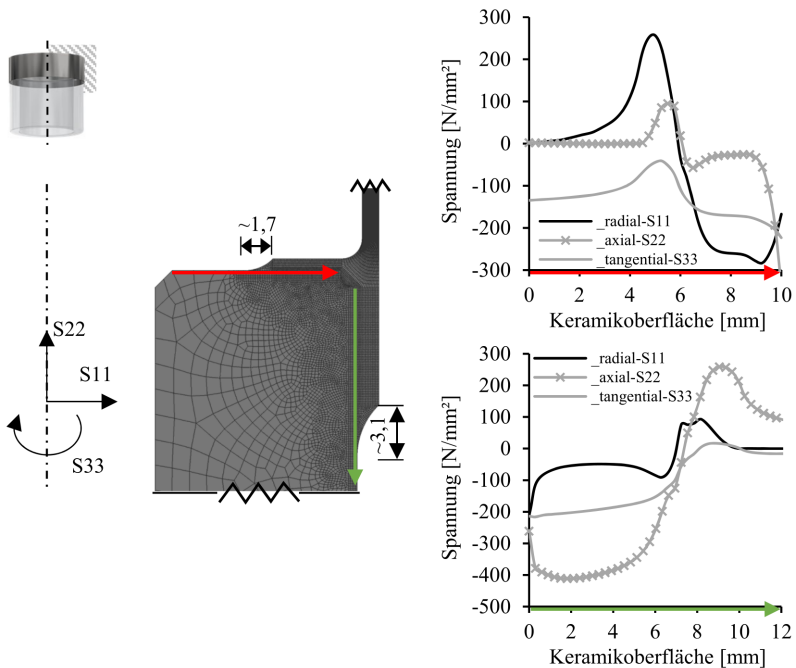


Abbildung 4-8 Spannungen auf der Oberfläche des Perlucor® Zylinders (roter und grüner Bereich) nach dem Auflöten der Verbindungshülse unter Formung einer Kerbe am freien Rand - angelehnt an Mattheck [147]; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells „T“ und Spannungsverteilung auf der Zylinder - Oberfläche (v.l.n.r)

Der Spannungsverlauf auf der Keramikoberfläche aus Abbildung 4-8 zeigt den positiven Einfluss einer Änderung der Kerbengeometrie am freien Rand. Die Spannungsspitze bei einer scharfen Kerbe (siehe Abbildung 4-7) wird durch Änderung der Kerbengeometrie deutlich verringert. Anhand der Zugspannungen (Abbildung 4-8) wird deutlich, dass diese homogener über die Benetzungsfläche verteilt sind und der scharfe Übergang von Zug- zu Druckbelastung abgemildert wird, sodass eine Rissinitiation an der Keramikoberfläche unwahrscheinlicher wird.

Eine optimale Kerbgeometrie unter Einhaltung der Restriktionen aus Kapitel 4.1.1 liefert das Modell „T“ aus Abbildung 4-9. Die Kerbgeometrie am freien Rand an der Stirnseite des Zylinders (Abbildung 4-9, roter Bereich) hat eine Länge von 4 mm, eine Höhe von 0,8 mm und der Radius ergibt sich aus der Bedingung, dass er tangential zur Benetzungsfläche ausläuft. Die Kerbgeometrie am Umfang des Zylinders (Abbildung 4-9, grüner Bereich) hat eine Länge von 5,4 mm, eine Höhe von 1,3 mm und auch hier ergibt sich der Radius aus der Bedingung, dass er tangential zur Benetzungsfläche ausläuft.

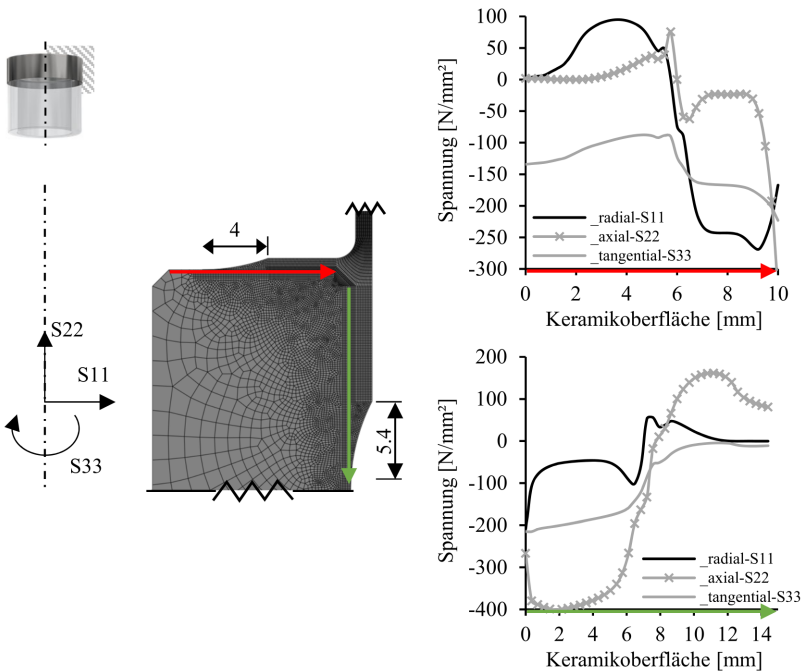


Abbildung 4-9 Spannungen auf der Oberfläche des Zylinders (roter und grüner Bereich) nach dem Auflöten der Verbindungshülse unter Formung einer optimalen Kerbe am freien Rand; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells „T“ und Spannungsverteilungen auf der Zylinder - Oberfläche (v.l.n.r.); modifiziert nach [19]

Ein Vergleich der Spannungen auf der Benetzungsfläche des Zylinders aus Abbildung 4-9 und der Spannungen im gesamten Zylinder aus Abbildung 4-10 bestätigt die Annahme aus Kapitel 2.4.1, dass kritische Spannungen bei einem derartigen Verbund, eher an der Keramikoberfläche vorzufinden sind. Der vertikale Verbund stellt, wegen einer längeren Benetzungsfläche und dickeren Wandstärke der Verbindungshülse, mit einer maximalen Zugspannung (axial, S22) von 162 N/mm² und maximalen Druckspannung (axial, S22) von 401 N/mm², die größere Belastung für den Zylinder dar (Abbildung 4-10).

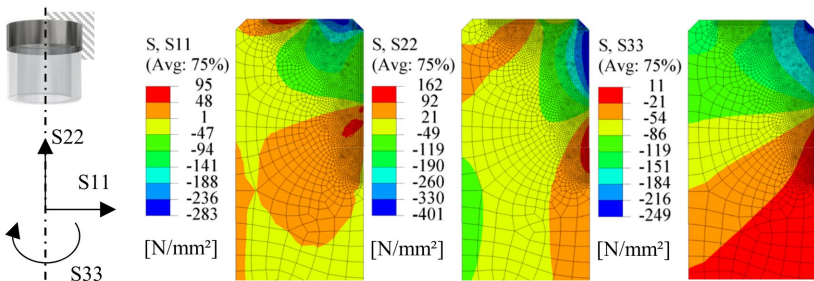


Abbildung 4-10 Spannungen in radialer - (S11), axialer - (S22) und tangentialer - (S33) Richtung im Zylinder nach dem Auflöten der Verbindungshülse unter Formung einer optimalen Kerbe am freien Rand; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells und Spannungsverteilungen im Zylinder (v.l.n.r.)

Die Ergebnisse aus Abbildung 4-10 zeigen die Spannungen im Zylinder nach dem Lötprozess. Aus der Spannungsverteilung und -höhe als skalarem Wert kann jedoch noch keine valide Aussage zur Versagenswahrscheinlichkeit des Zylinders gemacht werden. Für eine Vorhersage der Versagenswahrscheinlichkeit des Zylinders, werden auf Basis der numerischen Spannungsberechnungen aus ABAQUS®, die Ergebnisse aus Abbildung 4-10 mit dem Postprozessor STAU analysiert und bewertet (siehe Kapitel 2.4.2). Die nach dem Lötprozess aufgrund dieser Analysen auftretenden Belastungen im Metall-Keramik-Verbund führen zu einer Versagenswahrscheinlichkeit P_f aufgrund von Volumendefekten ($P_{f,V}$) von 1,53 % und aufgrund von Oberflächendefekten ($P_{f,A}$) von 3,27 %.

4.2.2 Spannungsreduzierende Maßnahmen

Die zuvor aufgezeigten Simulationsberechnungen verdeutlichen, welchen Einfluss das Lot- und Verbindungshülensdesign auf den Zylinder hat. Das Modell „T“ aus Abbildung 4-9 wird unter der Randbedingung einer technischen Umsetzung entwickelt, so z.B. die Herstellung der Verbindungshülse mit konventionellen Fertigungsverfahren.

Beispielhaft sei hier die Herstellung von Bauteilen aus Inconel® 718 dargestellt:

Das Inconel® 718 wird im lösungsgeglühten Zustand mit Übermaß gefertigt. Während des Ausscheidungsprozesses schrumpft das Bauteil nach, sodass es anschließend noch auf Endkontur/-maß geschliffen werden muss. Eine endkonturnahe Fertigung ist, wegen der besonderen Materialeigenschaften (E-Modul, Härte, etc.), zumindest bei dünnen Wandstärken, nicht möglich [18]. Unter diesem Aspekt, sollte die Verbindungshülse eine relativ einfache Endkontur aufweisen und spannungsreduzierende Maßnahmen entsprechend leicht umsetzbar sein.

In Abbildung 4-11 ist die Spannungsverteilung des gesamten Verbundes dargestellt. Die hohen Zugspannungen in radialer- (S11), axialer- (S22) und tangentialer- (S33) Richtung in der Verbindungshülse, die ab dem Unterschreiten der Solidustemperatur des Aktivlotes bis auf Raumtemperatur stetig ansteigen, führen zu hohen Zugspannungen auf der Zylinderoberfläche (siehe Abbildung 4-9). Demnach wirkt sich jede Reduzierung dieser Zugspannungen, z.B. durch eine dünnere Wandstärke der Verbindungshülse, positiv auf die Spannungen im Zylinder aus. Dieser Reduzierung der Wandstärke sind jedoch aus Fertigungsgründen Grenzen gesetzt.

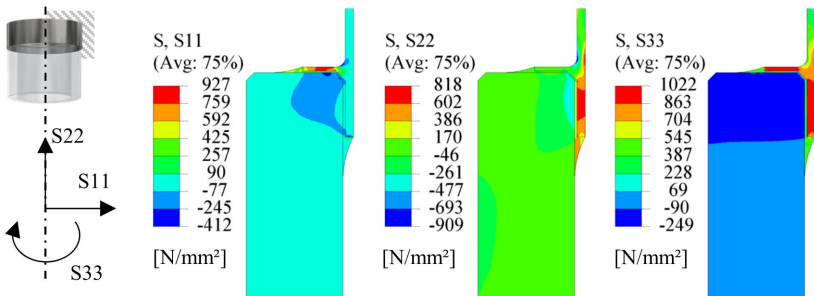


Abbildung 4-11 Spannungen in radialer- (S11), axialer- (S22) und tangentialer- (S33) Richtung am gesamten Verbund nach dem Lötprozess; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells und Spannungsverteilungen im Verbund (v.l.n.r.)

Ein Vergleich der Abbildung 4-9, Abbildung 4-10 und Abbildung 4-11 weist jedoch weiteres Optimierungspotential am freien Rand, insbesondere am vertikalen Verbund der Verbindungshülse, auf. Am Übergang der Verbindungshülse auf die spannungsoptimierte Lotkerbe, stellt sich ein schmaler Spannungswechselbereich ein (Abbildung 4-9, grüner Bereich). Neben den relativ hohen axialen Zugspannungen begünstigt auch die radiale Zugspannungsspitze eine örtliche Rissinitiation am Zylinder. In Abbildung 4-12 werden hierzu die Ergebnisse einer weiteren Designstudie hinsichtlich des Einflusses unterschiedlicher Fasen an der Innenkante der Verbindungshülse am freien Rand und die daraus folgenden Auswirkungen auf die Spannungsverteilung auf der Zylinderoberfläche vorgestellt.

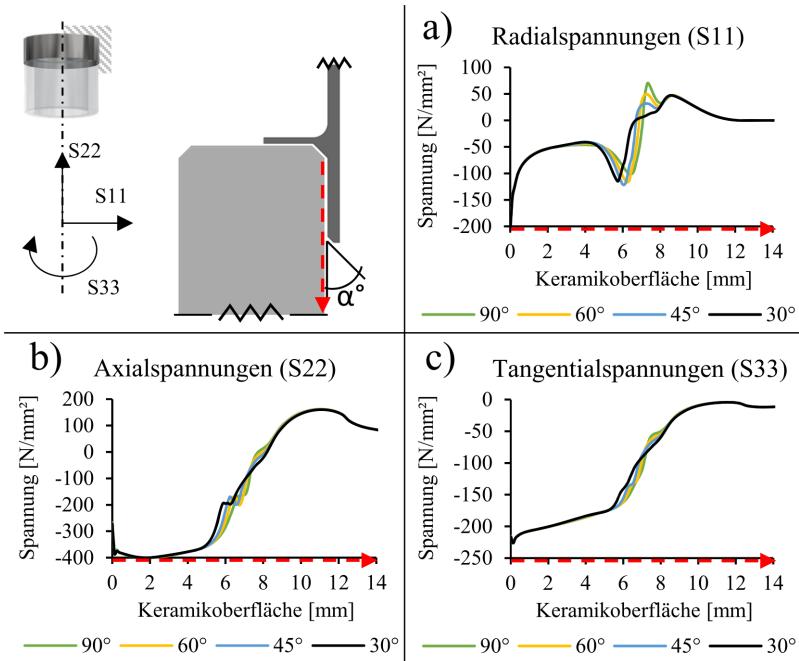


Abbildung 4-12 Designstudie zur Optimierung der Spannungen am freien Rand des vertikalen Verbundes; Viertelschnitt des Modells „T“ sowie die Auswirkungen unterschiedlicher Fasen (α) an der Innenkante der Verbindungshülse, auf die Spannungsverteilung der Zylinder Oberfläche; Aktivplot ausgeblendet

Die Ergebnisse aus Abbildung 4-12 zeigen, dass eine schrittweise Verkleinerung des Fasenwinkels α , von 90° (Modell „T“) auf 30° , eine Reduzierung der radialen Zugspannungen und eine Vergrößerung des Spannungswechselbereichs (Abstand der Maximas) am freien Rand herbeiführt. Die maximalen radialen Zugspannungen am freien Rand werden von $69,9 \text{ N/mm}^2$ (90°) auf $47,1 \text{ N/mm}^2$, um ca. 33 %, reduziert. Der Spannungswechselbereich wird von 1,0 mm auf 2,9 mm erweitert. Die Auswirkungen einer Fase gemäß Abbildung 4-12 auf die Axial- und Tangentialspannungen sind hingegen vernachlässigbar. Wie sich eine solche Maßnahme auf die Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) des Zylinders auswirkt, wird in Abbildung 4-13 dargestellt.

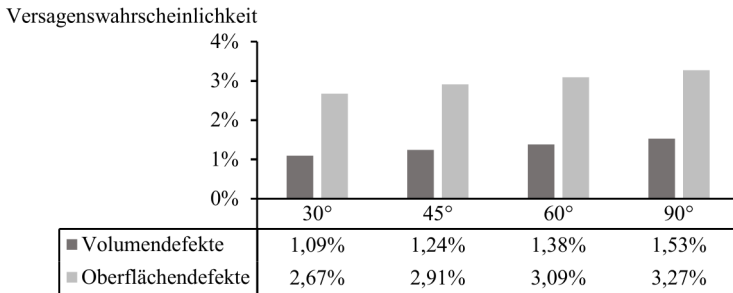


Abbildung 4-13 Ergebnisse zur Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumen- ($P_{f,V}$) und Oberflächendefekten ($P_{f,A}$) in % des Zylinders nach der Herstellung des Verbundes unter Berücksichtigung verschiedener Fasen am Innenradius der Verbindungshülse; Berechnungen mittels Postprozessor STAU

Die Ergebnisse aus Abbildung 4-13 bestätigen einen Zusammenhang zwischen den örtlich auftretenden Spannungsspitzen kombiniert mit kleinen Spannungswechselbereichen und der Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) des Zylinders. Jede Fase kleiner 90° an der Innenkante der Verbindungshülse führt zu einer Verbesserung der Versagenswahrscheinlichkeit. Das Anbringen einer 30° Fase bewirkt im Vergleich zu keiner Fase (90°), eine Verringerung der Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumendefekten ($P_{f,V}$) um $0,44\%$ auf $1,09\%$ und aufgrund von Oberflächendefekten ($P_{f,A}$) um $0,6\%$ auf $2,67\%$, aus.

Neben der radialen Zugspannungsspitze bildet sich auch eine radiale Druckspannungsspitze am freien Rand des vertikalen Verbundes aus (siehe Abbildung 4-12). Durch das Aufschrumpfen der Verbindungshülse entsteht ein Fugendruck, sodass das Lot zwischen dem Zylinder und der Verbindungshülse komprimiert wird und sich über dem freien Rand entspannen kann. Die Zugspannungen am freien Rand (Abbildung 4-12, 30° Kurve, $7\text{ mm} \cong \sim 6\text{ N/mm}^2$) bewirken, dass die Verbindungshülse das Lot stärker komprimieren kann, wodurch der Lotspalt am freien Rand verengt wird und die Druckspannungen des Lotes lokal ansteigen. Durch Anbringen von Umfangsnuten an der Verbindungshülse wird dem entgegengewirkt. Die Ergebnisse hierzu sind in Abbildung 4-14 dargestellt.

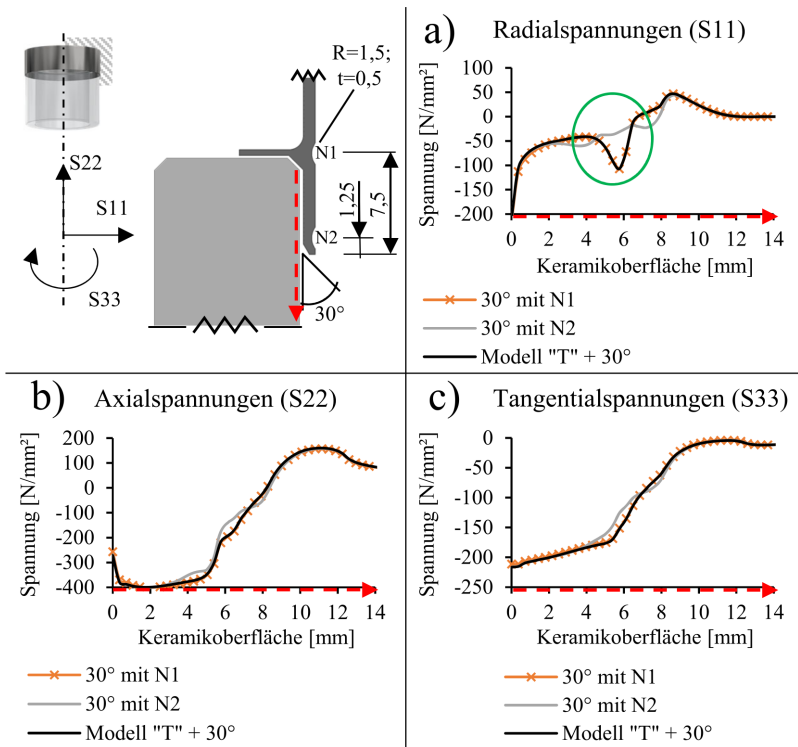


Abbildung 4-14 Designstudie zur Optimierung der Spannungen am freien Rand des vertikalen Verbundes; Viertelschnitt des Modells „T“ sowie die Auswirkungen einer 30° Fase am Innenradius und Umfangsnuten an der Verbindungshülse, auf die Spannungsverteilung der Zylinder Oberfläche; Aktivlot ausgeblendet

Die Ergebnisse aus Abbildung 4-14 bestätigen den positiven Effekt von Umfangsnuten an entsprechender Stelle der Verbindungshülse. Mit Umfangsnut „N2“ (graue Kurve) werden die radialen Druckspannungen am freien Rand, im Vergleich zu keiner Umfangsnut „T + 30°“ (schwarze Kurve), lokal deutlich reduziert (Bereich grün umrandet). Die maximalen radialen Druckspannungen am freien Rand werden von 110,7 N/mm² (T + 30°) auf 60,3 N/mm² (N2), um ca. 46 %, reduziert. Der Spannungswechselbereich am freien Rand wird von 2,9 mm auf 4,9 mm erweitert. Das Anbringen der Umfangsnut „N1“ (orange Kurve) wirkt sich hingegen nicht auf die Radialspannungen des vertikalen

Verbundes aus. Die Auswirkungen von Umfangsnuten gemäß Abbildung 4-14 auf die Axial- und Tangentialspannungen sind hingegen gering. Wie sich eine solche Maßnahme auf die Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) des Zylinders auswirkt, wird in Abbildung 4-15 dargestellt.

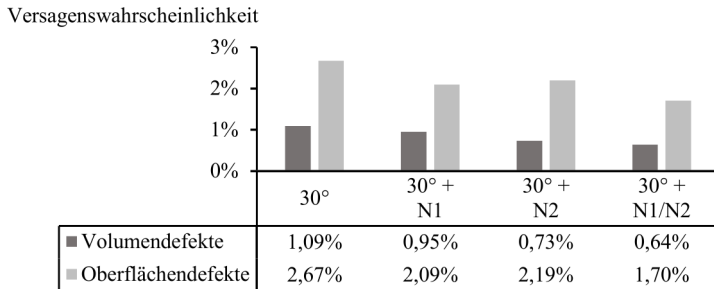


Abbildung 4-15 Ergebnisse zur Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumen- ($P_{f,V}$) und Oberflächendefekten ($P_{f,A}$) in % des Zylinders unter Berücksichtigung einer 30° Fase am Innenradius und Umfangsnuten an der Verbindungshülse; Berechnungen mittels Postprozessor STAU

Die Ergebnisse aus Abbildung 4-15 bestätigen, dass die Umfangsnut „N2“ die Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) des Zylinders aufgrund von Volumendefekten ($P_{f,V}$) um 0,36 % auf 0,73 % und aufgrund von Oberflächendefekten ($P_{f,A}$) um 0,48 % auf 2,19 %, reduziert. Eine weitere Reduzierung der Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) wird durch das Anbringen beider Nuten „N1+N2“ erreicht. Die Auswirkungen der Nut „N1“ beeinflussen jedoch nicht den vertikalen, sondern den horizontalen Verbund. Dennoch reduziert sich dadurch insgesamt die Versagenswahrscheinlichkeit des Zylinders. In Abbildung 4-16 werden hierzu Ergebnisse vorgestellt, die erkennen lassen, dass die Umfangsnut „N1“ sich lediglich auf die Tangentialspannungen (S33, graue Kurve) des horizontalen Verbundes positiv auswirkt.

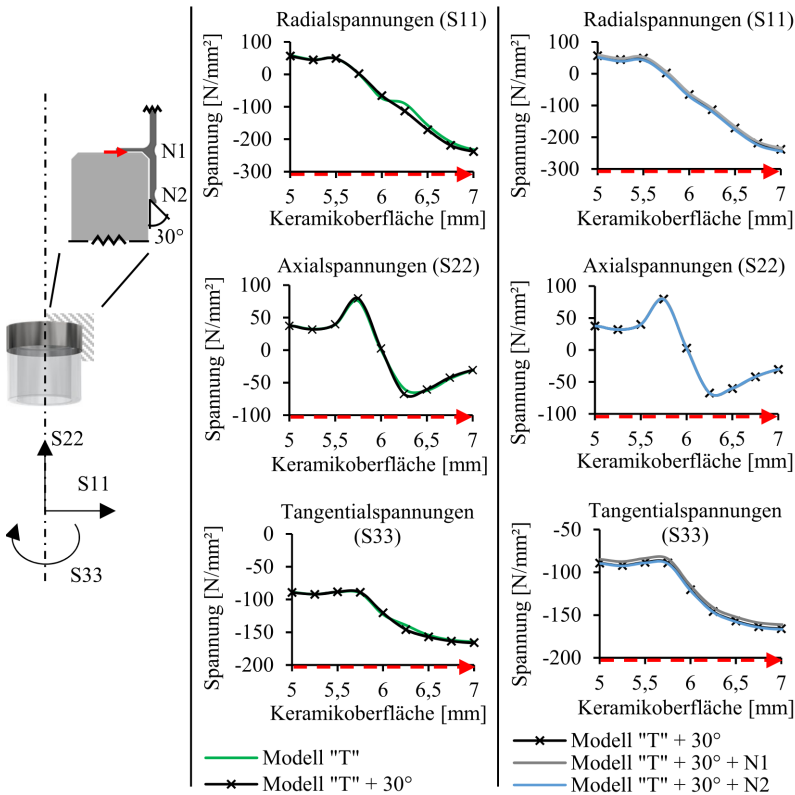


Abbildung 4-16 Designstudie zu den Auswirkungen der Optimierungsmaßnahmen am vertikalen Verbund auf den horizontalen Verbund; Viertelschnitt des Modells „T“, Spannungsverläufe im Bereich des freien Randes auf der Zylinder-Oberfläche aufgrund einer 30° Fase und Spannungsverläufe im Bereich des freien Randes auf der Zylinder-Oberfläche aufgrund einer 30° Fase und Umfangsnuten (v.l.n.r.)

Am horizontalen Verbund werden keine weiterführenden Optimierungsmaßnahmen durchgeführt, da es aus fertigungstechnischer Sicht nicht möglich ist, den Stützring des Modells „T“ (siehe Abbildung 4-5) mit einer Wandstärke von 0,5 mm und Länge von 4 mm unter engen Fertigungstoleranzen, weiter zu bearbeiten.

Die hier generierten Ergebnisse der Simulationsrechnungen zeigen, dass das Design des Modells „T + 30° + N1/N2“ die gestellten Anforderungen an den Metall-Keramikverbund der Video-Inspektionssonde hinsichtlich Verbundfestigkeit, minimierte Versagenswahrscheinlichkeit und technische Umsetzbarkeit voll erfüllt.

Eine experimentelle Verifizierung und Validierung der Ergebnisse der Auslegungsrechnungen ist jedoch unerlässlich.

Für die experimentelle Absicherung der Ergebnisse der Auslegungsrechnungen stehen kleine Perlucor® Quader (25x25x12 mm; LxBxH), anstatt großer und kostspieliger Perlucor® Zylinder zur Verfügung. Das optimierte Simulationsmodell muss deshalb auf ein kleineres Labormodell skaliert werden. Hierbei wird das Spannungsprofil des Labormodells dem Modell „T + 30° + N1/N2“ angenähert, sodass das thermo-mechanische Verhalten des Verbundes realistisch wiedergegeben wird. Zwar ist es mit diesen kleinen Quadern nicht möglich, das rotationssymmetrische Aufschumpfverhalten der Verbindungshülse auf dem Zylinder abzubilden. Die Simulationsergebnisse beweisen jedoch, dass eine Rissinitiierung auf der Zylinderoberfläche durch die hohe Zugspannungsbelastung entlang der Benetzungsfläche am wahrscheinlichsten ist. Durch eine Partitionierung des Zylinders im Bereich der Benetzungsflächen werden speziell diese Bereiche nochmals auf ihre Versagenswahrscheinlichkeit hin untersucht. In Abbildung 4-17 werden hierzu die STAU Analysen vorgestellt.

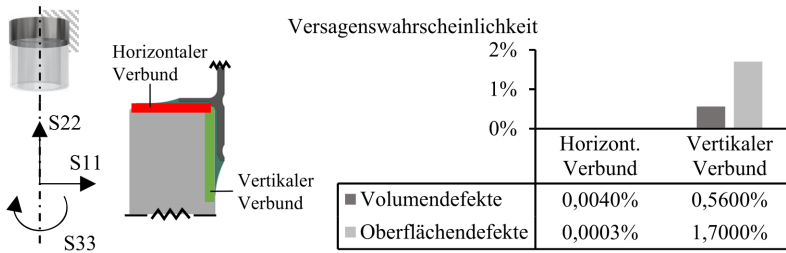


Abbildung 4-17 Ergebnisse zur Versagenswahrscheinlichkeit P_f aufgrund von Volumen- $P_{f,V}$ und Oberflächendefekten $P_{f,A}$ in % der roten und grünen Partition des Zylinders; Berechnungen mittels Postprozessor STAU

Die Ergebnisse zum vertikalen Verbund (grüne Partition) aus Abbildung 4-17 liegen mit einer Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumendefekten ($P_{f,V}$) mit 0,56 % und aufgrund von Oberflächendefekten ($P_{f,A}$) von 1,7 % auf nahezu dem gleichen Niveau wie im Gesamtzylinder (siehe Abbildung 4-15, $P_{f,V} \cong 0,64$ % und $P_{f,A} \cong 1,7$ %). Die Versagenswahrscheinlichkeit beim horizontalen Verbund (rote Partition) ist hingegen vernachlässigbar klein. Unter Berücksichtigung der Ergebnisse aus Abbildung 4-14 und Abbildung 4-17 stellt der vertikale Verbund, mit den sich nach dem Lötprozess einstellenden hohen Axialspannungen (S22), den eindeutig kritischeren Bereich dar. Für die experimentellen Untersuchungen genügt es somit, den Abschnitt des vertikalen Verbundes detailliert zu untersuchen und die spannungsreduzierenden Maßnahmen sowie die damit verknüpfte Verbindungs- und Verfahrenstechnologie auf technische Machbarkeit zu prüfen.

Folgende Analysen geben darüber Aufschluss:

Der vertikale Abschnitt der Verbindungshülse mit einer Länge von 7 mm und Wandstärke von 1 mm wird auf eine Ronde mit 10 mm Durchmesser und 1 mm Dicke (DxD) skaliert. Die Fase am Innenradius der Verbindungshülse wird 1:1 übernommen, jedoch nicht die Umfangsnut. Die Lotkerbe wird auf 4 mm verkürzt und der Lotspalt bleibt mit 0,3 mm unverändert. Der erwünschte Effekt, dass beim Aufschumpfen der Verbindungshülse auf den Zylinder sich mögliche Lunker im Lot schließen (siehe Abbildung 4-14), kann beim

Labormodell nicht erfüllt werden. Aus diesem Grund sind die Analyseergebnisse als konservativ zu betrachten. In Abbildung 4-18 werden die Spannungsprofile des vertikalen Verbundes auf der Zylinder-Oberfläche mit den Spannungsprofilen des berechneten Labormodells gegenübergestellt.

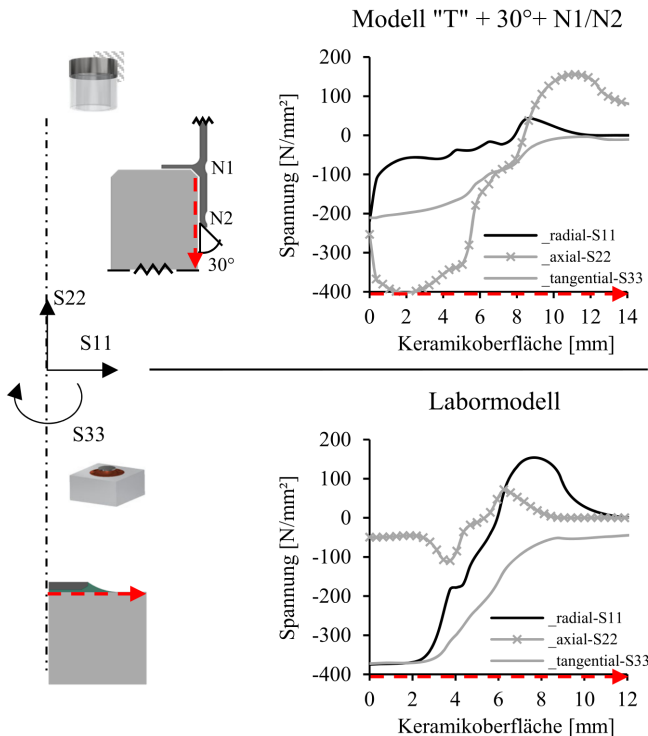


Abbildung 4-18 Skalierung des Modells „T + 30° + N1/N2“ auf einen Labormaßstab unter Berücksichtigung des Spannungsprofils auf der Zylinder – Oberfläche; Viertelquerschnitt des Modells „T + 30° + N1/N2“ mit Spannungsprofil sowie Viertelquerschnitt des Labormodells mit Spannungsprofil (v.o.n.u.)

Die Ergebnisse aus Abbildung 4-18 zeigen eine sehr gute Annäherung der Spannungsprofile des Labormodells an das Realmodell „T + 30° + N1/N2“. Die absolute Höhe der kritischen Zugspannungen ist ungefähr gleich, nur der

Zugspannungsbereich auf der Oberfläche des Labormodells fällt geringfügig kleiner aus. Die Druckspannungen sind bei beiden Modellen auf ähnlichem Niveau und spielen bei relativ dicken Keramikwandstärken eine eher untergeordnete Rolle.

In Abbildung 4-19 werden abschließend die Versagenswahrscheinlichkeiten beider Modelle verglichen. Mit einer Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumendefekten ($P_{f,V}$) von 0,41 % und aufgrund von Oberflächendefekten ($P_{f,A}$) von 1,44 % beim Labormodell sind beide Modelle vergleichbar. Damit ist die Übertragbarkeit der Beanspruchungsverhältnisse vom Originalzylinder auf die Perlucor® Quader gewährleistet.

