

Fertigung/ Montage

Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

# Projekterfahrungsbericht

Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

#### Änderungen

Version	Seiten	Änderungsbeschreibung	Name	Datum
1.0		Entwurf	S.Vilcins	16.10.2015
2.0		Endgültige Fassung	S.Vilcins	April 2017
3.0		Freigegebene Fassung	S.Vilcins	Mai 2017
4.0	63	Korrigierte Fassung	S.Vilcins	Juni 2017
5.0	64	Korrigierte Fassung	K. Wittenburg S. Vilcins	August 2019





Fertigung/ Montage

Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

#### Inhaltsverzeichnis

1.	EINL	EITUNG .		7	
	1.1.	Μοτινατ	ON	7	
	1.1.	Allgeme	NES DICHTUNGSPRINZIP	8	
	1.2.	DIE CON	LAT <sup>®</sup> (CF) - Schneide	9	
	1.3.	Der Bezu	G ZU EINEM AKTUELLEN PROJEKT AM DESY		
	1.4.	Rostfrei	ER EDELSTAHL		
	1.5.	VERFÜGB	ARKEIT AM MARKT		
:	1.6.	DAS EING	esetzte Material für die Vakuum-Kammern		
	1.7.	In der Va	kuumtechnik verwendetes Material für Kupfer-Flach- Dichtunge	N14	
2.	DER	GESAMT	E FERTIGUNGSPROZESS DER XFEL OTR- VAKUUM-KAMMERN	14	
3.	EING	GELEITETE	MABNAHMEN ZUR SCHADENSBEHEBUNG/MINIMIERUNG		
	3.1.	Einleitum	IG	15	
3	3.2.	DAS VERF	AHREN DES KALT-NITRIEREN	16	
4.	ÜBE	RBLICK Ü	BER VERSCHIEDENER HERSTELLUNGSTECHNIKEN GROßER VA	KUUM-KAMMERN17	
4	4.1.	Einleitun	IG	17	
4	4.2.	Möglich	E VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON VAKUUM-KAMMERN	19	
4	4.3.	Kleines "	Koch-Rezept" für die Auswahl von Verfahren und Hersteller	20	
4	4.4.	Zusammi	NFASSUNG		
5.	FEM	ANALYSI	FÜR VERSCHIEDENE CF-SCHNEID-GEOMETRIEN		
ļ	5.1.	EINLEITUN	IG		
ļ	5.2.	Randbed	INGUNGEN DER SIMULATION	23	
ļ	5.3.	Ergebnis	SE	24	
ļ	5.4.	Zusammi	INFASSUNG DER FEM SIMULATION		
6.	MAT	TERIALTES	TS, PRÜFUNGEN UND ANALYSEN UND DEREN ERGEBNISSE		
(	5.1.	EINLEITUN	IG		
(	5.2.	WEITERE	MONTAGEVERSUCHE MIT UNTERSCHIEDLICHEM DICHTUNGS-MATERIAL	29	
(	5.3.	INTERNE U	JNTERSUCHUNGEN		
	6.3.1	1. Err	nittlung der Tiefe dieser Dellen in der "Orangenhaut" mittels 3	D Mikroskop30	
	6.3.2	2. Mi	ttels hochauflösendem 3 D Mikroskop		
(	5.4.	UMFANG	REICHE EXTERNE UNTERSUCHUNGEN	34	
	6.4.1	1. Sto	tionäre Härteprüfung an einer OTR B Vakuumkammer		
	6.4.2	2. Erg	ebnisse	35	
	6.4.3	3. In s	itu- Härteprüfung aller Vakuumkammern		
	6.4.4	4. Erg	ebnisse		
	6.4.5	5. Ma	terialuntersuchungen am Rohmaterial		
	6.4.6	6. Hä	rtemessung des Ausgang-Materials	39	
6.4.7. Ergebnis		39			
	6.4.8. Referenz-Messung des Ausgangs-Materials beim TÜV Nord40				
	HELM	HOLTZ	Seite 2 von 64	DESY-MDI 3	
	GEMI	EINSCHAFT	Version: 05	Silke Vilcins	



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern

des XFEL

Ergebnis	41
Untersuchung der materialspezifischen Kennwerte	41
Ergebnis	41
Korrigiertes 3.1. Zeugnis	42
aterial-Prüfungen an den beim X-FEL verwendeten CF Kupfer-Dichtungen NW 50	43
Einleitung	43
Materialuntersuchungen an der Dichtung	43
sammenfassung der Prüfungen und Analysen	45
MENFASSUNG	45
ND AUSBLICK	47
	55
	56
CHNISCHE ZEICHNUNGEN	56
e Fotos zeigen die Beschädigungen (Orangenhaut) an den CF Schneide	58
DRMEN UND REGELWERKE	61
IHANG	61
	Ergebnis Untersuchung der materialspezifischen Kennwerte Ergebnis Korrigiertes 3.1. Zeugnis Aterial-Prüfungen an den BEIM X-FEL VERWENDETEN CF KUPFER-DICHTUNGEN NW 50 Einleitung Materialuntersuchungen an der Dichtung Sammenfassung der Prüfungen und Analysen MENFASSUNG ND AUSBLICK CHNISCHE ZEICHNUNGEN E FOTOS ZEIGEN DIE BESCHÄDIGUNGEN (ORANGENHAUT) AN DEN CF SCHNEIDE DRMEN UND REGELWERKE





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

#### Abbildungsverzeichnis:

**Seite 10:** Abbildung: 01, Atlas Technologie <u>http://www.atlasuhv.com/bimetal/atlascfflange.aspx</u> Produktinformation, schematische Darstellung einer ConFlat <sup>®</sup> Schneiden-Goemetrie

Seite 10: Abbildung: 02, Vacs SEV Co. http://www.sev-vacuum.com/sub02\_page01\_04\_e.html Produktinformation

#### Seite 11: Abbildung: 03, MDC Produktinformation

https://www.mdcvacuum.com/displayContentPageResp.aspx?d=EU&wr=EU&cc=f31c9ac0-4e29-4997-bd19-0424c48b9778

**Seite 12:** Bild 01: Der E-XFEL aus der Vogelperspektive, ausgehend vom DESY Gelände in Hamburg Bahrenfeld in nordwestlicher Richtung

**Seite 18:** Bild 02: Das Foto oben zeigt eine Vakuum-Kammer, die aus zwei Standard Vakuum-Komponenten mittels Schweißverbindung von der Firma ancorp A&N Corporation hergestellt wurde

Seite 19: Foto einer unter Verwendung von Rohren hergestellte Vakuum-Kammer der Firma ancorp A&N Corporation

**Seite 19:** Bild 04: Foto einer weitere unter Verwendung von Rohren hergestellte Vakuum-Kammer, <u>https://huntvac.com/gallery/</u>, Huntington Mechanical Labs

**Seite 23:** Abbildung 04: Bildliche Gegenüberstellung der beiden Schneiden-Geometrien. Links die Schneidgeometrie nach ISO/TS 3669-2, rechts die nach "DESY" – Spezifikation. Die roten Linien verdeutlichen den Unterschied.

Seite 24: Abbildung 05: Zeigt die 90 ° Geometrie

Seite 24: Abbildung 06: Zeigt die 72 °Geometrie

Seite 25: Abbildung 07: Zeigt die 90 ° Geometrie

Seite 25: Abbildung 08: Zeigt die 72 ° Geometrie

Seite 25: Abbildung 09: Zeigt die 90 ° Geometrie

Seite 25: Abbildung 10: Zeigt die 72 ° Geometrie

Seite 26: Abbildung 11: Zeigt die 90 ° Geometrie

Seite 26: Abbildung 12: Zeigt die 72 ° Geometrie

Seite 26: Abbildung 13: Zeigt die 90 ° Geometrie

Seite 26: Abbildung 14: Zeigt die 72 ° Geometrie

Seite 27: Abbildung 15: Zeigt die 72 ° Geometrie

#### Seite 27: Abbildung 16: Zeigt die 72 ° Geometrie

HELMHOLTZ	Seite 4 von 64 Version: 05	DESY-MDI 3
GEMEINSCHAFT		Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Seite 27: Abbildung 17: 90 ° Schneide

Seite 27: Abbildung 18: 72 ° Schneide

**Seite 30:** Bild 05: Zeigt ein Segment der beschädigten ConFlat–Schneide als Draufsicht auf die 20° geneigte Schneide mit 5-facher Vergrößerung. Betrachtet unter einem Keyence 3 D Mikroskop Typ VHX-600D.

**Seite 31:** Bild 06: Zeigt ein weiteres Segment der beschädigten ConFlat–Schneide als Draufsicht auf die 20° geneigte Schneide mit 5-facher Vergrößerung. Betrachtet unter einem Keyence 3 D Mikroskop Typ VHX-600D.

**Seite 32:** Bild 07: Zeigt ebenfalls ein Segment der beschädigten Schneide bei einer 10-fach Vergrößerung betrachtet unter einem qualitativ hochwertigen 3 D –Mikroskop. Der Betrachtungswinkel ist rechtwinklig auf die 20°-Schneide.

**Seite 32:** Bild 08: Zeigt ein weiteres Segment der die beschädigte Schneide betrachtet ebenfalls unter ein qualitativ, hochwertiges 3 D – Mikroskop. Der Betrachtungswinkel ist rechtwinklig auf die 20°-Schneide.

**Seite 33:** Bild 09: Auf dieser Aufnahme sind die unter 45 ° kreuzenden "Linien", die bereits sehr deutlich auf dem Bild 07 zu erkennen sind, vergrößert dargestellt.

**Seite 33**: Bild 10: Auf dieser letzten Aufnahme sind die Bearbeitungsrillen, welche von den "45 °-Linien" geschnitten werden, gut zu erkennen. Ebenfalls ist zu erkennen, dass diese 45 °- "Linien" räumlich aus der Oberfläche heraustreten.

Seite 35: Bild 11: Zeigt den Prüfaufbau einer OTR B Kammer beim DNV-GL in Hamburg

**Seite 35:** Darstellung 01: Tabellarische Übersicht der Messergebnisse der ersten Messung bei DNV-GL in Hamburg im Mai 2014.

Seite 37: Diagramm 01: Darstellung der Härte-Werte für alle OTR A/C Kammern

Seite 37: Diagramm 02: Darstellung der Härte-Werte für alle OTR B Kammern

Seite 38: Diagramm 03: Vergleich der Härte-Werte beider Kammer-Typen

Seite 40: Darstellung 02: Zeigt die drei Messreihen der drei Probestücke aus der Charge 212186

**Seite 41:** Darstellung 03: Zeigt das Ergebnis des Zugversuches und der Härteprüfung beim TÜV Nord der Charge 212186.

**Seite 42:** Darstellung 04: Zeigt das vom Stahl-Hersteller nachträglich korrigierte 3.2. Zeugnis vom November 2014.

**Seite 43:** Bild 12: Das Schliffbild zeigt eine benutze DN 50 Kupfer-Dichtung aus einer OTR A/C Vakuumkammer für den E-XFEL.

HELMHOLTZ	Seite 5 von 64	DESY-MDI 3
GEMEINSCHAFT	Version: 05	Silke Vilcins

DESY

Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

**Seite 44:** Bild 13: Schliffbild einer benutzen DN 50 Kupfer-Dichtung aus einer OTRA/C Vakuumkammer und den Bereich der Einkerbung BE2 unter Einwirkung einer 90° Schneiden-Winkel-Geometrie.

**Seite 44:** Bild 14: Schliffbild einer benutzen DN 50 Kupfer-Dichtung aus einer OTRA/C Vakuumkammer und den Bereich der Einkerbung BE1 unter Einwirkung einer 72° Schneiden-Winkel-Geometrie.

Seite 48: Darstellung 05: Prozentualer Anteil der Welt-Stahl-Produktion, Quelle Deutsche Wirtschafts-Nachrichten vom 11.02.2016

Seite 56: Darstellung 06: Vakuumkammern Typ OTR B

Seite 56: Darstellung 07: Vakuumkammer Typ OTR A/C

**Seite 58:** Bild 15: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3

**Seite 59:** Bild 16: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3

**Seite 59:** Bild 17: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3

**Seite 60:** Bild 18: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3

**Seite 60:** Bild 19: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3

Seite 62: Darstellung 08: Schematischer "Stammbaum" der *austenitischen* rostfreien *Stähle*, <u>https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-</u> <u>stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdiagramme/05\_austenitische\_Staehle\_de.pdf</u>

**Seite 62**: Darstellung 09: Übersicht der gängigen, nicht metallischen Werkstoffe für Vakuum-Verbindungen und einige ihre Eigenschaften

**Seite 63:** Darstellung 10: Übersicht von einigen metallischen Sonder-Werkstoffe für Vakuum-Verbindungen und einige ihre Eigenschaften

**Seite 64:** Darstellung 11: Übersicht der gängigen metallischen Werkstoffe für Vakuum-Verbindungen und einige ihre Eigenschaften

**Seite 64:** Darstellung 12: Schematischer Schnitt durch eine prinzipielle Schneidenkontur aus "Dependence of the seal property of ConFlat-type flanges on the fine dimensions oft he knife edge" von Satoshi Kurokouchi u.a.

HELMHOLTZ	Seite 6 von 64	DESY-MDI 3
GEMEINSCHAFT	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

#### 1. Einleitung

#### 1.1. Motivation

Für eine Vielzahl unterschiedlicher Anwendungen lösbarer Verbindungen unter "Vakuum" steht ein breites Sortiment an Dichtungsmöglichkeiten zur Verfügung.

Zum einen werden diese Verbindungen nach den Anwendungsfällen unterschieden, zum anderen nach dem s.g. Dichtungsprinzip. Letzteres lässt sich grob in zwei Bereiche einteilen. Der eine Bereich sind die Elastomere-Dichtungen, die als wiederverwendbar gelten. Der andere Bereich sind die Ganzmetall-Dichtungen. Hier gibt es wiederum zwei mögliche Einteilungen. Eine Einteilung erfolgt nach der Art der Verwendung. Es gibt auch hier die s.g. "Einmal-Dichtungen", die nach dem Lösen der Verbindungen als nicht wiederverwendbar gelten. In dem zweiten Bereich, zu den die s.g. federelastischen Dichtungen zählen, befinden sich die Dichtungen, die mehrfach verwendet werden können.

Als Anwendungsfälle kann der Transport von Medien unterschieden werden. Dabei gibt es wiederum statische und dynamische Lastfälle. Zu den transportierenden Medien zählen Flüssigkeiten, Gase, feste Stoffe oder auch Anwendungen unter Vakuum. Für die Verwendung von Ganzmetall-Dichtungen unter Vakuum gibt es ebenfalls zahlreiche unterschiedliche Anwendungen, kommerzielle so wie auch in der Forschung.

Im Weiteren wird sich in diesem Bericht ausschließlich auf die Vakuumtechnik im Forschungsbereich beim Bau und Betrieb von Beschleunigeranlagen bezogen. Hier geht es ganz speziell um die Eignung beim Einsatz bestimmter Strahlrohrverbindungen unter Ultra-Hoch-Vakuum (UHV) Bedingungen. Erschwerend kommt hinzu, dass zunehmend diese Verbindungen unter Reinheitsbedingungen unterschiedlicher Reinheitsklassen nach ISO 14644 ff hergestellt werden müssen. Hier wird sich auf die Reinheitsklasse ISO 5 bezogen.

Die Vakuum-Flansche werden vorzugsweise aus Edelstahl hergestellt. Hierbei gibt es einigen Legierungen, die üblicherweise verwendet werden. Häufig verwendete Legierungen sind die 1.4301 (304), 1.4311 (304 LN), sowie 1.4404/1.4435 (316 L), die 1.4571 (316 Ti, Titan stabilisiert). In den letzten zehn Jahren hat eine weitere Legierung immer häufiger, in der Vakuumtechnik für den Beschleunigerbau, Verwendung gefunden. Es ist die hochlegierte Stahlsorte 1.4429 (316 LN). Einige dieser genannten Legierungen sind herkömmlich erschmolzen und vorwiegend aus gezogenem Vormaterial. Für den Einsatz unter extremen Bedingungen wie der Tieftemperatur und dem UHV Bereich reicht dieses Material nicht aus und es muss dann auf ein im ESU-Verfahren (Elektro-Umschmelz-Verfahren) hergestelltes und 2D oder besser noch 3D geschmiedetes Material zurückgegriffen werden. Dieses Vormaterial ist jedoch sehr speziell und nicht immer in den gewünschten Abmessungen und Mengen verfügbar. Ausbringmengen der Stahlwerke liegen dabei schon bei einigen Tonnen, was oftmals bei der doch eher geringen Menge an benötigtem Vormaterial ein Problem darstellt.

Dieser Bericht stellt die Probleme dar, die auftreten können, wenn das ConFlat<sup>®</sup>-Dichtungsprinzip auf sehr komplexe und massive Bauteile, aus unterschiedlichem Vormaterial, Anwendung findet. Es wird versucht

HELMHOLTZ	Seite 7 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

die Einflussfaktoren für mögliche Fehler darzustellen. Und somit dann auch eine sichere Verbindung unter verschiedenen Einflüssen zu gewährleisten. Es werden Versuche, Untersuchungen und einige Test zu diesem Thema beschrieben und erläutert.

#### 1.1. Allgemeines Dichtungsprinzip

Die Amerikanische Vacuum Society bezeichnet eine "Dichtung" aus vakuumtechnischer Sicht als komprimierendes und verdichtendes "Element" zwischen zwei Bezugselemente. Erst einmal können sehr ebene und glatte Flächen durch einfaches gegeneinander drücken so miteinander geschlossen werden, dass so eine "dichte" Verbindung entsteht. Würde man sich die Verbindung unter einer sehr großen Vergrößerung betrachten, würde ein sehr kleiner Spalt sichtbar werden. Für die sehr geringen Drücke wie sie im UHV Bereich verwendet werden, reicht eine solche Verbindung nicht aus. Somit benötigt man ein anderes Material, welches diesen Spalt sicher und dauerhaft verschließt.