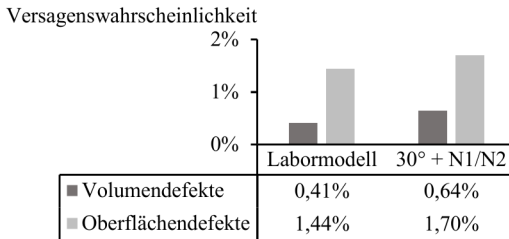


Abbildung 4-19 Ergebnisse zur Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumen- ($P_{f,V}$) und Oberflächendefekten ($P_{f,A}$) in % des Zylinders (Modell „T“ + 30 + N1/N2) und des Labormodells; Berechnungen mittels Postprozessor STAU

5 Verbindungs- und Verfahrenstechnologie – Umsetzung der Designstudie

5.1 Überlegungen zur Verbindungs- und Verfahrenstechnologie

Die Simulationsberechnungen aus Kapitel 4 versprechen bei einer konturnahen technischen Umsetzung des Modells „T + 30° + N1/N2“ bzw. des Labormodells, eine sehr geringe Versagenswahrscheinlichkeit des Zylinders (siehe Abbildung 4-19). Der Erfolg einer konturnahen Herstellung des Verbundes, hängt hierbei stark von der Fertigungstechnologie der einzelnen Fügekomponenten - Keramik, Metall und Lot - ab. Eine endkonturnahe Herstellung der Nickelbasis-Superlegierung Inconel® 718 unterliegt z.B. einer Vielzahl an Fertigungsschritten. Neben der Zerspanung des Halbzeuges, müssen mehrere Wärmebehandlungen, wie in Abbildung 5-1 dargestellt, durchgeführt werden.

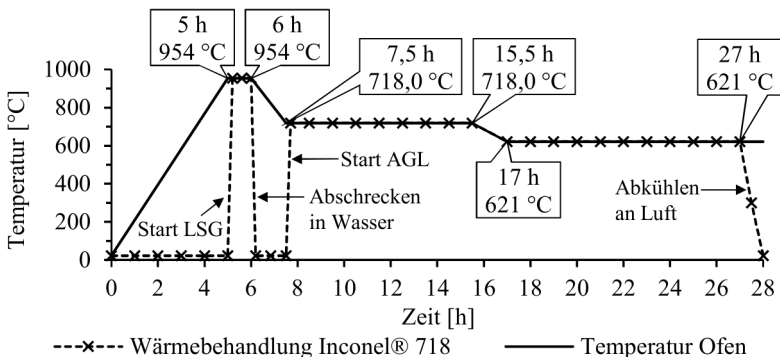


Abbildung 5-1 Temperatur-Zeit-Profil des Wärmebehandlungsprozesses von Inconel® 718 gemäß den Empfehlungen des Herstellers (siehe Kapitel 2.2.1); Lösungsglühung (LSG), Ausscheidungsglühung (AGL)

Der keramische Transparentwerkstoff PerLucor® ist ähnlich aufwendig im Herstellungsprozess. Ein Erreichen der besonderen Werkstoffeigenschaften wie hohe Transmission oder Festigkeit, erfolgt nur bei optimaler Prozessführung. Auch hier wird die geforderte Endkontur nur mittels Schleifen und Polieren erreicht (siehe Kapitel 2.2.2). Die Herstellung des Aktivlotes Incusil™ ABA unterliegt ebenfalls speziellem Know-how (siehe Kapitel 2.3.2). Das Lotmaterial liegt in Form von Folien, Drähten und Pasten in Standardabmaßen vor, wobei die Folien und Drähte unmittelbar vor dem Löten passend zugeschnitten oder abgelängt werden.

Die größte Herausforderung bei der Herstellung des Verbundes, stellt die endkonturnahe Herstellung der berechneten Lotgeometrie dar. Die Löttechnik zur Herstellung zweidimensionaler Verbunde (Scheiben, Platten, etc.), wofür einfache Lotgeometrien ausreichen, ist weitestgehend erforscht und wird in der Praxis bereits erfolgreich angewandt. Eine dreidimensionale Lotgeometrie, wie für diesen Metall-Keramik-Verbund des Seitenkameragehäuses der Geo-Kam gefordert, ist hingegen ein innovativer Ansatz und bedarf detaillierter Untersuchungen. Die Lotgeometrie des Simulationsmodells wird hierbei in zwei Bereiche eingeteilt, wie in Abbildung 5-2 dargestellt ist.

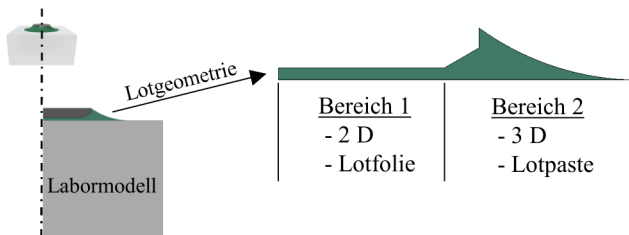


Abbildung 5-2 Einteilung der Lotgeometrie des Labormodells in Bereich 1 und 2; Viertelschnitt des Labormodells und die Einteilung der Lotspaltgeometrie (v.l.n.r.)

Für den Bereich 1 aus Abbildung 5-2 eignen sich, wegen des relativ einfachen Lotspaltes, Lotfolien. Diese bieten den Vorteil, dass die Lotspaltstärke und die Parallelität des Lotspaltes exakt eingehalten werden können. Außerdem besitzt die Lotfolie Incusil™ ABA keine organischen Additive wie Binder (z.B.

Kunststoffe) oder Dispergatoren (z.B. Benetzungsmittel), wie sie bei Lotpasten erforderlich sind. Denn diese müssen thermisch und/oder chemisch herausgelöst werden, was angesichts der engen Toleranzen des Bereichs 1 zwischen der Keramik und dem Metall selbst bei angepasster Prozessführung zu keinem optimalen Lötresultat führen würde. Beim Erhitzen während des Lötprozesses verdampfen die organischen Additive oder werden chemisch gelöst. In diesem eng tolerierten Lotspalt besteht die Gefahr, dass das nur unvollständig oder zeitlich verzögert geschieht und somit durch Aufquellen infolge des chemischen Lösungsprozesses oder durch mögliche Blasen- oder Porenbildung bei der thermischen Entfernung der Additive die Verbundfestigkeit beeinträchtigt wird.

Anders am freien Rand des Verbundes; hier, wo eine komplexe Kerbgeometrie erforderlich ist, kommen die Vorteile von Lotpasten zum Tragen. Mit der pastösen Aktivlotpaste IncusilTM ABA können in gewissem Grade dreidimensionale Kerbgeometrien geformt werden. Dabei haftet das Lot an den Fügepartnern und bleibt durch die hohe Viskosität formstabil. Das Ausgasen der Additive während des Lötprozesses unter Vakuum ist am freien Rand gewährleistet. Der Schwerpunkt bei der Entwicklung einer konturgenauen Lotspaltgeometrie, entsprechend den Ergebnissen der Simulationsrechnungen, liegt somit bei der Realisierung der Kerbgeometrie mit Hilfe der Lotpaste. Damit können dann ebenfalls die mit Hilfe der Simulationsrechnungen bestimmten Belastungsgrenzen des Verbundes eingehalten werden.

Nach erfolgreichem Zusammenbau des Verbundes und Modellierung der Lotspaltgeometrie, ist die anschließende Lötprozessführung anhand folgender Überlegungen für ein Gelingen maßgebend (siehe Kapitel 2.3 ff.):

- Die Benetzung der Fügekomponenten erfolgt erst durch Herabsetzen der Grenzflächenenergie zwischen Keramik und Aktivlot ab einer Löttemperatur von 700 °C (siehe Kapitel 2.3.2). Der Lothersteller gibt als Richtwert einen Temperaturbereich zwischen 715 °C und 740 °C bei einem Vakuum < 10⁻⁴ mbar an.
- Die Aufheiz- und Abkühlraten sowie die Haltezeiten wirken sich empfindlich auf die Dicke der titanhaltigen Reaktionszonen im Verbund

aus. Des Weiteren wird der Entbinderungsprozess der Lotpaste hierdurch beeinflusst (s.o.), was einerseits z.B. die Benetzungsfähigkeit, Dichte und Oberflächengüte beeinträchtigt und andererseits Poren- und Lunkerbildung begünstigen kann.

- Die Aufheiz- und Abkühlraten sowie die Haltezeiten müssen eine Durchheizung der einzelnen Fügwerkstoffe gewährleisten.
- Die Haltezeit bei höchster Löttemperatur befindet sich in der $\gamma' + \gamma''$ Phase des Inconel® 718. Da die Gefahr unerwünschter γ'' Ausscheidungen besteht, muss diese Haltezeit auf ein Minimum beschränkt werden.
- Während des Lötprozesses muss die Position/Lage der Verbundwerkstoffe zueinander durch geeignete Fixierung exakt eingehalten werden, damit sich die gewünschte Lotspaltgeometrie einstellt.

Die beschriebenen Überlegungen zur Verbindungs- und Verfahrenstechnologie zeigen auf, wie durch geeignete Kombination von Lotfolie und Lotpaste die erforderliche komplexe dreidimensionale Struktur des Lotmaterials hergestellt werden. In Abbildung 5-3 ist das vom Hersteller empfohlene Temperatur-Zeit-Profil, sowie das entsprechende Profil des verwendeten Rohrofens für das Aktivlot Incusil™ ABA (Folie und Paste) dargestellt.

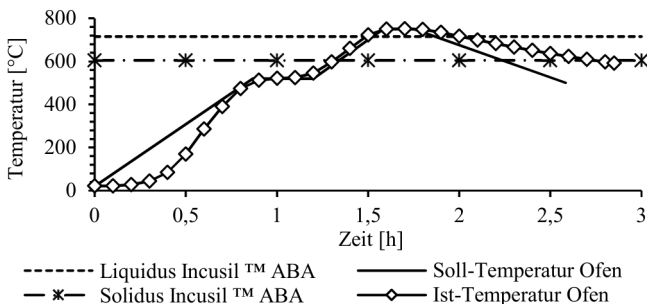


Abbildung 5-3 Temperatur-Zeit-Profil des Lötprozesses mit dem Aktivlot Incusil™ ABA nach Empfehlungen des Herstellers; 605 °C Solidus- und 715 °C Liquidustemperatur [19]

Mit einer mittleren Aufheizrate von 10 K/min wird der Verbund von Raumtemperatur auf 520 °C aufgeheizt. Die Haltezeit von 10 min ist erforderlich um zum einen eine Durchwärmung der Fügeworkstoffe unterhalb der Liquidustemperatur des Aktivlotes zu gewährleisten und zum anderen die Binderkomponenten vollständig aus der Aktivlotpaste zu verdampfen. Anschließend wird mit einer mittleren Heizrate von 10 K/min die Löttemperatur von 740 °C erreicht und nach 10 min Haltezeit mit einer mittleren Abkühlrate von 5 K/min auf 500 °C abgekühlt. Unterhalb 500 °C wird der Ofen abgeschaltet und die Probe kühlt langsam ab. Das Vakuum muss während des gesamten Lötzyklus besser 10^{-4} mbar sein. Entscheidend bei diesem Lötzyklus ist die 10-minütige Haltezeit bei 740 °C. In diesem Bereich findet die Benetzung der Fügeworkstoffe mit dem Aktivlot und je nach Haltezeit und Temperatur finden Diffusionsprozesse statt und entsprechende Phasen im Gefüge bilden sich aus (siehe Kapitel 2.3). Für die Prozessoptimierung ist es daher zwingend erforderlich, die exakte Temperatur der Fügezone zu ermitteln, was mittels Platzierung von Thermoelementen an der Fügezone berücksichtigt wird. Der Fügeprozess wird in einem Strahlungs-Rohrofen durchgeführt, wobei die Lötprobe in einem Quarzglas-Rohr auf einem Schälchen platziert und über eine Linear-Führungsschiene horizontal in die temperierte Zone des Rohrofens eingefahren wird. Das Quarzglas-Rohr wird dabei evakuiert.

5.2 Technische Umsetzung der Kerbgeometrie am freien Rand

Ausgehend von den hier dargestellten Überlegungen lässt sich folgende Vorgehensweise festlegen und mit den zur Verfügung stehenden Materialien die entsprechenden Versuche durchführen.

Für die technische Umsetzung des Metall-Keramik-Verbundes liegen geschliffene und polierte Perlucor® Quader ($R_a \leq 0,05\mu\text{m}$) mit den Abmaßen 25x25x12 mm (LxBxH) zur Verfügung. Das Aktivlot Incusil™ ABA liegt als 0,3 mm dicke Folie sowie als Paste vor. Der Werkstoff Inconel® 718 liegt als 10 mm dicke Platte im lösungsgeglühten Zustand vor. Die Rondens mit den Abmaßen 10x1 mm (DxD) werden mittels Drahterosion herausgetrennt und

anschließend entsprechend auf Endkontur geschliffen. Anschließend erfolgt die Wärmebehandlung nach Vorgaben des Herstellers gemäß Abbildung 5-1. Nach der Wärmebehandlung werden die Ronden poliert ($Ra \leq 0,1\mu\text{m}$), wodurch auch die Passivierungsschicht mechanisch entfernt wird. Unmittelbar vor dem Zusammenbau der Lötprobe und anschließendem Lötprozess, werden die Inconel® 718 Ronde, der Perlucor® Quader und die Incusil™ ABA Lotfolie in Aceton gereinigt, unter Ethanol ultraschallgereinigt und anschließend an Atmosphäre getrocknet.

Für eine technische Umsetzung des Metall-Keramik-Verbundes am Beispiel des Labormodells, werden die vier beschriebenen Lösungsansätze aus Kapitel 3.3 ausgearbeitet und auf ihre Umsetzbarkeit geprüft. Zur Modellierung der Kerbgeometrie am freien Rand werden unterschiedliche Verfahrenstechniken dafür angewendet, die nachfolgend vorgestellt werden:

Lösungsvariante 1: Anformung der Lotpaste mit einem Rakel

Der grundlegende Aufbau des Verbundes ist bei jeder Lösungsvariante gleich. Mittig auf dem Quader wird eine Lotfolie (10x0,3 mm; DxD) und darauf eine Ronde platziert. Dieser Aufbau wird in Folgendem als Basis-Probe benannt. Mit einem Werkzeug bestehend aus Niederhalter, Teflon®-Rakel (Polytetrafluorethylen, ugs. Teflon®) und Zentrierrahmen wird das Basismodell fixiert und Lotpaste mit einem Dispenser am freien Rand angebracht (Abbildung 5-4, Fertigungsschritt 1). Im nächsten Fertigungsschritt wird mit einem Teflon®-Rakel die Lotpaste auf die Kerbgeometrie des Labormodells geformt (Abbildung 5-4, Fertigungsschritt 2). Die Kontur des Teflon®-Rakels entspricht hierbei der Kontur der Kerbgeometrie. Damit während des Lötprozesses die einzelnen Fügekomponenten in der erforderlichen Position und Lage bleiben, wird eine Zentrierung angebracht und der Verbund mit einer Masse von 15 g beschwert (Abbildung 5-4, Fertigungsschritt 3). Die so hergestellte Lötprobe wird anschließend dem Lötprozess unterworfen.

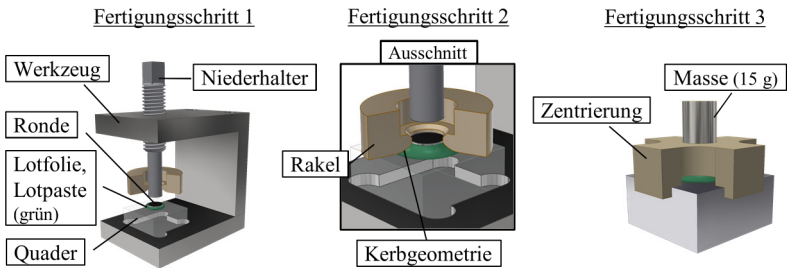


Abbildung 5-4 Werkzeug und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 1 vor dem Lötprozess; Schritt 1) Platzierung der Basisprobe und Anbringen von Lotpaste, Schritt 2) Kerbgeometrie mit dem Teflon®-Rakel herstellen, Schritt 3) Löt-Probe mit einer Zentrierung arretieren und einer Masse von 15 g beschweren (v.l.n.r.)

Lösungsvariante 2: Anformung der Lotpaste mit einer tiefgezogenen Metallfolie

Bei der Lösungsvariante 2 wird die Kerbgeometrie durch eine tiefgezogene 0,02 mm dicke Nickelfolie erzeugt. Die Grundlage hierfür bildet die Basisprobe (Abbildung 5-5, Fertigungsschritt 1). Mit einer tiefgezogenen 0,02 mm Nickelfolie, die der Kerbgeometrie entspricht, wird durch Andrücken der Folie mit einem Stempel die Lotpaste in Form gebracht (Abbildung 5-5, Fertigungsschritt 2). Mit einer Zentrierung und einer Masse von 15 g werden die Fügekomponenten in ihrer Lage und Position während des Lötprozesses gehalten (Abbildung 5-5, Fertigungsschritt 2). Die tiefgezogene Metallfolie wird mitverlötet.

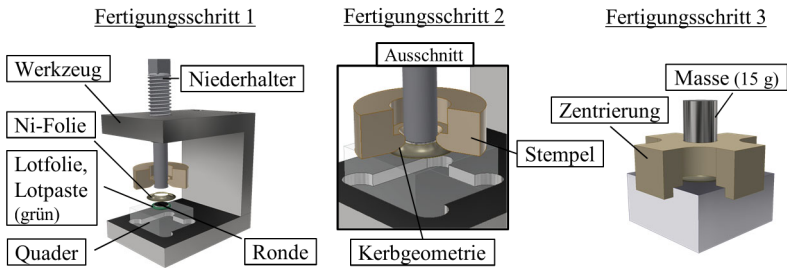


Abbildung 5-5 Werkzeug und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 2 vor dem Lötprozess; Schritt 1) Platzierung der Basis-Probe und Anbringen von Lotpaste, Schritt 2) Mit der tiefgezogenen Nickelfolie und einem Stempel wird durch Andrücken der Lotpaste die Kerbgeometrie geformt (tiefgezogene Folie wird verlötet), Schritt 3) Löt-Probe mit einer Zentrierung arretieren und einer Masse von 15 g beschweren (v.l.n.r.)

Lösungsvariante 3: Auffüllen einer Paraffinform (Kavität) mit Lotpaste und anschließender thermischer Paraffinausschmelzung

Die Herstellung der Lotgeometrie erfolgt bei der Lösungsvariante 3 unter Verwendung von Paraffin (TerHell 6403; Sasol Wax GmbH, Hamburg, Deutschland). Das Paraffin wird hierfür als Negativform der Kerbgeometrie (Kavität) gegossen. Im Fertigungsschritt 1 (Abbildung 5-6) wird die Kavität auf die Basis-Probe gesetzt. Durch leichten Druck des Niederhalters auf die Kavität, wird die Basis-Probe auf den Quader gepresst und die Kavität schließt luftdicht mit dem Quader ab. Mit einem speziellen Werkzeug (Abbildung 5-6, Injektionswerkzeug), welches zwei gegenüberliegende Röhrchen (Bohrung 1 mm) besitzt, die sowohl als Führungen als auch als Düsen dienen, werden mit einer heißen Nadel zwei Bohrungen in die Paraffin-Kavität eingebracht. Anschließend wird über die eine Düse Lotpaste injiziert und über die andere Düse Vakuum gezogen, sodass das Lot bläschenfrei die Kavität auffüllt (Abbildung 5-6, Fertigungsschritt 2). In einem Strahlungs-ofen wird die Kavität aus Paraffin bei 110 °C wieder ausgeschmolzen (Abbildung 5-6, Fertigungsschritt 3), sodass die Probe mit einer Zentrierung und einer Masse von 15 g wieder den zuvor beschriebenen Lötproben entspricht (Abbildung 5-6, Fertigungsschritt 4).

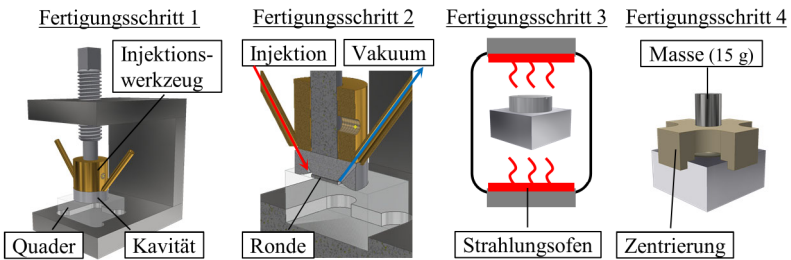


Abbildung 5-6 Werkzeuge und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 3 vor dem Lötprozess; Schritt 1) Platzierung der Basis-Probe und Anbringen einer Kavität, Schritt 2) Kavität über Injektionswerkzeug mit Lotpaste füllen, Schritt 3) Kavität aus Paraffin ausschmelzen, Schritt 4) Löt-Probe mit einer Zentrierung arretieren und einer Masse von 15 g beschweren (v.l.n.r.)

Lösungsvariante 4: Auffüllen einer Paraffinform (Kavität) mit Lotpaste und anschließender thermochemischer Paraffinauflösung

Die Lösungsvariante 4 unterscheidet sich von der Lösungsvariante 3 im Fertigungsschritt 3 (Abbildung 5-7, Fertigungsschritt 3). Der thermische Prozess zum Aufschmelzen/Wegschmelzen der Kavität wird bei dieser Variante durch chemisches Lösen in einem Hexan-Bad ersetzt. Das farblose, flüssige Hexan [148] wird als Lösungsmittel in der Metall- oder Keramik-Spritzgießtechnik angewandt. Hier dient es zum Auslösen der organischen Binderkomponenten - z.B. Paraffin – aus der „Feedstock“¹ genannten Spritzgießmasse. In einem auf 50 °C aufgeheizten Hexan-Bad (geschlossener Chemie-Reaktor) wird die Kavität aus Paraffin aufgelöst. Im Anschluss trocknet die Probe 30 min an Atmosphäre (Laminar Flow Box), sodass das restliche Hexan sich restlos auflöst.

¹ Das Feedstock ist eine aufbereitete Formmasse bestehend aus Pulver des Grundwerkstoffes und Additiven wie u.a. Paraffin, die plastisch mittels Spritzgießen in eine endkonturnahe Form beim Metall- oder Keramik-Spritzgießen gebracht wird.

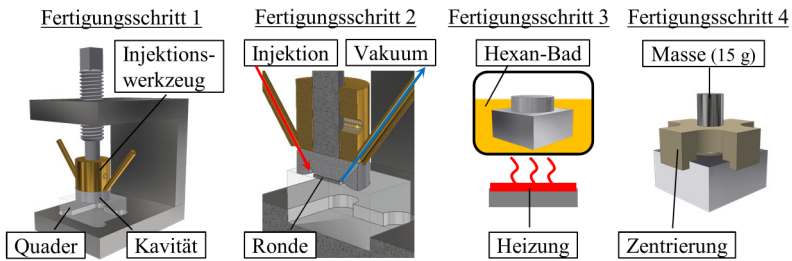


Abbildung 5-7 Werkzeuge und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 4 vor dem Lötprozess; Schritt 1) Platzierung der Basis-Probe und Anbringen einer Kavität, Schritt 2) Kavität über Injektionswerkzeug mit Lotpaste füllen, Schritt 3) Kavität aus Paraffin im Hexan-Bad auflösen, Schritt 4) Löt-Probe mit einer Zentrierung arretieren und einer Masse von 15 g beschweren (v.l.n.r.)

6 Experimentelle Ergebnisse – Analyse und Bewertung

Auf Grundlage der Simulationsberechnungen und der vier vorgestellten Lösungsvarianten aus den Kapiteln 4 und 5, werden detaillierte Untersuchungen am Labormodell durchgeführt (siehe Abbildung 4-18). Es gilt nun, diese Ergebnisse zusammenfassend nach folgenden Gesichtspunkten zu bewerten:

- Benetzung des Aktivlotes mit den Fügwerkstoffen
- Mikrostruktur und auftretende Phasen
- Beeinflussung der Mikrostruktur durch den Lötprozess
- Einfluss des Lötprozesses auf die Festigkeit von Inconel® 718
- Bruchanalyse am Verbund
- Maßhaltigkeit des Verbundes
- Auftretende Spannungsprofil im Verbund
- Technische Umsetzbarkeit des Fertigungsverfahrens

6.1 Prüfungs- und Qualifizierungsumfang

Bei einem Metall-Keramik-Verbund, wie in dieser Arbeit vorgestellt, mit artungleichen Werkstoffen mit unterschiedlichen thermo-physikalischen Eigenschaften, ist eine optimierte Prozessführung zur Vermeidung unerwünschter Effekte unerlässlich. Es gilt, die Vielzahl an Variablen, die die hohe Komplexität des Herstellungsprozesses bedingen, optimal aufeinander abzustimmen. Besonders zu beachten ist hier beispielsweise die Reduzierung oder Vermeidung spröder intermetallischer Phasen im Verbund, die durch eine zu lange Haltezeit im Lötprozess entstehen könnten. Dies kann die thermo-

mechanischen Verbundeigenschaften verschlechtern und somit zu einer höheren Versagenswahrscheinlichkeit führen.

Entsprechen die Verbundeigenschaften nach der Herstellung den zugrunde gelegten Daten der Simulationsanalyse (Festigkeit, homogenes Gefüge, vollständige Benetzung des Lotes, etc.), kann mittels der Simulationsergebnisse eine valide Beurteilung zur Verbundqualität gegeben werden. Zur Qualifizierung, d.h. zum Vergleich zwischen den Simulationsberechnungen zugrunde gelegten Material- und Eigenschaftsdaten und denen des realen, tatsächlichen Verbundes nach dem Lötprozess, stehen für die Charakterisierung der gefertigten Verbundproben die Prüfmethode Härtemessung, Korngrößenmessung, Konturmessung, Spannungsoptik und Mikrostrukturanalyse zur Verfügung.

Die Härtemessung des Inconel® 718 erlaubt es, die Wärmebehandlungen sowie den thermischen Einfluss des Lötprozesses auf den Werkstoff zu untersuchen und festzustellen, inwieweit die gemessene Ist-Härte von der Soll-Härte abweicht, um Rückschlüsse auf die mechanischen Werkstoffeigenschaften ziehen zu können. Die Härtemessung erfolgte nach Vickers gemäß (DIN EN ISO 6507-1). Da die zu erwartenden Härtewerte in einem Bereich zwischen 200 HV und 500 HV liegen, eignen sich Messungen mit einer Prüfkraft von 0,4903 N [HV0,05].

Mit der Messung der Korngröße des multikristallinen Werkstoffes Inconel® 718 können wichtige Erkenntnisse über das Gefüge erlangt werden. Unter anderem kann die Korngröße darauf hinweisen oder Aufschluss darüber geben, ob und wenn ja, inwieweit sich eine Wärmebehandlung wie z.B. das Auslagern des Inconel® 718 oder ein Lötprozess auf die mechanischen Eigenschaften oder dem Korrosionsverhalten des Werkstoffes auswirkt (siehe Kapitel 2.2.1 und Abbildung 2-10). Die Korngrößenermittlung erfolgt nach ASTM E 112 nach dem Linienschnittverfahren.

Zur Überprüfung der Maßhaltigkeit des Verbundes, insbesondere der Kerbgeometrie und des Benetzungswinkels zwischen Lot und Grundwerkstoffe, werden zwei berührungslose Koordinatenmessgeräte mit unterschiedlichen Einsatzgebieten eingesetzt. Das Messgerät der Fa. Werth verwendet für die Messung von bis zu 80° gekrümmten Freiformflächen mit einer max.

Längenmessabweichung von 1,1 μm einen optischen Laser [149]. Des Weiteren wird ein Konfokalmikroskop, basierend auf einem chromatisch konfokalen Weißlichtsensor, der Fa. FRT GmbH eingesetzt. Mit diesem Verfahren lässt sich u.a. der Benetzungswinkel sowie die Oberflächenbeschaffenheit der Grundwerkstoffe mit einer max. Längenmessabweichung von 1 μm bestimmen [150].

Eine qualitative Aussage zum Spannungsprofil des Metall-Keramik-Verbundes, erfolgt mit Hilfe von polarisiertem Licht. Die sich nach dem Lötprozess einstellende Spannungsverteilung in der isotropen Transparentkeramik Perluco[®] kann mit Hilfe einer polarisierten Weißlichtquelle farblich sichtbar gemacht werden. Dies bietet u.a. die Möglichkeit, das Farbspektrum der Spannungsverteilungen aus den Simulationsberechnungen mit denen der Lötversuche qualitativ zu vergleichen und Spannungsinhomogenitäten im Lötverbund zu ermitteln.

Zur qualitativen und quantitativen Untersuchung der Mikrostruktur des Lötverbundes sowie der Grundwerkstoffe werden Analysen mit der Rasterelektronenmikroskopie (REM), der Energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) und der Augerelektronenspektroskopie (AES) durchgeführt. Mit Hilfe dieser Analysemethoden können zum einen Bilder mit hoher Tiefenschärfe erzeugt und somit wichtige Informationen über das Gefüge wie z.B. Werkstoffinhomogenitäten in Form von Lunkern gewonnen werden. Zum anderen lassen sich Korngröße, die präzise Lage und Form von intermetallischen Phasen oder Details von Ausscheidungen an Korngrenzen und zum anderen die chemischen Bestandteile eines Gefüges bestimmen. Die AES bietet zusätzlich die Besonderheit, die Oberflächenchemie hochauflösend zu detektieren, sodass z.B. γ' -Ausscheidungen im Inconel[®] 718 mit einer Auflösung bis in den Nanometerbereich oder die komplexe Diffusionszone zwischen dem Aktivlot und den Grundwerkstoffen erfasst werden können.

6.2 Eigenschaften und Mikrostruktur der Einzelkomponenten und des Verbundes

6.2.1 Das Aktivlot Incusil™ ABA

Das Aktivlot Incusil™ ABA fungiert als wichtiges Bindeglied zwischen den Fügepartnern Inconel® 718 und Perlucor®. Von Bedeutung sind somit die genaue Legierungszusammensetzung des Lotes sowie die Elementverteilung im Auslieferungszustand. In Abbildung 6-1 sind die Ergebnisse zu einer Elementanalyse (EDX, Flächenscan) und einer REM-Aufnahme dargestellt. Ein Vergleich der Herstellerangaben (siehe Tabelle 2-4 mit 59 % Ag, 27,25 % Cu, 12,5 % In und 1,25 % Ti in Gew.-%) mit den Ergebnissen aus Abbildung 6-1 weisen relative Abweichungen von ca. 0,6 % beim Silberanteil (Ag), 7,7 % beim Kupferanteil (Cu), 14,7 % beim Indiumanteil (In) und 7,2 % beim Titananteil (Ti) in Gew.-% auf. Außerdem sind bei der REM-Aufnahme deutlich die typischen zwei Hauptphasen des eutektischen Lotes zu sehen. In der Matrix aus Silber-Indium (heller Anteil) sind lamellenartige Kupferausscheidungen (dunkler Anteil) homogen verteilt gelöst (siehe Kapitel 2.3.3).

Incusil™ ABA		
	Gewicht - %	Atom - %
Ag	58,66	48,32
Cu	29,52	41,28
In	10,66	8,25
Ti	1,16	2,15

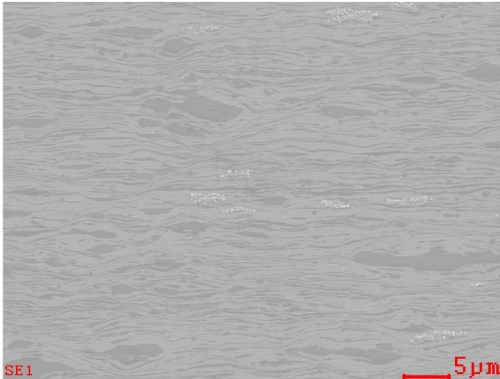


Abbildung 6-1 EDX- und REM Analyse des Aktivlotes Incusil™ ABA; Elementzusammensetzung in Gewicht- und Atom-% (Flächenscan, EDX) sowie eine Aufnahme (REM) einer 200 μm dicken Lotfolie senkrecht entlang der Walzrichtung (v.l.n.r.)

Vor allem die Indium- und Titananteile im Aktivlot, die zum einen den Schmelzpunkt deutlich senken und zum anderen die Oberflächen- sowie die Grenzflächenenergie des Lotes herabsetzen, haben entscheidenden Einfluss auf die Benetzungseigenschaften. Mit der Bestimmung des Benetzungswinkels können z.B. Rückschlüsse auf die Benetzungseigenschaften des Lotes gezogen werden (siehe Kapitel 2.3.2). Dabei stellt die Benetzung zwischen Perlocor® und Incusil™ ABA, als artunterschiedliche Werkstoffe, die größere Herausforderung dar. Die Ergebnisse aus Abbildung 6-2 zeigen dazu, inwieweit das Aktivlot Incusil™ ABA mit dem Perlocor® benetzt und welchen Einfluss die Löttemperatur auf den Benetzungswinkel hat. Ab einer Löttemperatur von 715 °C wird der Benetzungswinkel von 4,09 ° bis zu einer Löttemperatur von 740 °C auf 1,03 ° stetig kleiner. Eine vollständige Benetzung des Aktivlotes mit der Keramik findet bei jeder Löttemperatur aus Abbildung 6-2 statt. Die erzielten Benetzungswinkel aus Abbildung 6-2 gelten in der einschlägigen Fachliteratur als Nachweis für eine sehr gute Benetzung des Aktivlotes mit dem Grundwerkstoff [151–153]. Da die Benetzungswinkel von 715 °C bis 740 °C nur unwesentlich voneinander abweichen, ist der Einfluss dieser Änderungen nur gering.

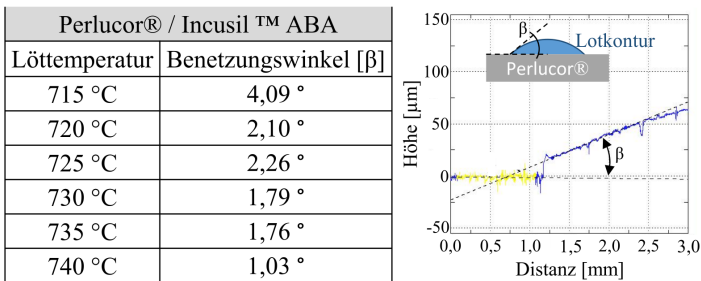


Abbildung 6-2 Messungen des Benetzungswinkels bei unterschiedlicher Löttemperatur zwischen Perlocor® (Quader) und Incusil™ ABA (Folie, \varnothing 10 x 0,05 mm) mit einem Konfokalmikroskop der Fa. FRT GmbH; Tabelle mit Löttemperaturen zwischen 715 °C und 740 °C mit entsprechenden Benetzungswinkeln sowie eine exemplarische Darstellung der Winkelmessung (Benetzungslinie bei Höhe = 0 mm, dunkelblaue Linie = Oberfläche Lot/Lotkontur), (v.l.n.r.)

Eine weitere Untersuchung zeigt die Lötung einer Inconel® 718 Ronde, mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Dicke von 1 mm, mit einer 0,3 mm dicken Incusil™ ABA Folie auf einen Perlucor® Quader bei einer Löttemperatur von 740 °C. Bei dieser Lötung erfolgt keine Modellierung der Kerbgeometrie aus Lotpaste. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6-3 dargestellt.

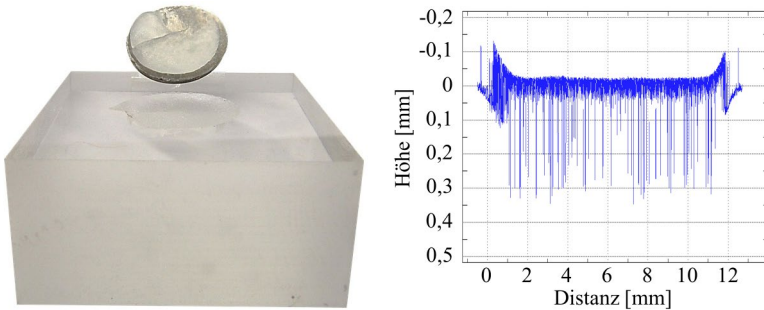


Abbildung 6-3 Herausgebrochener Inconel® 718 - Incusil™ ABA - Perlucor® - Verbund aus einem Perlucor® Quader nach einer Lötung bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3) sowie die Vermessung der Kalotte im Perlucor® Quader mit einem Konfokalmikroskop der Fa. FRT GmbH (v.l.n.r.); Lotfolie nur unter der Inconel® Ronde, ohne Anbringung der Kerbgeometrie mit Paste; modifiziert nach [19]

Die Ergebnisse aus Abbildung 6-3 zeigen, dass ein Verbund ohne Kerbgeometrie, d.h. mit scharfer Kerbe am freien Rand, zum Bruch der Probe führt. Aus dem Perlucor® Quader hat sich ein Verbund aus Inconel®, Incusil™ ABA und Perlucor® herausgelöst (Bild links). Das Messergebnis der Konfokalmikroskopie (Bild rechts) bestätigt einen intakten Metall-Lot-Keramik Verbund. Der Ausbruch des Verbundes erfolgt kalottenförmig aus dem Perlucor® Quader (Bild links), unterhalb der Benetzungsfläche zwischen Lot und Keramik. Im Bereich des freien Randes des Verbundes, bei ca. 0-1 mm und 12-13 mm (Distanz) der Konfokalmikroskopie, sind breite Bänder (Höhensprünge) ausgeprägt, die auf eine grobe Oberfläche hinweisen. Folglich wird der Riss in diesen Bereich initiiert und breitet sich zur Mitte des Verbundes aus. Der Bereich der Rissinitiierung aus Abbildung 6-4 (b) deckt sich mit den Simulationsergebnissen aus Abbildung 6-4 (a), wo die maximal simulierte

Hauptspannung senkrecht zur Ebene der Rissinitiierung am freien Rand des Verbundes wirkt (Abbildung 6-4 (a + b)).

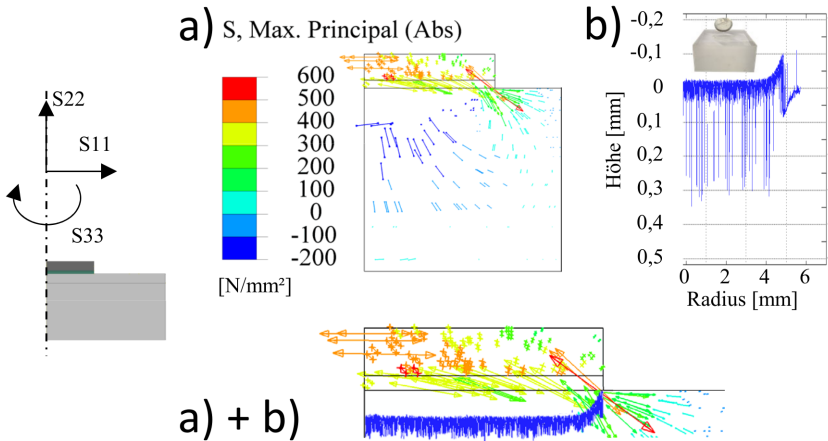


Abbildung 6-4 a) Simulation der Hauptspannung (Max. Principal (Abs)) im Bereich von -200 N/mm² bis 600 N/mm² am Perlucor®, Incusil™ ABA und Inconel® 718 Verbund mit scharfer Kerbe am freien Rand; b) Vermessung der Kalotte im Perlucor® Quader mit einem Konfokalmikroskop der Fa. FRT GmbH (Halbschnitt); a) + b) Überlagerung des Simulationsergebnisses mit der Vermessung

Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse, dass die auftretenden Zugeigenschaften des Verbundes die Festigkeit der Keramik übersteigen und eine Optimierung der Kerbgeometrie am freien Rand zur Reduzierung dieser unerlässlich ist.

6.2.2 Mikrostrukturanalyse des Verbundes

Ein Metall-Keramik-Verbund stellt durch eine Vielzahl an Legierungselementen der einzelnen Fügepartner ein komplexes Werkstoffsystem dar. Unter Berücksichtigung einer Vielzahl an Prozessparametern lassen sich die Verbundeigenschaften in großer Variationsbreite einstellen. Ziel ist es, die Verbundeigenschaften entsprechend den Herstellerangaben zu den einzelnen Werk-

stoffeigenschaften zu realisieren, wie sie den Simulationsrechnungen im analytischen Teil dieser Arbeit zugrunde gelegt sind. Unter dieser Voraussetzung bilden die Simulationsergebnisse die Realität in guter Näherung ab. Um diese Übereinstimmung nachzuweisen, wird im Rahmen dieser Arbeit eine Mikrostrukturanalyse, der am Verbund beteiligten Materialien und des Verbundes, selbst durchgeführt. Die Ergebnisse der Mikrostrukturanalyse werden nachfolgend vorgestellt.

In Abbildung 6-5 sind die Ergebnisse eines EDX-Mappings für die qualitative Beurteilung der Elementverteilung im Bereich PerLucor® / Incusil™ ABA dargestellt. Die Lötung gemäß Abbildung 5-3 erfolgt bei 720 °C. Im Bereich der Übergangszone (siehe rechte und linke Seite in Abbildung 6-5) ist eine scharfe Verbindung der Elemente, eine sog. Zintl-Grenze, zwischen den Fügepartnern vorhanden. Das reaktive Titan im Lot zeigt eine deutliche Affinität zur Keramik und siedelt sich mit kleiner Phasenbreite an der Zintl-Grenze an. Darüber bildet sich eine Silber-Indium-reiche Phase mit mittlerer Phasenbreite im Lot aus. In der Silber-Indium-reichen Lotmatrix haben sich relativ große Kupfercluster ohne Orientierung eingelagert, die von irregulärem, lamellenartigem Kupfer umgeben sind (typisch bei eutektischem Gefüge). An der Übergangszone und im Lot sind keine Lunker, Mikrorisse oder ähnliches festzustellen. Das Lot benetzt über die gesamte Benetzungsfläche.

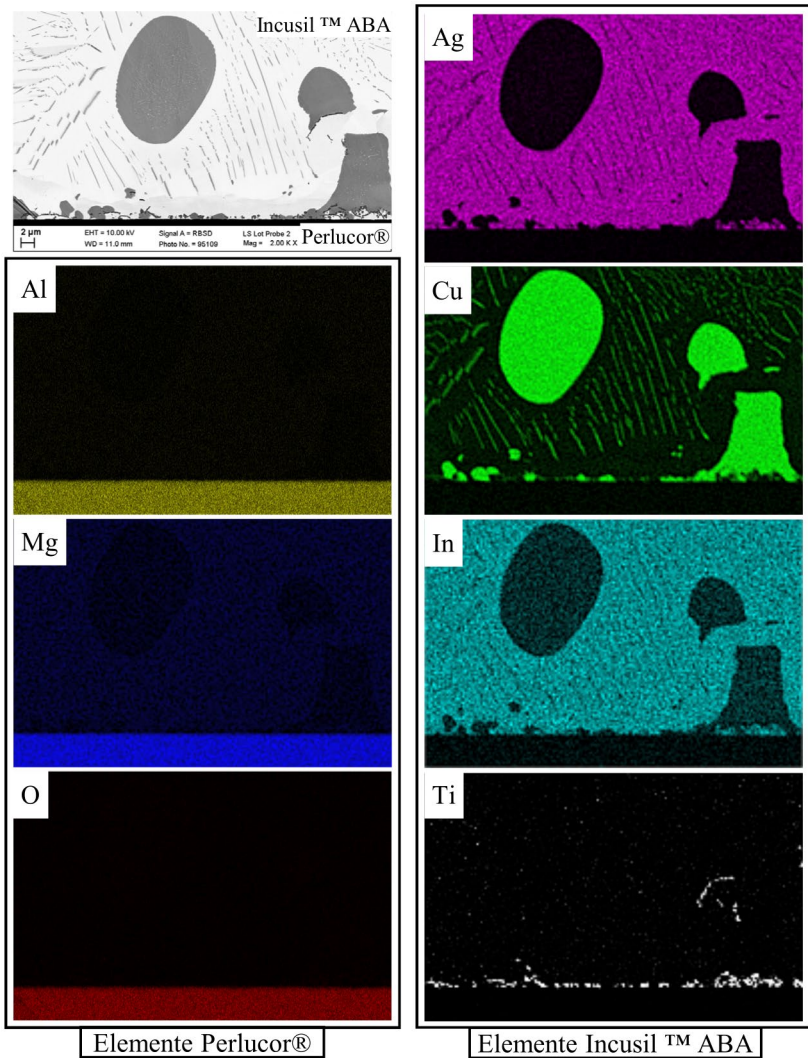


Abbildung 6-5 EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Perlucor® / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 720 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3)

Im Vergleich zu Abbildung 6-5 zeigt Abbildung 6-6 die Elementverteilung des Inconel® 718 / Incusil™ ABA Übergangsbereichs des selben Verbundes. Im Übergangsbereich haben sich eine ausgeprägte Chrom-Sauerstoff-reiche und eine Silber-Indium-reiche Phase mit mittlerer Breite ausgebildet. Das Titan im Lot bildet eine scharfe Verbindung zur Chrom-Sauerstoff-reichen Phase und löst sich zum Teil mit Kupfer zur festen Lösung (Übergangsmetall) in inselartige und homogen verteilte Cluster. Das Kupfer und die Kupfer-Titan Lösung sind irregulär in der Silber-reichen Lotmatrix gelöst. Außerdem bildet sich an der Korngrenze von Inconel® 718 eine schmale Kupferphase aus. Dies lässt sich z.B. aus Abbildung 6-8 und Abbildung 6-9 erkennen. Hier wird ersichtlich, dass das Kupfer eine scharfe Grenze zu Nickel, also zur γ -Matrix ausbildet und sich quasi aufkonzentriert. Die gesamte Phase zwischen Inconel® 718 und Incusil™ ABA hat eine Breite von ca. 4 μm . Es sind kleine Lunker/Poren unterhalb der Chrom-Sauerstoff-reichen Phase vorhanden. Nach Suganuma et. al [154] treten solche Poren bei einem Silber-Kupfer-Titan-reichen Lot in Verbindung mit den Elementen Nickel und Chrom auf. Durch Anpassung der Löttemperatur und -haltezeit können diese eliminiert sowie die Festigkeit gesteigert und die Versagenswahrscheinlichkeit verringert werden.

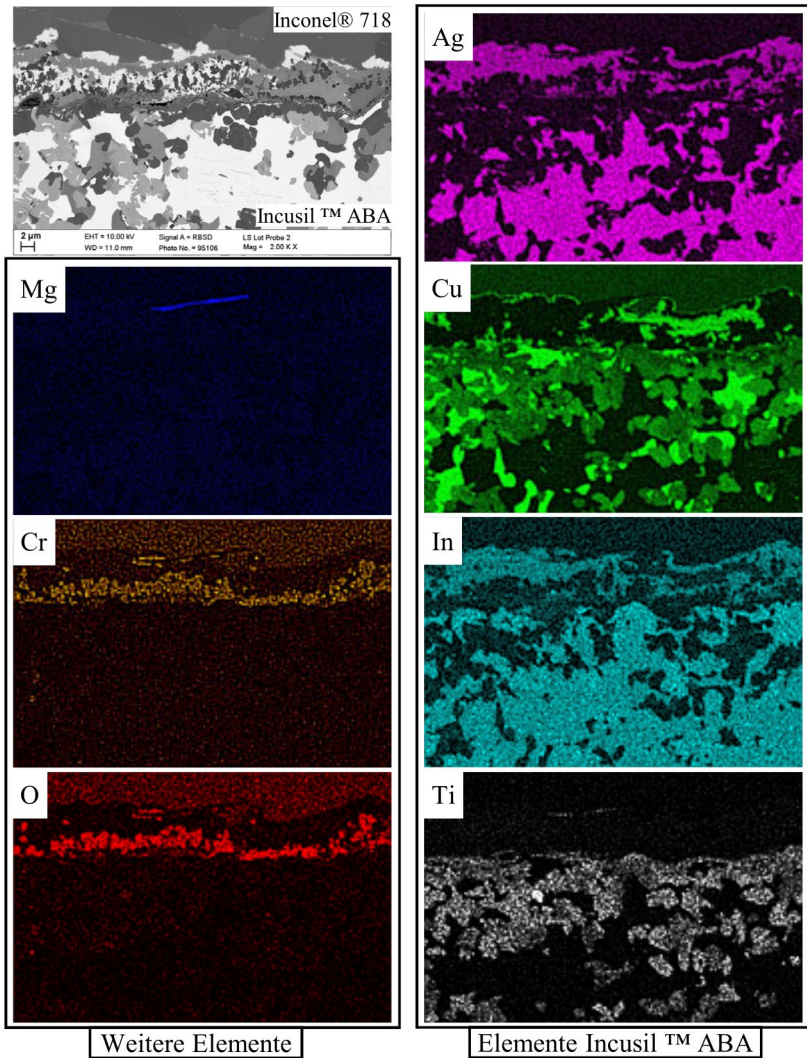


Abbildung 6-6 EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Inconel® 718 / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 720 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3)

Die Auswirkungen auf das Gefüge im Bereich Inconel® 718 / Incusil™ ABA bei einer Erhöhung der Löttemperatur auf 740 °C, zeigt ein Vergleich in Abbildung 6-7. Es bildet sich bei 740 °C ein komplexes Mehrphasensystem, welches sich mit der Kupfer-Titan-reichen Phase (nur Ti in Abbildung 6-7) scharf verbindet. Die Kupfer-Titan-reiche Phase bildet sich bei 740 °C inselförmig in der Silber-Indium-reichen Matrix aus. Die ausgeprägte Chrom-Sauerstoff-reiche Phase löst sich homogen verteilt in dem komplexen Mehrphasensystem am Übergangsbereich auf. Eine typische wellenförmige Phase, die sich bei einem Aktivlot-Verbund an den Korngrenzen ausbildet, ist bei 740 °C nicht mehr ausgeprägt. Eine Erhöhung der Löttemperatur auf 740 °C bei gleichbleibender Haltezeit von 10 min, führt auch zur Eliminierung von Poren im Grenzphasenbereich, wie auch Suganuma et. al [154] in ihren Untersuchungen feststellten.

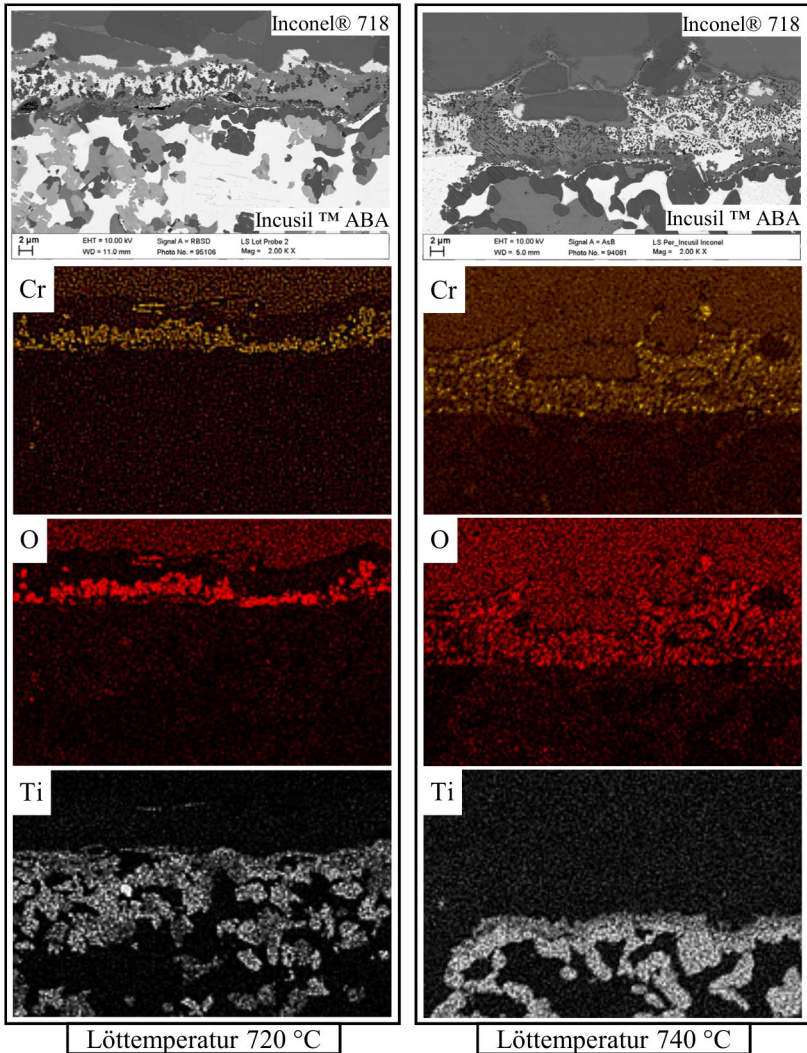


Abbildung 6-7 EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Inconel® 718 / Incusil™ ABA; Vergleich der Verbunde bei Löttemperatur von 720 °C und 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3); modifiziert nach [19]

Eine EDX-Analyse (Mapping) über die wichtigsten Elemente am Inconel® 718 / Incusil™ ABA Übergang bei 740 °C Löttemperatur ist in Abbildung 6-8 dargestellt. Hier wird nochmals ersichtlich, inwieweit Kupfer in die Korngrenzen des Inconel® 718 hineindiffundiert. Es scheint, als ob sich dadurch einzelne Ni-reiche Körner aus dem Gefüge herauslösen. Dieser Anschein beruht darauf, dass die Kupferkonzentration an den Korngrenzen mit der Löttemperatur und –dauer zunimmt. Niob, Chrom und Molybdän (nur Niob in Abbildung 6-8) bilden eine scharfe Verbindung zur Kupfer-Titan-reichen Phase und sind homogen im Übergangsbereich verteilt. Das Nickel und Eisen diffundieren in die Lotmatrix und bilden mit Kupfer und Titan ein komplexes Mehrphasensystem mit großer Phasenbreite aus. Demnach findet zwischen Lot und Metall eine wechselseitige Diffusion der Elemente statt und führt zu einer chemischen Reaktionsbindung. Dadurch bilden sich Reaktionsphasen, welche andere Eigenschaften als die Grundwerkstoffe haben, was sich positiv auf die Verbundfestigkeit auswirken kann [155]. Eine Erhöhung der Löttemperatur wirkt sich folglich nicht nur positiv auf den Benetzungswinkel (siehe Abbildung 6-2), sondern auf den Übergangsbereich des Inconel® 718 / Incusil™ ABA Verbundes aus.

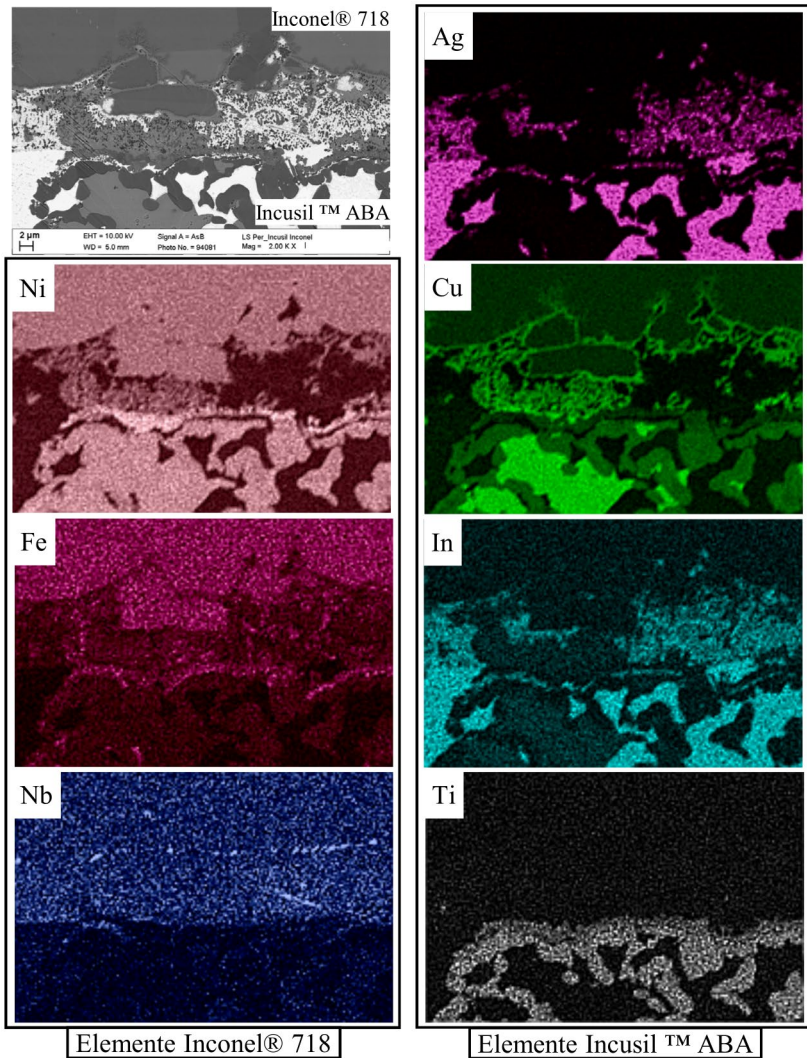


Abbildung 6-8 EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Inconel® 718 / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3); modifiziert nach [19]

Die Löttergebnisse bei 740 °C am Inconel® 718 / Incusil™ ABA Phasenübergangs weisen im Vergleich mit den Löttergebnissen bei 720 °C (siehe Abbildung 6-7) keine Poren, Mikrorisse oder ähnliches auf. Inwieweit die einzelnen Elemente (Ag, Cu, In, Ti) des Aktivlotes dazu beitragen, zeigen die Ergebnisse in Abbildung 6-9 (Augerelektronenspektroskopie). In Abbildung 6-9, oben links, wird eine dendritenförmige Ausbildung des Aktivlotes innerhalb der Korngrenze des Inconel® 718, dargestellt. Wie bereits in Abbildung 6-8 festgestellt, bildet das Kupfer eine scharfe Verbindung zum Nickel, wobei das Titan als grenzflächenaktives Element wie auch Indium, welches die Oberflächenenergie des Lotes senkt und eine Benetzung dadurch fördert, auch an der Phasengrenze zu Nickel sich anreichert. Die Silber-reiche Lotmatrix bildet eine scharfe Verbindung zu Kupfer, nicht direkt an der Nickel-reichen Phasengrenze. Die Ergebnisse bestätigen nochmals, dass bei einer Löttemperatur von 740 °C und einer Haltezeit von 10 min eine hohe Grenzflächenaktivität zwischen Inconel® 718 und Incusil™ ABA vorliegt und es sich um eine chemische Reaktionsbindung handelt, was wiederum zur Verbesserung der Benetzungseigenschaften führt [152].

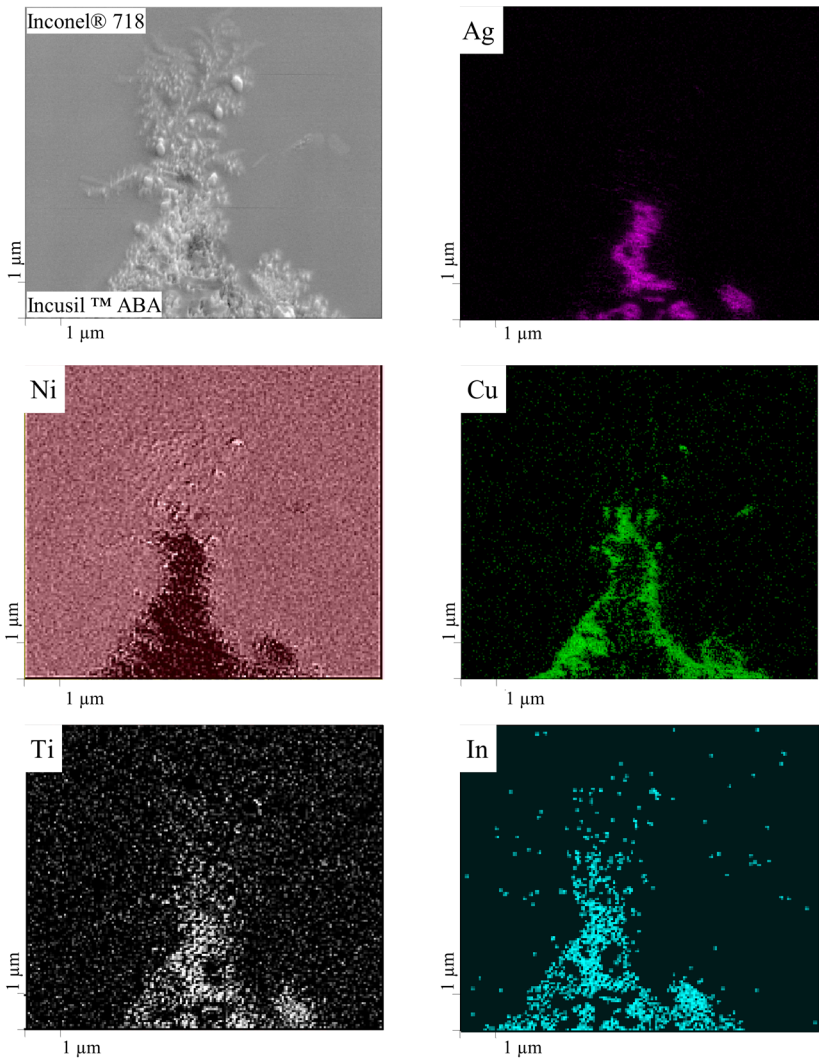


Abbildung 6-9 AES-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Inconel® 718 / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3)

Den Einfluss einer Erhöhung der Löttemperatur auf 740 °C am Perlucor® / Incusil™ ABA Phasenübergang zeigt Abbildung 6-10. Im Bereich der Übergangszone zwischen Keramik und Lot (siehe rechte und linke Seite in Abbildung 6-10) ist eine scharfe Verbindung der Elemente vorzufinden. Das Titan im Lot bildet sich an der Phasengrenze aus, wobei der größere Anteil am Inconel® 718 / Incusil™ ABA Übergang vorzufinden ist. In der Silber-Indiumreichen Lotmatrix bilden sich inselförmige Kupfer-reiche Phasen ohne Orientierung, die sich am Inconel® 718 / Incusil™ ABA Übergang mit Titan lösen. An der Übergangszone und im Lot sind keine Lunker, Mikrorisse oder ähnliches festzustellen. Das Lot benetzte über die gesamte Benetzungsfläche. Eine Erhöhung der Löttemperatur von 720 °C auf 740 °C zeigt am Perlucor® / Incusil™ ABA Übergangsbereich keine Auswirkungen.

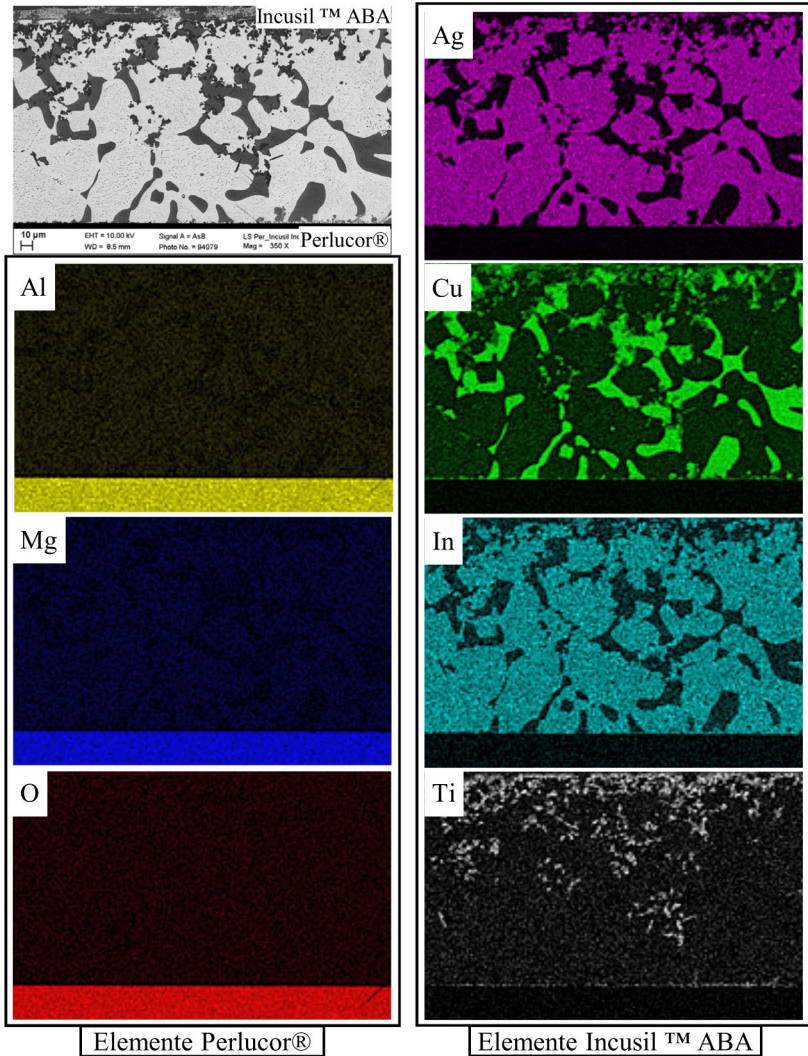


Abbildung 6-10 EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Perlucoor® / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3)

Eine quantitative Beurteilung der scharfen Verbindung am PerLucor® / Incusil™ ABA Grenzübergangs erfolgt mit Abbildung 6-11. Durch den Linienscan (rote Linie in Abbildung 6-11) mittels AES am Übergangsbereich wird der Einfluss des grenzflächenaktiven Titans ersichtlich. Das sauerstoff-affine Titan ist mit lediglich ca. 0,4 µm Phasendicke im Übergangsbereich vorhanden und diffundiert mit geringer Tiefe in die Keramik ein (chemische Reaktionsbindung). Am Grenzübergang sind ebenfalls Nickel und Eisen aus dem Inconel® 718 vorhanden, bilden jedoch eine scharfe Verbindung zur Keramik. Die Elemente der Silber-Indium-reichen Lotmatrix, aber überwiegend bestehend aus Silber, sind ebenfalls in die Keramik eindiffundiert. Die Konzentration des Aluminiums und Magnesiums geht am Grenzübergang zum Lot gegen Null. Die Konzentration des Sauerstoffs nimmt ebenfalls am Grenzübergang ab, jedoch nicht stark und diffundiert ca. 0,5 µm ins Lot hinein. Es bildet sich demnach keine ausgeprägte intermetallische Phase am Grenzübergang bei einer Löttemperatur von 740 °C aus, die zu einer Reduzierung der Verbundfestigkeit führen könnte.