Die Fähigkeit, die ein geeignetes Materials in sich vereinen muss, um sich beispielsweise den Oberflächen-Unebenheiten der Paarungspartner anzupassen, aber nicht zu duktil zu sein unter dem stetigem Druck dieser Verbindung endlos zu fließen oder gar allzu stark auszuhärten, wird sehr oft unterschätzt. Somit wird häufig diesen Dichtungen keine besondere Aufmerksamkeit geschenkt, was aber zu undichten Verbindungen führen kann.

Um somit alle an die Dichtung gestellten Anforderungen zu erfüllen muss eine Dichtung eine ausreichende Plastizität besitzen um die Unebenheiten auf den Flanschoberflächen auszugleichen und zugleich auch eine hohe Elastizität aufweisen, um den äußeren Kräften für diese Verbindungen standzuhalten.

Dichtungen sind ausschließlich für das reine Abdichten der Verbindung da und dürfen praktisch keine weiteren äußeren Kräfte aus den Vakuumverbindungen aufnehmen. Als Dichtungsmaterial kommen zahlreiche Metalle wie Gold, Silber, Indium, Aluminium, Titan oder Kupfer und viele Legierungen dieser Metalle in Frage. Die Auswahl eines Dichtungsmaterials kann vielen verschiedenen Bedingungen unterliegen. Jedes Metall hat sehr unterschiedliche Eigenschaften, die es zu kennen gilt. Im Weiteren wird sich nur auf die Flachdichtungen aus nahezu sauerstofffreiem Kupfer bezogen.

Die aufzubringende Kraft, für eine sichere Vakuumverbindung im UHV Bereich, hängt stark vom Material der Dichtung und der Flansche, von der Oberflächen-Beschaffenheit der Dichtung und der Flansche, sowie von der Reibung (Schmierung) zwischen Dichtung und Flansche ab. Ein weiterer Einflussfaktor ist die Formgebung von Dichtung und Flansch. Dieser Einflussfaktor spielt dabei eine wesentliche Rolle und es wird dadurch entschieden, ob es sich bei der Verbindung um "Druck" oder "Scher"- Kräfte handelt, die dann in der Dichtung auftreten. Als Letztes spielt das Material der Schrauben und Muttern und die Reinheit dieser Vakuum-Verbindungen eine ganz entscheidende Rolle.

Um also die für die Verbindung zwischen zwei Vakuum-Flanschen benötigten Kräfte zu gering wie möglich zu halten, wird die Kontaktfläche zwischen der Kupfer-Dichtung (im Weiteren nur Dichtung genannt) und den Vakuumflansche möglichst gering gehalten. Hierbei stellt sich die Frage, welche Schneiden-Geometrie erfüllt diese Bedingung am sichersten. Um eine sichere Verbindung zu gewährleisten ist es wichtig, im

HELMHOLTZ	Seite 8 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/

Datum: Juni 2017

Vorwege alle Einsatz-Bedingungen dafür zu kennen. Dabei sind die aufzubringenden Schraub-Kräfte zu betrachten, aber auch die Standfestigkeit der Schneide, sowie die Interaktion mit der Dichtung. Hierbei kommt es wie weiter oben beschrieben zu einer Aushärtung der Dichtung beim Übergang von elastischen in den plastischen Bereich. Diese werkstofftechnische Eigenschaft ist bekannt und somit sollte dieses Verhalten bei der Montage Berücksichtigung finden. Dieses Verhalten der Dichtung tritt am stärksten im Randbereich genau unter der Schneide auf, breitet sich aber weiter zum Rand hin, fast im gesamten Kontaktbereich mit der Schneide in der Dichtung, aus. Ist der plastische Bereich eines Dichtungsmaterials erst einmal erreicht, führt dieses zu einer erheblichen Aushärtung der Dichtung. Dazu Kapitel im 6.5 mehr. Ferner kann es zu Micro-Rissen oder sehr starken Einschnürungen in der Dichtung führen, die unter bestimmten Umständen wie z.B. bei kleinen Bewegungen der Flansche oder des Strahlrohres, durch von außen eingebrachten Vibrationen oder thermische Lastwechsel, zu undichten Verbindungen führen können. Es gibt auch einige, wenige Untersuchungen zum Einfluss von radioaktiver Strahlung auf das Dichtungs-Material. Dieser Punkt wird nicht weiter beschrieben.

Somit ist es klar, dass eine Dichtung immer eine wesentlich geringere Härte als das Flanschmaterial haben muss. Es stellt sich aber nun die Frage, wie groß muss bzw. darf dieser Unterschied sein.

Ein ideales Dichtungsmaterial würde somit aus zwei unterschiedlichen Schichten bestehen. Zum einen aus einem nicht oder nur sehr schwer unter Druck aushärtbaren, sehr duktilem Material und aus einem Kern Material mit hoher Zugfestigkeit.

Im Anhang werden einige Dichtungs-Werkstoffe beschrieben. Nachfolgend wird ein bestimmtes Dichtungs-Prinzip erläutert.

#### 1.2. Die ConFlat® (CF) - Schneide

Die ConFlat<sup>®</sup> Schneiden-Geometrie ist eine Verbindung mit einer reduzierten Kontaktflächengröße. Diese Art der Vakuum-Verbindung ist sowohl geeignet für den kurzfristigen Einsatz bei höheren Temperaturen, wie sie z.B. beim notwendigen Ausheizen von Vakuumsystemen, bis ca. 350 °C – 400 °C, auftreten können, als auch für den Einsatz unter Tieftemperatur-Bedingungen. Eine spezifizierte Dauertemperatur-Festigkeit ist nicht definiert. Temperaturen von 250 °C – 300 °C über längere Zeiträume sind durchaus vertretbar. Es wird auch in einigen Berichten geschrieben, dass diese Verbindungen auch für Temperaturen über 500 °C geeignet sind. Dafür konnte ich aber wenig fundiertes Material finden.

Als eine sehr geeignete Flanschverbindung von UHV Komponenten hat sich die Geometrie der Firma VARIAN<sup>®</sup> in Kalifornien hervorgehoben. Diese "Hart-to-soft" Verbindung wurde in den früher 1960er Jahren durch VARIAN<sup>®</sup> entwickelt. William *Wheeler* gilt als Ur-Vater der ConFlat Flansche, die er im Rahmen seiner Tätigkeit bei der VARIAN<sup>®</sup> erschuf. Die Motivation damals war es gewesen verlässliche Vakuum-Flansch-Verbindung unter hohen Temperaturen zu konzipieren. Umso Vakuum-Anlagen für ein Ausheizen über 400 °C zuverlässig zu gestalten. Ebenso wurde sehr viel Wert auf die mechanische Widerstandfähigkeit gegen Beschädigungen gelegt.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/ Montage

Datum: Juni 2017

Das Prinzip beruht auf das Eindringen einer Schneidkontur, eingebracht im Flansch der Vakuumverbindung, in eine "deutlich" weichere flache Kupferdichtung. Diese s.g. Schneide ist in einem Bereich zwischen den Verbindungsschrauben der Flansche und dem Vakuuminnenraum angeordnet. Eher ein wenig dichter zum Innenbereich der Strahlrohrverbindung angeordnet. Die Schneide, im englischen knife edge genannt, kann sehr unterschiedliche Winkel aufweisen. Eine einheitliche Norm dazu gibt es derzeit noch nicht. Eine in der Standardisierung befindliche Norm darüber ist in der der **ISO/TS 3669-2:2007-09** zu finden, zu beziehen über den Beuth Verlag. Ferner gibt es auch bei der "Verrundung" der Schneide unterschiedlich große Radien. Weitere Unterschiede gibt es auch noch bei dem Durchmesser für den Rezess, der zur Aufnahme der Dichtung dient und somit für die einwandfreie Zentrierung und den Sitz der Dichtung.

Weiter unter wird erläutert welche geometrischen Faktoren welchen Einfluss auf das Dichtungsprinzip haben. Die folgende Abbildung zeigt die wesentlichen Winkel an den ConFlat<sup>®</sup> Schneiden. Der violette Bereich deutet an, dass dieser Winkel bei unterschiedlichen Herstellern der Flansche sehr variable gestaltet wird. Hier ist ein Wert von 2 -40 ° in der europäischen Norm zulässig. In der amerikanischen Norm (ASTM E2734) wird dieser Winkel sogar von 0 – 40 ° angegeben.



Abbildung: 01, Atlas Technologie <u>http://www.atlasuhv.com/bimetal/atlascfflange.aspx</u> Produktinformation, schematische Darstellung einer ConFlat <sup>®</sup> Schneiden-Geometrie

In der nachfolgenden Abbildung wird schematisch dargestellt wie unter Druck die Verschiebungen in den Flanschen und den Dichtungen stattfinden. Gut zu sehen ist ein Spalt (zu erkennen im rechten Teil der Abbildung), der sowohl als "Zentrierung" gelten soll, aber dennoch nicht zu gering bemessen werden soll, sodass die Dichtung am notwenigen "Fließen" gehindert wird und evt. dadurch verkantet.







Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Abbildung: 02, Vacs SEV Co. http://www.sev-vacuum.com/sub02 page01 04 e.html Produktinformation

Auf der unten gezeigten Abbildung 03 ist diese ConFlat<sup>®</sup> Flansch-Verbindung mit den Verbindungs-Schrauben zu dargestellt. Gut zu erkennen ist der Abstand der Schneide zum Schraubenmittelpunkt und zum Vakuum-Innenraum, der sich in der Abbildung links befindet.



Abbildung: 03, MDC Produktinformation

https://www.mdcvacuum.com/displayContentPageResp.aspx?d=EU&wr=EU&cc=f31c9ac0-4e29-4997-bd19-0424c48b9778

Es folgt eine Beschreibung des DESY Forschungs-Projektes und der Vakuum-Komponente an der bei der Endmontage Beschädigungen an den Schneiden aufgetreten sind.

#### **1.3.** Der Bezug zu einem aktuellen Projekt am DESY

Der E-XFEL ist ein europäisches Projekt, das zurzeit in Hamburg realisiert wird. Der E-XFEL ist als eine GmbH nach deutschem Recht organisiert. Die beteiligten Staaten halten entsprechend ihres Anteils am Investitionsvolumen der Gesamtanlagen Anteile an dieser GmbH. DESY plant, baut und betreibt für die E-XFEL GmbH den Beschleunigerkomplex, und koordiniert als Leiter des so genannten Beschleuniger Aufbau. Die ca. 3 km lange Anlage startet auf dem DESY Gelände in Hamburg Bahrenfeld und endet in einer Experimentierhalle in Schenefeld, Schleswig-Holstein.

Im Rahmen dieser internationalen, wissenschaftlichen Zusammenarbeit entsteht ein Linearbeschleuniger (LINAC) mit einer extrem hohen Strahlbrillanz und ultra kurzen Elektronenpaketen, die in einem so genannten Free-Electron-Laser (FEL) ultrakurze, kohärente Lichtblitze mit einer Wellenlänge bis zu 0,1nm und Leistungen im Gigawatt Bereich erzeugen.

Nähere Informationen zu dem E-XFEL Projekt sind unter <u>https://www.xfel.eu/index\_ger.html</u> oder <u>https://www.xfel.eu/index\_ger.html</u> zu finden.

GEMEINSCHAFT	Seite 11 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017



Bild 01: Der E-XFEL aus der Vogelperspektive, ausgehend vom DESY Gelände in Hamburg Bahrenfeld in nordwestlicher Richtung

In den einzelnen Teilstrecken des Beschleunigers werden unterschiedliche Vakuumkammern mit verschiedenen Strahlquerschnitten verbaut. Für die indirekte Beobachtung der Teilchenpakete werden s.g. "Optical Transition Radiation" (OTR) - Profil Monitore benötigt. Konstruktiv werden für ihren Einsatz komplexe Vakuumkammern aus hochlegiertem Edelstahl verwendet. Aufgrund eines Mangel an geeignetem Vormaterial in der Qualität 1.4429 ESU (316 LN) wurde auf 1.4435 ESU (316 L) zurückgegriffen. Die Einhaltung der Spezifikationen wurde durch die Werkstoffabnahme-Prüfzeugnisse nach EN 10204 (3.1) des Material-Lieferanten dokumentiert. Die Abnahme erfolgte nach den Daten in den einzelnen Prüfzeugnissen. Darüber hinausgehende Eingangsprüfungen, die als Referenz zu den Werten aus der Bestellung dienen können, wurden zum Zeitpunkt der Material-Lieferung nicht durchgeführt. Einen Zweifel an den Werten in den Abnahmezeugnissen, oder deren Aussagefähigkeit, gab es zu dem Zeitpunkt der Material-Lieferung nicht.

Die ursächlichen Prüfungen wurden an der Liefermenge des Rohmaterials für DESY vom Stahlschmiede-Werk durchgeführt. Die Härte des Vormaterials wurde mit einem unteren Wert von 158 HB angegeben. Dieser Wert liegt 2 Einheiten unter dem unteren Wert der für dieses entsprechende Material DESY vorgegeben wird (Ref. 1). Es wurde ca. 50 Rohblöcke bezogen.

Es gibt zwei unterschiedliche Baugrößen. Eine Variante mit ca. 70 kg Gewicht ist der OTR B Typ. Die andere Variante ist mit ca. 50 Kg etwas kleiner und wird OTR A/C genannt. An diesen Vakuumkammern gibt es zwei unterschiedliche CF-Flanschtypen. Zu einem die Nennweite (NW) 50 zum anderen die NW 63. An der OTR A/C Kammer sind fünf CF Schneidengeometrien angearbeitet und bei dem größeren OTR B Typ acht Schneidengeometrien. Der nächste Abschnitt beschäftigt sich mit einer kurz gehaltenen Zusammenfassung über rostfreie Edelstähle.

#### 1.4. Rostfreier Edelstahl

Rostfreie Edelstähle werden in verschiedene Klassifizierungen unterteilt. Die vorwiegend in der Vakuumtechnik für den Bau von Vakuumanlagen und anderer Vakuumkomponenten verwendete Gruppe Edelstähle sind die hochlegierten, austenitischen und korrosionsbeständige Stähle beispielweise 1.4404

HELMHOLTZ	Seite 12 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

und 1.4435, 1.4571, die s.g. Duplex-Stähle wie 1.4462, 1.4507, 1.4477 sowie den sehr säurebeständigen 1.4429 und einem Sonderstahl den Böhler P506 mit besonderer Eignung für Tieftemperatur-Anwendung. Dieser Stahl wurde bspw. im LHC Beschleuniger am CERN als Strahlrohr und für die Flansch-Verbindungen verwendet. Wobei die 1.4404/4435 und 1.4571 reinaustenitische Werkstoffe sind, ist der 1.4462 ein austenitisches/ferritischer Werkstoff.

Diese Stähle zeichnen sich durch ihren hohen Gehalt an Legierungsbestandteilen und sehr niedrige Kohlenstoff-anteile aus. Chrom liegt über 10%, ferner werden Molybdän und Nickel in unterschiedlichen Bestandteilen hinzugeführt. Zudem können Titan, Mangan, Niob, Kupfer, Schwefel und Stickstoff beigefügt sein. Jeder dieses Legierungs-Elements hat sehr unterschiedliche "Funktionen", die für die Eigenschaften der Stähle verantwortlich sind. Der 1.4571 ist ein mit Titan stabilisierter Edelstahl und daher bei Anwendungen unter hohen Temperaturen bis ca. 550 °C geeignet.

Der 1.4429 ist ein Werkstoff mit einem sehr hohen Stickstoff Anteil, dieser bewirkt eine deutliche höhere Gitterstrukturbeständigkeit bei sehr hohen Temperaturen, wie sie beispielweise beim Schweißen auftreten oder einem Wärmeprozess wie dem Wasserstoff-Entgasungs-Glühen. Diese Legierung kann bis zu Temperaturen von 700°C verwendet werden. Neben seiner sehr hohen Korrosionsbeständigkeit, der sehr hohen mechanischen Festigkeit ist seine amagnetische Güte < 1,1 oft ein Auswahl-Kriterium für diesen Werkstoff. Jedoch ist ein sehr hoher Stickstoff-Gehalt, über beispielsweise 0,14 %, technisch sehr schwierig herstellbar, da die Stickstoff Löslichkeit im Stahl gering ist, gegenüber Kohlenstoff betrachtet. Ferner gibt es weitere Besonderheiten die die Stickstoff-Löslichkeit bei Erstarrung beeinflussen und die Schmelze sogar unkontrolliert "aufschäumen" lassen. Näher gehe ich auf diese Thematik aber nicht ein.

Im Anhang ist eine Übersicht der hochlegierten Stähle zu finden.

#### 1.5. Verfügbarkeit am Markt

Die Verfügbarkeit der unterschiedlichen Stahlsorten ist sehr konjunkturabhängig. Ausgehend von zunächst reinen Spezialanwendungen, wie den Bau von Beschleuniger-Anlagen, in denen diese Stähle Voraussetzung sind, gab es immer wieder sehr schwankende Nachfrage nach nichtrostenden, korrosionsbeständigen Stählen. Vornehmlich im Off-Shore Bereich, Luftfahrt, Lebensmittel-Industrie oder auch für dekorative Oberflächen. Die für die Herstellung benötigten sehr hochwertigen Legierungsbestandteile, wie beispielsweise Nickel, Titan oder Molybdän unterstehen großen Preisschwankungen.