Zusammenfassend ergeben die Mikrostrukturuntersuchungen zum Verbund zwischen PerLucor® und Inconel® 718 mit dem Aktivlot Incusil™ ABA, dass eine Erhöhung der Löttemperatur von 715 °C auf 740 °C mit einer Haltezeit von 10 min, nicht nur Vorteile in Bezug auf den Benetzungswinkel, sondern auch positive Auswirkungen auf die komplexe Gefügeausbildung am Übergangsbereich zwischen den Fügepartnern hat.

Die Ergebnisse der nachfolgenden Untersuchungen basieren auf einer Löttemperatur von 740 °C.

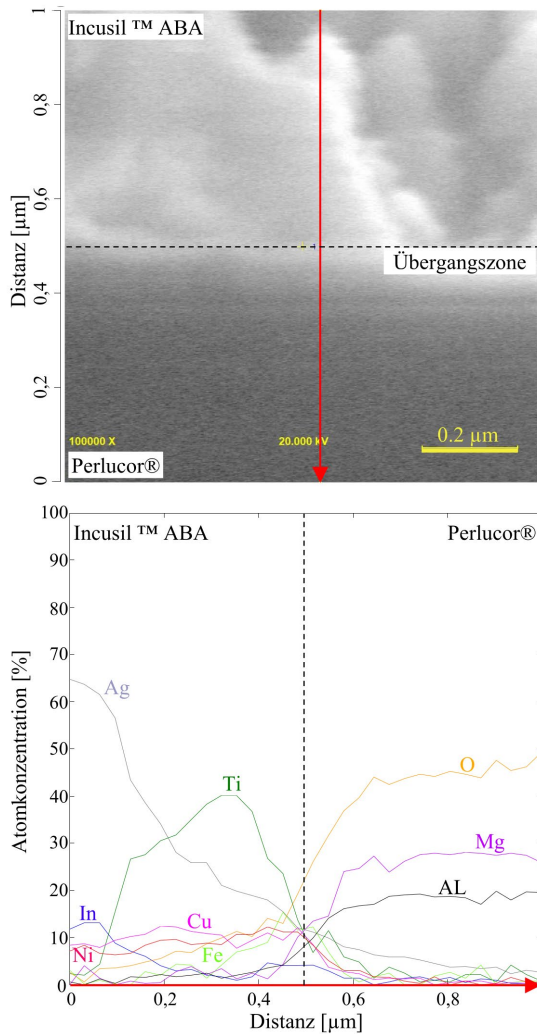


Abbildung 6-11 AES-Analyse (Linienscan) zur Elementverteilung des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Perlocor® / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3)

Wie bereits in Kapitel 2.3.3 und 5.1 beschrieben, findet der Aktivlötprozess des Verbundes für kurze Zeit bei Temperaturen statt, bei denen sich das Inconel® 718 in der metastabilen γ'' -Phase befindet. Die Auswirkungen des Lötprozesses werden mit Hilfe der AES untersucht. Für die Untersuchung von Inconel® 718 Proben (Würfel mit $a = 10$ mm) im Auslieferungszustand werden diese mit den unterschiedlichen Wärmebehandlungen nach Herstellerangaben behandelt (siehe Abbildung 5-1). Im Anschluss der Wärmebehandlung sind die Proben noch mit dem Temperatur-Zeit-Profil des Lötprozesses behandelt worden. Die Ergebnisse einer AES-Elementanalyse zu den einzelnen Prozessschritten sind in Abbildung 6-12 aufgeführt. Für die AES-Analyse werden die sechs Hauptelemente Nickel, Chrom, Eisen, Niob, Molybdän und Titan des Inconel® 718 ausgewählt. Dabei wird die Atomkonzentration der Elemente in der γ -Matrix erfasst. Es handelt sich um eine semi-quantitative Analyse, da keine spezifischen Standardproben zur Verfügung stehen. Die Ergebnisse dienen folglich zum relativen Vergleich der einzelnen Wärmebehandlungsschritte untereinander.

Die Ergebnisse aus Abbildung 6-12 zeigen, wie sich die Atomkonzentrationen der einzelnen Elemente im γ -Wirtsgitter des Inconel® 718 anhand unterschiedlicher Wärmebehandlungen einstellen. Um eine Beurteilung zum Einfluss des Lötprozesses bei 740 °C auf die metastabile γ'' -Ausscheidung (Ni_3Nb) zu treffen, ist hier das Hauptaugenmerk auf die Elemente Nickel und Niob zu legen. Demnach liegen im Auslieferungszustand (Auslfg.) ein Nickelgehalt von 46,2 Atom-% und ein Niobgehalt von 6,33 Atom-% im Wirtsgitter vor. Nach dem Lösungsglühen (Lgsglü.) stieg der Nickelgehalt auf 49,45 Atom-% und der Niobgehalt sank auf 5,84 Atom-%. Im nachgelagerten Prozessschritt, dem Ausscheidungsglühen (Ausschglü.), diffundieren γ' und γ'' bildende Elemente aus der Matrix, der Nickelgehalt steigt auf 52,99 Atom-% und der Niobgehalt sinkt weiter auf 5,24 Atom-%. Der für diese Arbeit entscheidende Prozessschritt, die nachgelagerte Lötung (Ltg.), weist eine geringfügige Änderung im Nickelgehalt mit 52,74 Atom-% und im Niobgehalt mit 5,39 Atom-% auf. Die kurze Haltezeit von 10 min bei 740 °C reicht jedoch nicht aus, damit es zu bedeutenden Ausscheidungen kommt, was auch durch die lediglich geringen Änderungen der Atomkonzentrationen der Elemente Chrom und Eisen

ersichtlich wird. Insgesamt weisen die Ergebnisse eine sehr geringe Streuung auf (siehe Standardabweichung in Abbildung 6-12).

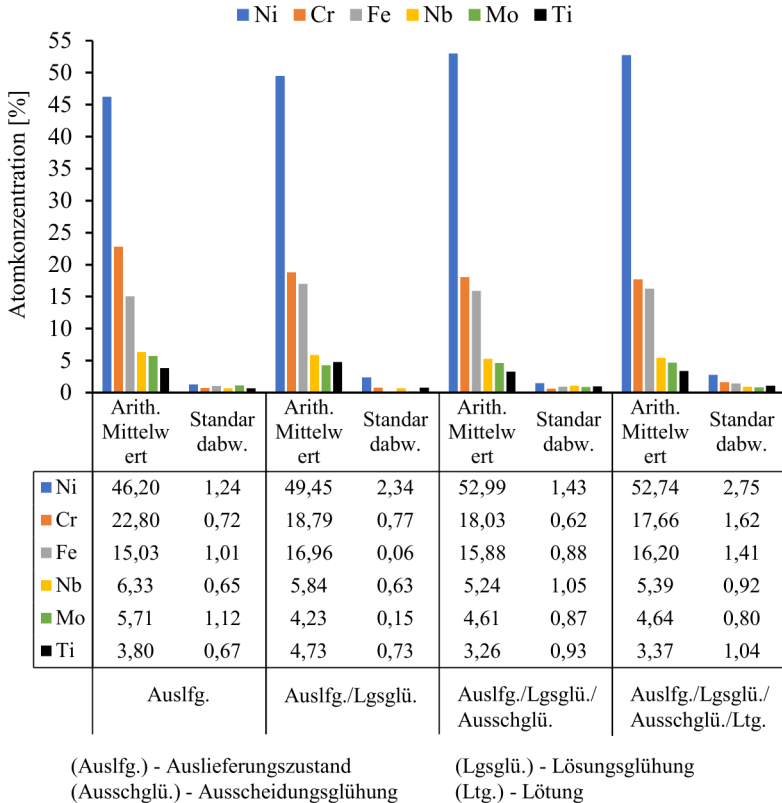


Abbildung 6-12 AES-Analyse zur Elementverteilung in der γ -Matrix von Inconel® 718 Proben (Würfel $a=10$ mm) entsprechend zum durchgeführten Wärmebehandlungsschritt nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3)

In Abbildung 6-13 werden speziell die γ'' -Ausscheidungen (Ni_3Nb) der einzelnen Wärmebehandlungsprozesse mittels AES-Elementanalyse aufgezeigt. Im Auslieferungszustand betragen der Nickelgehalt 56,3 Atom-% und der

Niobgehalt 23,97 Atom-%. Durch das Ausscheidungsglühen nimmt der Nickelgehalt mit 57,6 Atom-% geringfügig zu und der Niobgehalt mit 22,71 Atom-% geringfügig ab. Eine bedeutende Zunahme des Nickelgehalts auf 61,32 Atom-% und des Niobgehalts auf 23,58 Atom-% ist nach dem Ausscheidungsglühen festzustellen. Durch die anschließende Wärmebehandlung des Lötprozesses nehmen die Nickel- und Niobgehalte mit 60,91 Atom-% und 22,63 Atom-% geringfügig ab und die Eisen-, Chrom- und Titangehalte nehmen zu. Bei der Betrachtung der Ergebnisse aus Abbildung 6-12 und Abbildung 6-13 bestätigt sich die Annahme, dass es während des Lötprozesses zu keinen weiteren signifikanten Ausscheidungen kommt. Inwieweit dies Einfluss auf die für die Simulationsberechnungen zugrunde gelegten Werkstoffigenschaften von Inconel® 718 hat, lässt sich mit Hilfe der nachfolgenden Untersuchungen weiter bewerten.

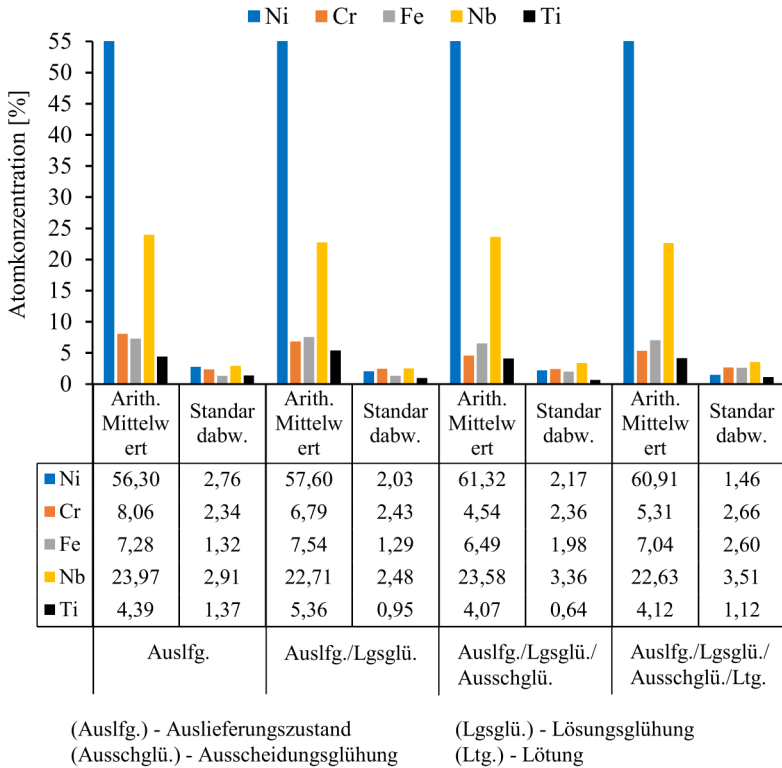
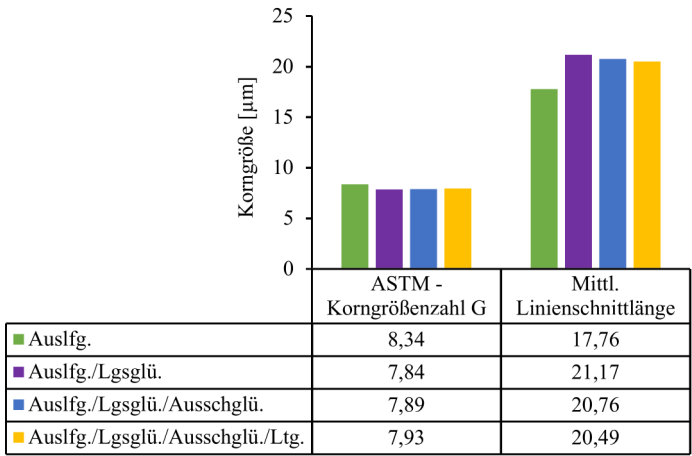


Abbildung 6-13 AES-Analyse zur Elementverteilung in der γ' -Ausscheidung von Inconel® 718 Proben (Würfel $a=10$ mm) entsprechend zum durchgeführten Wärmebehandlungsschritt nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3). Eine Kombination von REM ($>100.000 \times$, $0,1 \mu\text{m}$) und AES mit Hilfe von Literaturangaben zur Elementverteilung von γ' -Ausscheidungen identifiziert die Ausscheidungen [67 bis 86].

Wie sich die Ergebnisse aus Abbildung 6-12 und Abbildung 6-13 auf die Korngröße des Inconel® 718 und somit auf die Werkstoffeigenschaften auswirken, wird in Abbildung 6-14 dargestellt. Die Korngrößenkennzahl G nach ASTM E 112 (Linienchnittverfahren) beträgt im Auslieferungszustand (Auslfg.) ASTM 8,34, was einer mittleren Schnittlänge von $17,76 \mu\text{m}$ entspricht. Im lösungsgeglühten Zustand (Lgsglü.) steigt die Korngröße auf ASTM 7,84,

respektive 21,17 µm. Durch das Ausscheidungsglühen schrumpft die Korngröße geringfügig auf ASTM 7,89 (\cong 20,76 µm) und durch die Lötung weiter auf Korngröße ASTM 7,93 (\cong 20,49 µm).

Eine Verkleinerung der Korngröße nach dem Lötprozess könnte wiederholt auf Ausscheidungen während des Lötprozesses hindeuten. Die erreichte Korngröße nach dem Lötprozess aus Abbildung 6-14 entspricht den Herstellerangaben mit ASTM 8 nach dem Ausscheidungsglühen (siehe Kapitel 2.2.1). Nach ASTM-Richtlinie wird für die Korngröße ASTM 8 einen Toleranzbereich zwischen 16,8 µm bis 23,8 µm festgelegt.

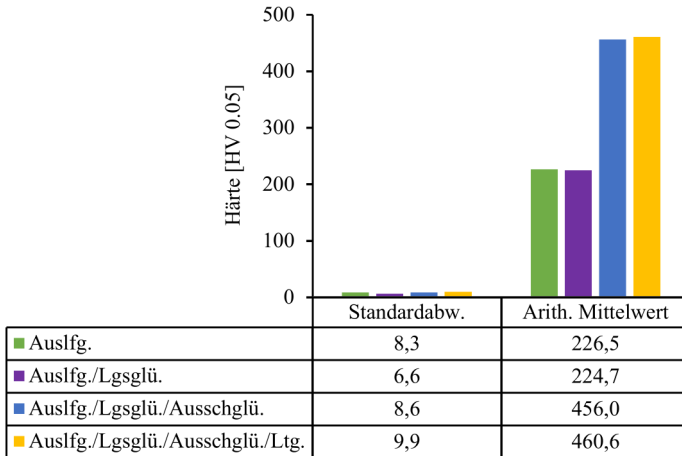


(Auslfg.) - Auslieferungszustand (Lsgglü.) - Lösungsglühlung
 (Ausschglü.) - Ausscheidungsglühlung (Ltg.) - Lötung

Abbildung 6-14 Korngrößen von Inconel® 718 Proben (Würfel a=10 mm) nach ASTM E 112 (Linienschnittverfahren) entsprechend zum durchgeführten Wärmebehandlungsschrittes nach Herstellerangaben (siehe Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3); modifiziert nach [119]

Die Qualifizierung des Werkstoffs Inconel® 718 wird noch um eine Härtemessung erweitert (siehe Abbildung 6-15). Gemessen wird die Härte (HV0.05) nach jedem Wärmebehandlungsprozess. Im Auslieferungszustand liegt eine Härte von 226,5 HV0.05 vor. Nach dem Lösungsglühen reduziert sich die

Härte des Werkstoffs auf 224,7 HV0.05. Nach dem Ausscheidungsglühen nimmt die Härte auf 456 HV0.05 wieder zu. Der anschließende Lötprozess führt zu einem Anstieg der Härte auf 460,6 HV0.05. Mit einer erreichten Härte von 460,6 HV0.05 nach dem Lötprozess, entspricht auch dieser Wert den Angaben des Herstellers (siehe Kapitel 2.2.1).



(Auslfg.) - Auslieferungszustand

(Lgsglü.) - Lösungsglühung

(Ausschglü.) - Ausscheidungsglühung

(Ltg.) - Lötung

Abbildung 6-15 Härte (HV0.05) von Inconel® 718 Proben (Würfel a=10 mm) entsprechend zum durchgeführten Wärmebehandlungsschrittes nach Herstellerangaben (siehe Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3); modifiziert nach [119]

Anhand der vorgestellten Ergebnisse kann zusammenfassend festgehalten werden, dass für den Verbund zwischen PerLucor®, Inconel® 718 und Incusil™ ABA die optimalen Prozessparameter gemäß Abbildung 5-3 bei einer Löttemperatur von 740 °C und Haltezeit von 10 min sind. Der geringfügige Einfluss des Lötprozesses führt zu keinen bedeutenden Änderungen, sodass die erzielten Werkstoffeigenschaften den Hersteller- und Literaturangaben (siehe Kapitel 2.2) entsprechen. Die für die Simulationsberechnungen zugrunde gelegten Werkstoffdaten entsprechen folglich mit sehr guter Annäherung den Werkstoffeigenschaften von Inconel® 718 nach dem Lötprozess.

6.3 Herstellungsprozess des Verbundes

Für die Herstellung der komplexen Kerbgeometrie am freien Rand des Metall-Keramik-Verbundes werden vier Lösungsvarianten entwickelt (siehe Kapitel 3.3 und Kapitel 5.2). Aus den Erkenntnissen der Simulationsergebnisse (siehe Kapitel 4.2.2) lässt sich schlussfolgern, dass die technische Machbarkeit des Verbundes von der Realisierung der analytisch berechneten optimalen Kerbgeometrie abhängt. Nachfolgend werden die Ergebnisse zu den vier Lösungsvarianten vorgestellt. Untersucht wird u.a. die Fertigungstechnik zur Herstellung der Kerbgeometrie mit Paste vor dem Lötprozess, die Maßhaltigkeit der Kerbgeometrie nach dem Lötprozess und ggf. das entstehende Schadensbild sowie die Spannungsverteilung in der Keramik nach dem Lötprozess. Die Konturmessung erfolgt mit dem optischen Laser der Fa. Werth und die spannungsoptische Ablichtung der Probe mit einer polarisierten Weißlichtquelle.

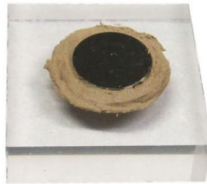
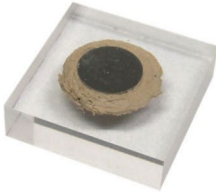
In Abbildung 6-16, a) ist eine Lötprobe nach Lösungsvariante 1 mit Anfor-mung der Lotpaste mit einem Rakel dargestellt. Dabei ist ersichtlich, dass die Lotpaste nicht gleichmäßig aufgebracht werden konnte. Die viskose Paste verklebt sich mit dem Teflon®-Rakel und ermöglicht dadurch keine konturtreue Herstellung der Kerbgeometrie. Die Umfangsfläche der Inconel® 718 Ronde wird nur zum Teil mit Lotpaste benetzt. Insgesamt werden 0,39 g Lotpaste benötigt. Das Ergebnis nach dem Lötprozess ist in Abbildung 6-16, b) dargestellt. Im Bereich der Kerbgeometrie sind am Übergang zwischen Lotpaste und Inconel® 718 Ronde Fehlstellen entlang der gesamten Benetzungsfläche vorhanden (linkes Bild). An der Benetzungsfläche zwischen Perlucor® und Incusil™ ABA sind Defekte im Perlucor®, welche in etwa dem Durchmesser der Inconel® 718 Ronde entsprechen (mittleres Bild). Die Defekte verlaufen dabei kalottenförmig durch den Perlucor® Quader (rechtes Bild). Die Vermes-sung der Oberflächenkontur des Verbundes nach dem Lötprozess (Abbildung 6-16, c)) zeigt, wie die tatsächliche Geometrie mit der berechneten Geometrie (ideale Form) übereinstimmt. Der Bereich von 0 mm bis 4 mm und von 14 mm bis 18 mm im Diagramm, entspricht dem Querschnitt der Kerbgeometrie (ideale Form). Der Bereich von 4 mm bis 14 mm im Diagramm entspricht dem Querschnitt der Inconel® 718 Ronde mit der Incusil™ ABA Lotfolie. Die Ronde und die Lotfolie haben zusammen eine Höhe von ca. 1,2 mm. Die

Benetzungsfläche zwischen Keramik und Lot ist bei der Höhe = 0 mm. Demnach weicht die tatsächliche Kontur von der berechneten Kontur deutlich ab. Die Inconel® 718 Ronde ist nach dem Lötprozess um 0,3 mm höher. Der Kerbradius beginnt nicht an der Oberkante der Ronde bei ca. 1,5 mm, sondern 0,8 mm tiefer. Die Benetzungslänge von 18 mm zwischen Perlucaor® und Incusil™ ABA entspricht mit ca. 18,5 mm nahezu der Vorgabe. Die spannungsoptische Untersuchung des Verbundes zeigt kein definiertes Spannungsprofil, entsprechend der Simulationsberechnungen, in der Transparentkeramik Perlucaor® (Abbildung 6-16, d)).

Die Umsetzung der Lösungsvariante 1 erweist sich bei der technischen Umsetzung als schwierig. Das Anhaften der Lotpaste mit dem Rakel ermöglicht es nicht, eine vorgegebene Kerbgeometrie gleichmäßig und ohne Fehlstellen zwischen Inconel® 718 und Perlucaor® anzubringen. Auch die Verwendung von Werkstoffen wie synthetisches Polymer (z.B. Silikon) oder Aluminium für das Rakel, können das Ergebnis nicht verbessern. Das Schadensbild entspricht ausschließlich dem aus Abbildung 6-3. Der erwartete Effekt zur Reduzierung der Spannungsspitzen am freien Rand durch die Kerbgeometrie, wird demnach mit dem Herstellungsverfahren nach Lösungsvariante 1 nicht erreicht.

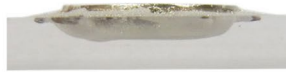
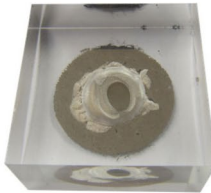
Lösungsvariante 1: Anformung der Lotpaste mit einem Rakel

a) Kerbgeometrie vor dem Lötprozess



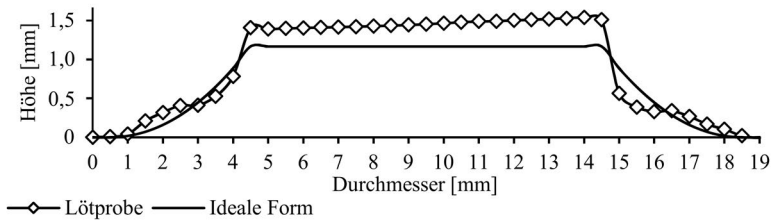
Inconel® 718 Ronde mit 7,3 g
Incusil™ ABA Folie mit 0,24 g
Incusil™ ABA Paste mit 0,39 g
Perlucor® Quader mit 26,92 g

b) Ablichtung nach dem Lötprozess



(Ausschnitt)

c) Konturmessung nach dem Lötprozess



d) Spannungsoptische Ablichtung nach dem Lötprozess

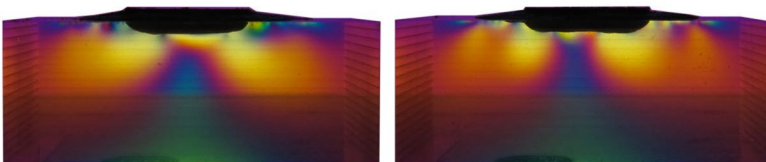


Abbildung 6-16 Ergebnisse zum Herstellungsprozess nach Lösungsvariante 1 mit a) Kerbgeometrie mit Incusil™ ABA Paste vor dem Lötprozess, b) Ablichtung der Probe nach dem Lötprozess bei 740 °C, c) Vermessung der Kerbgeometrie mit dem optischen Laser der Fa. Werth und d) Spannungsoptische Ablichtung der Probe mit einer polarisierten Weißlichtquelle (v.o.n.u.)

In Abbildung 6-17, a) ist eine Lötprobe nach Lösungsvariante 2 mit Anformung der Lotpaste mit einer tiefgezogenen Metallfolie dargestellt. Ein vorgelegter Prozess liefert die erforderliche Kerbgeometrie der Metallfolie durch Tiefziehen. Durch die vorgeprägte Kerbkontur kann der Verbund relativ schnell hergestellt werden. Insgesamt werden 0,36 g Lotpaste verwendet. Nach dem Lötprozess lässt sich an der Metallfolie eine raue Oberfläche feststellen (Abbildung 6-17, b), linkes Bild). Das Lot benetzt vollständig mit der Metallfolie und der Inconel® 718 Ronde. Im rechten Bild der Abbildung 6-17, b) ist ersichtlich, dass sich nach dem Lötprozess ein Metall-Lot-Keramik-Verbund aus dem Perlucor® Quader herausgelöst hat. Das Schadensbild im Perlucor® Quader zeigt eine Herauslösung des Metall-Lot-Keramik-Verbundes am äußeren Rand, d.h. die gesamte Benetzungsfläche auf der Keramikoberfläche hat sich gelöst (Abbildung 6-17, b), mittleres Bild). In Abbildung 6-17, c) wird dies nochmals bestätigt. Die Ergebnisse der Konturmessung zeigen außerdem eine deutliche Abweichung der Kerbgeometrie zur Idealform. Eine spannungsoptische Untersuchung des Verbundes konnte wegen des Schadenbildes nicht durchgeführt werden.

Der Herstellungsprozess bei der Lösungsvariante 2 kann im Vergleich zu Lösungsvariante 1 durch die vorgeprägte Metallfolie verbessert werden. Die Metallfolie, die sich mit der Lotpaste verklebt, verbleibt auf der Probe und sorgt für eine gleichmäßige Verteilung der Lotpaste am freien Rand. Dadurch wird auch sichergestellt, dass das Lot die Inconel® 718 Ronde und den Perlucor® Quader vollständig benetzt. Aufgrund der Metallfolie blieb der Verbund intakt und sorgte für einen Zusammenhalt der Fügwerkstoffe. Jedoch löste sich der Verbund aus dem Quader heraus. Grund hierfür ist die ausgebildete Kerbgeometrie nach dem Lötprozess (siehe Abbildung 6-17, c). Eine Erklärung ist die nicht diffusionsoffene Metallfolie, die ein Ausgasen der Binderkomponenten aus der Lotpaste während des Lötprozesses verhindert. Der entstehende Dampfdruck unterhalb der Metallfolie führt zur Blasenbildung auf der Lotoberfläche bis der Druck entweicht und sorgt für eine Wölbung der Metallfolie nach außen. Sobald die Flüssigphase im Lot erreicht wird, benetzt es mit den Komponenten und nimmt die Geometrie der Wölbung an.

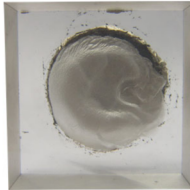
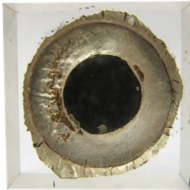
Lösungsvariante 2: Anformung der Lotpaste mit einer tiefgezogenen Metallfolie

a) Kerbgeometrie vor dem Lötprozess

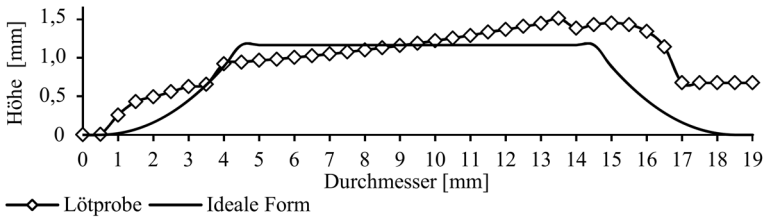


Inconel® 718 Ronde mit 7,3 g
Incusil™ ABA Folie mit 0,24 g
Incusil™ ABA Paste mit 0,36 g
Ni-Folie mit 0,06 g
Perlucor® Quader mit 26,92 g

b) Ablichtung nach dem Lötprozess



c) Konturmessung nach dem Lötprozess



d) Spannungsoptische Ablichtung nach dem Lötprozess

Eine spannungsoptische Ablichtung ist nicht möglich,
weil sich der Verbund aus dem Perlucor® Quader herauslöst.

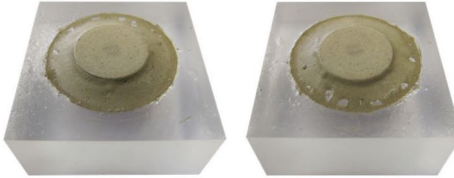
Abbildung 6-17 Ergebnisse zum Herstellungsprozess nach Lösungsvariante 2 mit a) Kerbgeometrie mit Incusil™ ABA Paste vor dem Lötprozess, b) Ablichtung der Probe nach dem Lötprozess bei 740 °C, c) Vermessung der Kerbgeometrie mit dem optischen Laser der Fa. Werth und d) Spannungsoptische Ablichtung der Probe mit einer polarisierten Weißlichtquelle (v.o.n.u.)

In Abbildung 6-18, a) ist eine Lötprobe dargestellt, gefertigt nach Lösungsvariante 3. Die Kerbgeometrie wird hierbei durch Auffüllen einer Paraffinform

mit Lotpaste und anschließendem thermischen Ausschmelzen des Paraffins hergestellt. Insgesamt werden zur optimalen Formfüllung, wie sie zuvor berechnet wird, 0,37 g Lotpaste in die Paraffinkavität injiziert. An der Kerbgeometrie sind Lotfehlstellen ersichtlich, die nachträglich (vor dem Lötprozess) mit Lotpaste aufzufüllen sind. Sonst zeigt die Lotpaste eine glatte Oberfläche. Abbildung 6-18, b) zeigt den Verbund nach dem Lötprozess. Im Bereich der Kerbgeometrie sind im Lot eine Vielzahl an Fehlstellen festzustellen (linkes Bild). Das Lot hat die Keramik und die Inconel® 718 Ronde am Umfang und an der Unterseite vollständig benetzt (mittleres und linkes Bild). In der Keramik ist ein Defekt in Höhe des Inconel® 718 Rondenumfangs in Form einer Sichel ersichtlich. Der Defekt ragt ca. 1 mm tief in die Keramik hinein (rechtes Bild). Das Ergebnis aus der Konturmessung (Abbildung 6-18, c)) zeigt eine zum Teil gute Annäherung der tatsächlichen Kerbkontur an die Idealform. Die Inconel® 718 Ronde hat sich während des Lötprozesses innerhalb des Lotbettes verschoben und erreicht eine Höhe von über 1,5 mm. Die Ergebnisse der spannungsoptischen Analyse des Verbundes aus Abbildung 6-18, d) zeigen am intakten Perlocor® Bereich, ein nahezu homogenes Spannungsprofil (siehe Abbildung 4-10, S22). Die Herstellung einer Probe ist bei dieser Variante deutlich aufwendiger. Es werden zusätzlich eine Kavität aus Paraffin, eine Vorrichtung zum Injizieren der Paste, eine Vakuumpumpe und ein zusätzlicher Prozess zum Ausschmelzen des Paraffins benötigt. Das Verfahren bietet jedoch den Vorteil, dass die Lotpaste direkt in Form der Kerbgeometrie am vorgesehenen Ort angebracht werden kann. Das Paraffin wird anschließend ausgeschmolzen und es bleibt die Lötprobe übrig. Der Nachteil liegt im Ausschmelzen des Paraffins. Im Ofen beginnt das Paraffin ab 64,5 °C an der Oberfläche an zu schmelzen [156]. Das Paraffin verläuft dabei nicht, sondern bildet sich halbkugelförmig über die Inconel® 718 Ronde aus. Sobald der Ofen eine Temperatur von 110 °C erreicht, verläuft das Paraffin. Der Defekt im Keramik-Quader aus Abbildung 6-18, b lässt sich nun damit erklären, dass das flüssige Paraffin durch Fehlstellen in der Lotpaste zwischen Paste und Keramik und zum Teil auch unter die Ronde gelangt. Im anschließenden Lötprozess verdampft das Paraffin und das flüssige Lot füllt den Spalt unter der Ronde und hebt sie dadurch an. Während des Abkühlprozesses führt dies zu einer unsymmetrischen Spannungsbelastung in der Keramik und folglich zum Defekt.

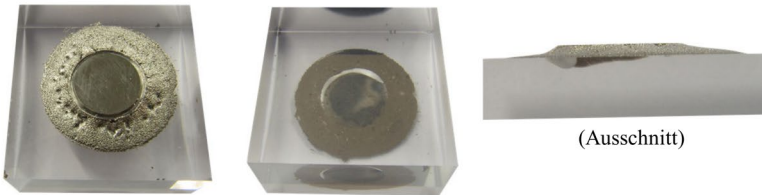
Lösungsvariante 3: Auffüllen einer Paraffinform (Kavität) mit Lotpaste und anschließender thermischer Paraffinausschmelzung

a) Kerngeometrie vor dem Lötprozess

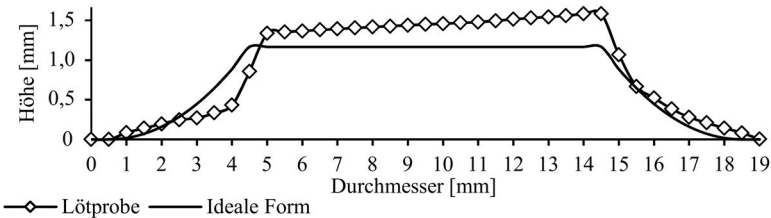


Inconel® 718 Ronde mit 7,3 g
Incusil™ ABA Folie mit 0,24 g
Incusil™ ABA Paste mit 0,37 g
Perlucor® Quader mit 26,92 g

b) Ablichtung nach dem Lötprozess



c) Konturmessung nach dem Lötprozess



d) Spannungsoptische Ablichtung nach dem Lötprozess

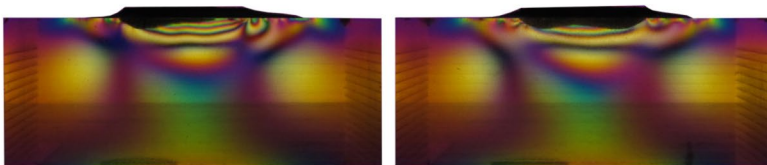


Abbildung 6-18 Ergebnisse zum Herstellungsprozess nach Lösungsvariante 3 mit a) Kerngeometrie mit Incusil™ ABA Paste vor dem Lötprozess, b) Ablichtung der Probe nach dem Lötprozess bei 740 °C, c) Vermessung der Kerngeometrie mit dem optischen Laser der Fa. Werth und d) Spannungsoptische Ablichtung der Probe mit einer polarisierten Weißlichtquelle (v.o.n.u.)

Bei den Untersuchungen zur Lösungsvariante 4, wird die Kerbgeometrie durch Auffüllen einer Paraffinform mit Lotpaste hergestellt. In einem nachgelagerten Prozess wird die Paraffinform thermochemisch aufgelöst. In Abbildung 6-19, a) ist der Metall-Keramik-Verbund vor dem Lötprozess dargestellt. Die Lotpaste der Kerbgeometrie ist dabei homogen und ohne Fehlstellen modelliert. Die Umfangsfläche der Inconel® 718 Ronde und die Keramik wird dabei vollständig benetzt. Nach dem Lötprozess weist die Lötprobe aus Abbildung 6-19, b) keine Fehlstellen auf. An der Keramik sind nach dem Lötprozess keine Defekte oder Unregelmäßigkeiten festzustellen (mittleres Bild). Aus dem Ergebnis der Konturmessung wird ersichtlich, dass die tatsächliche Kontur nahezu der berechneten, idealen Form entspricht. Lediglich die Höhe liegt mit ca. 0,15 mm etwas darüber. Die spannungsoptische Untersuchung des Verbundes zeigt ein zu erwartendes homogenes Spannungsprofil in der Keramik PerLucor® (siehe Abbildung 4-10, S22).

Im Vergleich zur Lösungsvariante 3 wird bei diesem Herstellungsverfahren das Paraffin nicht ausgeschmolzen, sondern thermochemisch in Hexan aufgelöst. Das Paraffin wird somit restlos und schonend von der Lötprobe entfernt und die Lotpaste wird nicht durch das aufgeschmolzene Paraffin (Lösungsvariante 3), eine zusätzliche Metallfolie oder einem Raket beeinflusst. Im Hexan-Bad werden zudem die Additive aus der Lotpaste (ca. 8 Gewicht-%) [19] herausgelöst. Das Lot verliert damit seine Viskosität und wird fest, sodass auch kleine Erschütterungen den Verbund in der vorgegebenen Position halten. Basierend auf den Ergebnissen zur Lösungsvariante 4 erfüllt dieses Fertigungsverfahren alle Anforderungen zur Herstellung eines Metall-Keramik-Verbundes mit komplexer Kerbgeometrien aus Lotpaste.

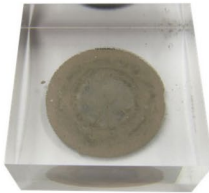
Lösungsvariante 4: Auffüllen einer Paraffinform (Kavität) mit Lotpaste und anschließender thermochemischer Paraffinauflösung

a) Korbgeometrie vor dem Lötprozess



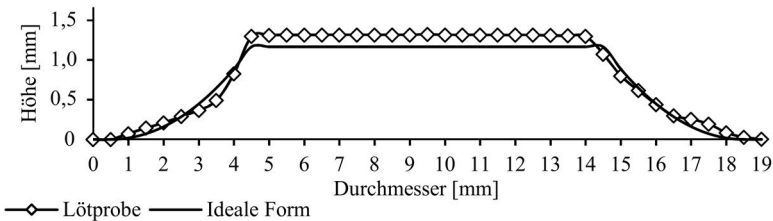
Inconel® 718 Ronde mit 7,3 g
Inusil™ ABA Folie mit 0,24 g
Inusil™ ABA Paste mit 0,38 g
Perlucor® Quader mit 26,92 g

b) Ablichtung nach dem Lötprozess



(Ausschnitt)

c) Konturmessung nach dem Lötprozess



d) Spannungsoptische Ablichtung nach dem Lötprozess

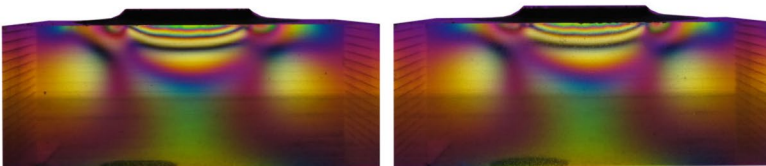


Abbildung 6-19 Ergebnisse zum Herstellungsprozess nach Lösungsvariante 4 mit a) Korbgeometrie mit Inusil™ ABA Paste vor dem Lötprozess, b) Ablichtung der Probe nach dem Lötprozess bei 740 °C, c) Vermessung der Korbgeometrie mit dem optischen Laser der Fa. Werth und d) Spannungsoptische Ablichtung der Probe mit einer polarisierten Weißlichtquelle (v.o.n.u.); modifiziert nach [19]

7 Diskussion der Simulations- und Versuchsergebnisse

7.1 Übersicht

Die Zielsetzung der vorliegenden Arbeit war die Entwicklung einer wichtigen Komponente des Videoinspektionssystems GeoKam, nämlich die eines innovativen Seitenkameragehäuses. Die Lösung dieser Gesamtaufgabe verlangte die Bearbeitung und Verifizierung wichtiger Einzelaspekte.

Im folgenden Abschnitt sollen die im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Verfahrensschritte und deren Ergebnisse reflektiert und in Hinsicht auf die Erfüllung ihrer Anforderungen im Einzelnen sowie im Hinblick auf deren Eignung als grundlegende Basis für eine fertigungstechnische Realisierung der Komponente „Seitenkameragehäuse“ für die Tiefen-Geothermie-sonde GeoKam der Systemplattform ZWERG kritisch betrachtet werden:

- **Konstruktion des Kameragehäuses** unter den gegebenen Rahmenbedingungen und für die in Tabelle 1-1 dargestellten Einsatzbedingungen. Zu den Rahmenbedingungen gehören die Gewährleistung der Rundumsicht, die Adaptierbarkeit an das GeoKam-System sowie die Auswahl und die Gewährleistung der Kompatibilität der ausgewählten Werkstoffe mit dem Gesamtsystem. Hierbei ergaben sich spezielle Herausforderungen im Rahmen der Aufbau- und Verbindungstechnik des Moduls. Insbesondere die Kombination der metallischen Werkstoffe mit der transparenten Keramik stellten hier die größten Herausforderungen dar. Das Ergebnis dieses Arbeitspaketes ist das Design des Kameramoduls, wie in Abbildung 3-3 dargestellt.
- **Die Verifizierung und Absicherung dieses Designentwurfes** erfolgte durch ausführliche **Auslegungsrechnungen** verbunden mit Designoptimierungen basierend auf weitergehenden Detailkonstruktionen.

Die Simulationsrechnungen zur Auslegung und Designabsicherung erfolgten mit dem Finite-Elemente-Programm ABAQUS® zur Festigkeitsanalyse und mit dem Programm STAU zur Erfassung und Minimierung der Ausfallwahrscheinlichkeit der Komponenten und des gesamten Moduls.

- Im Rahmen der durchgeführten Simulationsrechnungen und der Realisierung der Detailkonstruktion stand insbesondere die **Verbindungstechnik zwischen der Ni-Basislegierung und der transparenten Keramik** im Zentrum der Untersuchungen. Als zu favorisierende Verbindungstechnik ergab sich die **Methode des Aktivlötens**. Hierzu war ein geeignetes Lotmaterial auszuwählen. Weiterhin ergab sich, dass nur mit Hilfe einer **Verbindungshülse**, ganz speziellen Designs, als Verbindungsglied zwischen Metall und Keramik, gemäß den Simulationsrechnungen, sich die Einsatzsicherheit des Moduls gewährleisten ließ. Dieser Stand der Entwicklung und der Untersuchungen erlaubt nun die Festlegung des **endgültigen Designs des Moduls**, siehe auch Abbildung 4-17.
- In einem nächsten Schritt waren die Ergebnisse der Auslegungsrechnungen durch experimentelle Untersuchungen abzusichern. Im Mittelpunkt der experimentellen Untersuchungen standen hier insbesondere **Arbeiten zur Absicherung der Löttechnik, zur Gestaltung der Lotnaht und zum Einfluss der beim Lötvorgang eingebrachten Wärmebehandlung auf die beteiligten Materialien**. Hier stellt sich u.a. die Frage: „Besitzen die Werkstoffe nach dem Lötvorgang noch die vom Hersteller angegebenen Eigenschaften, wie sie auch den Simulationsrechnungen zugrunde gelegt wurden?“ Weiterhin wurden **ausführliche Untersuchungen der Mikrostruktur** der beteiligten Materialien – Keramik, Aktivlot, Ni-Basislegierung – durchgeführt und dokumentiert.

Als Komplikation bei der experimentellen Absicherung ergab sich, dass die zur Verfügung stehende Anzahl der Keramikzylinder in Originalgröße begrenzt war, sodass die meisten Untersuchungen an kleineren Laborproben

durchgeführt werden mussten. Zur Vergleichbarkeit wurde eine Anpassung der Spannungsprofile Originalteil – Laborprobe vorgenommen.

Als generelles Ergebnis soll abschließend festgestellt werden, dass die im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Überlegungen, Analysen und deren experimentelle Absicherung als Voraussetzungen und als Basis zur fertigungstechnischen Realisierung eines Seitenkamerateilgehäuses des Videinspektionssystems GeoKam der Systemplattform ZWERG dienen können.

Die in der Arbeit durchgeführten Arbeitspakete, wie sie hier als kurze Übersicht dargestellt sind, werden nachfolgend im Detail kritisch beleuchtet und diskutiert.

7.2 Verifizierung und Optimierung des Designs durch Simulationsberechnungen

Die vorliegenden Materialdaten bilden zusammen mit dem prinzipiellen Design der Verbindungshülse die Basis für die analytische Berechnung der Kräfte- und Spannungsverhältnisse im Verbund während und nach dem Lötprozess. Die weiteren Entwicklungsarbeiten umfassen in iterativen Schritten sowohl Berechnungen zum Festigkeits- und Versagensverhalten als auch daraus resultierend Detailänderungen und Optimierungen des Designs des Seitenkameramoduls. Die Vorgehensweise ist als Übersicht in Abbildung 3-6 dargestellt.

Die Ergebnisse der zahlreichen Einzelberechnungen führen zu mehreren Detailänderungen des Designs der Verbindungshülse. Mit den Formeln (2-2) und (2-4) kann eine Vorauslegung der Verbindungshülse und des Lotspaltes unter Einhaltung der Restriktionen als Basis für die FE Analysen durchgeführt werden. Die damit erzielten Ergebnisse (siehe Abbildung 4-3), basierend auf dem analytischen Ansatz nach Iancu [127], zeigen, auch im Vergleich zu den anschließend durchgeführten numerischen Berechnungen, dass die Benetzungslänge und die Verbindungshülsendicke, im Vergleich zum relativ dünnen Lotspalt, die wesentlichen Optimierungsvariablen sind. Für die Berechnung des

mehrachsigem Spannungszustand am freien Rand des Verbundes ist jedoch dieser Ansatz nicht ausgelegt, sodass hier FE Untersuchungen mit der Software ABAQUS® durchzuführen sind. Durch das anfängliche Design der Verbindungshülse, d.h. ohne die Optimierung der Kerbgeometrie am freien Rand (siehe Abbildung 3-3 und Abbildung 3-4), würden aufgrund der stark unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Keramik und Metall, insbesondere während der Abkühlphase des Lötprozesses, unzulässig hohe Zugspannungen am freien Rand der Fügefläche Keramik-Metall generiert. Dies führt unter Umständen zu Ausbrüchen und damit zum Versagen des Per-lucor®.

Zur Lösung des oben beschriebenen Problems ist folgender Ansatz gewählt worden: Reduktion der Inconel® 718 Masse an der Verbindungshülse mittels Umfangsnuten und Fasen, insbesondere am freien Rand des Metall-Keramik-Verbundes, um die Dehnungsbehinderung zu reduzieren und damit auch die Spannungen in der Keramik. Dies wird durch eine optimierte Kerbgeometrie unter Verwendung des duktilen Aktivlotes Incusil™ ABA ergänzt, deren Optimierung aus mehreren Rechenläufen im finalen Design der Verbindungshülse und Kerbgeometrie resultieren, wie Abbildung 7-1 zeigt.

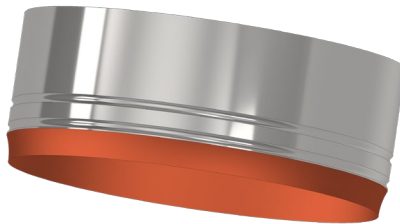


Abbildung 7-1 Optimierte Verbindungshülse mit zwei Umfangsnuten aus Inconel® 718 (grau) mit entsprechender Lotgeometrie aus Incusil™ ABA (orange)

Für die Simulationsberechnungen sind für Inconel® 718 und Incusil™ ABA ein elastisch-plastisches Materialverhalten (bilinear, verfestigend) und für Per-lucor® ein linear-elastisches Materialverhalten zugrunde gelegt worden. Wie die Ergebnisse aus den ABAQUS® Rechnungen zeigen, liegen die zu erwartenden Spannungsprofile im elastischen Bereich der Grundwerkstoffe, sodass

die gewählte Auslegung des Verbundes als konservativ anzusehen ist. Die gewählte Elementgröße mit 0,01 mm, basierend auf dem Ansatz nach Wellmann [145], bei der Modellierung der Lotgeometrie sowie dessen Schnittstellen zur Perlocor® Keramik und Inconel 718 Verbindungshülse (adaptives Gitter), erweist sich ebenfalls als geeignet. Der entwickelte Verbund führt bei den numerischen Rechnungen lediglich zu einer Spannungssingularität am tangentialen Übergang der Kerbgeometrie zur Keramikoberfläche, die in der Realität keine Auswirkungen auf den Verbund hat und somit bei den Berechnungen nicht zu berücksichtigen ist. Eine Studie zur Netzqualität liefert das Ergebnis, dass der gewählte Elementtyp CAX4 (siehe Kapitel 4.1.2) mit einer Elementgröße von 0,01 mm, auch z.B. durch eine weitere adaptive Verfeinerung des Modellnetzes oder Änderung des Elementtyps, zu keinen signifikanten Spannungsänderungen führt. Der ABAQUS® Gleichungslöser fand nach wenigen Iterationen (≤ 4) einen Gleichgewichtszustand.

So ergibt sich als Endergebnis eine optimierte Form der Hülse als T-Profil mit einer radialen Benetzungslänge von 8 mm und einer axialen von 12,4 mm. Die Maße der Fase sind 0,8 x 4 mm radial und 1,3 x 5,4 mm axial. Die daraus resultierenden maximalen Spannungen ergeben sich zu 95 N/mm² Radialspannung (horizontaler Verbund) und zu 162 N/mm² Axialspannung (vertikaler Verbund).

Wie bereits beschrieben, beeinflusst nicht nur das optimierte Design der Hülse die Spannungsverhältnisse, sondern auch die thermische Prozessführung während des Lötvorgangs. Die für diese Untersuchung benötigten Werkstoffdaten von Incusil™ ABA sind aus Studien von Galli et. al [121, 157] entnommen. Galli et. al verwenden die Werkstoffdaten des Aktivlotes Cusil™ ABA aus Neilsen et. al [158] als Referenz und entwickelten temperaturbezogene Werkstoffdaten (normiert) für das Aktivlot Incusil™ ABA. So zeigt z.B. Abbildung 7-2 die Versagenswahrscheinlichkeit (vertikaler Verbund) verursacht durch Oberflächendefekte ($P_{f,A}$) und die Streckgrenze ($R_{p0,2}$) von Incusil™ ABA jeweils in Abhängigkeit von der Prozesstemperatur. Aus dieser Abbildung lässt sich erkennen, dass während des Abkühlvorgangs „kritische“ Temperaturbereiche durchschritten werden. Wird die Abkühlrate im Bereich zwischen 430 °C und 350 °C verringert, z.B. von 5 K/min auf 1 K/min, lassen sich die

thermisch induzierten Spannungen weiter verringern. Dieses Vorgehen führt zum Auftreten von Spannungsrelaxation - das hier nur als empirischer Fakt genannt werden soll, da für Incusil™ ABA keine Daten zum Kriechverhalten vorliegen, sodass Spannungsrelaxation in den Analysen nicht berücksichtigt werden konnte. Folglich kann festgestellt werden, dass die generierten Rechen-ergebnisse durchaus konservativ sind, da die erwähnten spannungsreduzierenden Effekte wie Kriechen oder Spannungsrelaxation nicht berücksichtigt wurden.

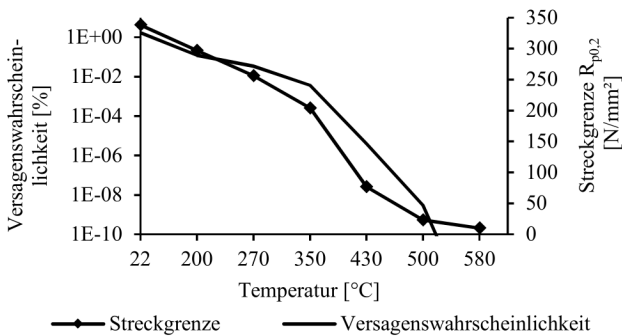


Abbildung 7-2 Abhängigkeiten zwischen der Versagenswahrscheinlichkeit (vertikaler Verbund) verursacht durch Oberflächendefekte ($P_{f,A}$), der Prozess-temperatur während des Abkühlvorgangs und der temperaturabhängigen Streckgrenze ($R_{p0,2}$) des Aktivlotes Incusil™ ABA; modifiziert nach [19]

Die mit den Methoden der klassischen Festigkeitslehre mit dem Finite-Elemente Rechenprogramm ABAQUS® durchgeführten Auslegungsrechnungen für das GeoKam-Seitenkammergehäuse konnten zwar zeigen, dass die auftretenden Belastungen im finalen Design im zulässigen Bereich liegen, jedoch – da hier ein wichtiges keramisches Bauteil mit im Spiel ist – sind diese Betrachtungen leider nicht ausreichend zur Gewährleistung eines einsatzfähigen Systems. Da Keramik als Bauteil beteiligt ist, sind zusätzliche Zuverlässigkeitsanalysen bzw. eine Auslegung hinsichtlich Bauteilversagen erforderlich. Auch diese, mit dem Post-Prozessor STAU durchgeführten Analysen, wobei als Input die ABAQUS® Ergebnisse herangezogen wurden, konnten bestätigen, dass das finale Design des Seitenkammergehäuses den gestellten

Anforderungen gerecht wird. Die Abbildung 4-13, Abbildung 4-15 und Abbildung 4-17 zeigen die Versagenswahrscheinlichkeiten des Perlucor® Zylinders vor und nach der Optimierung des Designs der Verbindungshülse und der Lotgeometrie.

Als generelles Ergebnis der STAU-Analysen lässt sich festhalten, dass der Verbund zwischen dem Perlucor® Zylinder, dem Incusil™ ABA Aktivlot und der Inconel 718® Verbindungshülse, die eine wichtige Komponente des GeoKam-Systems darstellt, nach den Optimierungen eine Versagenswahrscheinlichkeit von 0,64 % ($P_{f,V}$) aufgrund möglicher Volumendefekte aufweist. Oberflächendefekte führen zu einer Versagenswahrscheinlichkeit von 1,7 % ($P_{f,A}$). Für die Berechnungen wurde ein Weibull-Modul (m) von 15 und eine charakteristische Festigkeit (σ_0) von 268 MPa nach DIN EN 843-1 (Ausführungsform B) für die Perlucor® Keramik zugrunde gelegt.

Mit Hilfe der ABAQUS® und STAU Analysen kann demnach gezeigt werden, dass

- die kritischen Maximalspannungen an der Grenzfläche zwischen Verbindungshülse und Keramik auftreten,
- die kritischsten Spannungen an den freien Rändern der Keramik entstehen
- und die Spannungen durch eine optimierte Kerbgeometrie an den freien Rändern auf tolerable Werte reduziert werden können.

7.3 Validierung der Verbindungs- und Verfahrenstechnologie

Da schon in einer frühen Phase der Untersuchungen das Verfahren des Aktivlötens für die bestehenden Anforderungen als das sich am besten geeignete Verfahren erwies, sind zur Absicherung des Verfahrens und zur Qualifizierung

des ausgewählten Lotmaterials IncusilTM ABA weitergehende Untersuchungen durchgeführt worden, wie in Kapitel 5 ausführlich beschrieben.

Ebenfalls geht hieraus hervor, dass die größte Herausforderung bei der Realisierung des Verbundes, die endkonturnahe Herstellung der berechneten Lotgeometrie darstellt. Zwar ist die Löttechnik zur Herstellung zweidimensionaler Verbunde (Scheiben, Platten, etc.), wofür einfache Lotgeometrien ausreichen, weitestgehend erforscht und wird in der Praxis bereits erfolgreich angewandt. Jedoch, für eine dreidimensionale Lotgeometrie, wie für diesen Metall-Keramik-Verbund des Seitenkameragehäuses der GeoKam aufgrund der Simulationsrechnungen gefordert, gibt es kein existierendes, erfolgversprechendes Verfahren. Somit war es notwendig, speziell zur Lösung dieses Problems ein neues Verfahren zu entwickeln. Hierzu sind umfangreiche, detaillierte Untersuchungen durchgeführt worden, ausführlich dargestellt in Kapitel 5.2. Nachfolgend werden sie noch einmal kurz referiert.

Wie aus Abbildung 5-2 hervorgeht, lassen sich zur Realisierung der dreidimensionalen Lotgeometrie sowohl Lotfolien als auch Lotpasten verwenden. Weiterhin muss die Lötprozessführung an die Anforderungen hinsichtlich der Gestaltung der Lotgeometrie angepasst werden. Basierend auf den grundlegenden Überlegungen und Untersuchungen zum Aktivlöten, wie sie in Kapitel 2.3 dargestellt sind, sind folgende Gesichtspunkte zu berücksichtigen (siehe auch Kapitel 5.1):

- Die Benetzung der Fügekomponenten erfolgt erst durch Herabsetzen der Grenzflächenenergie zwischen den Fügekomponenten ab einer Löttemperatur von 700 °C. Der Lothersteller gibt als Richtwert einen Temperaturbereich zwischen 715 °C und 740 °C bei einem Vakuum von $< 10^{-4}$ mbar an.
- Die Aufheiz- und Abkühlraten sowie die Haltezeiten wirken sich empfindlich auf die Dicke der titanhaltigen Reaktionszonen im Verbund aus. Des Weiteren wird der Entbinderungsprozess der Lotpaste hierdurch beeinflusst, was einerseits z.B. die Benetzungsfähigkeit, Dichte und Oberflächengüte beeinträchtigt und andererseits Poren- und Lunkenbildung begünstigen kann.

- Die Aufheiz- und Abkühlraten sowie die Haltezeiten müssen eine Durchheizung der einzelnen Fügwerkstoffe gewährleisten.
- Die Haltezeit bei höchster Löttemperatur befindet sich in der γ' - + γ'' -Phase des Inconel® 718. Da die Gefahr unerwünschter γ'' -Ausscheidungen besteht, muss diese Haltezeit auf ein Minimum beschränkt werden.
- Während des Lötprozesses muss die Position/Lage der Verbundwerkstoffe zueinander durch geeignete Fixierung exakt eingehalten werden, damit sich die gewünschte Lotspaltgeometrie einstellt.

Basierend auf den hier beschriebenen Überlegungen und den genannten Untersuchungen zur Verfahrenstechnologie konnte eine geeignete Kombination von Lotfolie und Lotpaste verbunden mit einer optimierten Verfahrenstechnik entwickelt werden (siehe Kapitel 5.2, Lösungsvariante 4). Mit diesem Lösungsweg kann die erforderliche komplexe dreidimensionale Struktur des Lotmaterials hergestellt und der Lötvorgang erfolgreich durchgeführt werden.

Die Entwicklung und Realisierung der in den Analysen als notwendig ermittelten Gestaltung der Geometrie des Lötmaterials zur Spannungsreduzierung am freien Rand der Partner (Inconel® 718 Verbindungshülse und Perlucor® Zylinder) stellte sich als Herausforderung dar. Als zielführend erweist sich schließlich folgende Verfahrenstechnologie:

Aus Paraffin wird eine Negativform der Kerbgeometrie hergestellt. Diese muss entsprechend am Verbund, bestehend aus Perlucor®, Incusil™ ABA Folie und Inconel® 718, platziert werden. Über eine Bohrung wird anschließend die Lotpaste in die Kavität injiziert und über eine zweite Bohrung die Kavität gleichzeitig evakuiert. Eine porenfreie Kerbgeometrie aus Lotpaste wird somit sichergestellt. Durch chemisches Lösen in einem n-Hexan Bad bei 50 °C (geschlossener Chemie-Reaktor) wird die Kavität aus Paraffin aufgelöst. Nachdem die Probe aus dem n-Hexan Bad genommen wird, trocknet diese für 30 min an Atmosphäre (Laminar Flow Box), sodass das restliche n-Hexan sich restlos auflöst. Anschließend erfolgt die Lötung im Strahlungs-ofen (siehe

Abbildung 5-7). Der Herstellungsprozess ist in Abbildung 7-3 nochmals dargestellt.

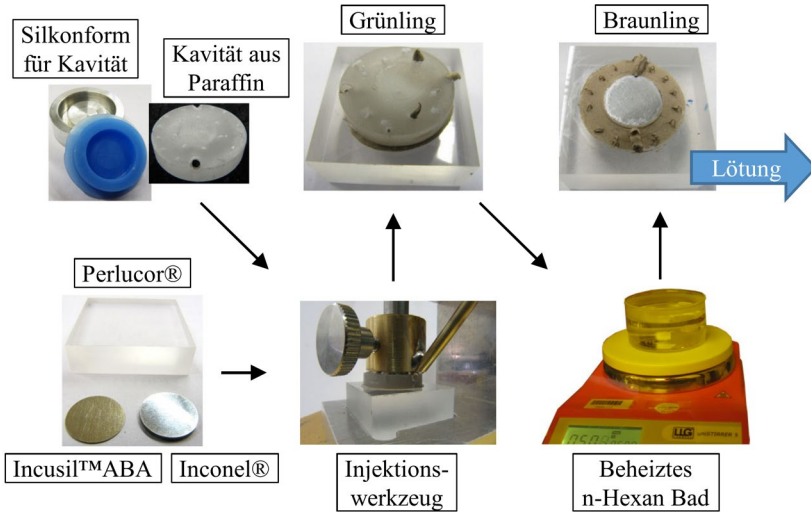


Abbildung 7-3 Werkzeuge und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 4

7.4 Experimentelle Absicherung der analytischen Ergebnisse

Auf Grundlage der Simulationsberechnungen und der Lösungsvarianten aus den Kapiteln 4 und 5, wurden, wie in Kapitel 6 ausführlich dargestellt, detaillierte Untersuchungen am Labormodell durchgeführt (siehe Abbildung 5-2).

Die experimentelle Absicherung der analytischen Berechnungen stellt eine weitere Herausforderung dar. Aufgrund mangelnder Verfügbarkeit der Perlucor® Zylinder in Originalgröße musste auf kleine Perlucor® Quader (25x25x12 mm; LxBxH) zurückgegriffen werden. Das optimierte Simulationsmodell musste deshalb auf ein kleineres Labormodell skaliert werden. Hierbei

ist das Spannungsprofil des Labormodells dem Modell „T + 30° + N1/N2“ angenähert worden, sodass das thermo-mechanische Verhalten des Verbundes realistisch wiedergegeben wird. Zwar ist es mit diesen kleinen Quadern nicht möglich, das rotationssymmetrische Aufschumpferverhalten der Verbindungshülse auf dem Zylinder abzubilden. Die Simulationsergebnisse beweisen jedoch, dass eine Rissinitiierung auf der Zylinderoberfläche durch die hohe Zugspannungsbelastung entlang der Benetzungsfäche am wahrscheinlichsten ist. Durch eine Partitionierung des Zylinders im Bereich der Benetzungsfächen sind speziell diese Bereiche nochmals auf ihre Versagenswahrscheinlichkeit hin untersucht worden.

Als Ergebnis der ausführlichen Untersuchungen (siehe Abbildung 4-18 und Abbildung 4-19) wird eine sehr gute Annäherung der Spannungsprofile des Labormodells an das Realmodell „T + 30° + N1/N2“ festgestellt. Die absolute Höhe der kritischen Zugspannungen ist identisch, nur der Zugspannungsbereich auf der Oberfläche des Labormodells fällt kleiner aus. Die Druckspannungen liegen bei beiden Modellen auf ähnlichem Niveau und spielen bei relativ dicken Keramikwandstärken eher eine untergeordnete Rolle.

Abschließend wurden die Versagenswahrscheinlichkeiten beider Modelle verglichen. Mit einer Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumendefekten ($P_{f,v}$) von 0,41 % und aufgrund von Oberflächendefekten ($P_{f,s}$) von 1,44 % beim Labormodell sind beide Modelle vergleichbar (Abbildung 4-17 vs. Abbildung 4-19). Damit ist die Übertragbarkeit der Beanspruchungsverhältnisse vom Originalzylinder auf die Perlucor® Quader gewährleistet.

Im Zuge der Untersuchung des Verbundes Perlucor® - Incusil™ ABA - Inconel® 718 ergab sich eine weitere Herausforderung: Zu dem in dieser Arbeit untersuchten Perlucor® - Incusil™ ABA - Inconel® 718 Verbund konnten in Literaturrecherchen keine Arbeiten ermittelt werden. Zur Verifizierung der Ergebnisse sind deshalb Verbunde mit ähnlichen Werkstoffeigenschaften und –verhalten auf Basis von Al₂O₃ Keramik, Ag-Cu Basis-Aktivlote und Nickelbasis-Superlegierungen herangezogen worden.

Nachfolgend werden die Ergebnisse zusammenfassend nach folgenden Gesichtspunkten bewertet:

Benetzung des Aktivlotes mit den Fügwerkstoffen

Die Ergebnisse aus Kapitel 6.2.1 zeigen eine sehr gute Benetzung des Aktivlotes Incusil™ ABA mit den Grundwerkstoffen. Die erreichten Benetzungswinkel $< 4^\circ$ zwischen Perlucor® und Incusil™ ABA (siehe Abbildung 6-2) sind ein Indiz dafür, dass die gewählten Materialpaarungen des Verbundes zueinander passen, die Lötprozessparameter gut eingestellt sind und die richtigen Oberflächengüten vorliegen. In Vorversuchen mit dem Lot Incusil®-10 (63 % Ag, 27 % Cu, 10 % In) des Herstellers Morgan Advanced Materials (USA), ohne Titan als grenzflächenaktives Element, benetzte das Lot mit Perlucor® als auch mit Inconel® 718 nicht. Folglich ist das Titan im Incusil™ ABA nicht nur für die Benetzung der Keramik Perlucor®, sondern auch für die des Inconel® 718 von Bedeutung. Aus den Ergebnissen der Abbildung 6-9 (Übergangszone Lot-Metall) und Abbildung 6-11 (Übergangszone Lot-Keramik) wird ersichtlich, dass mit 1,25 Gew.-% Titan in Incusil™ ABA ein ausreichender Anteil für eine vollständige Benetzung der Grundwerkstoffe Perlucor® und Inconel® 718 bei einer Lotschichtdicke von 0,3 mm bei den gewählten Prozessparametern (siehe Kapitel 6.3) vorhanden ist. In den Untersuchungen der Mikrostruktur lassen sich außerdem keine Lunker oder Poren im Bereich der Übergangszonen feststellen, sodass ein zu geringer Titananteil im Lot nicht bestätigt werden kann. Auch ein zu hoher Titananteil ist im Lot nicht gegeben, da an der Übergangszone Keramik-Lot lediglich eine sehr schmale titanhaltige Phase ohne Herauslösung von Keramikkörnern und an der Übergangszone Metall-Lot eine stabile chemische Reaktionsbindung ausgeprägt ist (siehe Kapitel 6.2.2). Zusammenfassend können folgende Schlüsse daraus gezogen werden:

- Das Aktivlot Incusil™ ABA hat hervorragende Benetzungseigenschaften, insbesondere in Kombination mit Perlucor® und Inconel® 718.
- Das grenzflächenaktive Titan im Lot ist nicht nur für die Benetzung des Perlucor®, sondern auch für die des Inconel® 718 erforderlich.
- Mit 1,25 Gew.-% Titan im Lot können sehr gute Ergebnisse hinsichtlich homogener und vollständiger Benetzung der Grundwerkstoffe, schmaler Ausbildung einer titanhaltigen Phase am Übergangsbereich

Keramik-Lot und Ausbildung einer stabilen chemischen Reaktionszone am Übergangsbereich Metall-Lot erzielt werden.