#### 1.6. Das eingesetzte Material für die Vakuum-Kammern

Wie unter 1.5 bereits erläutert wurde aus Beschaffungs-Engpässen an geeignetem Vormaterial in der Qualität 1.4429 ESU (316 LN) auf die Qualität 1.4435 ESU (316 L) zurückgegriffen. Das Vormaterial wurde basierend auf allgemeinen DESY Vakuum-Spezifikationen (Ref. 1) bestellt und der Fertigung beigestellt. Es wurden massive Blöcke mit Gewichten von 70 und 90 kg bestellt. Das Vormaterial wurde aus einer ESU erschmolzenen Bramme und 2D geschmiedetem Strang hergestellt. Anschließend wurden die Blöcke lösungsgeglüht und in Wasser abgeschreckt. Dieser Strang wurde entsprechend mit Aufmaß zugesägt. An

HELMHOLTZ	Seite 13 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

vier Seiten ist die Schmiedehaut vorhanden gewesen. Das Vormaterial wurde dann allseitig mit Übermaß gefräst, sodass die Schmiedehaut entfernt wurde. Jeder Block wurde mit der Werkstoff-Angabe und der Material Chargen-Nummer entsprechend gekennzeichnet an DESY ausgeliefert.

### 1.7. In der Vakuumtechnik verwendetes Material für Kupfer-Flach-Dichtungen

Kupfer-OFE ist ein hochreines und sauerstofffreies Kupfer (OF-HC), das keine im Vakuum verdampfbaren Elemente beinhaltet und eine hohe Leitfähigkeit für Elektrizität und Wärme aufweist. Diese Kupfersorte besitzt neben der sehr guten Warm- und Kaltumformbarkeit auch eine gute Korrosionsbeständigkeit, insbesondere gegen Atmosphäre (gut haftende Oxidschicht) bzw. Wasser und ist praktisch unempfindlich gegen Spannungsrisskorrosion. Dies ist eine transkristalline oder interkristalline Rissbildung, durch oder entlang von Korngrenzen. Sie entsteht meist durch das Zusammentreffen von Zugspannungen auf Werkstoffen unter Einfluss von spezifischen Angriffsmedien wie Säuren oder anderen Medien.<sup>1</sup>

Am DESY gibt es eine lagermäßige Bevorratung von verschiedenen Nennweiten Kupfer-Flach-Dichtungen. In den DESY Spezifikationen (Ref. 2) werden das Material, die Härte, die Oberflächenbeschaffenheit und die Gefügeart beschrieben. Die Härte ist mit 75 +/- 10 HV 5 angegeben. Üblicherweise beliefern die Lieferanten DESY mit Dichtungen an der oberen Härtegrenze. Vorzugweise liegt die Dicke der Dichtung zwischen 1,6 bis 2,0 mm, die DESY Spezifikation erfordert 2,0 mm +- 0.1 (Ref. 3).

Nicht angegeben werden in der Spezifikation wie die Dichtungen entgratet werden dürfen, ein trowalisieren (Gleitschleifen) wird somit nicht ausgeschlossen. Ebenso ist ein nachträgliches chemisches Ätzen der Dichtung ebenfalls zulässig. Beides kann sich negativ auf das Dichtungsvermögen aus, da zum einen die Oberflächen-Struktur stark aufgeraut wird und zum anderen durch das Ätzen sich die Korngrenzen an der Oberfläche abzeichnen. Durch Trowalisieren erfolgt eine Micro-Härtung an der Oberfläche der Dichtung.

#### 2. Der gesamte Fertigungsprozess der XFEL OTR- Vakuum-Kammern

Die Herstellung der Vakuumkammern wurde bei zwei unterschiedlichen Herstellern in Auftrag gegeben. Das oben beschriebene Material wurde von DESY beigestellt. Beide Kammertypen wurden teilweise vorgefräst anschließend wurde bei der kleineren Type Vakuumkammer ein s.g. Wasserstoff-Entgasungsglühen nach DESY Spezifikation bei ca. 950 °C und einer Dauer von ca. zwei Stunden durchgeführt. Dieses Entgasungsglühen ist bei DESY für diese Bauteile nicht zwingend vorgeschrieben. Dieser Glühprozess wurde dokumentiert. Dieses Vakuum-Glühen fand ausschließlich im Vakuumofen unter Vakuum. Dabei sind Drücke von 1\*10<sup>-4</sup> bis<sup>-5</sup> mbar üblich und wurden eingehalten. Der größere Kammer-Typ wurde keiner weiteren Wärmebehandlung unterzogen. Die CF Schneidkanten wurden komplett gefräst, dabei wurden teilweise spezielle Werkzeuge mit einsprechend, angeschliffenen Schneidplatten verwendet. Alternativ wurde ein Wohlhaupter ähnliches Werkzeugtool verwendet, die

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>https<u>https://www.kupferinstitut.de/fileadmin/user\_upload/kupferinstitut.de/de/Documents/Shop/Verlag/Downloa</u> <u>ds/Werkstoffe/Datenblaetter/Kupfer/Cu-OFE.pdf</u>





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Schneidkontur wurde im Werkzeug abgebildet und komplett eingearbeitet. In beiden Varianten wurden zuerst so weit als möglich herkömmliche Fräswerkzeuge eingesetzt. Beide Hersteller haben sich weder an das beigestellte 3 D Modell noch an die DESY Flansch-Spezifikation gehalten, die einen Schneiden-Winkel von 72° beinhaltet. Durch diese Missachtung wurde der Schneiden-Winkel um diese 2° auf nur 70° verringert (ein Vorserien Prototyp wurde mit korrektem Schneidwinkel ausgeliefert und erfolgreich getestet).

Die Vakuumkammern wurden im Anschluss UHV gerecht und partikelarm gereinigt. Außer einer visuellen Endkontrolle der Schneide im Reinraum sind keine weiteren Qualitätsprüfungen erfolgt. Die exakte Geometrie der Schneiden kann somit nicht ermittelt werden. Hierzu wären Messungen mit einem 3D Messmikroskop notwendig. Derartige Prüfungen sind standardmäßig nicht vorgesehen. Die Vakuumkammern wurden bei der UHV Dichtheits-Prüfung mit O-Ringen geprüft. Da keine Restgas-Analyse (RGA) vorgeschrieben wurde, wurden keine Metall-Dichtungen verwendet. Im nächsten Schritt wurden die Vakuumkammern mit Quarzfenstern und CF Blindflansche versehen, dies wurde in einer partikelarmen Umgebung und unter ISO 5 Bedingungen bei einem Zulieferer durchgeführt. So verschlossen und entsprechend verpackt wurden die Vakuumkammern bei DESY angeliefert und zunächst für einen längeren Zeitraum zwischengelagert.

Nach ca. einem Jahr sollten die Kammern endmontiert, eine RGA Analyse durchgeführt werden und dann für die finale Montage im E-XFEL bereitgestellt werden. Dabei fiel an verschiedenen Schneidkanten auf, dass diese Unebenheiten und leichte Deformierungen/Dellen (Fotos im Anhang) aufwiesen. Die Struktur ähnelt einer "Orangen-Haut". Diese Beschädigungen führten dazu, dass die erforderlichen Vakuumbedingungen nicht eingehalten wurden. Auffällig ist gewesen, dass diese Beschädigungen besonders stark auf den NW 63 Schneiden vorhanden sind.

### 3. Eingeleitete Maßnahmen zur Schadensbehebung/Minimierung

#### 3.1. Einleitung

Da es sich bei diesem Projekt um eine größere Stückzahl von Vakuum-Komponenten handelt wurde nach möglichen Lösungen gesucht, um eine Verwendung zu ermöglichen. Da sich die fehlende Härte dieses Materials als mögliche Fehlerquelle verifizieren ließ, wurde nach Verfahren gesucht den Schneiden-Bereich zu härten. Eine nachträgliche Diffusionshärtung in einer Vakuum-Härterei brachte keinen Erfolg. Der sehr hochlegierte Edelstahl ist für nachträgliches Härten nahezu ungeeignet, somit wurde nach weiteren Lösungen gesucht. Als weitere Verfahren wurde Kolsterisieren und Nitrieren ausgewählt. Die unterschiedlichen Verfahren wurden nacheinander getestet.

Das Kolsterisieren wird für zahlreiche Komponenten des UHV und XHV Bereiches der Vakuumtechnik angewendet. Besonders für die Industriezweige, die sich mit der Herstellung von Gerätschaften für die Wafer-Herstellungs-Industrie, oder direkt mit deren Herstellung beschäftigen, ist das Kolsterisieren etabliert. Aufgrund von sehr positiven Ergebnissen an Edelstahl Normteilen, durch ein nachträgliches kolsterisieren, wurde die Entscheidung getroffen dieses erprobte Verfahren auf zwei kleinen OTR

HELMHOLTZ	Seite 15 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Vakuum-Kammern anzuwenden. Die Randschichtdicke, in der der Kohlenstoff eingebracht wird kann bis zu 100 µm betragen.

Die Schichtdicke lag an den kolsterisierten Kammern bei ca. 30 µm. Einen Dichtungs-Versuch mit einer normal-harten Kupferdichtung (82 HB) hat die Schneide unbeschadet überstanden, jedoch bei weiteren Versuchen war sehr deutlich ein ähnliches Bild, wie an den ursprünglichen Vakuum-Kammern, ersichtlich. Die Vakuum-Dichtigkeits-Prüfung verlief negativ. Daher werden auch dieses Verfahren und die Versuche dazu in diesem Bericht nicht weiter beschrieben.

Ein weiteres Verfahren wurde von dem Lieferanten des Vormaterials vorgeschlagen. Nitrieren ist ebenfalls ein Verfahren zum Randschichthärten von Edelstählen. Beim Nitrieren wird in dem behandelten Metall durch die Aufnahme von Stickstoff in der Bauteiloberfläche ein Härteanstieg erzeugt. Das geschieht durch die Einlagerung von Stickstoff in den freien Flächen der Gitterstruktur. Eine OTRA/C Vakuum-Kammer wurde an einen Dienstleister zur Durchführung eines Kalt-Nitrier-Prozesses übergeben. Die Vakuum Dichtigkeits-Prüfungen an dieser Kammer sind positiv verlaufen. Auf dieses Verfahren und die Testergebnisse wird im Folgenden näher eingegangen.

#### 3.2. Das Verfahren des Kalt-Nitrieren

Die herkömmliche thermochemische Behandlung von nichtrostendem Stahl (NE-Stahl) geht mit einem Verlust an Korrosionsbeständigkeit einher. Da der Stickstoff und der Kohlenstoff mit dem Chrom zu Nitriden bzw. Karbiden reagieren, wird dadurch dem Grundwerkstoff Chrom entzogen. Im Falle des NE-Stahls wurden daher thermochemische Methoden bislang als ungünstig oder allenfalls als Kompromiss zwischen Korrosionsbeständigkeit und Veränderung der tribologischen Eigenschaften (das sind Reibung, Verschleiß und Schmierung) betrachtet.

Das Gasnitrieren ist eine Randschichthärtung von Stahl, der Stahl bei relativ niedrigen Temperaturen, um 450-650°, mit einer gasförmigen Stickstoffverbindung in Kontakt gehalten wird. Der durch einen Oberflächendiffusionsprozess in die Oberfläche eingebrachter Stickstoff lagert sich in der Gitterstruktur ein. Jedoch anders als beim Kolsterisieren wird durch die Art der Einlagerung die Gitterstruktur verspannt. Eine Abschreckung der Bauteile ist für die Entstehung der gehärteten Schicht nicht erforderlich.

Durch die Einlagerung von Stickstoff in die Gitterstrukturen der Bauteiloberflächen erfolgt ebenfalls eine Härtesteigerung im Randschichtbereich. Hier bilden sich mit den Legierungselementen Sondernitride, die die Härte beträchtlich erhöhen. Werkstoffe mit nitridbildenden Elementen wie z.B. Chrom, Molybdän, Vanadium, Aluminium, weisen eine höhere Nitrierhärte auf, jedoch reduziert sich die mögliche Stickstoffeindringtiefe mit zunehmendem Legierungsgehalt. Der Kern des Bauteils bleibt jedoch in jedem Fall unverändert und behält seine ursprüngliche Festigkeit und Zähigkeit. Die Oberflächenhärte kann je nach Werkstoff bis weit über 1000 HV liegen. Neben dem Zugewinn an Härte steigt die Verschleißfestigkeit durch das Nitrieren. Ein Nebeneffekt ist auch der Anstieg der Korrosionsbeständigkeit bei niedriglegierten Stählen. Bei hochlegierten Stählen kann diese jedoch herabgesetzt werden. Die Nitriertemperatur liegt für die viele Stähle zwischen 500 °C und 550 °C. Da bei diesen Temperaturen noch keine wesentlichen Gefüge-Umwandlungs-Prozesse stattfinden, ist das Verfahren besonders verzugsarm.

HELMHOLTZ	Seite 16 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Damit besteht die Möglichkeit endbearbeitete Bauteile zu Nitrieren, die anschließend nicht mehr mechanisch nachbearbeitet werden müssen. Durch ein sehr einfaches Abdecken ist es möglich gezielt Teilbereiche von Bauteilen zu nitrieren. Die Schichtdicke ist sehr unterschiedlich, je nach Art des Stahls, jedoch sind Schichtdicken von einigen Zehntel Millimetern machbar.

Allerdings erschwert der hohe Chromgehalt einiger Stahl Sorten, bspw. wie 1.4435 oder 1.4429, das Nitrieren. Der Grund dafür ist, dass das Chrom an der Oberfläche von nichtrostendem Stahl eine Passivschicht bildet, die vor dem Nitrieren entfernt werden muss.

Eine mit diesem Verfahren gebildete Schicht besteht meistens aus zwei Zonen. Zum einen einer Verbindungsschicht (weiße Schicht) mit kubischen oder hexagonalen Nitriden und zum anderen aus einer darunter liegenden Diffusionsschicht mit gelösten Stickstoffatomen und Nitrid-Ausscheidungen. Die Verbindungsschicht sorgt für eine hohe Verschleiß-Beständigkeit, gegen Kratzer und Fressen. Die Diffusionsschicht trägt zur Verlängerung der Lebensdauer bei und dient als Stützschicht für die harte Verbindungsschicht.

Es wurden weitere Kammern zum Kalt-Nitrieren vergeben. Leider verliefen die anschließenden Montagen an diesen Vakuum-Kammern ebenfalls erfolglos, sodass keine weiteren Montage durchgeführt worden sind. Die Kammern erfüllten nicht die vakuumtechnischen Bedingungen und es zeigte sich wieder eine leichte Orangenhaut.

### 4. Überblick über verschiedener Herstellungstechniken großer Vakuum-Kammern

#### 4.1. Einleitung

Hersteller von komplexen Vakuum-Kammern benötigen besondere Kompetenzen in der Entwicklung, der Fertigung und in den unterschiedlichen Füge-Technologien. Neben diesen Kompetenzen ist eine Grundvoraussetzung die Fachkenntnis über die UHV Vakuum-Technik. Des Weiteren ist ein breites Wissen in den verschiedenen Oberflächen-Technologien notwendig. Neben der technischen Reinigung in US Bädern, geeigneten Industrie-Spülmaschinen oder Reinigungsstraßen, sind Kenntnisse über abrasive Reinigungs-Verfahren sinnvoll. Da jede Vakuum-Komponente eine vakuumtechnische Abnahme-Prüfung erhält, ist es erforderlich, dass Hersteller über geeigneten Prüfgeräten für kundenspezifische Abnahme-Prüfungen verfügen. Darüber hinaus sind Kenntnisse in der Werkstoff-Kunde, besonders mit dem Werkstoff hochlegierter Edelstahl zwingend erforderlich.

Es gibt die verschiedensten Vakuum-Kammern vorwiegend aus Edelstahl und anderen Werkstoffen. Vakuum-Kammern werden für die Verwendung unter Vakuum genutzt und werden teilweise auch als "Druck-Behälter" eingestuft. In einigen Bereichen der Vakuum-Technik werden sie als solche angesehen und müssen dementsprechend bemessen werden. Der Anwendungsfall bestimmt überwiegend dann das Material der Vakuum-Kammer. Als Werkstoffe kommen auch Nicht-Metalle, sowie einige Kunststoffe, Keramiken und Glas infrage. Jedoch werden überwiegend in der Beschleuniger-Technologie Metalle

HELMHOLTZ	Seite 17 von 64	DESY-MDI 3	
	Version: 05	Silke Vilcins	



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

verwendet. Dazu gehören neben einer Vielzahl von Edelstählen auch die Werkstoffe Aluminium, Kupfer, Niob, Titan oder auch Verbindungen dieser Metalle untereinander dazu.

Je nach Anwendungsfall werden durch unterschiedliche Kriterien Vakuum-Kammer zu sehr komplexen Bauteilen. Folgende Kriterien spielen eine große Rolle z.B. die Vakuum-Kompatibilität (der geforderte Vakuum-Bereich), die Verbindung zum Vakuumsystem (z.B. die Art der Flansche), die Bauform und Genauigkeits-Anforderung, Reinheit, Stückzahlen oder die Arbeitstemperatur der Kammer. Über diese Kriterien definieren sich dann sowohl der Werkstoff als auch mögliche Herstellungsverfahren.

Vakuum-Kammern können von wenigen Zentimetern bis hin zu einer Größe von mehreren Metern aufweisen. Somit wird schnell klar, dass die Herstellung von Vakuum-Kammern nach Kundenwunsch häufig eine Einzel-Anfertigung ist, die deshalb eine große Herausforderung darstellt.

In Deutschland gibt es eine große Zahl an möglichen Lieferanten, die derartige Vakuum-Kammern liefern können. So können ALMA, BESTEC, DVA Holland-Merten GmbH, EMIOS, FMB Feinwerk– und Meßtechnik GmbH, HR Behälter- und Apparatebau GmbH, HOSITRAD, ILMVAC, JAKOB Vakuumtechnik, JUST VACUUM GmbH, Pfeiffer/Trinos, NOVOTEC, NTG, PINK GmbH Vakuumtechnik, Reuter Technologie, Schwarz, VAB, VACOM Vakuum Komponenten & Messtechnik GmbH, VA-TEC....Vakuum-Kammern in unterschiedlichsten Qualitäten herstellen. Die Liste ist unvollständig und zeigt, dass es alleine in Deutschland zahlreiche Hersteller gibt.