Beeinflussung der Mikrostruktur durch den Lötprozess

Ghosh et. al [159] konnten in einer Studie feststellen, dass bei einem Lötverbund von Al_2O_3 -Keramik und Monel® 404 Nickelbasis-Superlegierung mit dem Aktivlot Ticusil® (68,8 % Ag, 26,7 % Cu, 4,5 % Ti) der hohe Anteil von Ni im Monel® 404 die Benetzungseigenschaften des Aktivlotes mit Al_2O_3 beeinflusst. Das Ni und das Ti haben eine hohe Affinität zueinander und bilden eine intermetallische Phase an der Reaktionszone Metall-Lot. Folglich reduziert sich die Konzentration des grenzflächenaktiven Ti an der Übergangszone Keramik-Lot. Das Ergebnis von Gosh et. al konnte auch bei dem Verbund Per-lucor®, Incusil™ ABA und Inconel® 718 festgestellt werden (siehe Abbildung 6-8). Mittels Nano-Härtemessungen (Berkovich Indenter) konnten Gosh et. al die Auswirkungen der sich bildenden Ni-Ti Phase auf die Verbundeigenschaften (Härte und E-Modul) untersuchen. Durch die Bildung der intermetallischen Phase Ni-Ti an der Übergangszone Metall-Lot, stellt sich ein gradueller Verlauf der Härte und des E-Moduls an der Übergangszone Metall-Lot ein und das Aktivlot behält seine duktilen Werkstoffeigenschaften nach ca. 5 μm von der Übergangszone (Richtung Lotmitte) entfernt. Am Übergang Keramik-Lot konnte ein ähnlicher, gradueller Verlauf festgestellt werden (vgl. Härte: Keramik-Lot-Metall; 15.25 ± 2.69 GPa - 1.76 ± 0.58 GPa - 3.49 ± 0.72 GPa). Auch weitere Untersuchungen mit den Materialpaarungen Al_2O_3 , Ticusil® und Al_2O_3 sowie Al_2O_3 , Ticusil® und Graphit führen zum selben Ergebnis. Zu einem ähnlichen Ergebnis kamen ebenfalls Sequerios et. al [160], die Untersuchungen an einem γ -TiAl - Incusil™ ABA - Inconel® 718 Verbund durchführten. Ihre Ergebnisse zeigen, dass der Verbund bei einer Löttemperatur von 730 °C und einer Haltezeit von 10 min eine Scherfestigkeit von 228 ± 83 N/mm² und die Härte einen graduellen Verlauf von den Grundwerkstoffen um wenige Mikrometer ins Aktivlot hat. Auch eine Löttemperaturerhöhung um 200 °C auf 930 °C zeigt lediglich eine Zunahme der Reaktionszone, sodass die Härte des überwiegenden Teils des Lotes unverändert bleibt (134 ± 16 HV0.1). Der Hersteller des Lotes Incusil™ ABA gibt eine Härte von KHN 1000 MPa [116] an und liegt damit sehr nahe an den Ergebnissen von Gosh et. al und Sequerios et. al. Auswirkungen hat eine Löttemperaturerhöhung jedoch auf die

Scherfestigkeit, die von $228 \pm 83 \text{ N/mm}^2$ ($730 \text{ }^\circ\text{C}$) auf $164 \pm 76 \text{ N/mm}^2$ ($930 \text{ }^\circ\text{C}$) abnimmt. Sequerios et. al erlangten aus Scherversuchen die Erkenntnis, dass ein Verbundversagen von der Übergangszone Incusil™ ABA – Inconel® 718 ausgeht. Ein Vergleich der Härtemessungen von Inconel® 718 nach dem Lötprozess von Sequerios et. al [160] mit denen in dieser Arbeit sind, mit HV0.1 512 ± 97 und HV0.05 460 ± 10 , auf ähnlichem Niveau. Weitere Untersuchungen, von Do Nascimento et. al [161], in denen ein Al_2O_3 – Incusil™ ABA - Fe-Ni-Co und Al_2O_3 – Ticusil® - Fe-Ni-Co Verbund auf ihre Mikrostrukturen und Festigkeiten untersucht wurden, konnten die Ergebnisse von Gosh et. al, Sequerios et. al und die in der vorliegenden Arbeit bestätigen. Auch hier werden im Vergleich ähnliche Mikrostrukturen an der Übergangszone festgestellt. Zusammenfassend kann folgende Schlussfolgerung aus den Ergebnissen von Gosh et. al, Sequerios et. al, Do Nascimento et. al und die der vorliegenden Arbeit gezogen werden:

- Der Lötprozess, aber vor allem die Löttemperatur und die Haltezeit, wirken sich empfindlich auf die Mikrostruktur des Lotes aus. Entscheidend ist jedoch die Erkenntnis, dass Änderungen in der Mikrostruktur lediglich im engen Mikrometerbereich an den Übergangszonen stattfinden. Die Materialeigenschaften des Großteils der Verbundwerkstoffe entsprechen erwartungsgemäß den Angaben der Hersteller.
- Die Verbundfestigkeit ist abhängig von der sich ausbildenden Übergangszone der Fügwerkstoffe. Die Übergangszone kann durch die max. Löttemperatur und die Haltezeit beeinflusst werden. Hier gilt es eine möglichst niedrige Löttemperatur und Haltezeit bei gleichzeitig vollständiger Benetzung zu erreichen. Ein Temperaturbereich zwischen $730 \text{ }^\circ\text{C}$ und $750 \text{ }^\circ\text{C}$ erzielt die besten Ergebnisse.

Einfluss des Lötprozesses auf die Festigkeit von Inconel® 718

Die Herstellung des Inconel® 718 mit seinen besonderen Werkstoffeigenschaften erfordert die genaue Einhaltung der Prozessschritte sowie Prozessparameter (siehe Abbildung 5-1). Mit der durchgeführten Untersuchung der Mikrostruktur, der Korngröße und der Härte wird der Nachweis erbracht, dass der

nachgelagerte Lötprozess keine Auswirkungen auf das Gefüge und somit auf die Werkstoffeigenschaften hat (siehe Kapitel 6.2.2). Bei einer maximalen Löttemperatur von 740 °C und Haltezeit von 10 min, kommt es zwar zu geringfügigen Änderungen im Gefüge. Die ermittelten Ergebnisse liegen jedoch in den Grenzen der Hersteller- und Literaturangaben.

Technische Umsetzbarkeit des Fertigungsverfahrens

Im Rahmen dieser Arbeit wird eine Vielzahl an entwickelten Fertigungsverfahren beschrieben, von denen vier in die engere Auswahl kamen (siehe Kapitel 5.2). Die Herausforderung bei der Herstellung des Verbundes liegt dabei in der Fertigung - von der Modellierung bis zum Aktivlöten - der Kerbgeometrie am freien Rand des Verbundes (siehe Abbildung 3-4 und Abbildung 3-5). Zur Reduzierung der kritischen Zugspannungen in der Keramik des Verbundes sind die Benetzungslänge, die Verbindungshülsendicke sowie die Kerbgeometrie am freien Rand von Relevanz. Die Lotfoliendicke hat hierbei einen geringen Einfluss auf die Verbundeigenspannungen (siehe Abbildung 4-3). Die Änderungen der Benetzungslänge und der Verbindungshülsendicke hängen dabei lediglich von den technisch möglichen Fertigungsgrenzen ab und sind mit dem gegenwärtigen Stand der Technik realisierbar. Die Kerbgeometrie am freien Rand ist in der Herstellung komplex, weshalb im Rahmen dieser Arbeit auch ein Schwerpunkt auf die technische Realisierung der Kerbgeometrie gelegt wurde. Mit Hilfe der Aktivlotpaste lässt sich gezielt eine spannungsoptimierte Kerbgeometrie am freien Rand des Verbundes herstellen, sodass eine adäquate Fertigungstechnik entwickelt werden konnte.

Mit Lösungsvariante 1 (siehe Abbildung 5-4) ist ein sehr einfacher Prozess bezüglich Handhabung und Herstellungsdauer entwickelt worden. Die Schwierigkeit liegt hier in der Verarbeitung der Lotpaste, die nach Kontakt mit anderen Werkstoffen sehr gut anhaftet und durch ihre Konsistenz eine gleichmäßige Verteilung der Paste z.B. mittels eines Rakels nicht erlaubt. Zum „Abziehen“ des Lotes mittels Rakel um den kleinen Radius der Inconel® 718 Ronde mit 5 mm, kann der nötige Druck (wie beim Silikonisieren) auf die Lotpaste nicht aufgebracht werden. Folglich sind die Bindungskräfte zwischen Rakel und Lot höher als zwischen Probekörper und Lot. Auch die Verwendung einer scharfen Klinge als Rakel - zur Reduzierung der Kontaktfläche zum

Aktivlot - führt zu keinem besseren Ergebnis. Des Weiteren wird das Ergebnis auch durch die Verwendung von Rakel-Werkstoffen wie synthetisches Polymer (Teflon®) oder Aluminium nicht verbessert. Beim Abziehen des Aktivlotes staut sich vor der Klinge das Aktivlot auf, bis es zu einem, parallel zum Rakel, verlaufenden Riss in der abgezogenen Aktivlotpaste kommt. Dies kann zwar durch Verdünnen der Aktivlotpaste mit 5 Gewicht-% 2-Propanol (Isopropanol, C_3H_8O) vermieden werden. Jedoch weist die Aktivlotpaste der Kerbgeometrie nach der Lötung eine Vielzahl an Fehlstellen, eine relativ raue Oberfläche sowie einen geringen Formfüllgrad auf.

Mit Lösungsvariante 2 (siehe Abbildung 5-5) wurde untersucht, inwieweit der Kontakt des Rakels mit der Aktivlotpaste, während der Herstellung der Kerbgeometrie, vermieden/entkoppelt werden kann. Mit Hilfe einer vorgeprägten Metallfolie wird die Aktivlotpaste nicht mehr durch Scherung in die Form der Kerbgeometrie gebracht (siehe Lösungsvariante 1), sondern kann an der Kerbe großzügig, z.B. mittels eines Dispensers, angebracht und durch die vorgeprägte Metallfolie in Form gedrückt werden. Die Metallfolie bleibt schließlich auf dem Verbund und wird verlötet. Mit Hilfe der Metallfolie lässt sich zwar die Kerbgeometrie relativ einfach herstellen, dennoch bringt dieses Herstellungsverfahren einige Nachteile mit sich. Es kann z.B. nicht gewährleistet werden, dass beim Anformen Luft (bei Anformung an Atmosphäre) oder Lunker/Poren (bei Anformung unter Vakuum) zwischen Metallfolie und Aktivlotpaste eingeschlossen werden. Diese bleiben dann durch die gasdichte Metallfolie erhalten und können lediglich während des Lötprozesses, wobei dies Einfluss auf die Kerbkontur und Oberflächenrauigkeit hat, entweichen (siehe Kapitel 6.3). Dasselbe gilt für das Ausgasen der Binderkomponenten aus der Aktivlotpaste während des Lötprozesses. In den Versuchen konnte außerdem festgestellt werden, dass die Metallfolie während des Lötprozesses zu steif ist und somit dem Schrumpfen der Lotpaste beim Schmelzen nicht folgen kann. Bezüglich der Handhabung hat diese Variante Vorteile gegenüber der Lösungsvariante 1, sodass dieser Ansatz weiter untersucht und mit Lösungsvariante 3 verfolgt wurde (siehe Abbildung 5-6).

Die Lösungsvariante 3 bietet durch eine vorgefertigte Paraffinkavität (Negativ der Kerbgeometrie) den Vorteil, wie bei Lösungsvariante 2, dass bei der

Herstellung der Kerbgeometrie die Lotpaste direkt in Endkontur gebracht wird und das formgebende Werkzeug (Metallfolie, Paraffinkavität) auf der Lotpaste verbleibt. Bei dieser Variante wird jedoch die formgebende Paraffinkavität vor dem Lötprozess thermisch wieder entfernt, um die negativen Effekte aus Lösungsvariante 2 zu vermeiden. Bei den Untersuchungen stellte sich heraus, dass ein thermisches Ausschmelzen der Paraffinkavität in einem Konvektionsofen zu unerwünschten Auswirkungen führt. Sobald das Paraffin ab einer Temperatur von ca. 65 °C an der Oberfläche anfängt zu schmelzen, kommt es zu unkontrollierbarem Paraffinfluss. Sobald ein größerer Paraffinanteil geschmolzen ist, bildet sich über der Lotpaste eine stabile halbkugelförmige Paraffinkuppel, die bei weiterem Temperaturanstieg (ab ca. 110 °C) instabil wird und über der Keramikoberfläche abläuft. Während des Ausschmelzens wird zum einen die Lotpaste in der Form (Kerbgeometrie) geändert und zum anderen fließt das dünnflüssige Paraffin durch Fehlstellen in die Lotpaste und zum Teil zwischen die Grundwerkstoffe, sodass es während des Lötprozesses zu ähnlichen Effekten wie bei Lösungsvariante 2 (Druckaufbau, Porenbildung, etc.) kommt.

Eine Optimierung der Lösungsvariante 3 wurde mit Lösungsvariante 4 erreicht. Hier wird das thermische Ausschmelzen durch zusätzliches chemisches Lösen ergänzt (siehe Abbildung 5-7). Beim thermochemischen Lösen der Paraffinkavität in einem beheizten n-Hexan Bad wird das Paraffin schonend gelöst, ohne dass Kräfte, wie Oberflächenspannungen oder Dampfdrücke, auf die Kerbgeometrie und somit auf den gesamten Verbund wirken. Zudem lösen sich die Additive in der Lotpaste, sodass diese fest wird und den Verbund aus Inconel® 718, Perlucor® und Incusil™ ABA bis zum Start des Lötprozesses stabilisiert, um eine endkonturnahe Kerbgeometrie zu gewährleisten. Mit diesem Fertigungsverfahren können schließlich die Anforderungen, u.a. die Herstellung einer konturnahen Kerbgeometrie mit Incusil™ ABA Lotpaste, die homogene Verteilung der Lotpaste ohne Fehlstellen und die Fixierung der Fügewerkstoffe während des Lötprozesses, erfüllt werden (siehe Ergebnisse in Kapitel 6.3).

Ergänzend sei hier angemerkt, dass diese entwickelte Methode der dreidimensionalen, formgetreuen Gestaltung eines Lotmaterials bzw. einer komplexen

Kerbgeometrie unter Verwendung einer Paraffinkavität nicht nur auf die beschriebene Anwendung beschränkt, sondern generell anwendbar ist, wobei die Kerbgeometrie beliebig der Geometrie der Grundwerkstoffe (Versatz, Materialsprünge, etc.) angepasst werden und in lediglich einem Fertigungsschritt hergestellt werden kann.

Maßhaltigkeit und auftretendes Spannungsprofil des Verbundes

Das Erreichen der Maßhaltigkeit des Verbundes ist ein wichtiges Kriterium zur Beurteilung und zur Verifizierung der Simulationsergebnisse. Sofern die tatsächlich hergestellte Geometrie des Verbundes der, der Simulation entspricht, bilden die Simulationsergebnisse in guter Annäherung die Realität wieder. Mit dem Fertigungsverfahren nach Lösungsvariante 4 (Abbildung 5-7), konnte der seitens der Simulationsrechnungen geforderte, ideale Verbund, technisch realisiert werden. Eine spannungsoptische Ablichtung zur qualitativen Visualisierung des sich einstellenden Spannungsprofils in der Keramik, beweist nochmals im Vergleich mit den Ergebnissen aus den Simulationsberechnungen mit ABAQUS® eine sehr gute Übereinstimmung. Durch die spannungsoptische Ablichtung können die Spannungswechselbereiche in Form und Ausprägung mit denen der Simulation verglichen und eine Übereinstimmung festgestellt werden (Abbildung 7-4).

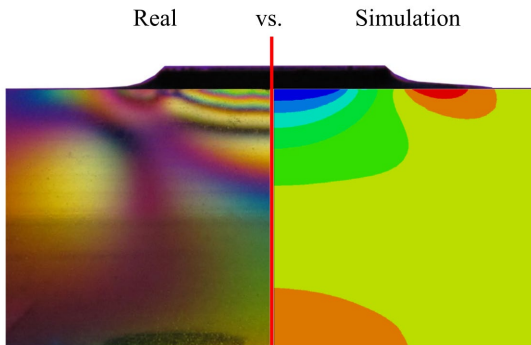


Abbildung 7-4 Qualitativer Vergleich des Spannungsprofils aus der Simulationsrechnung und aus der spannungsoptischen Untersuchung des Labormodells

7.5 Transfer des Lösungsansatzes auf das anwendungsbezogene Problem

Die Ergebnisse aus den Auslegungs- und Simulationsrechnungen mit anschließender Verifikation durch experimentelle Untersuchungen, beweisen grundlegend die Eignung des gewählten Lösungsansatzes auf das anwendungsbezogene Problem. In einem weiteren Schritt gilt es nun, das erlangte Wissen, hinsichtlich des Labormodells (Perlucor® Quader; 25x25x12 mm (LxBxH)), auf das finale Seitenkamergehäuse der GeoKam (Perlucor® Zylinder; siehe Abbildung 3-3) zu übertragen. Hierbei ist das Hauptaugenmerk auf die entwickelte Verfahrenstechnologie, d.h. auf den Herstellungsprozess vom Zusammenbau der einzelnen Komponenten bis hin zur Herstellung der Kerbgeometrie am freien Rand zu richten.

Nachfolgend werden die einzelnen Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes in chronologischer Reihenfolge vorgestellt:

- 1) Herstellung des Perlucor® Zylinders auf Endkontur mit einem Innendurchmesser von 67 mm, Außendurchmessers von 91 mm und Höhe von 70 mm.
- 2) Spanabhebende Fertigung der Verbindungshülsen und Gehäusekuppelungen aus Inconel® 718 mit anschließender Wärmebehandlung (siehe Kapitel 2.2.1). Konturnahe Fertigung der Inconel® 718 Komponenten auf Endmaß mittels Schleifen. Zwischen den Verbindungshülsen und dem Perlucor® Zylinder (vertikaler Verbund, siehe Abbildung 4-6) muss ein Ringspalt mit geringem Untermaß eingestellt werden. D.h. bei einem Außendurchmesser des Zylinders von 91 mm und einer Aktivlotfolienstärke von 300 μm (Zylinderdurchmesser + Aktivlotfolienstärke = 91,6 mm) muss der Innendurchmesser der Verbindungshülsen 91,58 mm betragen. Der Außendurchmesser des Seitenkamergehäuses beträgt bei einer Stärke der Verbindungshülse von 1 mm lediglich ca. 94 mm.

- 3) Nach dem Schneiden und Ablängen der Aktivlotfolie, ist diese an den Benetzungsf lächen der Verbindungshülsen anzubringen und mittels Laserschweißen zu fixieren.
- 4) Durch Erwärmen einer Verbindungshülse mit integrierter Aktivlotfolie auf 150 °C, lässt sich diese auf den Perlucor® Zylinder aufbringen und stellt nach Abkühlung einen mittelfesten Pressverbund am Zylinderumfang dar. Hierdurch zentriert sich die Verbindungshülse exakt zur Zylinderachse und verhindert nach dem Anbringen der Aktivlotpaste ein Verrutschen.
- 5) Die zuvor hergestellte Kavität aus Paraffin am horizontalen und vertikalen Verbund platzieren und Aktivlotpaste zur Herstellung der Kerbgeometrie am freien Rand nach Lösungsvariante 4 injizieren.
- 6) Fertigungsschritte 4) und 5) für die zweite Verbindungshülse wiederholen, jedoch vor dem Aufschrumpfen der Verbindungshülse die Kavität aus Paraffin über den Perlucor® Zylinder stülpen.
- 7) Lösen des Paraffins nach Lösungsvariante 4 mit anschließendem Lötprozess.
- 8) Nach dem Löten wird der Verbund aus Verbindungshülsen, Aktivlot und Zylinder mit den Gehäusekupplungen verbunden. Hierbei werden die Verbindungshülsen mit den Gehäusekupplungen mittels Elektronenstrahlschweißen gefügt.

Die zuvor beschriebene Herangehensweise zur technischen Umsetzung des Seitenkameragehäuses der GeoKam konnte aufgrund der Nichtverfügbarkeit eines Perlucor® Zylinders nicht an Originalkomponenten untersucht werden. Dennoch erweist sich die entwickelte Verfahrenstechnologie als sicherer und beherrschbarer Prozess, sodass eine technische Umsetzung mit Originalkomponenten realistisch ist.

8 Zusammenfassung und Schlussfolgerung

Zur Realisierung eines neuartigen optischen Inspektionsfensters für das Video-Inspektionssystem GeoKam zur Erkundung tiefer Bohrlöcher sind ausführliche Untersuchungen hinsichtlich Design- und Festigkeitsfragen erforderlich. Generelles Ziel der Untersuchungen ist die Realisierung einer 360° Rundumsicht mit Hilfe eines transparenten Keramikzylinders aus dem polykristallinen MgAl_2O_4 -Spinell Perlucor®. Hierbei gilt es, eine optimierte Verbindungs- und Verfahrenstechnologie zwischen dem keramischen Material und dem Gehäuse des GeoKam Systems, bestehend aus Inconel® 718, zu finden.

Die Untersuchungen konzentrieren sich hauptsächlich auf entsprechende Auslegungsrechnungen für den Verbund aus Gehäusekupplungen, Perlucor® Zylinder und Verbindungshülsen sowie auf die Optimierung des Lötprozesses. Als geeignete Werkzeuge erweisen sich das Finite Elemente Rechenprogramm ABAQUS® sowie für die Analyse der bruchmechanischen Versagenswahrscheinlichkeit das Software-Paket STAU.

Der entwickelte Lösungsansatz zur Herstellung eines optimierten Seitenkame-
ragehäuses für die GeoKam bietet im Vergleich zum gegenwärtigen Stand der
Forschung und Technik (siehe Tabelle 2-1 und Tabelle 2-2) eine Vielzahl an
Vorteilen, die als Grundlage für zukünftige Entwicklungen von Inspektions-
sonden dienen soll. Nachfolgend werden die wichtigsten Erkenntnisse aus die-
ser Arbeit zusammenfassend vorgestellt:

- Der Perlucor® Zylinder vergrößert im Vergleich zu den gegenwärtigen planaren Sichtfenstern den Sondeninnenraum, sodass größere Kame-
rasensorik und –aktorik verbaut werden kann und folglich die Qualität
der Aufnahmen deutlich verbessert wird (siehe Kapitel 2.1). Das ge-
krümmte Sichtfenster minimiert außerdem störende Reflexionen
durch die Beleuchtung und kann erstmals im Inneren einer Sonde

verbaut werden. Der Einsatz eines Perlucor® Zylinders ermöglicht zudem das Drehen der gesamten Kameraeinheit im Inneren der Sonde und erfüllt somit die Anforderungen der Explosionsschutzverordnung (11. ProdSV) [40].

- Durch die Verwendung eines Aktivlotes anstatt von O-Ringen als dichtende Komponente, wird die max. Betriebstemperatur des Verbundes über die max. Einsatztemperaturen der auf dem Markt verfügbaren Inspektionssonden von ca. 170 °C gesetzt (siehe 2.1). Der entwickelte Metall-Keramik-Verbund, bestehend aus Perlucor®, Inconel® 718 und Incusil™ ABA erlauben Einsatztemperaturen deutlich oberhalb 170 °C, jedoch innerhalb der Solidustemperatur (< 605 °C) und Streckgrenze (338 N/mm²) des Aktivlotes.
- Für die Tiefen-Geothermie liefern Inspektionen bei höheren Temperaturen einen elementaren Beitrag zur Minimierung der geologischen und geotechnischen Risiken (siehe Kapitel 1.1). Limitierende Komponenten sind nun die Sondensensorik und -aktorik, die vom Kühlmanagement der Sonde und den eingesetzten Dämmungen abhängt.
- Das Aktivlot Incusil™ ABA ermöglicht einen sicheren und beherrschbaren Verbund zwischen der Transparentkeramik Perlucor® und der Nickelbasis-Superlegierung Inconel® 718. Der Lötprozess hat nachweislich keine Auswirkungen auf die Mikrostruktur und den physikalisch-mechanischen Materialeigenschaften beider Werkstoffe. Die Mikrostrukturuntersuchungen der Fügezone zeigen ein sehr gutes Benetzungsverhalten sowie das Auftreten einer stabilen Reaktionszone zwischen dem Aktivlotmaterial Incusil™ ABA und den beiden anderen Materialien Perlucor® und Inconel® 718.
- Außerdem ermöglicht die Verwendung von Incusil™ ABA die Herstellung von komplexen, dreidimensionalen Lotgeometrien. Aufgrund des hohen Reaktionsvermögens im schmelzflüssigen Zustand zu Keramiken, entwickeln diese infolge einer chemischen Reaktion eine hohe Viskosität, die gegen die Lotausbreitung wirkt [108]. Für das vorgestellte Design des Seitenkameragehäuses wird lediglich nur

noch ein Perlucor® Zylinder benötigt, auf dem beide Verbindungshülsen in einem Lötprozess aufgebracht werden können. Die Lage des Aktivlotes während des Lötprozesses spielt dabei eine sekundäre Rolle, da es durch die hohe Viskosität im Vergleich zu konventionellen Loten in der Senkrechten nicht davonfließt. Durch die Realisierung einer idealen Kerbgeometrie mit Hilfe der Aktivlotpaste, können am freien Rand des Verbundes kritische Zugspannungen, die zu einer Rissinitiierung an der Perlucor® Zylinderoberfläche führen, unterhalb der zulässigen Grenzen minimiert werden. Mit Hilfe der Auslegungs- und Simulationsrechnungen unter Anwendung der Software ABAQUS® und STAU, lassen sich die kritischen Zugspannungsbereiche analysieren, um auf dieser Berechnungsgrundlage mit Hilfe der Parameter wie Bauteildimensionen, Spalt- und Lotgeometrie sowie Lötzyklus einen optimalen Verbund zu entwickeln.

- Am Design der Verbindungshülse gibt es eine Vielzahl an Parameter, die das Simulationsergebnis und dadurch die Versagenswahrscheinlichkeit beeinflussen. Im Rahmen der Arbeit hat sich folgende Herangehensweise bewährt:
 - 1) Analytische Vorstudie des Verbundes unter Berücksichtigung aller Anforderungen und Restriktionen zur Bestimmung der Benetzungslänge, Materialstärken bei maximaler Verbundeigen Spannung, ohne die Betrachtung des mehrachsigen Spannungszustandes am freien Rand (siehe Kapitel 4.1.1).
 - 2) Entwicklung eines vereinfachten Simulationsmodells zur Bestimmung des Designs der Verbindungshülse (siehe Kapitel 4.2).
 - 3) Spannungstechnische Optimierung der Kerbgeometrie am freien Rand des Verbundes mittels FEM (siehe Kapitel 4.2.1).

- 4) Optimierung des Verbundes durch Senkung von örtlichen Zugspannungsspitzen an der Keramik durch spannungsreduzierende Maßnahmen wie z.B. Anbringen von Umfangsnuten an der Verbindungshülse. Dabei ist auf ein homogenes Hülsendesign (z.B. keine Materialanhäufungen oder Wanddickensprünge) zu achten (siehe Kapitel 4.2.2).
- Die Ergebnisse aus der Designstudie weisen eindeutig darauf hin, dass durch das Aktivlöten der Verbindungshülse auf den PerLucor® Zylinder zum einen der horizontale Verbund eine untergeordnete Rolle bzgl. der Versagenswahrscheinlichkeit spielt und zum anderen die hohen Axialspannungen im vertikalen Verbund bedeutenden Einfluss auf die Versagenswahrscheinlichkeit aufgrund von Oberflächendefekten der PerLucor® Keramik haben. Die Ergebnisse hinsichtlich der Versagenswahrscheinlichkeit im vertikalen Verbund zeigen im Allgemeinen eine zwischen Faktor 2 bis 3 höhere Versagenswahrscheinlichkeit aufgrund von Oberflächendefekten als die Versagenswahrscheinlichkeit aufgrund von Volumendefekten (siehe Kapitel 4.2.2).
 - Das entwickelte Design mit der Verbindungshülse aus Inconel® 718 gewährleistet die erforderlichen Materialstärken des PerLucor® Zylinders und Inconel® Gehäusekupplungen (siehe Kapitel 2.1.2). Die Verbindungshülsen fungieren als Adapter und erlauben das sequentielle Durchführen einzelner Prozessschritte (siehe Kapitel 3.1). So können zuerst die Verbindungshülsen mit dem PerLucor® Zylinder verlötet und im nächsten Schritt ein Verbund durch Elektronenstrahlschweißen zwischen der Verbindungshülsen und Gehäusekupplungen hergestellt werden. Die Wärmebehandlungen des Inconel® 718 können hierdurch vom Lötprozess entkoppelt werden.
 - Die Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 4 (siehe Kapitel 5.2) erwies sich als zielführend. Durch eine Kavität aus Paraffin lässt sich die Kerbgeometrie exakt am freien Rand des Verbundes platzieren. Das gleichzeitige Injizieren und Evakuieren über zwei Bohrungen führt zu den besten Ergebnissen. In einem beheizten n-Hexan Bad

werden anschließend das Paraffin sowie die Aktivlot-Additive thermochemisch gelöst, sodass das Aktivlot bis zum Einbringen in den Lötöfen stabil bleibt. Da die Additive ca. 8 Gewicht-% des Lotgewichtes entsprechen, muss das Volumen der Kavität aus Paraffin entsprechend vergrößert werden.

Die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Untersuchungen – Auslegungsrechnungen und Experimente – zur Optimierung des Seitenkammergehäuses und der damit verbundenen Verbindungs- und Verfahrenstechnik, bilden eine vielversprechende Basis für die Entwicklung einer fortschrittlichen, weiterentwickelten Variante des Videoinspektionssystems GeoKam. Dieses System kann die Voraussetzungen für fortgeschrittene Untersuchungen von den tiefen Regionen unseres Planeten durch optische Inspektionstechnik schaffen; in Anlehnung an das Faust'sche Streben: „Dass ich erkenne, was die Welt im Innersten zusammenhält“ [162].

Literaturverzeichnis

- [1] A. Gore, *Our Choice*. New York: St. Martins Press, 2009.
- [2] I. Stober und K. Bucher, *Geothermie*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014.
- [3] M. Bauer, W. Freeden, H. Jacobi und T. Neu, *Energiewirtschaft 2014*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2014.
- [4] T. Plenefisch *et al.*, *Tiefe Geothermie: Mögliche Umweltauswirkungen infolge hydraulischer und chemischer Stimulationen*. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.umweltbundesamt.de/publikationen/tiefe-geothermie-moegliche-umweltauswirkungen> (Zugriff am: 13. November 2018).
- [5] U. Milles, *Tiefer Erdwärme auf der Spur*. [Online]. Verfügbar unter: https://www.geotis.de/homepage/sitecontent/info/publication_data/public_relations/public_relations_data/ProjektInfo_0911_deutsch_druck.pdf (Zugriff am: 29. August 2018).
- [6] E. Huenges, "Energie aus der Tiefe: Geothermische Stromerzeugung", *Physik in unserer Zeit*, Jg. 35, Nr. 6, S. 282–288, 2004, doi: 10.1002/piuz.200401050.
- [7] A. Vetter, "The influence of geothermal plants on the biogeochemistry of the microbial ecosystems in aquifers" Dissertation, Fakultät 6 Planen Bauen Umwelt, Technische Universität Berlin, Berlin, 2012.
- [8] A. Saadat und E. Huenges, "Langzeitkorrosionsuntersuchungen und -monitoring in salinarem Thermalwasser: Verbundprojekt; Teilprojekt: Fluidchemie und Fluid-Gesteins-Wechselwirkungen; Abschlussbericht

- Berichtszeitraum: 01.08.2008 - 30.06.2014", Internationales Geothermiezentrum Hannover, 2014.
- [9] R. Kiran *et al.*, "Identification and evaluation of well integrity and causes of failure of well integrity barriers (A review)", *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, Jg. 45, S. 511–526, 2017, doi: 10.1016/j.jngse.2017.05.009.
- [10] I. e. a. Stober, *Tiefe Geothermie: Ein Handlungsleitfaden*. [Online]. Verfügbar unter: <http://lfzg.rz.hs-offenburg.de/projekte.html> (Zugriff am: 14. November 2018).
- [11] C. Heimlich, N. Gourmelen, F. Masson, J. Schmittbuhl, S.-W. Kim und J. Azzola, "Uplift around the geothermal power plant of Landau (Germany) as observed by InSAR monitoring", *Geotherm Energy*, Jg. 3, Nr. 1, S. 483, 2015, doi: 10.1186/s40517-014-0024-y.
- [12] C. Kunze und M. Hertel, "Contested deep geothermal energy in Germany: The emergence of an environmental protest movement", *Energy Research & Social Science*, Jg. 27, S. 174–180, 2017, doi: 10.1016/j.erss.2016.11.007.
- [13] Y. Mukuhira, H. Asanuma, H. Niitsuma und M. O. Häring, "Characteristics of large-magnitude microseismic events recorded during and after stimulation of a geothermal reservoir at Basel, Switzerland", *Geothermics*, Jg. 45, S. 1–17, 2013, doi: 10.1016/j.geothermics.2012.07.005.
- [14] C. Teodoriu, *Tiefbohrtechnik: Warum sind Geothermiebohrungen so teuer?* [Online]. Verfügbar unter: https://energie-und-rohstoffe.org/images/pdf/2009/Werkstattgespraeche/W2_Impulsreferat_Teodoriu.pdf (Zugriff am: 29. August 2018).