Auf den folgenden Seiten sind drei verschiedenen Vakuum-Kammern von unterschiedlicher Komplexität abgebildet.



Bild 02: Das Foto oben zeigt eine Vakuum-Kammer, die aus zwei Standard Vakuum-Komponenten mittels Schweißverbindung von der Firma ancorp , A&N Corporation hergestellt wurde





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Fertigung/ Montage



Bild 03: Foto einer unter Verwendung von Rohren hergestellte Vakuum-Kammer der Firma ancorp A&N Corporation



Bild 04: Foto einer weitere unter Verwendung von Rohren hergestellte Vakuum-Kammer, <u>https://huntvac.com/gallery/</u>, Huntington Mechanical Labs

#### 4.2. Mögliche Verfahren zur Herstellung von Vakuum-Kammern

Es gibt bei der Herstellung von Vakuum-Kammern fast so viele Verfahren wie es geeignete Werkstoffe gibt. Neben den spanend hergestellten Kammern, gibt es die spanlos hergestellten Kammern. Zu den Verfahren zählen dann Wasserstrahlschneiden, Aushalsen, Biegen, Tiefziehen, Laserschneiden oder auch 2D/3D Rohrlasern. Das letztere Verfahren findet aus meiner Sicht in der Beschleuniger-Technik leider noch viel zu wenig Anwendung. Kleinere Vakuum-Kammern werden häufig durch Dreh-oder

HELMHOLTZ	Seite 19 von 64 Version: 05	DESY-MDI 3	
		Silke Vilcins	



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Fräsbearbeitung hergestellt. Wenn die Vakuum-Kammer dann größer wird, ist es zweckmäßig auf Rohre oder Bleche auszuweichen und die Kammer in einem Spanlosen Verfahren herzustellen.

Wenn eine Kammer nicht komplett durch spannende oder spanlose Verfahren hergestellt werden kann, folgt im Anschluss meist ein vakuumkompatibles Füge-Verfahren. Dazu zählen Schweiß-Verfahren wie bspw. WIG-, Laser- oder Micro-Plasma Schweißen. Üblicherweise ohne Verwendung von Schweiß-Zusätze oder Flussmitteln. Ferner wird bei komplizierten Werkstoffen, wie etwa Niob auch das Elektronen-Strahl-Schweiß-Verfahren, kurz EB-Schweißen genannt, angewendet. Das Schweißen von Aluminium oder Titan ist sehr viel schwieriger als das Schweißen von Edelstahl. Bei der Verwendung dieser Werkstoffe ist neben umfangreichen Fachkenntnissen auch die Fertigkeit und Erfahrung der Schweißer ausschlagend. Bei automatischer Fertigung ist die genauste Dokumentation des Schweiß-Prozesses von großer Bedeutung.

Ein weiteres Fügeverfahren ist das Löten. Hier gibt es das s.g. Hart-oder Weichlöten. Auf das letztere beziehe ich mich nicht weiter, da es in der Vakuum-Technik praktisch keine Anwendung findet. Das Hartlöten erfolgt üblicherweise in geeigneten Vakuum-Öfen unter einem gewissen Unterdruck und teilweise auch unter Zugabe von Gasen. Dabei sind Temperatuten über 600°C und höher üblich. Auch hier wird auf die Verwendung von Flussmitteln nahezu verzichtet. Dieses Verfahren wird Hoch-Temperatut-Löten, kurz HTL-Löten genannt. Als Lot-Hilfsmittel werden Folien, Stäbe oder Drähte verwendet. Pasten sind in vielen UHV Anwendungen ebenso unerwünscht wie Flussmittel.

Ferner gibt es noch weitere Verfahren wie Rühr-Reib-Schweißen, Induktions-Löten, Laser-Hybrid-Schweißen, Widerstands-Punkt-Schweißen oder Kleben. Die hier nur genannt werden.

Nun können aber auch Vakuum-Kammern durch einfaches miteinander verschrauben unter Verwendung von geeigneten Dichtungen hergestellt werden. Was prinzipiell eine sehr einfache Methode ist. In der vergangenen Zeit hört man immer vermehrt vom s.g. 3D Druck, dem Lasergenerieren von Metallen oder der additiven Fertigung. Jedoch ist dieses Verfahren für die Herstellung von UHV Vakuumbauteilen noch immer nicht wirklich ausgereift, da die 3D Drucker technisch bedingt derzeit noch über relativ kleine Bauräume verfügen. Die Anschaffungskosten solcher Anlagen liegen bei häufig über 1 Mio Euro und sind damit sehr hoch, im Vergleich zu den Anschaffungskosten herkömmlicher Betriebsmittel. Auch die Betriebskosten und der Aufwand an Personal liegen weit höher als der in der spanenden Fertigung. Zudem gibt es noch wenige Bezugsquellen für geeignetes Pulver und bei der Materialauswahl an hochlegierten Edelstahl. Derzeit sind mir in Deutschland nur zwei Hersteller bekannt, die geeignetes Pulver in 316 L oder 316 LN liefern können. Das liegt an dem Ursprung dieses neuen Fertigungsverfahren, der in der Luft-und Raumfahrt, sowie in dem für die Medizintechnik ausgerichteten Markt, seine Wurzeln hat. Somit sind die Legierungen aus Aluminium, Titan und niedrig legierte Edelstähle besser verfügbar. Die Korngröße liegt üblicherweise zwischen 10-55 µm.

#### 4.3. Kleines "Koch-Rezept" für die Auswahl von Verfahren und Hersteller

Betrachtet man nun die Kriterien für die Herstellung von Vakuum-Kammern Einfluss, die auf deren Herstellung Einfluss nehmen, kann es durchaus sein, das es auch geübten Anwender nicht leicht fällt, die Konstruktion so effizient zu gestalten, dass alle Anforderungen erfüllt werden. Oftmals steht in der

HELMHOLTZ	Seite 20 von 64	DESY-MDI 3		
	Version: 05	Silke Vilcins		

Fertigung/ Montage



Konstruktion die eigentliche Nutzung der Komponente im Vordergrund. Mit diesem Blick gerät dann die spätere Fertigung in den Hintergrund. Betrachtet wird anschließend bestenfalls die Materialauswahl genauer. Durch die organisatorische Trennung von Konstruktion, Arbeitsvorbereitung (AV) und Werkstatt oder externen Hersteller agieren diese Organisations-Einheiten häufig entkoppelt voneinander. In den ersten Konstruktionsentwürfen sollten gängige, erprobte Herstellverfahren genauso wie die am Markt verfügbare Werkstoffe miteinbezogen werden. Aufgrund der stark schwankenden Lieferzeiten von hochlegierte Edelstähle und deren eingeschränkte Formate ist eine frühzeitige Marktanalyse ratsam. Der derzeit eingebrochene Markt der Ölförderungsindustrie hat Schließung der speziellen ESU Anlagen bei einigen Stahlherstellern zur Folge. So hat im Jahr 2016 Kind&Co die Herstellung von 316 LN ESU eingestellt.

Um dennoch ein technisch einwandfreies und im terminlichen Zeitrahmen hergestelltes Produkt zu beschaffen, wäre es sinnvoll sich zu Beginn der Konstruktion über folgende Kriterien Klarheit zu erlangen:

- Sammeln, Klären und Präzisieren der reellen technischen Anforderungen, Festlegung der Einsatzbedingung (Spezifikation):
  - Kritische Eigenschaften wie Tieftemperatur, Bewegung, Wärme oder spezifische Eigenschaften der Werkstoffe durch FEM-Analysen prüfen lassen
  - Erstellung einer Leistungsbeschreibung
- Unter zur Hilfenahme betriebsinterne Informationsquellen wie: AV, Einkauf, Werkstätten:
  - zusammenstellen der ermittelten Funktionen und bewerten der Funktionen, z.B.
     nach einer Anforderungsmatrix (bei komplexen Systemen)
  - Gibt es betriebsinterne Gestaltungshinweise, Normen oder Richtlinien denen sich bedient werden kann?
  - Gibt es ein Lessons learnd im Unternehmen, kann ich etwas benutzen, was schon funktioniert hat (Hinweis: Sonder-Konstruktionen sind häufig "Erstlingswerke" und es kann sein, dass Änderungen oder Fehler nicht nachdokumentiert werden. Es ist daher wichtig die Quelle der Konstruktion zu kennen, um mit dieser direkt in Kontakt zu treten.)
- Frühzeitige Festlegung der Prüfkriterien und wie sie, wo nachgewiesen werden können
- Systematische Lösungsentwicklung z.B. auf Basis physikalischer Zusammenhänge "Vom Was zum Wie", hier die Frage klären: Ist die Komponente "Herstellungssicher" und "Wirkungssicher"?
  - Die Erfindungslehre: Hier wird die Lösung für ein technisches Problem und mögliche Wege beschreiben um zur Lösung zu kommen.
  - Die Gestaltungslehre: Hier wird das Konzept auf Basis Gestaltungsprinzipien konstruktiv ausgeführt. Berücksichtigung vom einfacher Gestaltung und Verwendung von handelsüblichen Vakuumkomponenten (CF, KF, ISO...), so wenige Einzelteile und Herstellungsverfahren wie möglich verwenden. (Rohrlasern sollte mehr Beachtung eingeräumt werden).

DESY



Datum: Juni 2017

- Die Formlehre: Hier findet die wirtschaftliche, fertigungstechnische Herstellung Beachtung. Bereits bei der Konstruktion die infrage kommenden Herstellungsverfahren und mögliche Lieferanten prüfen.
- Bereits mit der Konstruktion wird ein Großteil des Herstellungspreis bestimmt, bei Einzelfertigung ohne Prototypen ist die zur Hilfenahme von Projektmanagement Kompetenzen ein Mittel Kosten, Termine und Qualitäten stehst im Auge zu behalten.
- Erweiterte Beurteilung der Lösung durch Unterstützung von Kollegen (Vorstellung der Lösung), bewerten der Lösung ggf. verbessern
- Serienfertigung, hier sind Prototypen unumgänglich, da sie Fehler und Schwachstellen aufzeigen
- Material-Zeugnisse explizit von der Liefermenge bei Angebotsanfrage anfordern
- Lieferanten-Audits helfen die wirklichen Herstellungs-Kompetenzen und das Portfolio eines möglichen Lieferanten objektiv zu beurteilen (vor Auftragsvergabe)

#### 4.4. Zusammenfassung

In diesem Kapitel habe ich einen kleinen Blick in den doch relativ großen Markt der Hersteller von Vakuumbauteilen gegeben. Der überwiegende Teil der dort präsentierten und angebotenen Vakuumbauteile für den Einsatz als Großgeräte oder Großbehälter sind ausschließlich aus Rohrkomponenten hergestellt. Die probaten Herstellungsverfahren wurden erläutert und ein kurzer Ausblick über die additive Fertigung gegeben. Ferner wird im Kapitel 4.3 beschrieben welche einzelnen Arbeitsschritte zur Herstellung aufwendiger Vakuum-Komponenten notwendig sein könnten.

### 5. FEM Analyse für verschiedene CF-Schneid-Geometrien

#### 5.1. Einleitung

Neben den praktischen Erfahrungen, zahlreichen Berichten im Internet (Ref. 4-6) und den hier beschriebenen Schadensfall sollte mittels einer FEM Analyse die möglichen extremen Schneidgeometrien für die CF Schneide verglichen werden. Diese FEM Analyse stellt die 72 ° und die 90 ° Schneidengeometrie gegenüber.

Folgende Fragen sollen mit der Simulation versucht werden zu beantworten:

- Hat der unterschiedliche Schneidenwinkel einen Einfluss auf die Verformung der Kupfer-Dichtung?
- Wie sieht die Beanspruchung der Kupfer-Dichtung für beide Fälle aus?
- Wie sehen die Spannungen in den beiden Schneidengeometrien aus?





Abbildung 04: Bildliche Gegenüberstellung der beiden Schneiden-Geometrien. Links die Schneidgeometrie mit 90 °, rechts mit 72 °. Die roten Linien verdeutlichen den unterschiedlichen Winkel der Schneide.

#### 5.2. Randbedingungen der Simulation

Die FEM Analyse wurde von Martin Lemke einem Kollegen bei ZM1 durchgeführt. Der Hinweis auf seine komplette Arbeit befindet sich im Anhang dieses Berichtes.<sup>2</sup> In dieser Simulation wird ein NW 100 CF Flansch untersucht. Dabei wird die Verformung und Krafteinwirkung an den beiden Geometrien beim Anziehen einer Flanschverbindung untersucht. Der Flansch wird in der Simulation mit einem Rohrstück verbunden, um eine möglichst praxisnahe Simulation zu erhalten. Als Dichtungselement wird eine handelsübliche OFHC Kupferdichtung, mit einer Härte von 75 HV verwendet. Diese ist im DESY Lagerbestand und wird im häufig im Anlieferungszustand verwendet. Als Flanschwerkstoff wurde die Materialkennwerte für einen 1.4429 ESU (AISI 316 LNE) verwendet. Die Analyse soll mehr Aufschluss über die Spannungen an den Kontaktstellen geben. Ferner soll der Vergleich aufzeigen, wo es zwischen diesen Geometrien Unterschiede gibt, sofern welche vorhanden sind. Damit herausgefunden werden kann wie evtl. die Standfestigkeit der Schneide beeinflusst wird. Der signifikante Unterschied der beiden Geometrien liegt in dem um 18° unterschiedliche Schneiden-Eingriffs-Winkel. Dieser befindet sich an der Vakuumseite des Flansches. Der Winkel an der Atmosphärenseite ist in beiden Versionen gleich. Die Kupferdichtung liegt frei (mit 0,1 mm Spalt aus der vorliegenden Toleranz der CF Flansche berücksichtigt) und wird nicht zwangsgeführt. Die kompletten Randbedingungen der FEM werden an dieser Stelle nicht erläutert, diese werden ausführlich in dem genannten Bericht von Martin Lemke beschrieben. Die Arbeit wurde mit der Simulationssoftware ANSYS durchgeführt. Dabei gab es anfangs größere Probleme mit der Konvergenz der FE-Modelle. Das liegt an der hohen plastischen Verformung der Kupfer-Dichtung und dem damit verbundenen, nicht linearen Verhalten. Hierfür können explizite Lösungsverfahren möglicherweise besser geeignet sein. Nach mehreren Anläufen wurde ein 2D-Axialsymmetrisches FE-Modell der impliziten Methode mit finiten Elementen im Körper der Cu-Dichtung, die mit linearem Elementansatz arbeiten, da diese toleranter gegenüber großen Elementverformungen sind. Die anderen Bauteile sind mit

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> CF Flanschschneiden-Geometrien "Ein detaillierter Vergleich zweier CF Flansch-Geometrien, Martin Lemke, DESY ZM1, 2016

HELMHOLTZ	Seite 23 von 64	DESY-MDI 3	
	Version: 05	Silke Vilcins	



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

finiten Elementen und quadratischem Elementansatz vernetzt worden. Das FE-Modell wurde ebenfalls axialsymmetrisch aufgebaut. Der Flansch wurde um 0,36 mm in die Kupferdichtung verschoben, die damit extrem plastisch verformt wird. Der Reibungskontakt wurde mit einem  $\mu_r$  von 0,18 festgelegt.

#### 5.3. Ergebnisse

Hier werden zusammenfassend die Ergebnisse aus den verschiedenen Simulationen dargestellt.

- 1. Gesamtbetrachtung der Schneiden im gemeinsamen Vergleich
  - a. Beide Schneiden erfahren unterschiedliche Belastungen.
  - b. Das plastische Verformungsverhalten der Kupfer-Dichtung wird gezeigt.
  - c. In beiden Geometrien sind die Berührungspunkte von Schneide und Dichtung deutlich erkennbar.







Abbildung 05: Zeigt die 90 ° Geometrie

Abbildung 06: Zeigt die 72 ° Geometrie

- 2. Verformungen an den beiden Schneiden im Detail
  - a. Wenn die Kupfer-Dichtungen alleine betrachtet werden, zeigt sich ein von der CF Schneide unabhängiges Verformungsverhalten.
  - b. Die radiale Verformung zur Atmosphärenseite beträgt ca. 0,36 mm.
  - c. Radiale Verformung zur UHV Seite beträgt ca. 0,12 mm.
  - d. Das Fließen der Dichtung nach innen wird durch eine ungleiche Materialverteilung (gegeben durch den Ansatzpunkt der Schneide an der Dichtung) behindert, somit findet eine Gesamtverschiebung des CF Dichtungssystems radial nach außen statt.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/ Montage

Datum: Juni 2017



Abbildung 07: Zeigt die 90 ° Geometrie Abbildung 08: Zeigt die 72 ° Geometrie

#### 3. Äquivalent- plastische Dehnungen im Vergleich

- a. Die Beanspruchung der Kupfer-Dichtungen unterscheidet sich im Detail
- b. Es sind unterschiedlich starke Dehnungen zu erkennen.



Abbildung 09: Zeigt die 90 ° Geometrie Abbildung 10: Zeigt die 72 ° Geometrie

HELMHOLTZ	Seite 25 von 64	DESY-MDI 3	
	Version: 05	Silke Vilcins	



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

- 4. Dargestellter Vergleich der Vergleichsspannung nach Mises an den Schneiden
  - a. Der Vergleich zeigt eine erhebliche Differenz in der Vergleichsspannung
  - b. Erhöhte Spannungen am Fuß der 72 °-Schneide



Abbildung 11: Zeigt die 90 ° Geometrie



Abbildung 12: Zeigt 72 ° Geometrie

- 5. Dargestellter Vergleich der Vergleichsspannung nach Mises an den Schneiden mit einheitlicher Skalierung
  - c. Einheitliche Skalierungen der Ergebnisse für beide Schneiden-Varianten von 0 bis 210 N/mm<sup>2</sup>
  - d. An beiden Schneiden sind ähnliche Maxima am Schneiden-Radius zur Kupfer-Dichtung um die 210 N/mm<sup>2</sup> ersichtlich
  - e. Die Schneiden zeigen durch die Fließbewegung der Dichtung (radial nach Außen) und durch die Reibkraft am Schneiden-Radius eine Biegung und ein Spannungs-Maximum im Radius des Übergangs zum massiveren Flanschteil





Abbildung 14: Zeigt die 72 ° Geometrie

- 6. Dargestellter Vergleich der **Biegebeanspruchung** an den Schneiden
  - f. Die Krafteinwirkung erfolgt von der Vakuumseite hin zur Atmosphärenseite
  - g. Die Reibkraft wirkt entgegen

HELMHOLTZ	Seite 26 von 64 Version: 05	DESY-MDI 3		
		Silke Vilcins		



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

h. Beide Geometrien erfahren Kräfte aus der gleichen Richtung











Abbildung 17: 90 ° Schneide

Abbildung 18: 72 ° Schneide

Die beiden Abbildungen 17 und 18 zeigen den Vergleich der beiden Schneidengeometrien mit gleicher Skalierung. Generell sind die mechanischen Spannungen in der Dichtung in beiden Varianten nahezu identisch. Dagegen sind die Spannungen in den CF Flanschen deutlich unterschiedlich. Die DESY 72 ° Schneidwinkel-Variante hat deutlich mehr konzentrierte Spannungs-Zonen verglichen mit der 90 ° Schneidgeometrie. Die Verteilung der Zonen in der 90 ° Variante ist auch homogener. Die Spannung in der Kontaktzone zeigt eine Höhe bis zu 470 N/mm<sup>2</sup>. Das Ergebnis ist direkt aus dem Model abgeleitet und Spannungen bis zu einer Höhe von 320 N/mm<sup>2</sup> sind durchaus möglich. Die Geometrie mit dem 90° Winkel hat mehr Kontaktflächen als die 72° Variante und ist deshalb geeigneter die Kräfte aufzunehmen, die während dem Anziehen der Schrauben auf die Schneide übertragen werden. Demzufolge werden höhere Kräfte benötigt, um gleiche Eindringtiefen in den Cu-Dichtungen zu erlangen.

HELMHOLTZ	Seite 27 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

#### 5.4. Zusammenfassung der FEM Simulation

Die beiden Geometrien erfahren praktisch die gleiche Beanspruchungs-Situation (Druck, Verformung und Fließen der Dichtung radial nach außen). Die Kupfer-Dichtung wird nicht wesentlich unterschiedlich durch die beiden Geometrien der Schneide beeinflusst, hierbei dominieren die Fließeffekte in der Dichtung. Diese werden durch den Vortrieb der CF Schneide in das Kupfer erzeugt. Die Kräfte, die durch die 72 ° Schneide in die Dichtung eingebracht werden sind niedriger als die der 90 ° Schneide, was sicher erklärbar ist, da ein scharfes Messer eine Tomate besser schneidet, als ein stumpferes Messer. Jedoch steigt damit das Risiko einer Kerbbildung und Rissbildung, weil eher Scherspannungen als Druckspannungen auftreten.

Deutlichere Unterschiede gibt es in der Biegebeanspruchung zwischen den Schneiden-Varianten. Die 72 °Geometrie erfährt eine höhere Biegebeanspruchung, was zu einer bleibenden Verformung an der Schneide führen kann. Was aufgrund der deutlich spitzeren Schneide im Vergleich zur 90 ° Geometrie plausibel ist. Die 90° Schneide ist deutlich stabiler gegen Biegung oder Knickung. In der Vergleichsspannung nach Mises zeigen beide Varianten ein ähnliches Verhalten, wobei deutlich wird, dass sich die Spannung bei der 72 ° Geometrie lokal auf einen kleineren Bereich erstrecken. Durch die Darstellung der Biegebeanspruchung auf Abbildung 16 (eingekreister Bereich) wird deutlich, dass ein sehr kleiner Eckenradius im Grund oder eine scharfkantige Ausführung dieses Übergangs ebenfalls einen großen Einfluss auf die Steifigkeit haben. Wenn dieser Radius nahezu scharfkantig ausgeführt wird, besteht an dieser Stelle eine Gefahr der Kerbwirkung.

Durch das Fließen der Dichtung werden die ehemaligen Berührungspunkte von der Schneide verschoben, aufgrund einer extremen plastischen Verformung entsteht dann ein Spalt. Dieser ist in Schliffbilder bei einer entsprechenden Vergrößerung auch zu erkennen. (Siehe Kapitel 6.5.2)

Die Grenzen der FEM Betrachtung liegen in dem speziellen Verhalten der Werkstoffe unter Krafteinwirkung. Ein Kaltverfestigen der Kupferdichtung ist unter dem hier verwendetem "Bi-Linearen, isotropischen Material" bedingt darstellbar. Wenn auch sehr viel einfacher als in der Realität vorhanden. Im nachfolgenden Kapitel werden weitere Prüfungen, Analysen und Materialtests beschrieben.

### 6. Materialtests, Prüfungen und Analysen und deren Ergebnisse

#### 6.1. Einleitung

Nach dem ersten Entdecken dieser Beschädigungen an den Dichtschneiden wurden entsprechende Fotos gemacht und das Material beim Lieferanten des Vormaterials reklamiert. (Fotos der Beschädigungen an den Schneiden dazu im Anhang). Die Werkstoff-Prüfzeugnisse zeigen keine deutlichen Unterschiede zu den vom DESY geforderten Werten, diese bildeten bereits die Grundlage bei der Materialbestellung. Die Härte im ausgewiesenen Prüfzeugnis wurde im unteren Bereich mit 158 HB angegeben. Der untere Grenzwert in der DESY Spezifikation liegt bei 160 HB.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Generell unterliegen alle Messungen einer prozentualen Fehlerrate von bis zu 5 %. Es gibt andere Forschungs-Institute wie z.B. das PSI, die für UHV Flansche noch geringere Härte-Werte zulassen. Jedoch ist dann der Schneiden-Winkel mit über 100° angegeben, so auch an den Flanschen beim PSI in der Schweiz. Es wurden nun nach den Montage-Tests mit den unterschiedlichsten Dichtungen, den FEM Simulationen weitere externe Material-Analysen durchgeführt.

Eine Reklamation des Vormaterials verlief negativ, da durch einen Übertragungsfehler die DESY Spezifikation nicht mit der Materialbestellung dem Lieferanten übermittelt wurde. Im Weiteren beschreibe ich alle durchgeführte Prüfungen, Tests und Versuche und deren Ergebnisse.

#### 6.2. Weitere Montageversuche mit unterschiedlichem Dichtungs-Material

Nachdem das Problem erkannt und erfasst wurde, wurden alle Vakuumkammern demontiert. Es gab weitere Montage-Versuche mit normal harten Kupfer-Dichtungen, mit weich geglühten Kupfer-Dichtungen, mit normal harten "Taper Seal" (TS) Kupfer-Dichtungen und mit weich geglühten TS-Kupfer-Dichtungen. Alle diese Versuche verliefen negativ.

Es wurde dann entschieden alle beschädigten Schneidkanten mechanisch nacharbeiten zu lassen. Diese Nacharbeiten wurden bei den beiden Herstellern der Vakuumkammern durchgeführt. Anschließend wurden neue Dichtversuche unternommen diese Vakuumkammern mit Kupfer-Flach-Dichtungen unter ISO 5 Reinraumbedingungen und mit zulässigen Drehmoment vakuumdicht zu verschließen. Unter Verwendung von herkömmlichen CF Kupfer-Flach-Dichtungen mit einer Härte von ca. 75 +/- 10 HV verliefen alle Dichtversuche negative. Auch die Verwendung von weichen, herkömmlichen Kupfer-Flach-Dichtungen mit einer Härte von ca. 50 HB ergab keine zuverlässige Vakuum-Verbindung.

Alternativ wurden einige Versuche mit normalharten und weichgeglühten s.g. "Taper-Seal" (TS) Kupfer-Flach-Dichtungen durchgeführt. Diese Dichtungen dichten ausschließlich auf der schrägen Fläche des Dichtungsbereiches und haben keinen Kontakt zur wirklichen Schneide. Nach den positiv verlaufenen Vor-Versuchen mit weichgeglühten TS – Dichtungen wurden für die Endmontage eine ausreichende Anzahl von Dichtungen dieser Art im Vakuumofen weichgeglüht. Leider erwies sich die darauf folgende Serien-Montage mit diesen speziellen Dichtungen als ebenso negativ. Warum es im Einzelnen mit den verschiedenen Dichtungs-materialien und –prinzipien praktisch nicht zu vakuumdichten Verbindungen gekommen ist, wurde nicht näher untersucht. Der notwenige Druck wurde nicht erreicht. Alle Versuche mit Kupfer-Dichtungen zeigten nach deren Montage das charakteristische Erscheinungsbild der Beschädigung (Aussehen gleicht einer Orangenhaut.

Um am Prinzip der Dichtung mittels Flach-Dichtung festzuhalten, wurden weitere Test-Montage mit weichen Aluminium-Flach-Dichtungen durchgeführt. Diese Versuche verliefen erfolgreich, jedoch einwies sich die Verwendung von weichen Aluminium-Dichtungen in den Vakuum-Kammern für den XFEL als unakzeptabel.



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Im Zuge der Nacharbeit stellte sich heraus, dass sich keiner der beiden Hersteller der Vakuum-Kammern an die 72° Schneide gehalten hat. Aufgrund einer einfacheren Fertigung wurde dieser 2° "Anstellwinkel" einfach weggelassen. Somit beträgt der Schneidenwinkel dann nur noch 70°.

Die Vakuum-Kammern der negativ verlaufenden Dichtversuche wurden entsprechend gekennzeichnet und ausgemustert.

#### 6.3. Interne Untersuchungen

#### 6.3.1. Ermittlung der Tiefe dieser Dellen in der "Orangenhaut" mittels 3 D Mikroskop

Um bessere Aufnahme der Schneide zu bekommen wurden mittels Drahterodieren entsprechende Probenstücken herausgetrennt. Einige Proben wurden in einem ersten Schritt unter ein nicht so leistungsstarkes 3D Mikroskop betrachtet. Das für die Aufnahmen unter 6.3.2. verwendete 3D Mikroskop besitzt eine wesentlich stärkere Auflösung. Dennoch erkennt man bereits auf den Aufnahmen des schwächeren Mikroskops Strukturen, die auf Korngrenzen hindeuten. Ebenso leichte Verwerfungen der Schneiden-Spitze und die unter 6.3.2. beschriebenen unter einem 45° Winkel auftretenden sich kreuzenden "Linien". Die Schärfentiefe der nachfolgenden Aufnahmen ist nicht optimal.



Bild 05: Zeigt ein Segment der beschädigten ConFlat–Schneide als Draufsicht auf die 20° geneigte Schneide mit 5-facher Vergrößerung. Betrachtet unter einem Keyence 3 D Mikroskop Typ VHX-600D.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/ Montage

Datum: Juni 2017



Bild 06: Zeigt ein weiteres Segment der beschädigten ConFlat–Schneide als Draufsicht auf die 20° geneigte Schneide mit 5-facher Vergrößerung. Betrachtet unter einem Keyence 3 D Mikroskop Typ VHX-600D.

Da diese Aufnahmen noch keine Aussage über die wirkliche Tiefe der Verwerfungen geben konnte, wurden Messungen mit einem dafür geeigneteren Mikroskop durchgeführt.

#### 6.3.2. Mittels hochauflösendem 3 D Mikroskop

Um eine bessere Aussage über die Tiefe der Beschädigungen machen zu können, hat ein Kollegen mit einem leistungsstarken 3D Mikroskop entsprechende Aufnahmen und Messungen durchgeführt. Auf den folgenden Fotos sind die Deformierungen, die wir als "Orangenhaut" bezeichnen deutlich zu erkennen. Sie treten am stärksten genau an der Schneiden Spitze auf, jedoch, wenn man den Maßstab mit einbezieht, sind diese Beschädigungen bis in einer Länge von 400 µm zu erkennen. Das ist genau der Bereich der den größten Anteil an einer vakuumdichten Verbindung hat. Ferner sind sehr starke, linienförmige Einkerbungen zu erkennen. Wenn man sich einige dieser Aufnahmen anschaut, kann die Vermutung geäußert werden, dass die Randzone dieser Verwerfungen, ein Abbild der Korngrenzen darstellen könnte. Diese kann durch weitere Messungen sicher genauer untersucht werden. Hierzu müssen dann entsprechende Proben chemisch entsprechend behandelt werden. Die Korngröße des verwendeten Materials lag bei 3 nach ASTM E 112. Deren Tiefe der Verwerfungen ließ sich mit dem 3D Mikroskop leider nicht ermitteln, jedoch verlaufen sie in einem ca. 45 ° Winkel bezogen auf die Schneidkanten. Deutlich zu erkennen sind auch die konzentrischen Bearbeitungsrillen. Des Weiteren ist die Deformation der Schneid-Spitze (Wellenlinie im oberen Bildteil), sehr gut abgebildet.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/ Montage

Datum: Juni 2017



Bild 07: Zeigt ein Segment der beschädigten Schneide bei einer 10-fach Vergrößerung betrachtet unter einem qualitativ hochwertigen 3 D –Mikroskop. Der Betrachtungswinkel ist rechtwinklig auf die 20°-Schneide.



Bild 08: Zeigt ein weiteres Segment der die beschädigte Schneide betrachtet ebenfalls unter demselben Mikroskop. Der Betrachtungswinkel ist rechtwinklig auf die 20°-Schneide.

HELMHOLTZ	Seite 32 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/ Montage

Datum: Juni 2017



Bild 09: Auf dieser Aufnahme sind die unter 45 ° kreuzenden "Linien", die bereits sehr deutlich auf dem Bild 07 zu erkennen sind, vergrößert dargestellt.



Bild 10: Auf dieser letzten Aufnahme sind die Bearbeitungsrillen, welche von den "45 °-Linien" geschnitten werden, gut zu erkennen. Ebenfalls ist zu erkennen, dass diese 45 °- "Linien" räumlich aus der Oberfläche heraustreten. Die Länge dieser "Linien" kann mit ca. 100 bis 200 µm angegeben werden.

HELMHOLTZ	Seite 33 von 64	DESY-MDI 3		
	Version: 05	Silke Vilcins		



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

#### 6.4. Umfangreiche externe Untersuchungen

Zu den bereits gleich zu Beginn des Auftretens der Schäden durchgeführte Material-Analyse gehört auch die Härte-Prüfung an den fertigen Vakuum-Kammern mittels stationärer und mobiler Härte Messung, sowie auch an dem vorhandenem Rest-Material (Ausgangs-Material). Hierzu wurden zum einen entsprechende Proben entnommen und dem DNV-GL für die Durchführung von Härtemessungen bereitgestellt. Zum anderen wurde ebenfalls jeweils von einer Vakuum-Kammer (OTR A/C und OTR B) ein Stück Material abgetrennt. An diesem Material wurden neben einer Härte-Prüfung auch die Korngröße ermittelt und die nichtmetallischen Einschlüsse bestimmt.

Des Weiteren wurde vom Stahl-Lieferanten Härte-Messungen bei TÜV Nord in Auftrag gegeben und parallel dazu weiteres Material bei einem anderen Stahl Hersteller geprüft. Es wurden Zugversuche durchgeführt und die Härte daraus umgerechnet.

Ferner wurde eine im Reinraum an einem OTR- Kammer verbaute, normal harte Kupferdichtung zur Härteprüfung an die BAM in Berlin gegeben. Die BAM führte ebenfalls die Schichtdickenmessungen an nitrierten und kolsterisierten Proben einer OTR A/C Kammer durch. An diesen Proben wurden Mikrohärte-Messungen dieser Schichten durchgeführt.

#### 6.4.1. Stationäre Härteprüfung an einer OTR B Vakuumkammer

Eine OTR B Vakuumkammer wurde sofort nach der Sichtung aller Kammern direkt zum DNV-GL nach HH-Harburg gebracht. Dort wurde im Beisein vom MDI 3 Kollegen die Messung ausgeführt. Abmessung und das Gewicht der Kammer lag an der Gewichtsgrenze der Kapazität des Messgerätes. Die Prüfung erfolgte, wie auf dem Foto zu erkennen auf der Oberseite der Kammer. Betrachtet man das Rohmaterial fand diese Messung entlang der Schmiedeachse und somit in Längsrichtung zur Faser statt. Kein Messwert erreicht den im Werkstoff-Abnahmezeugnis angegebenen unteren Wert von 158 HB. Der geringste gemessen Wert lag bei 145 und der höchste bei 154.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Montage Datum: Juni 2017

Fertigung/



Bild 11: Zeigt den Prüfaufbau einer OTR B Kammer beim DNV-GL in Hamburg

#### 6.4.2. Ergebnisse

Die erste stationäre Messung an einer OTR B Vakuum-Kammer fand direkt beim DNV-GL in Harburg statt. Geprüft wurde nach DIN EN ISO 6506-1 mit HBW 187,5/2,5 ergaben folgende Werte:

Prüfbericht für Werkstoffe Test-report for materials			<b>Prüf-Nr.:</b> Test-No.:		14 05 207 HH	
Härte Brinell Hardness Brinell act	<b>gem.</b>	DIN EN ISO N ISO 6506-1	6506-1			E0406 / 1
HBW		EW1	EW2	EW3	MW	
HBW	min	SV1 160	SV2 160	SV3 160	Average 160	
	max	100	100	100	100	
2,5/187,5	inda	149*	150*	154*	151*	
Bemerkung Remark	Mess	stelle 1				
HBW		EW1	EW2	EW3	MW Average	
	min	160	160	160	160	
	max					
2,5/187,5		145*	149*	147*	147*	
Bemerkung Remark	Mess	stelle 2				
HBW HBW		EW1	EW2	EW3 SV3	MW Average	
	min	160	160	160	160	
	max					
2,5/187,5		152*	151*	149*	151*	
Bemerkung Remark	Mess	stelle 3				

\* Die Anforderungen sind nicht erfüllt.