- [15] T. Weimann, "Geothermienutzung im Kraftwerk" München, 7. Juli 2009. [Online]. Verfügbar unter: www.geothermie.de/fileadmin/useruploads/aktuelles/.../Weimann_Kraftwerk.pdf
- [16] M. Bauer, W. Freeden, H. Jacobi und T. Neu, *Handbuch Tiefe Geothermie*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014.
- [17] J. Isele, C. Bauer, S. Dietze, B. Holbein und L. Spatafora, Hg., *The ZWERG project: A platform for innovative logging tools*. Bochum: International Geothermal Association (IGA): International Geothermal Association (IGA), 2015. [Online]. Verfügbar unter: http://www.geothermal-energy.org/publications_and_services/conference_paper_database.html
- [18] L. Spatafora, J. Isele, B. Holbein und V. Hagenmeyer, Hg., *The GeoKam - A tool for video inspection in hot deep geothermal boreholes*. Stanford Geothermal Program, Stanford, CA: Stanford Geothermal Program, Stanford, CA, 2016.
- [19] L. Spatafora, J. Isele, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, V. Hagenmeyer und J. Aktaa, "Avoiding Thermal-Stress-Induced Failures by Design Optimization when Brazing Perlucor® to Inconel® 718 Components" (eng), *Journal of Ceramic Science and Technology*, Nr. 2, S. 1–10, 2019, doi: 10.4416/JCST2019-00011.
- [20] Melexis, *Hochtemperatur Kamerasensor: Melexis MLX75023*. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.melexis.com/en/documents/documentation/product-flyers/product-flyer-qvga-chipset-gen-2> (Zugriff am: 29. November 2018).
- [21] ON Semiconductor, *Hochtemperatur Kamerasensor: Aptina MT9V024/D*. [Online]. Verfügbar unter:

- <https://www.onsemi.com/PowerSolutions/supportDoc.do?method=products> (Zugriff am: 29. November 2018).
- [22] STMicroelectronic, *Hochtemperatur Kamerasensor: VG6640*. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.st.com/en/imaging-and-photonics-solutions/vg6640.html> (Zugriff am: 29. November 2018).
- [23] EVCAM, *Optis Electric Line-HT*. [Online]. Verfügbar unter: <http://www.evcam.com/tools-services/electric-line/> (Zugriff am: 27. November 2018).
- [24] Expro Group, *HawkEye Camera HT*. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.exprogroup.com/products-services/well-intervention/cased-hole-intervention/downhole-video-and-camera-services/downhole-camera> (Zugriff am: 27. November 2018).
- [25] Halliburton, *Down-View and Side-View Camera*. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.halliburton.com/en-US/ps/wireline-perforating/wireline-and-perforating/cased-hole-services/casing-inspection/downhole-video-camera-services.html?node-id=hfqeladz&contentType=Data%20Sheets&index=0&comp=C> (Zugriff am: 27. November 2018).
- [26] Katwell Energy Technology, *Kateye™ Downhole Video Camera*. [Online]. Verfügbar unter: http://www.katwell.com/Products_detail.php?cat_id=172&id=11 (Zugriff am: 27. November 2018).
- [27] Vision iO, *WellCAM: Visual Logging Platform*. [Online]. Verfügbar unter: <https://visionio.com/> (Zugriff am: 27. November 2018).
- [28] Zerlux Inc., *OptEye Cam: High-Definition Downhole Camera Solutions for the Oil and Gas Sector*. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.offshore-technology.com/contractors/auvs-rovs-diving->

- and-cameras/zerlux/#company-details (Zugriff am: 27. November 2018).
- [29] Hitwell Deep Well Imaging, *2-2/8" OD Camera - HT/HP "Big Boy"* [Online]. Verfügbar unter: <http://hitwellvideo.com/downhole-camera-system-specifications/> (Zugriff am: 27. November 2018).
- [30] F. Auzerais, R. J. Schroeder, B. Couet und J. A. Tarvin, "Video inspection or logging tool," EP 0 846 840 B1. GB, FR, DE, DK, IT, NL.
- [31] P. Henn, "Hochdruck Kamerasystem," DE 10 2012 103 960 B4.
- [32] S. H. Lieberman, D. S. Knowles und L. J. Martini, "In situ microscope imaging system for exmining subsurface environments," US 6,115,061 A. USA.
- [33] P. Meltzer, "Borehole inspection video camera," EP 1 301 687 B1. EU & AL, LT, LV, MK, RO.
- [34] C. Stoller, "Method of making a well-logging radiation detector," WO 2014/178938 A1. International.
- [35] J. Thursby und S. Peck, "Camera assembly - Camera for wellbore inspection," GB 2500671 A. UK.
- [36] J. Thursby und S. Peck, "Optical element," WO 2012/066309 A1. International.
- [37] L. Spatafora, Hg., *Inspektion tiefer Bohrlöcher mit GeoKam*. Berlin: GtV-Bundesverband Geothermie: GtV-Bundesverband Geothermie, 2014.
- [38] *Richtlinie 94/9/EG des Europäischen Parlament und des Rates zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten für Geräte und Schutzsysteme zur bestimmungsgemäßen Verwendung in explosionsgefährdeten Bereichen*, 19.04.94. [Online]. Verfügbar unter: <https://eur-lex.europa.eu/eli/dir/1994/9/oj>

- [39] *Sicherheitseinrichtungen für den sicheren Betrieb von Geräten im Hinblick auf Explosionsgefahren*, DIN EN 50495, VDE 0170-18, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 2010-10-00. [Online]. Verfügbar unter: <https://perinorm-fr.redi-bw.de/perinorm/document.aspx>
- [40] *Explosionsgefährdete Bereiche - Teil 0: Betriebsmittel - Allgemeine Anforderungen (IEC 60079-0:2011, modifiziert + Cor.:2012 + Cor.:2013); Deutsche Fassung EN 60079-0:2012 + A11:2013*, DIN EN 60079-0, VDE 0170-1, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 2014-06-00. [Online]. Verfügbar unter: <https://perinorm-fr.redi-bw.de/perinorm/document.aspx>
- [41] *Elfte Verordnung zum Produktsicherheitsgesetz (Explosionsschutzprodukteverordnung - 11. ProdSV)*, 2018. [Online]. Verfügbar unter: <http://dipbt.bundestag.de/extrakt/ba/WP18/699/69904.html>
- [42] L. Spatafora, J. Isele und B. Holbein, Hg., *Forschungsergebnis: GeoKam - Mechanik, Elektronik und Design des Videoinspektionssystems*. GtV-Bundesverband Geothermie: GtV-Bundesverband Geothermie, 2015.
- [43] OSRAM Opto Semiconductors GmbH, *OSLON® Black Flat LUW H9QP*. [Online]. Verfügbar unter: https://www.osram.com/os/ecat/OSLON%C2%AE%20Black%20Flat%20LUW%20H9QP/com/en/class_pim_web_catalog_103489/global/prd_pim_device_2190819/ (Zugriff am: 3. Dezember 2018).
- [44] L. Spatafora *et al.*, Hg., *Video inspection probe for deep geothermal boreholes: GeoKam*. International Geothermal Association (IGA), Bochum: International Geothermal Association (IGA), Bochum, 2015.

- [45] C. Bauer und S. Dietze, Hg., *Elektronik - Systemkonzepte für hohe Temperaturbereiche in Bohrlochsonden*. Berlin: GtV-Bundesverband Geothermie: GtV-Bundesverband Geothermie, 2014.
- [46] L. Spatafora, B. Holbein und J. Isele, Hg., *GeoKam - A modularly designed real-time video inspection system*. Davis (CA): Geothermal Resources Council: Geothermal Resources Council, 2017.
- [47] *Zylinderschalen unter äußerem Überdruck*, AD 2000-Merkblatt B 6, Verband der TÜV e. V. (VdTÜV), 2006-10-00. [Online]. Verfügbar unter: <https://perinorm-fr.redi-bw.de/perinorm/document.aspx>
- [48] B. Holbein *et al.*, "Quality management and improvement for geothermal energy projects using the platform-based tool development technology – ZWERG", *Geothermics*, Jg. 71, S. 320–330, 2018, doi: 10.1016/j.geothermics.2017.10.010.
- [49] N. Mundhenk, P. Huttenloch, R. Bäßler, T. Kohl, H. Steger und R. Zorn, "Electrochemical study of the corrosion of different alloys exposed to deaerated 80°C geothermal brines containing CO₂", *Corrosion Science*, Jg. 84, S. 180–188, 2014, doi: 10.1016/j.corsci.2014.03.027.
- [50] I. Stober, "Hydrochemical properties of deep carbonate aquifers in the SW German Molasse basin", *Geotherm Energy*, Jg. 2, Nr. 1, S. 108, 2014, doi: 10.1186/s40517-014-0013-1.
- [51] R. Bäßler, A. Keserovic, J. Sobetzki, H. S. Klapper und M. Dimper, Hg., *Materials Evaluation for Geothermal Applications in Different Geothermal Waters*. International Geothermal Association (IGA), Bochum: International Geothermal Association (IGA), Bochum, 2015.
- [52] N. Mundhenk, P. Huttenloch, B. Sanjuan, T. Kohl, H. Steger und R. Zorn, "Corrosion and scaling as interrelated phenomena in an operating

- geothermal power plant", *Corrosion Science*, Jg. 70, S. 17–28, 2013, doi: 10.1016/j.corsci.2013.01.003.
- [53] J. J. deBarbadillo und S. K. Mannan, "Alloy 718 for Oilfield Applications", *JOM*, Jg. 64, Nr. 2, S. 265–270, 2012, doi: 10.1007/s11837-012-0238-z.
- [54] Z. F. Yin, W. Z. Zhao, W. Y. Lai und X. H. Zhao, "Electrochemical behaviour of Ni-base alloys exposed under oil/gas field environments", *Corrosion Science*, Jg. 51, Nr. 8, S. 1702–1706, 2009, doi: 10.1016/j.corsci.2009.04.019.
- [55] S. Zheng, Y. Kuang und C. Chen, "Corrosion Electrochemical Characteristics of the Passive Films Formed on Inconel 718 Alloy in the Environments Containing High H₂S and CO₂ Partial Pressures", *Nanosci Nanotechnol Lett*, Jg. 3, Nr. 2, S. 204–208, 2011, doi: 10.1166/nml.2011.1149.
- [56] Y. Zhang, Y. Zhao, A. Tang, W. Yang und E. Li, "In-Situ Electrochemical Corrosion Behavior of Nickel-Base 718 Alloy Under Various CO₂ Partial Pressures at 150 and 205 °C in NaCl Solution", *Met. Mater. Int.*, Jg. 24, Nr. 4, S. 752–760, 2018, doi: 10.1007/s12540-018-0087-6.
- [57] Pioneer Petrotech Services Inc., *Geothermal Tool: Datenblatt PPS71 PT - Memory / SRO*. [Online]. Verfügbar unter: <http://www.pioneerps.com/Pages/Products/pps71PT.html> (Zugriff am: 11. Dezember 2018).
- [58] DataCan, *DataCan 0.75" Quartz Memory Pressure Gauge*. [Online]. Verfügbar unter:

- <https://www.datacan.ca/products/Downhole%20Pressure%20Gauges/Quartz%20Memory%20Pressure%20Gauge/0.75%22%20Quartz%20Memory%20Pressure%20Gauge> (Zugriff am: 10. Dezember 2018).
- [59] J. A. Salem und V. Sglavo, "Transparent Armor Ceramics as Spacecraft Windows", *J American Ceramic Society*, Jg. 96, Nr. 1, S. 281–289, 2013, doi: 10.1111/jace.12089.
- [60] P. J. Patel, G. A. Gilde, P. G. Dehmer und J. W. McCauley, Hg., *Transparent ceramics for armor and EM window applications*. SPIE: SPIE, 2000.
- [61] A. Krell, E. Strassburger, T. Hutzler, J. Klimke und W. Chen, "Single and Polycrystalline Transparent Ceramic Armor with Different Crystal Structure", *J American Ceramic Society*, Jg. 96, Nr. 9, S. 2718–2721, 2013, doi: 10.1111/jace.12530.
- [62] L. M. Goldman, R. Twedt, S. Balasubramanian und S. Sastri, Hg., *ALON optical ceramic transparencies for window, dome, and transparent armor applications*. SPIE: SPIE, 2011.
- [63] M. Sokol, B. Ratzker, S. Kalabukhov, M. P. Dariel, E. Galun und N. Frage, "Transparent Polycrystalline Magnesium Aluminate Spinel Fabricated by Spark Plasma Sintering" (eng), *Advanced materials (Deerfield Beach, Fla.)*, Jg. 30, Nr. 41, e1706283, 2018, doi: 10.1002/adma.201706283.
- [64] Special Metals Corporation, *Inconel alloy 718: Datasheet*. [Online]. Verfügbar unter: <http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/alloys/inconel/inconel-alloy-718.pdf> (Zugriff am: 20. August 2018).

- [65] T. Seliga, "Untersuchungen der Strukturstabilität von Ni-(Fe)-Basislegierungen für Rotorwellen in Dampfturbinen mit Arbeitstemperaturen über 700 °C" Dissertation, Fakultät für Maschinenwesen, Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule, 2005. [Online]. Verfügbar unter: <http://hdl.handle.net/2128/317>
- [66] B. Cordero *et al.*, "Covalent radii revisited" (eng), *Dalton transactions (Cambridge, England : 2003)*, Nr. 21, S. 2832–2838, 2008, doi: 10.1039/b801115j.
- [67] B. Heine, "Nickelbasis-Superlegierungen für Flugzeugantriebe aus metallkundlicher Sicht", *WOMag*, 2014, doi: 10.7395/2014/Heine1.
- [68] L. Renhof, "Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften der Nickellegierung IN 718" Dissertation, Technische Universität München, München, 2007.
- [69] M. Lamm, "Einfluss der Erstarrungsbedingungen auf die mechanischen Eigenschaften von einkristallinen Superlegierungen bei großen Wandstärken" Dissertation, Universität Erlangen - Nürnberg, 2007. [Online]. Verfügbar unter: <http://www.opus.ub.uni-erlangen.de/opus/volltexte/2007/620/pdf/MaththiasLammDissertation.pdf>
- [70] R. Cozar und A. Pineau, "Morphology of γ' and γ'' precipitates and thermal stability of inconel 718 type alloys", *MT*, Jg. 4, Nr. 1, S. 47–59, 1973, doi: 10.1007/BF02649604.
- [71] Y. Han, P. Deb und M. C. Chaturvedi, "Coarsening behaviour of γ'' - and γ' -particles in Inconel alloy 718", *Metal Science*, Jg. 16, Nr. 12, S. 555–562, 2013, doi: 10.1179/030634582790427118.
- [72] T. Alam, M. Chaturvedi, S. P. Ringer und J. M. Cairney, "Precipitation and clustering in the early stages of ageing in Inconel 718", *Materials*

- Science and Engineering: A*, Jg. 527, 29-30, S. 7770–7774, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.08.053.
- [73] J. M. Oblak, D. F. Paulonis und D. S. Duvall, "Coherency strengthening in Ni base alloys hardened by DO22 \textasciicutex precipitates", *MT*, Jg. 5, Nr. 1, S. 143, 1974, doi: 10.1007/BF02642938.
- [74] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay und S. Banerjee, "Precipitation of the δ -Ni₃Nb phase in two nickel base superalloys", *MT*, Jg. 19, Nr. 3, S. 453–465, 1988, doi: 10.1007/BF02649259.
- [75] C. Slama und M. Abdellaoui, "Structural characterization of the aged Inconel 718", *Journal of Alloys and Compounds*, Jg. 306, 1-2, S. 277–284, 2000, doi: 10.1016/S0925-8388(00)00789-1.
- [76] L. C. M. Valle, L. S. Araújo, S. B. Gabriel, J. Dille und L. H. de Almeida, "The Effect of δ Phase on the Mechanical Properties of an Inconel 718 Superalloy", *J. of Materi Eng and Perform*, Jg. 22, Nr. 5, S. 1512–1518, 2013, doi: 10.1007/s11665-012-0433-7.
- [77] M. Anderson, A.-L. Thielin, F. Bridier, P. Bocher und J. Savoie, " δ Phase precipitation in Inconel 718 and associated mechanical properties", *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 679, S. 48–55, 2017, doi: 10.1016/j.msea.2016.09.114.
- [78] D. Cai, W. Zhang, P. Nie, W. Liu und M. Yao, "Dissolution kinetics of δ phase and its influence on the notch sensitivity of Inconel 718", *Materials Characterization*, Jg. 58, Nr. 3, S. 220–225, 2007, doi: 10.1016/j.matchar.2006.04.020.
- [79] S.-H. Zhang, H.-Y. Zhang und M. Cheng, "Tensile deformation and fracture characteristics of delta-processed Inconel 718 alloy at elevated temperature", *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 528, 19-20, S. 6253–6258, 2011, doi: 10.1016/j.msea.2011.04.074.

- [80] P. Maj *et al.*, "The Precipitation Processes and Mechanical Properties of Aged Inconel 718 Alloy After Annealing", *Archives of Metallurgy and Materials*, Jg. 62, Nr. 3, S. 1695–1702, 2017, doi: 10.1515/amm-2017-0259.
- [81] S. Antonov, M. Detroids, R. C. Helmink und S. Tin, "Precipitate phase stability and compositional dependence on alloying additions in γ - γ' - δ - η Ni-base superalloys", *Journal of Alloys and Compounds*, Jg. 626, S. 76–86, 2015, doi: 10.1016/j.jallcom.2014.11.155.
- [82] M. Detroids, R. C. Helmink und S. Tin, "Microstructural Stability and Hot Deformation of γ - γ' - δ Ni-Base Superalloys", *Metall and Mat Trans A*, Jg. 45, Nr. 12, S. 5332–5343, 2014, doi: 10.1007/s11661-014-2499-3.
- [83] T. M. Pollock und S. Tin, "Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties", *Journal of Propulsion and Power*, Jg. 22, Nr. 2, S. 361–374, 2006, doi: 10.2514/1.18239.
- [84] U. Heubner, J. Klöwer und H. Alves, *Nickelwerkstoffe und hochlegierte Sonderedelstähle: Eigenschaften, Verarbeitung, Anwendungen*, 5. Aufl. Renningen: expert-Verl., 2012.
- [85] W. Zheng, X. Wei, Z. Song, Q. Yong, H. Feng und Q. Xie, "Effects of carbon content on mechanical properties of inconel 718 alloy", *J. Iron Steel Res. Int.*, Jg. 22, Nr. 1, S. 78–83, 2015, doi: 10.1016/S1006-706X(15)60013-9.
- [86] C. Turk, "Ausscheidungsverhalten der Ni-Basis-Superlegierung 718" Diplomarbeit, Department Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, Leoben (At), 2012.

- [87] A. Aghajani, J. Tewes, A. B. Parsa, T. Hoffmann, A. Kostka und J. Kloewer, "Identification of Mo-Rich M23C6 Carbides in Alloy 718", *Metall and Mat Trans A*, Jg. 47, Nr. 9, S. 4382–4392, 2016, doi: 10.1007/s11661-016-3593-5.
- [88] A. Orandei-Basile und J. F. Radavich, Hg., *A Current T-T-T Diagram for Wrought Alloy 718*, 1991.
- [89] ThyssenKrupp VDM GmbH, *Nicrofer 5219 Nb - alloy 718: Hochtemperatur- und korrosionsbeständige Legierungen* (Zugriff am: 7. November 2013).
- [90] CeramTec ETEC GmbH, "Perlucor Grade AA", Werkstoffdatenblatt.
- [91] D. Kahraman, "Herstellung und Eigenschaften von Optokeramiken auf der Basis von Mg-Spinell und Aluminiumoxid" Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe. [Online]. Verfügbar unter: <http://edok01.tib.uni-hannover.de/edoks/e01fn12/664311334.pdf>
- [92] A. A. Kachaev, D. V. Grashchenkov, Y. E. Lebedeva, S. St. Solntsev und O. L. Khasanov, "Optically Transparent Ceramic (Review)", *Glass Ceram*, Jg. 73, 3-4, S. 117–123, 2016, doi: 10.1007/s10717-016-9838-3.
- [93] R. Cook, M. Kochis, I. Reimanis und H.-J. Kleebe, "A new powder production route for transparent spinel windows: Powder synthesis and window properties" in doi: 10.1117/12.602983.
- [94] A. Goldstein, M. Goldenberg und M. Vulfson, "Technology for the Obtainment of Transparent MgAl₂O₄ Spinel Parts", *Journal of Ceramic Science and Technology*, Jg. 2, Nr. 1, S. 1–8, 2010.
- [95] A. A. DiGiovanni, L. Fehrenbacher und D. W. Roy, "Hard transparent domes and windows from magnesium aluminate spinel", *Proc. SPIE*

- 5786, *Window and Dome Technologies and Materials IX*, 18. Mai 2005, doi: 10.1117/12.603953.
- [96] J. A. Miller, I. E. Reimanis, W. Miao und A. C. Sutorik, "Diffusion limited precipitation of alumina in magnesium aluminate spinel", *J American Ceramic Society*, Jg. 100, Nr. 3, S. 894–900, 2017, doi: 10.1111/jace.14619.
- [97] T. Schreiner und C. Broeckmann, "Reaktionssintern von transparentem Al₂O₃-reichem Mg-Al-Spinell", *Keram. Z.*, Jg. 67, 5-6, S. 288–291, 2015, doi: 10.1007/BF03400384.
- [98] U. Heinrich, "Untersuchung einer kraftschlüssigen Verbindung von Keramiklaufrad und Metallwelle in Kleingasturbinen" Dissertation, Fak. 5 Verkehrs- und Maschinensysteme, Technische Universität Berlin, 2002. [Online]. Verfügbar unter: <https://depositonce.tu-berlin.de/items/65e12f51-5a64-4076-9e1d-d636e5747e52>
- [99] R. M. d. Nascimento, A. E. Martinelli und A. J. A. Buschinelli, "Review Article: Recent advances in metal-ceramic brazing", *Cerâmica*, Jg. 49, Nr. 312, S. 178–198, 2003, doi: 10.1590/S0366-69132003000400002.
- [100] J. H. Kim, M. C. Kim und C. G. Park, "Evaluation of functionally graded thermal barrier coatings fabricated by detonation gun spray technique", *Surface and Coatings Technology*, Jg. 168, Nr. 2, S. 275–280, 2003, doi: 10.1016/S0257-8972(03)00011-2.
- [101] Yu. V. Bykov *et al.*, "Fabrication of metal-ceramic functionally graded materials by microwave sintering" (En;en), *Inorg. Mater. Appl. Res.*, Jg. 3, Nr. 3, S. 261–269, 2012, doi: 10.1134/S2075113312030057.
- [102] R. Torrecillas, A. M. Espino, J. F. Bartolomé und J. S. Moya, "Functionally Graded Zircon-Molybdenum Materials without Residual

- Stresses", *J American Ceramic Society*, Jg. 83, Nr. 2, S. 454–456, 2000, doi: 10.1111/j.1151-2916.2000.tb01220.x.
- [103] R. K. Shiue, S. K. Wu, J. M. O und J. Y. Wang, "Microstructural evolution at the bonding interface during the early-stage infrared active brazing of alumina", *Metall and Mat Trans A*, Jg. 31, Nr. 10, S. 2527–2536, 2000, doi: 10.1007/s11661-000-0197-9.
- [104] A. Kar, S. Mandal, K. Venkateswarlu und A. K. Ray, "Characterization of interface of Al₂O₃–304 stainless steel braze joint", *Materials Characterization*, Jg. 58, Nr. 6, S. 555–562, 2007, doi: 10.1016/j.matchar.2006.12.001.
- [105] R. Asthana und M. Singh, "Joining of partially sintered alumina to alumina, titanium, Hastelloy and C–SiC composite using Ag–Cu brazes", *Journal of the European Ceramic Society*, Jg. 28, Nr. 3, S. 617–631, 2008, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.06.017.
- [106] P. Siegmund, C. Guhl, E. Schmidt, A. Roßberg und M. Rettenmayr, "Reactive wetting of alumina by Ti-rich Ni–Ti–Zr alloys", *J Mater Sci*, Jg. 51, Nr. 8, S. 3693–3700, 2016, doi: 10.1007/s10853-015-9684-7.
- [107] C. B. Carter und M. G. Norton, *Ceramic materials: Science and engineering*. New York, NY: Springer, 2007. [Online]. Verfügbar unter: <http://dx.doi.org/10.1007/978-0-387-46271-4>
- [108] H. Schüler, "Simulation von Lötprozessen beim Metall-Keramik-Löten" Dissertation, Lehrstuhl für Verbundwerkstoffe, Technische Universität Chemnitz, Chemnitz, 2001. [Online]. Verfügbar unter: <http://nbn-resolving.de/urn:nbn:de:swb:ch1-200100991>
- [109] K. Nogi, "The role of wettability in metal–ceramic joining", *Scripta Materialia*, Jg. 62, Nr. 12, S. 945–948, 2010, doi: 10.1016/j.scriptamat.2010.03.007.

- [110] P. Kritsalis, L. Coudurier und N. Eustathopoulos, "Contribution to the study of reactive wetting in the CuTi/Al₂O₃ system", *J Mater Sci*, Jg. 26, Nr. 12, S. 3400–3408, 1991, doi: 10.1007/BF01124693.
- [111] P. Mishra *et al.*, "Brazing of hot isostatically pressed-Al₂O₃ to stainless steel (AISI 304L) by Mo-Mn route using 72Ag-28Cu braze" (En;en), *Metall Mater Trans A*, Jg. 36, Nr. 6, S. 1487–1494, 2005, doi: 10.1007/s11661-005-0240-y.
- [112] C.A. Walker und V.C. Hodges, "Comparing Metal-Ceramic Brazing Methods", *Welding Journal*, Jg. 87, Nr. 10, S. 43–50, 2008. [Online]. Verfügbar unter: https://www.researchgate.net/publication/285849104_Comparing_Metal-Ceramic_Brazing_Methods
- [113] Pan Wei, Jian Chen und Yong Huang, "Titanium metallization of Si₃N₄ ceramics by molten salt reaction: Mechanism and interfacial structure" (En;en), *Journal of Materials Science*, Jg. 35, Nr. 14, S. 3685–3689, 2000, doi: 10.1023/A:1004850605285.
- [114] Morgan Advanced Materials, *Cusil - ABA: High-purity ActiveBraze Alloy*. [Online]. Verfügbar unter: https://www.morganthermalceramics.com/media/6941/wesgo_cusil-aba_technical-data-sheet-2018.pdf (Zugriff am: 9. Januar 2021).
- [115] Morgan Advanced Materials, *Copper - ABA: High-purity Active Braze Alloy*. [Online]. Verfügbar unter: https://www.morganbrazealloys.com/media/6938/wesgo_copper-aba_technical-data-sheet-2018.pdf (Zugriff am: 9. Januar 2021).
- [116] Morgan Advanced Materials, *Incusil - ABA: High-purity Active Braze Alloy*. [Online]. Verfügbar unter: https://www.morganbrazealloys.com/media/6954/wesgo_incusil-aba_technical-data-sheet-2018.pdf (Zugriff am: 9. Januar 2021).

- [117] M. Sundararaman, "The Role of Refractory Metal Additions in Precipitation Processes in Superalloys", *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, Jg. 22, 4-6, S. 681–700, 2002, doi: 10.1080/08827500208547435.
- [118] W. C. Liu, M. Yao, Z. L. Chen und S. G. Wang, "Niobium segregation in Inconel 718", *J Mater Sci*, Jg. 34, Nr. 11, S. 2583–2586, 1999, doi: 10.1023/A:1004648615561.
- [119] G. Pörtl, "Charakterisierende Untersuchungen zur Einflussnahme eines Aktivlötprozesses auf die Nickelbasislegierung Inconel® 718" Bachelorthesis, Institut für Automation und angewandte Informatik, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2018.
- [120] U. E. Klotz, F. A. Khalid und H.-R. Elsener, "Nanocrystalline phases and epitaxial interface reactions during brazing of diamond grits with silver based Incusil-ABA alloy", *Diamond and Related Materials*, Jg. 15, Nr. 10, S. 1520–1524, 2006, doi: 10.1016/j.diamond.2005.12.049.
- [121] M. Galli, J. Botsis, J. Janczak-Rusch, G. Maier und U. Welzel, "Characterization of the Residual Stresses and Strength of Ceramic-Metal Braze Joints", *J. Eng. Mater. Technol.*, Jg. 131, Nr. 2, S. 21004, 2009, doi: 10.1115/1.3078305.
- [122] V. Bissig, M. Galli und J. Janczak-Rusch, "Comparison of Three Different Active Filler Metals Used for Brazing Ceramic-to-Ceramic and Ceramic-to-Metal", *Adv. Eng. Mater.*, Jg. 8, Nr. 3, S. 191–196, 2006, doi: 10.1002/adem.200500234.
- [123] J. A. Fernie, R. A. L. Drew und K. M. Knowles, "Joining of engineering ceramics", *International Materials Reviews*, Jg. 54, Nr. 5, S. 283–331, 2013, doi: 10.1179/174328009X461078.

- [124] W. Scheel und H.-J. Hanke, Hg., *Baugruppentechologie der Elektronik*, 1. Aufl. Berlin: Verl. Technik, 1997.
- [125] J. Dolkemeyer, "Aufbau- und Löttechniken für die Montage von Festkörperlasern" Dissertation, Fakultät für Maschinenwesen, RWTH Aachen, Aachen, 2011. [Online]. Verfügbar unter: <http://publications.rwth-aachen.de/record/62868/files/4018.pdf>
- [126] S. Timoshenko, "Analysis of Bi-Metal Thermostats", *J. Opt. Soc. Am.*, Jg. 11, Nr. 3, S. 233, 1925, doi: 10.1364/JOSA.11.000233.
- [127] O. T. Iancu, "Berechnung von thermischen Eigenspannungsfeldern in Keramik/Metall-Verbunden" Dissertation, Technische Universität Karlsruhe, 1989.
- [128] R. Kußmaul, "Einfluß unterschiedlicher Fügeflächengeometrien auf die Eigenspannungen und die Festigkeit von gelöteten Keramik-Metall-Verbunden" Dissertation, Technische Universität Karlsruhe, Karlsruhe, 1994.
- [129] A. Levy, "Thermal Residual Stresses in Ceramic-to-Metal Brazed Joints", *J American Ceramic Society*, Jg. 74, Nr. 9, S. 2141–2147, 1991, doi: 10.1111/j.1151-2916.1991.tb08273.x.
- [130] C. Mattheck, *Design in der Natur: Der Baum als Lehrmeister*, 3. Aufl. Freiburg im Breisgau: Rombach, 1997.
- [131] D. Munz und T. Fett, *Ceramics: Mechanical properties, failure behaviour, materials selection*, 2. Aufl. Berlin: Springer, 2001.
- [132] T. Fett, "Failure of brittle materials near stress singularities", *Engineering Fracture Mechanics*, Jg. 53, Nr. 4, S. 511–518, 1996, doi: 10.1016/0013-7944(95)00162-X.
- [133] O. T. Iancu, T. Fett und D. Munz, "A fracture mechanical treatment of free edge stress singularities applied to a brazed ceramic/metal

- compound", *Int J Fract*, Jg. 46, Nr. 3, S. 159–172, 1990, doi: 10.1007/BF00017930.
- [134] S. Diebels, "Kontinuumsmechanik" Skript, Lehrstuhl für Technische Mechanik, Universität Saarland, Saarland, 2016. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.uni-saarland.de/lehrstuhl/diebels/lehre/lehre-im-wise-201819/kontinuumsmechanik.html>
- [135] K. Furmans, M. Geimer, B. Pritz und C. Proppe, "Modellbildung und Simulation" Skript, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, Wintersemester 2017/2018. [Online]. Verfügbar unter: ELIAS (KIT)
- [136] F. W. Zok, "On weakest link theory and Weibull statistics", *J American Ceramic Society*, Jg. 100, Nr. 4, S. 1265–1268, 2017, doi: 10.1111/jace.14665.
- [137] *Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 5: Statistische Auswertung*, DIN EN 843-5, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 2007-03-00. [Online]. Verfügbar unter: <https://perinorm-fr.redi-bw.de/perinorm/document.aspx>
- [138] *Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Teil 1: Bestimmung der Biegefestigkeit*, DIN EN 843-1, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 2008-08-00. [Online]. Verfügbar unter: <https://perinorm-fr.redi-bw.de/perinorm/document.aspx>
- [139] Informationszentrum Technische Keramik, *Brevier Technische Keramik*, 4. Aufl. Lauf: Fahner, 2003.
- [140] A. K. Usbeck, "Auslegung von keramischen Strukturbauteilen unter mehraxialer statischer und zyklischer Beanspruchung" Dissertation, Institut für Produktentwicklung und Konstruktionstechnik, Technische

- Universität Hamburg-Harburg, Hamburg, 2013. [Online]. Verfügbar unter: <http://doku.b.tu-harburg.de/volltexte/2015/1320>
- [141] D. Munz, "Failure criteria in ceramic materials", *Journal of Nuclear Materials*, 155-157, S. 77–81, 1988, doi: 10.1016/0022-3115(88)90229-2.
- [142] H. Riesch-Oppermann, M. Härtelt und O. Kraft, "STAU – a review of the Karlsruhe weakest link finite element postprocessor with extensive capabilities", *IJMR*, Jg. 99, Nr. 10, S. 1055–1065, 2008, doi: 10.3139/146.101735.
- [143] A. Brückner-Foit *et al.*, *STAU 5: A post processor for a finite element program to calculate the failure probability under thermal shock loading*. User's Manual. Institut für Materialforschung II, Forschungszentrum Karlsruhe, Karlsruhe, 2007.
- [144] B. Donald, *Practical Stress Analysis with Finite Elements*. Dublin: Glasnevin Publishing, 2007.
- [145] G. W. Wellmann, "FAILPROB--A Computer Program to Compute the Probability of Failure of a Brittle Component", Sandia National Lab. (SNL-NM), Albuquerque, NM (United States); Sandia National Lab. (SNL-CA), Livermore, CA (United States), 2002. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.osti.gov/biblio/793332>.
- [146] C. Mattheck, *Die Körpersprache der Bauteile: Enzyklopädie der Formfindung nach der Natur*, 1. Aufl. Eggenstein-Leopoldshafen: Karlsruher Institut für Technologie, 2017.
- [147] C. Mattheck, *Pauli explains the form in nature*, 1. Aufl. Eggenstein-Leopoldshafen: Karlsruhe Institute of Technology, 2018.