Darstellung 01: Tabellarische Übersicht der Messergebnisse der ersten Messung bei DNV-GL in Hamburg im Mai 2014.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Kein Messwert erreicht den unteren Wert im Werkstoff-Abnahmezeugnisse von 158 HB. Der geringste gemessen Wert lag bei 145 und der höchste bei 154.

#### 6.4.3. In situ- Härteprüfung aller Vakuumkammern

Aufgrund der vorhergehenden Messung wurde veranlasst, dass an alle Vakuumkammern eine Härte-Messung erfolgen muss. Um die Messung aufwandtechnisch so gering wie möglich zu halten wurde sich für eine mobile Härte-Messung der Kammern am DESY entschlossen. Die mobile Messung beruht auf dem Rückprall-Verfahren, gegenüber dem Eindruck-Verfahren bei stationären Messungen. Vorab wurden einige Kontroll-Messungen aufgeführt. Dazu wurden einige Probestücke zuerst stationär und gleich im Anschluss mobil gemessen. Die Abweichung aus beiden Verfahren lag unter 1%. Somit konnten die stationären Messungen mit den mobilen Messungen vergleicht werden. Die mobile Messung am DESY wurde mit einem Krautkramer MIC 20 durchgeführt. Alle gemessenen Werte wurden tabellarisch erfasst und gegenüber gestellt.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/

#### 6.4.4. Ergebnisse

Die mobile Härte-Messung am 10.07.2014 ergab folgende Werte für den Typ A/C:



Diagramm 01: Darstellung der Härte-Werte für alle OTR A/C Kammern

Als Minium-Wert wurde 122 ermittelt und als Maximum-Wert 164. Die durchschnittliche Härte aller 20 gemessenen Kammern lag bei 135 HB.

Die mobile Härte-Messung ergab folgende Werte für den Typ B:



Diagramm 02: Darstellung der Härte-Werte für alle OTR B Kammern

HELMHOLTZ	Seite 37 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an
ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern
des XFEL

Als Minium-Wert wurde 129 ermittelt, der Maximum-Wert lag bei 151, es ergab sich eine durchschnittliche Härte aller 29 gemessenen Kammern von 137 HB.



Das folgende Diagramm stellt bei Kammern gegenüber:

Diagramm 03: Vergleich der Härte-Werte beider Kammer-Typen (Härtewert zu Anzahl der Kammern, gleicher Härte)

Zu erkennen ist, dass beide Kammer-Typen unterschiedliche Härte-Werte-Verläufe zeigen. Zum Verständnis, die Kammern vom Typ A/C wurden wasserstoffentgasungs geglüht, die des Kammer-Typs B nicht. Der Großteil der Vakuum-Kammern liegt in einem Härte-Bereich zwischen 130 und 135 HB. Die Hälfte der Kammern vom Typ A/C liegt unter 135 HB. Bei Rohmaterial handelt es sich um zwei verschiedene Chargen, da es zwischen den Bauteilen und der Charge keinen Bezug oder Dokumentation gibt, kann dadurch der Bezug zum entsprechenden 3.1 Zeugnis nicht mehr hergestellt werden. Ein Vermischen der Chargen ist denkbar. Die OTR A/C Kammern sind in der Härte niedriger als die OTR B. Der Ausreißer vom Typ A/C mit einem Wert von 160 ist ein Typ B Block, der aufgrund eines Fehlers bei der Erstellung als Ersatz Block für eine OTR A/C Kammer verwendet wurde. Eine wirkliche Erklärung warum diese Kammer höhere Werte in den Einzelmessungen aufweist liegt nicht vor.

#### 6.4.5. Materialuntersuchungen am Rohmaterial

Eingangs wurden verschieden Proben für eine Härte-Messung aus dem vorhandenen Restmaterial entnommen. Die Reststücke sind ca. 150\*230 mm groß und ca. 25 mm dick. Die Probenentnahme erfolgte am Rand und in der Mitte dieser rechteckigen Scheiben. Es handelt sich zwar um zwei verschiedene Schmelzen, jedoch konnte nicht aus beiden Chargen entsprechende Proben entnommen, da zu der zweiten Schmelze kein entsprechend deklariertes Restmaterial mehr vorhanden ist. Die Messungen





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

wurden nun zusätzlich auch quer zur Faser, also im Querschnitt des Schmiedestückes, durchgeführt. Die untersuchte Charge ist die 212186.

Um herauszufinden, ob das Wasserstoffentgasungs-Glühen einen Einfluss auf die Härte hat, wurden dieser Vergleich aus Rohmaterial und bearbeiteten Kammern gemacht. Als Referenz diente jeweils eine Vakuum-Kammer je Typ aus der Material entnommen wurde. Diese Untersuchung wird weiter unten beschrieben.

#### 6.4.6. Härtemessung des Ausgang-Materials

An allen Proben wurde eine stationäre Härte-Messung beim DNV-GL in Harburg durchgeführt. Für diese Messung wurde dasselbe Gerät verwendet wie für die Messung unter 6.4.1. Die Präparation erfolgte ebenfalls beim DNV-GL. Die Proben wurden an DESY zurückversandt.

#### 6.4.7. Ergebnis

Das Ergebnis der Mess-Reihen an dem Rohmaterial ist der nachfolgenden Tabelle zu entnehmen. Alle Werte liegen auch hier unterhalb der Werte aus den 3.1. Abnahme-Zeugnissen. Der kleinste Wert ist 141 und der größte gemessene Wert liegt bei 152. Vergleicht man diese Werte mit den Werten aus der Messreihe unter 6.4.4. so kann festgestellt werden, dass sich das Ausgangs-Material und die fertigen Vakuum-Kammern in den Härte-Werten um 10 HB unterscheiden. Da sich die Härte beiden Kammer-Typen, nach der Fertigung, nicht wesentlich unterscheidet, kann festgestellt werden, dass das Wasserstoffentgasungs-Glühen keinen wesentlichen Einfluss hatte. Es lässt sich nach diesen Prüfungen nicht erklären wie dieser 10 HB Unterschied zustande kommt.





Fertigung/ Montage

Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Anzahl Number		Gegen Obje	stand		Abmessungen Dimension	Schmeize Heat-No.	Stück-Nr. Piece-No	Proben-Nr. Test piece no.	ldNr. Id-No.
1		Probenstück	/ test piece		D x B x L [mm] 40 x 150 x 115	212186-0.7	-	1	F0426 / 1
Härte Hardness	Brine Brinell	acc. to DIN EN	IN EN ISO	6506-1					F0426 / 1
Härte		R1	R2	R3	R4	R5			
Harchass		150	149	149	148	145	Ø 145 9	1	
2.5/187	.5	L1	L2	L3	L4	L5	¢ 113,5		
		146	146	144	141	143			
Anzahi		Gegen Obj	stand		Abmessungen Dimension	Schmeize Hest-No.	Stück-Nr. Pieca-No.	Proben-Nr. Test piece no.	ldNr. IdNo.
1		Probenstück	/ test piece		D x B x L [mm] 40 x 150 x 75	212186-2.3	-	2	F0427 / 1
Härte Hardness	Brine Brinefi	ell gem. E acc. to DIN El	DIN EN ISO 1/SO 6506-1	6506-1					F0427/1
Härte		P1	00	D2	P4	DE			
			RZ	R.3	114	n.)			
Hardness		146	146	144	141	143	Ø 144.5	٦	
Hardness 2,5/187	',5	146 L1	146 L2	144 L3	141 L4	143 L5	Ø 144,5		
Hardness 2,5/187	,5	146 L1 145	K2 146 L2 146	144 L3 145	141 L4 142	143 L5 147	Ø 144,5		
Harchess 2,5/187 Anzahi Number	<b>7</b> ,5	146 L1 145 Geger	KZ 146 L2 146	144 L3 145	Abmessungen Dimension	143 L5 147 Schmeize	Ø 144,5 Stück-Nr. Piece-Ne	Proben-Nr. Test piece no.	ldNr.
Harchets 2,5/187 Anzahi Nushber 1	7,5	146 L1 145 Geger Ob Probenstüct	KZ 146 L2 146 stand stand stand stand	144 L3 	141 L4 142 Abmessungen Dx B x L [mm] 40 x 150 x 35	143 L5 147 Schmeize Heat-No. 212186-3.5	Ø 144,5 Stück-Nr. Piso-No	Proben-Nr. Test piece no. 3	IdNr. MNo. F0428 / 1
Hardness 2,5/187 Anzahl Number 1 Härte Hardness	7,5 Brine s Brinell	146 L1 145 Geger Probenstück ell gem. I erc. to DIN El	K2 146 L2 146 stand sci (/ test piece DIN EN ISO V JSO 6506-1	144 L3 145 6506-1	141 L4 142 Abmessungen DxBxL (mm) 40 x 150 x 35	143 L5 147 Schmeize Heat-No. 212186-3.5	Ø 144,5 Stück-Nr. Pitos-No	Proben-Nr. Test piece no. 3	IdNr. M-No. F0428 / 1 F0428 / 1
Harchess 2,5/187 Anzahl Number 1 Härte Hardness Härte	7,5 Brine s Brinell	146 L1 145 Geger Probenstück ell gem. I ercc. to DIN El R1	K2 146 L2 146 Istand sect (/ test piece DIN EN ISO V /SO 6506-1 R2	144 L3 145 6506-1	141 L4 142 Abmessungen DxBxL (mm) 40 x 150 x 35	143 L5 147 Schmeize неа/-№. 212186-3.5	Ø 144,5 Stück-Nr. Pitos-No	Proben-Nr. Test piece no. 3	ld, Nr. M-No. F0428 / 1 F0428 / 1
Hardness 2,5/187 Anzahi Number 1 Härte Hardness Härte Hardness	7,5 Brine s Brinell	146 L1 145 Geger Probenstück ell gem. I acc. to DIN El R1 141	R2 146 L2 146 istand sci / test piece DIN EN ISO V /SO 6506-1 R2 142	144 L3 145 6506-1 R3 149	141 L4 142 Abmessungen Dimension D x B x L (mm) 40 x 150 x 35 R4 149	143 L5 147 Schmeize Heat-No. 212186-3.5 R5 150	Ø 144,5 Slück-Nr. Pitot-No	Proben-Nr. Test pixee no. 3	IdNr. 10No. F0428 / 1 F0428 / 1
Harchess 2,5/187 Anzahi Nuanber 1 Härte Härte Härte Härtess 2,5/187	Brind s Brinell	146 L1 145 Geger Probenstück ell gem. I acc. to DIN El R1 141 L1	K2 146 L2 146 istand ect istand ect istand ect istand ect istand ect istand ect istand ect istand ect istand ect istand ect istand ect istand i i i i i i i i i i i i i i i i i i i	144 L3 145 6506-1 R3 149 L3	141 L4 142 Abmessungen Dx B x L (mm) 40 x 150 x 35 R4 149 L4	R5 143 L5 147 Schmeize Heat-No. 212186-3.5 R5 150 L5	Ø 144,5 Stück-Nr. Piece-No - Ø 147,3	Proben-Nr. Test pitce no. 3	IdNr. 18No. F0428 / 1 F0428 / 1

Darstellung 02: Zeigt die drei Messreihen der drei Probestücke aus der Charge 212186

#### 6.4.8. Referenz-Messung des Ausgangs-Materials beim TÜV Nord

Ferner erhielt der Material-Lieferant eine weitere Scheibe des Rest-Materials um ebenfalls Härte-Prüfungen durchführen zu lassen. Diese Prüfung wurde beim TÜV Hamburg Nord durchgeführt. Das Material stammt ebenfalls aus der Charge 212186. Hier wurden ein Zugversuch und eine Härte-Prüfung durchgeführt. Der Zugversuch wurde durchgeführt, da das Rohmaterial ausschließlich auf dieser mechanischen Kenngröße hin reklamiert werden kann und damit ein 1:1 Vergleich zu dem 3.1 Zeugnis des Material-Herstellers möglich ist.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

#### 6.4.9. Ergebnis

Zugver DIN EN IS	such / t	ensile test A224						Bearbeiter /	tester: Mielk	e
Proben	Proben-	Proben-	0,2 %	1,0 %	Zugfestig-	Bruch-	Bruchein-	Bruchlage		Bemerkung
Nr.	lage	abmaße	Dehngren-	Dehngren-	keit	dehnung	schnürung			
specimen No.	specimen position	dimension of specimen	ze yield strength 0,2%	ze yield strength 1,0%	tensile strength	elongation	reduction in area	breakage pos.		remarks
			Rp0.2	Rp1.0	Rm	Ac	z	BI		
		mm	MPa	MPa	MPa	%	%			
A01	L 12,5 mm u.d.O.	Ø 10,00	243	270	520	60,3	84	m		
Soll/reg.*: 200					500 - 700	40				
*gemäß / acc. to: Kundenangabe / customer information				a: außermittig off-center	m: mittig E	Endbruch	S: Schweißnat	t G: Grundwerk	stoff Ue: Überg	ang lion zone

#### Härteprüfung / hardness test

DIN EN ISO 6506-1					10	1				Bearbeiter / tester: Mielke
Proben Nr.	Verfahren	Prüflast	Härte					Mittel-	Soll	Bemerkung
spec. No.	method	load	hardne	SS				wert	require	0-
			(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	means	ment	remarks
		1								
A02	HBW 2,5	187,5	139	145	143	149	146	144	/	Ø 144
		120	8 8							·

Darstellung 03: Zeigt das Ergebnis des Zugversuches und der Härteprüfung beim TÜV Nord der Charge 212186.

#### 6.4.10. Untersuchung der materialspezifischen Kennwerte

Des Weiteren wurde von zwei OTR Kammern, beider Typen, jeweils ein Stück Material (Ecke) abgetrennt. An diesen Proben wurden ebenfalls Härte-Messungen durchgeführt. Die mittels Schliffbild präparierten Materialstücke wurden anschließend zu einem Stahl-Hersteller versandt. Dort wurde eine Korngrößen-Bestimmung durchgeführt und die Nicht-Metallischen Einschlüssen der Proben bestimmt. Als Vergleichswerte dienten die Angaben im 3.1. Zeugnis, sowie die der DESY Spezifikation 2008/005. Anzumerken ist, dass derartige Prüfungen wenig Aussagekraft haben, da die untersuchten Probegrößen in keinem Verhältnis zu den wirklich verwendeten Materialmengen haben.

#### 6.4.11. Ergebnis

Die Härte Prüfung ergab ebenfalls vergleichbare Werte zu den anderen Messungen. Weder die Menge der nicht metallischen Einschlüssen oder die Korngröße gaben einen Hinweis auf ein der DESY Spezifikation nicht entsprechendes Material. Somit bleibt der wesentliche Unterschied die deutlich zu niedrige Härte des verwendeten Materials.

Die Härtewerte liegen zwischen 128 bis 137 HB (187,5/2,5) und somit ebenfalls weit weg von dem unteren Grenzwert der DESY Spezifikation von 160 HB. Die Korngröße lag zwischen 2 bis 3 und erfüllte ebenfalls nicht den Wert von 3-4. Der Reinheitsgrad konnte nur an einer Probe ermittelt werden, da unbedingt ein Längsschliff erforderlich gewesen ist. Die zweite Probe aber war für einen Längsschnitt zu klein. Der ermittelte Wert lag bei 5, der DESY-Grenzwert liegt bei K1 <=2.

HELMHOLTZ	Seite 41 von 64 Version: 05	DESY-MDI 3
		Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Die Härte-Prüfungen an dem Vormaterial lagen sowohl beim TÜV Nord, als auch bei den DNV-GL in Harburg dicht beieinander. Das Ausgangs- Material erfüllte streng betrachtet nicht die von DESY geforderten Grenzwerte. Der Vergleich zu dem 3.1. Zeugnis des Lieferanten erfolgt in der Zusammenfassung weiter unten. Die Proben sind DESY überlassen worden.

#### 6.4.12. Korrigiertes 3.1. Zeugnis

Der Vollständigkeit halber hier ein Auszug aus dem nachträglich korrigierten 3.1.Zeugnis des Stahl-Herstellers. Die hier ersichtlichen Werte sind noch immer deutlich höher als die von DESY durch unterschiedliche Prüfung ermittelten Werte. Die im korrigierten Zeugnis Werte von 154 und 155 HB liegen im Bereich der gemessenen Zugfestigkeit, sofern diese dann aus der Zugfestigkeit rechnerisch ermittelt worden sind. Was nicht eindeutig bestätigt wurde. Jedoch weichen auch diese korrigierten Werte dennoch erheblich von den gemessenen Werten ab.

AN B Purch	AN BESTELLER HOEDTKE GMBH & CO. KG METALL- UND LASERTECHNIK INDUSTRIESTRASSE 2-6 25421 PINNEBERG Purchaser/Cliente								
BEST Purch UNSE	ELL-NR. 6 haser's Orde RE AUFTRA	41016 r No./Ordine Nr. GS-Nr. : 8922	22	ZEICHEN DES LIEFERWERKES BERSCHMELZUNGSART ESU Brand of Manufacturer/ Marchio di fabbrica					
WER Mate GEGE Objec	KSTOFF: W rial/Material NSTAND : ct/Oggetto	V.Nr. 1.4435 Flachstahl ges	schmiedet	ZEICHEN DES PRÜFERS : Symbol of Inspector/ Punzone dell' Ispetto re Autorizzato MARKENBEZEICHNUNG : AS-435-ESU					
Cond ANFC Requ	ition of delive ORDERUNGE irements/Sp	ery/Stato di fornitura N Hoedtke Spe ecifica	z. 21.02.2012	2	Marc KENN Mark	a dell' acciaio NZEICHNUNG : ing/Marcature	Qual., Cho	g.Nr.	
POS. Pos./Pos	STŪCK Piece/Pezzi		ABN Dimensi	/ESSUNG on/Dimensione			SCHMELZE NR. Cast No./Colata Nr	PROBE NR Spec.Nr/Prove	. GEWICHT kg a Nr Weight/Peso
2 2	1	RM: /-/ 230 x 1 RM: /-/ 230 x 1	50 mm 50 mm				212186 3 210292 2		590 585
		Ergeb	nis der Prüfur	ngen / Te	est Results /	Risultato	delle prove		
PROB	E NR	0,2 % GRENZE STRECKGRENZE	1 % DEHN GRENZE	ZUGFESTIGKEIT	DEHNUNG Elongation	G EINSCHNÜRUNG KERBSCHLAGARBEIT nn Reduction of - Notch impact energy		GARBEIT tt energy	HÄRTE
Specimen Nr. Yield strength Prova Nr. Snervamento Ro 0.2 N/mm		Yield strength Snervamento Rp 0,2 N/mm 2	Proof strength Snervamento Rp 1,0 N/mm <sup>2</sup>	Tensile strength Resistenza Rm N/mm <sup>2</sup>	Allungamento A % L0= d5	Area Strizione Z %	Resilienza Av ISO-V Temp <sub>R</sub> T	D	Hardness Durezza HB
ANFORDERUNGEN mind. Requirements		mind. 235	500- 700	mind. 30	mind.	mind. 60		max. 215	
	2	244	284	528	54,7	83	,6 380,384,3	374	155* 154*
	3	245	284	526	53,6	84	,2 090,090,	502	1.04
(1) P	(1) PROBENLAGE / position of sample / Senso provini Q								

Darstellung 04: Zeigt das vom Stahl-Hersteller nachträglich korrigierte 3.2. Zeugnis vom November 2014.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

#### 6.5. Material-Prüfungen an den beim X-FEL verwendeten CF Kupfer-Dichtungen NW 50

#### 6.5.1. Einleitung

In diesem Bericht werden zusätzliche Untersuchungen, die mit OF-HC-Dichtungen CF Dichtungen durchgeführt worden sind, näher beschrieben. Diese Untersuchungen wurden teilweise in der Gruppe MDI 3, sowie auch extern in Prüflabore durchgeführt. Die beim XFEL eingesetzten CF 50 Dichtung, die extern über Zulieferer basierend auf der DESY Spezifikation 004/2008 bezogen wurde, gehören nicht zu dem DESY Lagerbestand und wurden individuell nach der entsprechenden Spezifikation beschafft. Weiter unten befindet sich ein Bild einer derartigen Dichtung als Schliffbild. Hier wurde eine Dichtung mit zwei CF 50 Flansche, mit unterschiedlichen Schneiden-Winkeln von 72° und 90°, montiert. Diese Dichtung wurde dann näher untersucht.

#### 6.5.2. Materialuntersuchungen an der Dichtung

Zu erkennen sind links und rechts im Bild 12 zwei unterschiedliche Einkerbungen (mit BE1 und BE2 bezeichnet). BE1 zeigt den Abdruck in der Dichtung, die entsteht, wenn ein CF UHV Flansch exakt nach den DESY Flanschdaten-Blätter gefertigt worden ist. Der Schneiden-Eingriffswinkel ist 72°. Der Anlage-Winkel für die Dichtung ist 20°. Zu erkennen ist, dass sich die Schneide sehr scharfkantig in die Kupfer-Dichtung eingearbeitet hat. Die Einkerbung BE2 zeigt eine in der Vakuumtechnik von dem überwiegenden Teil der Hersteller von Vakuum-Bauteilen verwendeter Schneiden-Geometrie. Diese hat einen Schneiden-Winkel von 90° und einen Anlage-Winkel von ebenfalls 20°. Gut zu erkennen ist, dass ein Radius an der Schneiden-Spitze vorhanden ist. Die Dichtung hat eine Härte von 82 HB vor dem Dichtungsversuch. Die Härte wurde an einigen Dichtungen der gleichen Charge ermittelt.



Bild 12: Das Schliffbild zeigt eine zuvor montierte DN 50 Kupfer-Dichtung aus einer nachbearbeiteten OTR A/C Vakuum-Kammer und eines DN 50 Flansch (Kaufteil) für den XFEL.

HELMHOLTZ	Seite 43 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017



Bild 13: Schliffbild einer montierten DN 50 Kupfer-Dichtung aus einer OTRA/C Vakuum-Kammer/DN 50 Flansch und den Bereich der Einkerbung BE2 unter Einwirkung einer 90° Schneiden-Winkel-Geometrie.



Bild 14: Schliffbild einer montierten DN 50 Kupfer-Dichtung aus einer OTRA/C Vakuum-Kammer/DN 50 Flansch und den Bereich der Einkerbung BE1 unter Einwirkung einer 72° Schneiden-Winkel-Geometrie.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/ Montage

Datum: Juni 2017

#### 6.6. Zusammenfassung der Prüfungen und Analysen

Aus den verschiedenen Materialuntersuchungen und Prüfungen ergaben sich einige neue Erkenntnisse. Ein durchaus überraschendes Ergebnis ergab sich aus der Mikro-Härte-Messung der komprimierten Kupfer-Dichtung. Betrachtet man zuerst einmal das Bild 14 mit den beiden Einkerbungen durch die unterschiedlichen Schneidgeometrien, dann erkennt man deutlich die sehr scharfkantig umrissene Einkerbung (BE1) durch die 72°-Schneidgeometrie. Die sehr scharfe Schneide zerteilt das Kupfer zwar mit weniger Kraftaufwand (siehe Kapitel FEM Analyse), jedoch bedeutet der geringere Schneiden-Winkel vom 72° deutlich höhere Spannungswerte gegenüber der Variante mit einem Schneidenwinkel von 90°. Ebenso hat diese Variante deutlich mehr Kontaktfläche um Kräfte aufzunehmen. Ferner bildet die scharfe Ecke im Grund der 72 ° Geometire, der tiefste Punkt der Schneide, eine Schwachstelle und erhöht somit das Risiko der Rissbildung. Ein Riss kann durch einen Materialfehler, Bewegungen, Temperatur-Schwankungen (Ausheizen, Abkühlen) begünstigt werden. Betrachtet man den Abdruck der Schneide in der Kupfer-Dichtung, die durch die 90 ° Schneide, Einkerbung (BE2), entsteht, so ist deutlich zu erkennen, dass die gerundet Einkerbung weniger Rissanfällig ist. Die zwei weiteren Bilder 13 und 14 zeigen die Härte-Prüfung in der plastischen Verdichtungszone durch den Eintritt der Schneiden in die Kupfer-Dichtung. Auf dem Bild 13 können Härte-Werte von 68 HV 0,01 am Rand der Einkerbung bis hin zu 124 HV 0,01 im Zentrum der Schneiden Zone abgelesen werden. Diese Werte gelten für die Einkerbung (BE2), die unter Einwirkung einer 90 ° Schneide entstehen. Betrachtet man dagegen den Härteverlauf der Einkerbung (BE1) unter Einwirkung der 72 ° Schneide so steigen die Härte-Werte stark an und erreichen fast den unteren Grenzwert der in der DESY Material-Spezifikation für Edelstahl, 002/2008 und 003/2008, der dort mit 160 HB angegeben ist. Der Maximal-Wert liegt hier bei 148 HV 0,01. Die Ausgangs-Härte der Kupfer-Dichtungen lag bei 85 HB. Vergleicht man den Ausgangswert und den durch die plastische Verformung entstandenen Wert, so liegt die Härtezunahme bei ca. 85 %. Die Kaltverfestigung von Kupfer unter Druck ist somit sehr hoch.

Die unterschiedlichen Härtemessungen wurden zusammengefasst und verglichen. Die gemessenen Werte weichen von denen des Material-Herstellers im Werkstoffabnahme-Zeugnis (3.1) bestätigten Werte stark ab. Das Zeugnis wurde in einer späteren Referenz-Messung vom Stahl-Hersteller nach unten korrigiert. Die Materialanalysen für die Bestimmung der nicht-metallischen Einschlüsse und der Korngröße wichen ebenfalls gering von dem 3.1. Zeugnis ab.

#### 7. Zusammenfassung

Zu Beginn des Berichtes geht es um die Motivation die zu diesem Bericht geführt hat. Weiter wird der Bezug zum E-XFEL Großprojekt beschrieben und in welchem Zusammenhang die hier im Bericht beschriebenen Vakuum-Kammern stehen. Es werden verschiedene Dichtungs-Prinzipien und die ConFlat-Schneide nach ISO/TS 3996-2 erklärt. Gefolgt von einem Kapitel über die Herstellung und Verarbeitung von hochlegierten Edelstählen. In dem wird auch das verwendete Material, der in diesem Bericht beschriebenen Kammern, exakt beschrieben. Erklärt wird wie es zu der Material-Auswahl gekommen ist. Es wird auch auf das verwendete Material für die Kupfer-Dichtung in Zusammenhang mit diesen Kammern eingegangen. Der gesamte Herstellungsprozess wird sehr ausführlich mit allen Einzelschritten erläutert.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/ Montage

Datum: Juni 2017

Danach folgt ein Kapitel in dem die eingeleiteten Sofort-Maßnahmen, nach der Entdeckung der Beschädigungen beschrieben werden, ebenso werden die beiden Verfahren "Kolsterisieren" und "Kalt-Nitrieren" beschrieben. Mit diesen Verfahren wurde versucht die Schneiden nachträglich zu härten, sodass sie unter Druck nicht mehr nachgeben. Das Kapitel 4 beschreibt mögliche Herstellungs-Verfahren großer Vakuumkammern. Gefolgt von einem kleinen Überblick auf die momentane Markt-Verfügbarkeit für derartige Vakuum-Kammern. Abgeschlossen wird das Kapitel durch ein s.g. "kleines Kochrezept" über sinnvolle Schritte bei dem Designe von komplexen Vakuum-Kammern.

Das nächste Kapitel beschreibt sehr ausführlich die FEM Simulation der Gegenüberstellung beider unterschiedlichen Schneiden-Geometrien. Die Probleme und Grenzen der FEM werden beschrieben, sowie die Ergebnisse aufgezeigt. Es werden die unterschiedlich hohen Spannungen in den beiden Varianten gezeigt. Die 90 °Schneide hat mehr Kontakt-Zonen und ist deshalb in der Lage höhere Druck-Spannungen aufzunehmen. Die 72 ° Schneide erfährt sehr hohe Spannungen. Die 72 ° Schneide erfährt im Scheitelpunkt der Schneide, zur Vakuumseite hin, höhere Schub-Spannungen, die durch das Fließen der Dichtung entstehen. Das Kaltverfestigen der Kupferdichtung kann nicht wirklich mittels FEM Analyse beschrieben werden. Hierzu sind praktische Tests der einzige Weg verlässliche Ergebnisse zu erhalten. Ein ausführlicher Bericht kann bei Martin Lemke (ZM1) nachgefragt werden.

Die reinen Härtemessungen unter verschiedenen Bedingungen, sowie stationär als auch mobil zeigten starke Abweichungen der in den 3.1. Zeugnissen eingetragenen Werte. Auch die Untersuchung der Härte an noch verbliebenem Restmaterial, ohne jegliche Wärmebehandlung oder Wärmeeintrag durch mechanische Bearbeitung, ergaben unterschiedliche Härte-Werte als in den 3.1. Zeugnissen attestiert wurden. Im ursprünglichen Zeugnis wurde eine Härte von 158 HB ausgewiesen. DESY bekam Material aus zwei unterschiedlichen Chargen, die mobile Härte-Messung ergab für die ORTA/C Kammern einen durchschnittlichen Wert von 135 HB (187,5/2,5). Für die OTR B Kammer lag die durchschnittliche Härte bei 137 HB. Die geringsten Werte lagen bei 122 HB für Typ A/C und bei 129 HB für den Typ B. An einer OTR B Kammer wurde ein Wert von 160 HB gemessen, welcher eine Ausnahme blieb. Warum diese Kammer einen überdurchschnittlichen Messungen von unabhängigen Stellen geprüft wurde, wurde durch eine Härte-Prüfung vom Stahlhersteller der ursprünglich bescheinigte Wert nach unten korrigiert.

Die Analyse der Korngrößen und der nicht metallischen Einschlüsse ergab auch leichte Abweichungen zum jeweiligen 3.1. Zeugnis. Die mikroskopischen Aufnahmen der Schneiden zeigen deutlich die Beschädigungen an der Oberfläche und an der Schneidkante. Die wellenartige "Orangen-Haut" ähnliche Oberfläche mit den Unebenheiten tritt deutlich hervor. Des Weiteren ist zu erkennen wie die Oberfläche der Schneide durch den Druck bereits Risse aufweist. Das Aussehen der Risse bildet die Korngrenzen des Materials ab. Die Risse sind praktisch an den Korngrenzen entstanden. Somit ist die Korngröße des Materials deutlich erkennbar.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

### 8. Fazit und Ausblick

Vorwegstellen möchte ich die Entwicklungen auf dem Stahlmarkt in Europa für diese Werkstoffe. Derzeit stagniert der Stahl in Europa. Dabei wird nach Einschätzung des "Competence Center Metals" (kurz pwc) von 2015, mit einem Rückgang der Produktion von mehreren Prozenten gerechnet. Das betrifft den gesamten Stahlmarkt in Europa, wobei die Einbrüche im Segment der hochlegierten Edelstähle weitaus höher sind. Durch die geringeren Rohöl-Preise ist der Markt der Rohöl-Förderungs-Industrie fast zum Erliegen gekommen. Was in Europa auch zum Zurückfahren dieser Stahlsorten bei verschiedenen Stahl-Herstellern geführt hat oder auch teilweise zur Schließung vom ganzen Werksbereichen, wie beispielweise bei der Firma Kind&Co in Wiehl.

DESY wiederum gehört nicht zu den Großkunden mit hohen Abnahmemengen an diesen Werkstoffen. Für die meisten Stahllieferanten sind die Bedarfsmengen von DESY eher geringfügigen Verbrauchsmengen. Daher war es schon immer schwierig für DESY geeignete Anbieter dieser Werkstoffe und evtl. auch anderer besser geeignete Edelstähle zu finden. Sofern geeignete Lieferanten gefunden wurden, spielen immer wieder die sehr unterschiedlichen Preise und Lieferzeiten eine entschiedene Rolle. Sofern ein Anbieter dieses Material, vielleicht sogar in den gewünschten Abmessungen und Qualität, am Lager verfügbar hat, zeigt sich diese schnelle Verfügbarkeit im Preis. Derzeit liegen die Stahlpreise bei ca. 12-15 Euro, zzgl. Legierungszuschlag von bis zu 2,00 Euro. Für DESY wünschenswert wären zwei bis drei zuverlässige Lieferanten oder Hersteller die mit einem hohen Lieferservice in Form von kurzen Durchlaufzeiten bei einer möglichen Neufertigung und einer Volumenflexibilität punkten. Für Lieferanten oder Hersteller in Deutschland spricht die geografische Nähe, kürzere Kommunikationswege, verlässliche Qualität und eine Bereitschaft zur Produktion von Nischenprodukten. Für die Zusammenarbeit direkt mit Stahl-Herstellern sprechen direkte Kommunikationswege, exzellente technische Beratung, schnelle Reaktion auf Kundenanforderungen, vorhandene Prüfmittel und angepasste Preise durch Anpassung der Legierungs-Zuschläge an die Dynamik der Rohstoffmärkte.

Aufgrund des abgeschwächten Bedarfs und der Herausforderungen steigender osteuropäischer und asiatischer Importe bleibt der Stahlmarkt in Europa auch in absehbarer Zeit angespannt. In der Presse wird schon von einem drohenden Ende der Stahl-Industrie in Europa geschrieben. Die folgende Grafik zeigt die Verteilung auf dem Weltmarkt.





Fertigung/ Montage

Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an					
ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern					
des XFEL					

Anteile der wichtigsten Stahlproduzenen in %



Darstellung 05: Prozentualer Anteil der Welt-Stahl-Produktion, Quelle Deutsche Wirtschafts-Nachrichten vom 11.02.2016

Der deutsche Stahlmarkt und die Stahlnachfrage bleiben dennoch stabil, gestützt durch eine positive Entwicklung von wichtigen Kundenbranchen wie der Automobilindustrie und die leichte Entspannung auf dem Rohstoffmarkt. Zudem erweist sich die Marktposition der deutschen Unternehmen aufgrund ihrer hochwertigen Güter und ihrer integrierten Wertschöpfung als vergleichsweise robust. (Auszug aus Beitrag auf www.Stahl-online.de).

Die wichtigste Frage ist aber wie sich solche irreparablen Beschädigungen an komplexen Vakuumbauteilen sicher vermeiden lassen um zukünftige Projekte nicht zu gefährden. Dazu gehören Antworten auf die Frage welche Eigenschaften/Kenndaten dieser hochlegierten Edelstähle sind für die Standfestigkeit der Schneiden ausschlaggebend.