- [148] Wikipedia, *Hexan*. [Online]. Verfügbar unter: <https://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Hexan&oldid=204711974> (Zugriff am: 28. Januar 2021).
- [149] *Werth VideoCheck S – 3D-CNC Multisensor-KMG - Werth Messtechnik*. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.werth.de/de/unser-angebot/produkte-nach-kategorie/koordinatenmessgeraete/fuer-fertigung-und-messraum/werth-videocheck-s.html> (Zugriff am: 29. Januar 2021).
- [150] M. Schulz, "Messung der Oberflächenrauigkeit mit einem chromatisch konfokalen Weißlichtsensor der Firma FRT" Interner Bericht, Institut für angewandte Materialien, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2010.
- [151] D. Ashoff, "Untersuchungen zu den mechanischen Eigenschaften aktivgelöteter keramischer Werkstoffe" Dissertation, Universität Dortmund, 1994.
- [152] S. Mishra, A. Sharma, D. H. Jung und J. P. Jung, "Recent Advances in Active Metal Brazing of Ceramics and Process", *Met. Mater. Int.*, Jg. 26, Nr. 8, S. 1087–1098, 2020, doi: 10.1007/s12540-019-00536-4.
- [153] P. Siegmund, C. Guhl, E. Schmidt, A. Roßberg und M. Rettenmayr, "Reactive wetting of alumina by Ti-rich Ni–Ti–Zr alloys", *Journal of Materials Science*, Jg. 51, Nr. 8, S. 3693–3700, 2016, doi: 10.1007/s10853-015-9684-7.
- [154] K. Suganuma, "Reliability Factors in Ceramic/Metal Joining", *MRS Online Proceedings Library*, Jg. 314, Nr. 1, S. 51–60, 1993, doi: 10.1557/PROC-314-51.
- [155] J.-W. Park, "A framework for designing interlayers for ceramic-to-metal joints: A framework for designing interlayers for ceramic-to-metal

- joints" Dissertation, Department of Materials Science and Engineering, Massachusetts Institute of Technology, Massachusetts, 2002.
- [156] A. F. Çetinel, "Oberflächendefektausheilung und Festigkeitssteigerung von niederdruckspritzgegossenen Mikrobiegebalken aus Zirkoniumdioxid" Dissertation, 2012, Karlsruhe Institute of Technology - Institut für Angewandte Materialien, Universität Freiburg i. Br., 2013. [Online]. Verfügbar unter: <https://edocs.tib.eu/files/e01fn13/756433614.pdf>
- [157] M. Galli, J. Botsis und J. Janczak-Rusch, "Relief of the Residual Stresses in Ceramic-Metal Joints by a Layered Braze Structure", *Adv. Eng. Mater.*, Jg. 8, Nr. 3, S. 197–201, 2006, doi: 10.1002/adem.200500233.
- [158] M. K. Neilsen, S. N. Burchett, C. M. Stone und J. J. Stephens, "A viscoplastic theory for braze alloys", Sandia National Lab. (SNL-NM), Albuquerque, NM (United States), 1996. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.osti.gov/biblio/233338>.
- [159] S. Ghosh, R. Chakraborty, N. Dandapat, K. S. Pal, S. Datta und D. Basu, "Characterization of alumina–alumina/graphite/monel superalloy brazed joints", *Ceramics International*, Jg. 38, Nr. 1, S. 663–670, 2012, doi: 10.1016/j.ceramint.2011.07.054.
- [160] E. W. Sequeiros, A. Guedes, A. M. P. Pinto, M. F. Vieira und F. Viana, "Microstructure and Strength of γ -TiAl Alloy/Inconel 718 Brazed Joints", *MSF*, 730-732, S. 835–840, 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.730-732.835.
- [161] R. M. Do Nascimento, A. E. Martinelli, A. J. D. A. Buschinelli und A. N. Klein, "Brazing Al₂O₃ to sintered Fe-Ni-Co alloys", *J Mater Sci*, Jg. 34, Nr. 23, S. 5839–5845, 1999, doi: 10.1023/A:1004774621738.

- [162] J. W. v. Goethe, *Faust, der Tragödie erster Teil*. Tübingen: J. G. Cotta, 1808.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1-1 Videoinspektionssonde GeoKam für Umgebungsbedingungen von bis zu 165 °C und 480 bar [18]	5
Abbildung 2-1 Schematische Darstellung des Querschnitts (A-A) einer Videoinspektionssonde im Bereich der Seitenfenster mit flachen Sichtfenstern; effektiver Bauraum für Sensoren und Optik hängt direkt mit der Fenstergeometrie zusammen; modifiziert nach [37].....	13
Abbildung 2-2 Schematische Darstellung zur Auslegung der Spaltbreite und Überlappung des Metallgehäuses im Bereich der Seitenkamera unter Berücksichtigung der geltenden Normen; modifiziert nach [37].....	14
Abbildung 2-3 Kameraaufnahme einer Videoinspektionssonde mit flachem Sichtfenster; flache Sichtfenster erzeugen störende Reflektionen durch die Kamerabeleuchtung im Sondeninneren.....	15
Abbildung 2-4 Schematische Darstellung des modularen Aufbaus der Videoinspektionssonde GeoKam; modifiziert nach [46] ..	17
Abbildung 2-5 Seitenkameragehäuse aus Inconel® 718 und Perlucor® der Videoinspektionssonde GeoKam (165 °C, 480 bar); Zusammenbau des Gehäuses und Einzelteile des Gehäuses (v. l. n. r.).....	18
Abbildung 2-6 Autoklaventest unter Einsatzbedingungen von ca. 200 °C und 60 N/mm ² ;Testobjekt aus Inconel® 718, Viton® O-Ringe und Perlucor® Sichtfenster, Diagramm zu Temperatur- und Druckverlauf über die Zeit (v. l. n. r.) [46].....	19
Abbildung 2-7 Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm (ZTA) von Inconel® 718, gültig für geschmiedete, kleine Proben nach	

[88], mit Lösungsglüh- und Ausscheidungsbehandlung für das Seitenkameragehäuse der GeoKam	28
Abbildung 2-8 MgO - Al ₂ O ₃ Phasendiagramm aus [91]	31
Abbildung 2-9 Schematische Darstellung des Benetzungswinkels Θ für $\Theta < 90^\circ$ und $\Theta > 90^\circ$	36
Abbildung 2-10 Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm (ZTA) von Inconel® 718, gültig für geschmiedete, kleine Proben nach [88], mit den Aufheiz-, Halte- und Abkühlzeiten der Aktivlote Incusil™ ABA, Cusil™ ABA und Copper™ ABA	40
Abbildung 2-11 Querschnitt eines Dreischicht-Verbundes mit Bezeichnungen [127]	46
Abbildung 3-1 Konstruktionsmodell des Seitenkameragehäuses der GeoKam mit zwei Perlucor® Zylindern und dem Einsatz von O-Ringen zur Abdichtung; einzelne Seitenkameragehäuseteile werden miteinander verschraubt; Explosionsansicht und Viertelschnitt (v.o.n.u); modifiziert nach [19]	55
Abbildung 3-2 Bruch eines Perlucor® Zylinders nach stirnseitiger Verklebung mit einer Inconel® 718 Gehäusekupplung; Einkomponenten-Epoxidharzkleber mit Al ₂ O ₃ Partikel verstärkt (Kleber der Fa. CeramTec ETEC GmbH); Verbund bei 200 °C unter Luftatmosphäre im Rohrofen ausgehärtet [46]	56
Abbildung 3-3 Konstruktionsmodell des Seitenkameragehäuses der GeoKam mit einem Perlucor® Zylinder; Verbund zwischen der Gehäusekupplung und dem Zylinder erfolgt mittels einer aktiv gelöteter Verbindungshülse; perspektivische und Teil-Explosionsansicht (v.o.n.u) ; modifiziert nach [19]	59
Abbildung 3-4 Schematische Darstellung des freien Randes zwischen dem Perlucor® Zylinder und der Inconel® 718 Verbindungshülse; Viertelschnitt und perspektivische Ansicht (v.l.n.r.)	59

- Abbildung 3-5 Herstellung der Kerbgeometrie am freien Rand zwischen dem Zylinder und der Verbindungshülse (perspektivische Ansicht); Viertelschnitt: a) Anbringen der Lotpaste am freien Rand und mittels Rakel in Form bringen; b) Anbringen der Lotpaste am freien Rand und mittels vorgeformter Metallfolie in Form bringen; c) Anbringen der Lotpaste am freien Rand und mittels Kavität aus Paraffin in Form bringen..... 61
- Abbildung 3-6 Ablaufdiagramm zur gewählten Vorgehensweise zum Lösen der Gesamtproblematik 62
- Abbildung 4-1 Konstruktionsmodell des Seitenkameragehäuses der GeoKam mit einem Perlucor® Zylinder; Perlucor® Zylinder und Inconel® 718 Gehäusekupplung dienen als Stützkomponenten für die Inconel®718 Verbindungshülse gegen den Außendruck im Betrieb; Halb- und Viertelschnitt (v.o.n.u.)..... 65
- Abbildung 4-2 Randgeraden 1 & 2 mit den/r entsprechenden Lösungs- und Schnittmenge/n aus einer Maximalwertberechnung mit Formel (2-2) und den Annahmen: $E_{\text{Incusil}^{\text{TM}}} = 76 \text{ kN/mm}^2$; $\Delta T_{\text{Incusil}^{\text{TM}}} = 583 \text{ K}$ ($T_{\text{solidus}} \rightarrow \text{RT}$); $\Delta\alpha_{\text{M,K}} = 7,1\text{E}^{-6} \text{ mm}$; $\nu_{\text{Incusil}^{\text{TM}}} = 0,36$; $\tau_{\text{max}} = 400 \text{ N/mm}^2$; $l_{\text{max}} = 13 \text{ mm}$; $h_{\text{max}} = 1,25 \text{ mm}$ 66
- Abbildung 4-3 Eigenspannungsverläufe der einzelnen Verbundwerkstoffe bei Variation der Schichtdicken (a, b, c, d) nach Formel (2-4) mit den Annahmen: $E_{\text{Inconel}^{\text{®}}} = 205 \text{ kN/mm}^2$; $E_{\text{Incusil}^{\text{TM}}} = 76 \text{ kN/mm}^2$; $E_{\text{Perlucor}^{\text{®}}} = 280 \text{ kN/mm}^2$; $\alpha_{\text{Inconel}^{\text{®}}} = 14,6\text{E}-6 \text{ mm}$; $\alpha_{\text{Perlucor}^{\text{®}}} = 7,7\text{E}-6 \text{ mm}$; $\alpha_{\text{Incusil}^{\text{TM}}} = 18,2\text{E}-6 \text{ mm}$; $\nu_{\text{Inconel}^{\text{®}}} = 0,3$; $\nu_{\text{Perlucor}^{\text{®}}} = 0,22$; $\nu_{\text{Incusil}^{\text{TM}}} = 0,36$; $\Delta T = 583 \text{ K}$ 68
- Abbildung 4-4 Temperaturabhängige Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) von Inconel® 718 und Perlucor® sowie temperaturunabhängiger WAK von Incusil™ ABA [19, 64, 90, 116] 71

Abbildung 4-5 Designstudie zur grundlegenden Gestaltung der Verbindungshülse; Viertelschnitt der Simulationsmodelle „h“, „I“ und „T“ sowie die auftretenden Hauptspannungen (Max. Principal, Max. Principal (Abs)) im Bereich von -200 N/mm² bis 500 N/mm² im Zylinder (v.l.n.r.) 74

Abbildung 4-6 Designstudie zum Modell „T“ der Verbindungshülse; Viertelschnittebene des Metall-Keramik-Verbundes sowie Viertelschnitt der mit den berechneten Abmaßen der Verbindungshülse (v.l.n.r.); modifiziert nach [19]..... 76

Abbildung 4-7 Spannungen auf der Oberfläche des Zylinders (roter und grüner Bereich) nach dem Auflöten der Verbindungshülse; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells „T“ und Spannungsverteilung auf der Zylinder-Oberfläche (v.l.n.r.); modifiziert nach [19]..... 77

Abbildung 4-8 Spannungen auf der Oberfläche des Perlucor® Zylinders (roter und grüner Bereich) nach dem Auflöten der Verbindungshülse unter Formung einer Kerbe am freien Rand - angelehnt an Mattheck [147]; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells „T“ und Spannungsverteilung auf der Zylinder - Oberfläche (v.l.n.r) 79

Abbildung 4-9 Spannungen auf der Oberfläche des Zylinders (roter und grüner Bereich) nach dem Auflöten der Verbindungshülse unter Formung einer optimalen Kerbe am freien Rand; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells „T“ und Spannungsverteilungen auf der Zylinder - Oberfläche (v.l.n.r.) ; modifiziert nach [19]..... 80

Abbildung 4-10 Spannungen in radialer - (S11), axialer - (S22) und tangentialer - (S33) Richtung im Zylinder nach dem Auflöten der Verbindungshülse unter Formung einer optimalen Kerbe am freien Rand; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells und Spannungsverteilungen im Zylinder (v.l.n.r.) 81

- Abbildung 4-11 Spannungen in radialer- (S_{11}), axialer- (S_{22}) und tangentialer- (S_{33}) Richtung am gesamten Verbund nach dem Lötprozess; Viertelschnitt des diskretisierten Simulationsmodells und Spannungsverteilungen im Verbund (v.l.n.r.)..... 83
- Abbildung 4-12 Designstudie zur Optimierung der Spannungen am freien Rand des vertikalen Verbundes; Viertelschnitt des Modells „T“ sowie die Auswirkungen unterschiedlicher Fasen (α) an der Innenkante der Verbindungshülse, auf die Spannungsverteilung der Zylinder Oberfläche; Aktivlot ausgeblendet..... 84
- Abbildung 4-13 Ergebnisse zur Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumen- (P_f, V) und Oberflächendefekten (P_f, A) in % des Zylinders nach der Herstellung des Verbundes unter Berücksichtigung verschiedener Fasen am Innenradius der Verbindungshülse; Berechnungen mittels Postprozessor STAU 85
- Abbildung 4-14 Designstudie zur Optimierung der Spannungen am freien Rand des vertikalen Verbundes; Viertelschnitt des Modells „T“ sowie die Auswirkungen einer 30° Fase am Innenradius und Umfangsnuten an der Verbindungshülse, auf die Spannungsverteilung der Zylinder Oberfläche; Aktivlot ausgeblendet..... 86
- Abbildung 4-15 Ergebnisse zur Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumen- (P_f, V) und Oberflächendefekten (P_f, A) in % des Zylinders unter Berücksichtigung einer 30° Fase am Innenradius und Umfangsnuten an der Verbindungshülse; Berechnungen mittels Postprozessor STAU 87
- Abbildung 4-16 Designstudie zu den Auswirkungen der Optimierungsmaßnahmen am vertikalen Verbund auf den horizontalen Verbund; Viertelschnitt des Modells „T“, Spannungsverläufe im Bereich des freien Randes auf der Zylinder-Oberfläche aufgrund einer 30° Fase und Spannungsverläufe im Bereich des freien Randes auf der

	Zylinder-Oberfläche aufgrund einer 30° Fase und Umfangsnuten (v.l.n.r.).....	88
Abbildung 4-17	Ergebnisse zur Versagenswahrscheinlichkeit P_f aufgrund von Volumen- P_f, V und Oberflächendefekten P_f, A in % der roten und grünen Partition des Zylinders; Berechnungen mittels Postprozessor STAU	90
Abbildung 4-18	Skalierung des Modells „T + 30° + N1/N2“ auf einen Labormaßstab unter Berücksichtigung des Spannungsprofils auf der Zylinder – Oberfläche; Viertelschnitt des Modells „T + 30° + N1/N2“ mit Spannungsprofil sowie Viertelschnitt des Labormodells mit Spannungsprofil (v.o.n.u.).....	91
Abbildung 4-19	Ergebnisse zur Versagenswahrscheinlichkeit (P_f) aufgrund von Volumen- (P_f, V) und Oberflächendefekten (P_f, A) in % des Zylinders (Modell „T“ + 30 + N1/N2) und des Labormodells; Berechnungen mittels Postprozessor STAU	92
Abbildung 5-1	Temperatur-Zeit-Profil des Wärmebehandlungsprozesses von Inconel® 718 gemäß den Empfehlungen des Herstellers (siehe Kapitel 2.2.1); Lösungsglühung (LSG), Ausscheidungsglühung (AGL).....	93
Abbildung 5-2	Einteilung der Lotgeometrie des Labormodells in Bereich 1 und 2; Viertelschnitt des Labormodells und die Einteilung der Lotspaltgeometrie (v.l.n.r.).....	94
Abbildung 5-3	Temperatur-Zeit-Profil des Lötprozesses mit dem Aktivlot Incusil™ ABA nach Empfehlungen des Herstellers; 605 °C Solidus- und 715 °C Liquidustemperatur [19].....	96
Abbildung 5-4	Werkzeug und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 1 vor dem Lötprozess; Schritt 1) Platzierung der Basis-Probe und Anbringen von Lotpaste, Schritt 2) Kerbgeometrie mit dem Teflon®-Rakel herstellen, Schritt 3) Löt-Probe mit einer Zentrierung arretieren und einer Masse von 15 g beschweren (v.l.n.r.)	99

- Abbildung 5-5 Werkzeug und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 2 vor dem Lötprozess; Schritt 1) Platzierung der Basis-Probe und Anbringen von Lotpaste, Schritt 2) Mit der tiefgezogenen Nickelfolie und einem Stempel wird durch Andrücken der Lotpaste die Kerbgeometrie geformt (tiefgezogene Folie wird verlötet), Schritt 3) Löt-Probe mit einer Zentrierung arretieren und einer Masse von 15 g beschweren (v.l.n.r.)..... 100
- Abbildung 5-6 Werkzeuge und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 3 vor dem Lötprozess; Schritt 1) Platzierung der Basis-Probe und Anbringen einer Kavität, Schritt 2) Kavität über Injektionswerkzeug mit Lotpaste füllen, Schritt 3) Kavität aus Paraffin ausschmelzen, Schritt 4) Löt-Probe mit einer Zentrierung arretieren und einer Masse von 15 g beschweren (v.l.n.r.) 101
- Abbildung 5-7 Werkzeuge und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 4 vor dem Lötprozess; Schritt 1) Platzierung der Basis-Probe und Anbringen einer Kavität, Schritt 2) Kavität über Injektionswerkzeug mit Lotpaste füllen, Schritt 3) Kavität aus Paraffin im Hexan-Bad auflösen, Schritt 4) Löt-Probe mit einer Zentrierung arretieren und einer Masse von 15 g beschweren (v.l.n.r.) 102
- Abbildung 6-1 EDX- und REM Analyse des Aktivlotes Incusil™ ABA; Elementzusammensetzung in Gewicht- und Atom-% (Flächenscan, EDX) sowie eine Aufnahme (REM) einer 200 µm dicken Lotfolie senkrecht entlang der Walzrichtung (v.l.n.r.)..... 106
- Abbildung 6-2 Messungen des Benetzungswinkels bei unterschiedlicher Löttemperatur zwischen Perlocor® (Quader) und Incusil™ ABA (Folie, Ø 10 x 0,05 mm) mit einem Konfokalmikroskop der Fa. FRT GmbH; Tabelle mit Löttemperaturen zwischen 715 °C und 740 °C mit

	entsprechenden Benetzungswinkeln sowie eine exemplarische Darstellung der Winkelermittlung (Benetzungslinie bei Höhe = 0 mm, dunkelblaue Linie = Oberfläche Lot/Lotkontur), (v.l.n.r.)	107
Abbildung 6-3	Herausgebrochener Inconel® 718 - Incusil™ ABA - Perlucor® - Verbund aus einem Perlucor® Quader nach einer Lötung bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3) sowie die Vermessung der Kalotte im Perlucor® Quader mit einem Konfokalmikroskop der Fa. FRT GmbH (v.l.n.r.); Lotfolie nur unter der Inconel® Ronde, ohne Anbringung der Kerbgeometrie mit Paste; modifiziert nach [19].....	108
Abbildung 6-4 a)	Simulation der Hauptspannung (Max. Principal (Abs)) im Bereich von -200 N/mm ² bis 600 N/mm ² am Perlucor®, Incusil™ ABA und Inconel® 718 Verbund mit scharfer Kerbe am freien Rand; b) Vermessung der Kalotte im Perlucor® Quader mit einem Konfokalmikroskop der Fa. FRT GmbH (Halbschnitt); a) + b) Überlagerung des Simulationsergebnisses mit der Vermessung.....	109
Abbildung 6-5	EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Perlucor® / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 720 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3).....	111
Abbildung 6-6	EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Inconel® 718 / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 720 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3).....	113
Abbildung 6-7	EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Inconel® 718 / Incusil™ ABA; Vergleich der Verbunde bei Löttemperatur von 720 °C und 740 °C nach	

Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3); modifiziert nach [19].....	115
Abbildung 6-8 EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Inconel® 718 / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3); modifiziert nach [19].....	117
Abbildung 6-9 AES-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Inconel® 718 / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3).....	119
Abbildung 6-10 EDX-Analyse (Mapping) zur Visualisierung der Elementverteilungen des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Perlucor® / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3).....	121
Abbildung 6-11 AES-Analyse (Linienscan) zur Elementverteilung des Metall-Keramik-Verbundes am Übergang Perlucor® / Incusil™ ABA; Löttemperatur bei 740 °C nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-3).....	123
Abbildung 6-12 AES-Analyse zur Elementverteilung in der γ - Matrix von Inconel® 718 Proben (Würfel a=10 mm) entsprechend zum durchgeführten Wärmebehandlungsschrittes nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3)	125
Abbildung 6-13 AES-Analyse zur Elementverteilung in der γ' -Ausscheidung von Inconel® 718 Proben (Würfel a=10 mm) entsprechend zum durchgeführten Wärmebehandlungsschrittes nach Vorgaben des Herstellers (siehe Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3). Eine Kombination von REM (>100.000 x, 0,1 μ m) und AES mit Hilfe von Literaturangaben zur	

	Elementverteilung von γ'' -Ausscheidungen identifiziert die Ausscheidungen [67 bis 86].	127
Abbildung 6-14	Korngrößen von Inconel® 718 Proben (Würfel a=10 mm) nach ASTM E 112 (Linienschnittverfahren) entsprechend zum durchgeführten Wärmebehandlungsschrittes nach Herstellerangaben (siehe Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3); modifiziert nach [119]	128
Abbildung 6-15	Härte (HV0.05) von Inconel® 718 Proben (Würfel a=10 mm) entsprechend zum durchgeführten Wärmebehandlungsschrittes nach Herstellerangaben (siehe Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3); modifiziert nach [119]	129
Abbildung 6-16	Ergebnisse zum Herstellungsprozess nach Lösungsvariante 1 mit a) Kerbgeometrie mit Incusil™ ABA Paste vor dem Lötprozess, b) Ablichtung der Probe nach dem Lötprozess bei 740 °C, c) Vermessung der Kerbgeometrie mit dem optischen Laser der Fa. Werth und d) Spannungsoptische Ablichtung der Probe mit einer polarisierten Weißlichtquelle (v.o.n.u.)	132
Abbildung 6-17	Ergebnisse zum Herstellungsprozess nach Lösungsvariante 2 mit a) Kerbgeometrie mit Incusil™ ABA Paste vor dem Lötprozess, b) Ablichtung der Probe nach dem Lötprozess bei 740 °C, c) Vermessung der Kerbgeometrie mit dem optischen Laser der Fa. Werth und d) Spannungsoptische Ablichtung der Probe mit einer polarisierten Weißlichtquelle (v.o.n.u.)	134
Abbildung 6-18	Ergebnisse zum Herstellungsprozess nach Lösungsvariante 3 mit a) Kerbgeometrie mit Incusil™ ABA Paste vor dem Lötprozess, b) Ablichtung der Probe nach dem Lötprozess bei 740 °C, c) Vermessung der Kerbgeometrie mit dem optischen Laser der Fa. Werth und d) Spannungsoptische Ablichtung der Probe mit einer polarisierten Weißlichtquelle (v.o.n.u.)	136

Abbildung 6-19 Ergebnisse zum Herstellungsprozess nach Lösungsvariante 4 mit a) Kerbgeometrie mit Incusil™ ABA Paste vor dem Lötprozess, b) Ablichtung der Probe nach dem Lötprozess bei 740 °C, c) Vermessung der Kerbgeometrie mit dem optischen Laser der Fa. Werth und d) Spannungsoptische Ablichtung der Probe mit einer polarisierten Weißlichtquelle (v.o.n.u.); modifiziert nach [19].....	138
Abbildung 7-1 Optimierte Verbindungshülse mit zwei Umfangsnuten aus Inconel® 718 (grau) mit entsprechender Lotgeometrie aus Incusil™ ABA (orange)	142
Abbildung 7-2 Abhängigkeiten zwischen der Versagenswahrscheinlichkeit (vertikaler Verbund) verursacht durch Oberflächendefekte (P_f, A), der Prozesstemperatur während des Abkühlvorgangs und der temperaturabhängigen Streckgrenze ($R_{p0,2}$) des Aktivlotes Incusil™ ABA; modifiziert nach [19].....	144
Abbildung 7-3 Werkzeuge und Fertigungsschritte zur Herstellung des Verbundes nach Lösungsvariante 4.....	148
Abbildung 7-4 Qualitativer Vergleich des Spannungsprofils aus der Simulationsrechnung und aus der spannungsoptischen Untersuchung des Labormodells	156

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1-1 Auslegungskriterien für Bohrlochsonden auf Basis der ZWERG Plattform, insbesondere für ein Gehäuse mit Sichtfenstern; modifiziert nach [17, 19].....	7
Tabelle 2-1 Unterschiedliche Videoinspektionssonden mit ihren maximalen Einsatzbedingungen [23–29].....	10
Tabelle 2-2 Patente über optische Bohrlochsonden, insbesondere mit Schwerpunkt auf das Gehäuse mit Sichtfenstern und deren Fenstergeometrie [30–36]	11
Tabelle 2-3 Chemische Zusammensetzung der Legierung Inconel® 718 (UNS N07717, W.-Nr.:2.4668) nach Abnahmeprüfzeugnis 3.1 [64].....	23
Tabelle 2-4 Chemische Zusammensetzung des Aktivlotes Incusil™ ABA der Firma Morgan Advanced Materials nach Herstellerangaben [116].....	41
Tabelle 3-1 Randbedingungen und Designanforderungen, die bei der Entwicklung des Seitenkameragehäuses der GeoKam zu berücksichtigen sind; modifiziert nach [17, 19].....	54
Tabelle 4-1 Physikalisch-mechanische Materialeigenschaften der Werkstoffe Inconel®718, Incusil™ ABA und Perlucor® aus [64, 90, 116].....	71

Abkürzungsverzeichnis

ABA	Active Brazing Alloy; Aktivlotlegierung
AES	Augerelektronenspektroskopie
ASTM	American Society for Testing and Materials
ATEX	Atmosphères Explosibles; explosionsfähige Atmosphären
Auslfg.	Auslieferungszustand
Ausschglü.	Ausscheidungsglühlung
BMWi	Bundesministerium für Wirtschaft und Energie
CAD	Computer-aided design; computergestütztes Design
CVD	Chemical Vapour Deposition; chemische Gasphasenabscheidung
DIN	Deutsches Institut für Normung
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
EN	Europäische Norm
FAST	Fahrzeugsystemtechnik
FEM	Finite Elemente Methode
FGM	Funktionalgradientes Material
GeoKam	Geothermie Kamera; Videoinspektionssonde für die Tiefengeothermie des Karlsruher Instituts für Technologie
HIP	Heißisostatisches Pressen
IAI	Institut für Automation und angewandte Informatik
IMR	Institut für Mess- und Regelungstechnik
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
LED	Lichtemittierende Diode
Lsgsglü.	Lösungsglühlung

Ltg.	Lötung
PCM	Phase Change Material; Phasenwechselmaterial
PoF	Programmorientierte Förderung der Helmholtz-Gemeinschaft
ProdSV	Explosionsschutzprodukteverordnung
PVD	Physical Vapour Deposition; physikalische Gasphasenabscheidung
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RIT	Real-In-Line Transmission
STAU	Statistische Auswertung; Postprozessor zur Berechnung der Versagenswahrscheinlichkeit von Keramiken des Karlsruher Instituts für Technologie
UNS	Unified Numbering System
WAK	Wärmeausdehnungskoeffizient
ZTA	Zeit-Temperatur-Ausscheidung
ZWERG	Systemplattform des Karlsruher Instituts für Technologie für Geothermie-Bohrlochsonden

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit am Institut für Automation und angewandte Informatik (IAI) in Zusammenarbeit mit dem Institut für Angewandte Materialien - Werkstoff- und Grenzflächenmechanik (IAM-MMI) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT).

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Jarir Aktaa (IAM-MMI), um diese Arbeit transdisziplinär über zwei Institute hinweg durchgeführt haben zu können sowie für die stete Bereitschaft zur Diskussion.

Für die Übernahme des Korreferats und für die Ermöglichung dieser Arbeit hinsichtlich Bereitstellung der erforderlichen Mittel, möchte ich mich besonders bei Herrn Prof. Dr. Veit Hagenmeyer bedanken.

Meinen Kollegen Ralf Dahm, Stephen Fischer, Steffen Kohnle, Dr. Marcus Müller, Dr. Volker Piotter, Gregor Pörtl, Klaus-Martin Reichert und Tobias Weingärtner danke ich für das Engagement und der vielen geleisteten Stunden für die Durchführung von Experimenten und Mikrostruktur-Analysen.

Ein besonderer Dank gilt meinen Kolleginnen und Kollegen Marco Conte, Dr. Benedict Holbein, Julia Lorenz, Klaus Plewa und Friedrich Wiegel für das überaus angenehme Arbeitsklima und der viel geführten spannenden Diskussionen.

Der Firma CeramTec ETEC GmbH, insbesondere Herrn Dr. Lars Schnetter, Herrn Marco Münchow und Herrn Freddy J. Schleichs, danke ich für die Bereitstellung der Transparentkeramik Perlucor® mit den entsprechenden Werkstoffdaten.

Von ganzem Herzen möchte ich mich bei Herrn Dr. Hans-Joachim Ritzhaupt-Kleissl für die selbstlose und tatkräftige Unterstützung, für den gegebenen Rückhalt sowie für die stetig motivierenden Worte bedanken.

Meine tiefste Dankbarkeit gilt posthum Dr. Jörg Isele. Ich möchte mich für all die Gespräche, die wir geführt haben und für all die Zeit, die Du für mich investiert hast bedanken. Dies gilt insbesondere für deine stets wertvolle kritische und positive Begleitung der Arbeit, deine Anregungen und Ermutigungen auch in schwierigen Phasen.

Mein innigster Dank gebührt meiner wundervollen Frau und meinen Kindern für das Verständnis über die vielen getrennten Stunden, die Rücksichtnahme meiner Interessen und für den nötigen, geschaffenen Ausgleich während dieser Zeit.

Fine