Aus den unterschiedlichsten Analysen und Materialuntersuchungen hat sich gezeigt, dass ein 3.1 Werkstoff-Abnahmeprüf-Zeugnis nach DIN 10204 nur den Rahmen der Prüfung festlegt. Die Werte in den Prüf-Zeugnissen werden in der Regel nach den DIN Vorgaben eingetragen. So wird die Härte oftmals aus der Zugfestigkeit errechnet und nicht explizit gemessen. Des Weiteren sind diese Zeugnisse häufig auf die gesamte Ausbringmenge bezogen, die meist mehrere Tonnen umfasst. Ferner werden diese Prüfungen vor der eigentlichen Wärmebehandlung und dem Lösungsglühen (an der gesamten Ausbring-Menge) durchgeführt. Somit ist der Bezug zu der Liefermenge eher sehr gering. Durch das Schmieden und die anschließende Wärmebehandlung werden dem Material Eigenschaften wie Korngröße und Härte übertragen. Zudem lösen sich eventuell noch vorhandene Chromkarbide durch das Lösungsglühen auf.

Wie die Festigkeit ist technisch gesehen die Härte eines Werkstoffes eine von vielen Werkstoffeigenschaften. Dazu zählen auch die Risszähigkeit, Duktilität, Steifigkeit, Dichte und die

HELMHOLTZ	Seite 48 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Schmelztemperatur. Die Definition von Härte und Festigkeit ist unterschiedlich. Die Festigkeit ist die Widerstandsfähigkeit, die ein Stoff gegenüber Verformung und Trennung ausweist. Die Härte ist demnach der mechanische Widerstand, den ein Körper einem anderen Körper, gleichgültig ob härter oder weicher, entgegensetzt.

Die Härte eines Materials ist ausschlaggebend für die Druckfestigkeit des Materials. Die Härte eines Werkstoffs hat eben nur bedingt etwas mit der Festigkeit des Werkstoffs zu tun, auch wenn die Festigkeit die Prüfverfahren zur Härtemessung, die auf der Eindringtiefe verschiedener Prüfkörper beruhen, beeinflussen kann. Und je spitzer eine Schneiden-Geometrie ist, desto anfälliger ist sie einem hohen Druck nachzugeben. Klar ist, dass die Härte von hochlegierten Edelstählen in den letzten zehn Jahren immer weiter abnimmt. Warum das so ist, wurde nicht weiter untersucht. Jedoch kann eine Ursache die stetig steigenden Preise für die hochwertigen Legierungs-Bestandteile sein.

Durch die FEM Analyse bestätigt, erfahren die ConFlat Schneiden sehr hohe Druck-Spannungen, daher ist es naheliegend, dass je spitzer eine Schneide ist, desto anfälliger ist sie unter hohem Druck nachzugeben. Die Schneide wird in die Dichtung getrieben, wenn die Schneide nun sehr "spitz" ist, oder der Grundwerkstoff keine ausreichende Härte aufweist, gibt das Flanschmaterial nach und wird verformt.. Was dann ein Bild vor "Orangen-Haut" entstehen lässt. Verstärkt wir das Verhalten noch durch die Schubspannung, die durch das Fließen der Dichtung nach Außen verstärkt wird, was ein "Umkippen" der Schneide zu Folge haben kann.

Durch nachträgliche Wärmebehandlungen wie z.B. ein Spannungsarmglühen mit Temperaturen über 450°C oder ein Wasserstoff-Entgasungsglühen, mit Temperaturen über 900°C, bauen mechanisch vorteilhafte Verfestigungen ab. Bei metallisch gedichteten Flanschen kann das Glühen zu einer unerwünschten Verringerung der Werkstoff-Härte führen. Die Schneiden können sich dann bei der Verwendung von Metall-Dichtungen verformen und ihre Funktion dadurch verlieren. Hier ist es ratsam immer mit weichgeglühten Dichtungen zu arbeiten. Prinzipiell sollte eine Wärmebehandlung über 400 ° vermieden werden.

Viele Flansch-Hersteller empfehlen daher bei Glühbehandlungen den Flanschwerkstoff 1.4429 ESU. Seine außergewöhnlich, hohe Härte soll bewirken, dass die Schneiden eine ausreichende Härte aufweisen. Doch wo liegt denn nun die Grenze ab der Flansche unter hoher Druck-Belastung nachgeben können und ab welchen Härte-Wert fängt eine garantierte, langlebige Zuverlässigkeit von Flanschverbindungen an? Darüber findet man in der Literatur nur sehr wenige Informationen. Auch gibt es nach meinem Kenntnisstand nicht wirklich einen Hersteller, der eine garantierte Lebensdauer oder eine garantierte Anzahl von Verbindungs-Wechseln einer Flansch-Verbindung bestätigt. Beispielsweise würde eine derartige Spezifikation beinhalten wie viele Vakuum-Verbindungs-Vorgänge mit einer Flanschpaarung, gleichen Herstellers, garantiert werden können. Besonders für kritische Montagen, unter Tieftemperatur oder unter sehr reinen Bedingungen, wären solche Aussagen enorm hilfreich. Nicht zu unterschätzen ist, dass bei Montagen unter reinen Bedingungen, durch die praktisch nicht vorhandene "Schmierung" der Schraubenverbindungen, mit deutlich höheren Kräften, Verbindungen geschaffen werden müssen. Dabei geht ein sehr großer Teil der Anzugskräfte in die Reibung zwischen den Paarungs-Partner, wie z.B.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

zwischen Schraube und Mutter und auch in die Verbindung zwischen der Unterleg-Scheibe und dem Schraubenkopf. Daher werden in solchen Montagen oft oberflächenbehandelte Normteile verwendet. Alternativ kann darauf geachtet, dass ein Partner noch einen gewissen "Schmierungs-Beitrag" liefern kann. Dies geschieht z.B. durch einen geeigneten Werkstoff beispielsweise hochfestes Kupfer, durch das Einbringen von Stickstoff/Kohlenstoff (Nitrieren/Kolsterisieren) in die Oberfläche von Normteilen oder eine Beschichtung der Normteile, vorzugweise mit Silber.

Für die Nachfertigung der havarierten OTR-Vakuumkammern wurde mit dem Lieferanten eine sehr intensive Diskussion über die untere Härte-Grenze geführt. Für die Nachfertigung wurde 1.4429 ESU verwendet, in den 3.1 Zeugnissen ausgewiesene Härte-Werte lagen zwischen 160 und 188 HB. Stichprobenartig wurde das Material anschließend einer Härte-Messung unterzogen. Die Härte-Messung wurde kreuzweise über den gesamten Querschnitt einer Ronde aus einer Charge durchgeführt. Die anschließend gemessenen Härte-Werte lagen zwischen 169 und 188 HB. Der angegebene Wert in dem Zeugnis des geprüften Materials lag bei 178 HB. Die durchgeführten Messungen ergaben dann einen Mittelwert von 168 HB.

In der nach der Fertigung im Anschluss folgenden Qualitäts-Prüfung mit einem definierten Lecktest und normal harten Kupfer-Dichtungen wurden an diesen Kammern an einzelnen Vakuum-Flanschen ganz leichte Spuren dieser "Orangen-Haut" erfasst. Positiv dem entgegen wirkte die vom Hersteller favorisierte Schneiden-Geometrie mit einem Schneiden-Winkel von 90°, anstelle des in der ISO/TS Norm und der DESY Spezifikation zugelassenen 72° Winkel.

Ich möchte hier noch einmal auf die Dichtung eingehen, besser gesagt auf das Dichtungs-Material im Eigentlichen. Ein ideales Dichtungsmaterial würde somit aus zwei unterschiedlichen Werkstoffen bestehen. Zum einen aus einem Werkstoff, welcher nicht oder nur sehr schwer unter Druck aushärtbar ist, einem sehr duktilem Material als eine Art "Schale" oder Außenhaut, die einem Kern aus einem Material mit hoher Zugfestigkeit und Zähigkeit, umschließt.

Diese würde die folgenden zwei Vorteile bringen: Die eigentlichen Spannungen werden vom Inneren Teil der Dichtung aufgenommen und die relativ weiche, aber gegen Druck unveränderliche Außenhaut kann sich gut an Unebenheiten an den Schneiden anpassen. Ferner würde ein unter Druck unaushärtbares Material seine Härte unter Druck beibehalten und somit würden auch Schneiden aus einem Edelstahl mit geringer Härte keine Schäden erleiden. Diese Tatsache wurde bereits schon William *Wheeler* Mitte der 70ziger Jahre klar.

Abschließend betrachtet komme ich zu folgenden Schlussfolgerungen. Als Flansch-Material sind viele Edelstähle der hochlegierten Edelstähle geeignet. Es werden noch immer UHV dichte Vakuum-Verbindungen mit ConFlat- Flanschen aus anderen als dem 316 LN (1.4429) Werkstoff hergestellt, bspw. aus dem Werkstoff 304 (1.4301). Dieser Werkstoff hat eine deutlich geringere Härte. Ferner sind die Werkstoffe 304 L (1.4307) genauso wie der Werkstoff 316 L (1.4404/1.4435) für Vakuum-Flansche geeignet. Die Auswahl des Materials hängt nach meinen Erfahrungen nicht alleine an der Zugfestigkeit bzw. an der Streckgrenze.

HELMHOLTZ	Seite 50 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Hier ist es technisch sinnvoll sein Augenmerk auf die Härte des zu Verfügung stehenden Halbzeuges zu legen. Dabei meine ich ganz explizit das Halbzeug und nicht wie in der meisten aller Fälle in den Werkstoff-Abnahme-Zeugnissen ausgewiesenen Wert, der die Härte nach dem Sekundär-Verfahren (ESU) Verfahren wiedergibt. Die Werkstoffe haben dabei die Prozesse wie das Lösungsglühen und die Umformungs-Prozesse, die Zugfestigkeit, Korngröße und Härte erzeugen, meist noch nicht durchlaufen. So sollten sich die Zeugnisse auf die Ware (Menge und Art) der beabsichtigten Lieferung beziehen. Eine gesonderte, qualifizierte Härte-Messung, ggf. durch den Stahl-Lieferanten beauftragt, bringt Klärung.

Legierungs-Elemente können teilweise schon bei geringen Änderungen, große Veränderungen auf die Eigenschaften von Edelstählen nehmen. Die Härte, wie auch die Zugfestigkeit werden durch bestimmte Legierungselemente im Stahl beeinflusst. Hierbei ist der Stickstoff ein wichtiges Element. Stickstoff ist für die Warmfestigkeit ein ausschlaggebendes Element. Des Weiteren hat Stickstoff die Eigenschaft die Festigkeit ohne Verminderung der Zähigkeit zu erhöhen. Leider lässt sich Stickstoff, Edelstahl hat keine gute Löslichkeit, nur sehr schwer zu legieren. Werte über 0,14 % sind daher eher die Ausnahme. Angestrebt sollten Werte von 0,16-0,2 % im ESU Stahl werden. Damit die Gefahr von Härteverlusten oder Grobkornbildung bei Wärme-Prozessen über 400°C gemindert werden kann. Stickstoff ist ebenso wie Nickel ein Austenit-Bildner. Und hat über den gesamten Temperaturbereich eine austenitische Struktur. Es erweitert das Gebiet des Austenits.

Ein hoher Nickel-Anteil über 12 % dient dazu, dass bei jeglicher spanenden oder spanlosen Bearbeitung, es zu keiner Zunahme der Permeabilität kommt. Nickel verbessert auch die Zähigkeit bei tiefen Temperaturen.

Chrom hingegen ist ein Ferrit-Bildner und deshalb ist ein hoher Chrom-Anteil für die Verhinderung von Ferromagnetismus eher negativ. Es ist aber auch das Hauptlegierungs-Element in hochlegierten Edelstählen. Werte über 16 % sind Standard. Ein Chrom-Anteil über 12 % dient der Passivierung der Oberfläche (bspw. bei Rohren). Der Kohlenstoff-Gehalt ist für Vakuum-Anlage im UHV oder XHV-Bereich schädlich, deshalb wird es oftmals bis max. 0.02 % eingeschränkt. Er hat noch andere Wechselwirkungen z.B. mit Chrom, auf die ich nicht weiter eingehe.

Als letztes Element möchte ich Niob nennen. Niob ist ein Ferrit-Bildner. Dient aber auch der Kornverfeinerung.

Als ein sehr hilfreiches Tool kann das s.g. DeLong- Schaubild betrachtet werden. Es ist ein modifiziertes Hilfsmittel des s.g. Schaeffler-Diagramms. Und wurde im Jahr 1956 veröffentlich. Es solches Diagramm kann z.B. hier heruntergeladen werden: <u>DeLong-Diagramm</u>. Mit Hilfe dieses Hilfsmittel kann man sehr schnell herausfinden, ob ein vorliegender Edelstahl als Voll-Austenit bezeichnet werden kann und sich somit komplett im austenitischen Bereich befindet.

Aus langjähriger Erfahrung ist auch die Korngröße ein Kriterium für einen geeigneten Vakuum-Werkstoff. Dabei hat sich eine optimale Korngröße, mit einem normal ausgebildeten Gefüge der mittleren Korngröße, im Bereich der Korngröße von 4 – 6 als sehr geeignet herausgestellt. Je feiner das Korn desto geringer ist auch die Permeabilität. Das heißt exakt ist es das Maß für die, in unserem Fall, Gas-

HELMHOLTZ	Seite 51 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Durchlässigkeit. Die Erfahrungen haben gezeigt, dass in der Fertigung mit hochkomplexen Werkzeug-Maschinen, neuen Werkzeugen und neuen Herstellungs-Strategien Edelstähle mit kleinem Korn technologisch gut verarbeitet werden können. Mit großen Korn steigt auch das Risiko von Fehlstellen an den Schneiden, durch z.B. Ausbrechen von Körnern während der Fertigung. Eine feineres Korn ist widerstandsfähiger gegen äußere Druckkräfte. Als negativer Aspekt muss gesehen werden, dass je kleiner das Korn der Bearbeitungs-Aufwand (Zeit und Kosten für Werkzeuge) an den Werkzeug-Maschinen entsprechend steigt.

Betrachtet man nun die Härte so ist diese in den unterschiedlichen Spezifikationen verschiedener Beschleuniger-Zentren sehr unterschiedlich. Teilweise gehen die Härte-Werte bis auf 150 HB zurück. Jedoch vergrößert sich dann der Wert des Schneiden-Winkels auf 110°. In der Material-Spezifikation von DESY liegt der untere Wert für die Härte des Materials bei 160 HB. Vergleicht man nun den Schneiden-Winkel der DESY Spezifikation, gegenüber dem 110° Winkel, so ist der Schneiden-Winkel ca. 35 % geringer. Vergleicht man nun die beiden Härte-Werte, so ist die Härte dagegen nur ca. 7 % höher.

An UHV-Flanschen mit geringerer Härte (160-165 HB) kann immer wieder das Bild einer "Orangen-Haut" gesehen werden. Solche Verbindungen sind dennoch oft auch UHV vakuumdicht. Aus zahlreichen Erfahrungen stellt sich heraus, dass ab einem Härte-Wert von 170 HB diese Defekte nicht mehr aufgetreten sind. Somit ist der Bereich von 170 – 220 HB ist somit zweckmäßig auszusehen. Härte-Werte darüber hinaus werden eine Fertigung ziemlich erschweren.

Des Weiteren möchte ich kurz auf die Oberflächen-Beschaffenheit der Schneiden eingehen. Die Ebenheit der meist unter 20° geneigten Dichtfläche hat einen sehr starken Einfluss auf die Dichtfähigkeit. Leichte Bearbeitungsspuren als konzentrische Linien, ähnlich der Spuren auf einer Schallplatte unterstützen die Dichtfähigkeit und reduzieren die Anzugs-Kräfte, die für die Verbindung aufgebracht werden müssen. Für Flansche, die mittels Drehbearbeitung hergestellt werden, ist das alles kein Problem. Anders sieht es aus, wenn es sich um mittels Fräsbearbeitung hergestellte Flansche, zudem in komplexen Baugruppen handelt. Hier treten häufig Vibrationen und Schwingungen der Werkzeuge auf, die sich negativ auf die Oberflächen-Beschaffenheit auswirken. Der Wärmeeintrag ist hier auch deutlich höher als beim Drehen. Die Gefahr einer Aufbauschneide erhöht sich auch. Eine zu perfekt, glatte Oberfläche bietet wiederum keine ausreichende Möglichkeit, dass sich das Kupfer in die Struktur der Flansch-Oberfläche einschmiegen kann. Damit steigen die Anpress-Kräfte wesentlich an, sowie auch das Risiko undichter Verbindungen.

Es gibt somit zwei unterschiedliche Wege, durch die Atmosphäre in das Vakuum-System gelangen kann. Zum einen durch das Material selber, den Edelstahl oder durch die Kupfer-Dichtung und zum anderen durch die angrenzenden Dichtflächen aus Flansch-Dichtung-Flansch.

Betrachtet man nun die Geometrie der Schneide und die Winkel an der Schneide so gibt es für den "Taper" –Sealing- Winkel praktisch nur eine Winkelzahl, jedoch für den s.g. "Counter-Slope"- Winkel keinen einheitlich genormten Winkel. Auch in der ISO/TS 3669-2 ist ein Winkel von 2-40° zulässig. Dazu eine Darstellung im Anhang. Aus einer Vielzahl von Versuchen und Erfahrungen kann ich nur sehr eindringlich vom 2° Winkel abraten. Auch um eine Kompatibilität zu den üblichen am Markt vorhanden

HELMHOLTZ	Seite 52 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Schneiden-Geometrien zu haben rate ich immer zu einem 20°-Winkel für den "Counter-Slope"-Winkel. In "grauer" Vorzeit wurde dieser 2° Winkel mal von VARIAN bevorzugt verwendet, jedoch für andere Flansch-Werkstoffe mit deutlich höherer Härte, bspw. für den Werkstoff 1.4571, einen mit Titan stabilisierter Werkstoff. Früher ist dieser Werkstoff mit Härten zwischen 190-200 HB verfügbar gewesen.

Aus vakuumtechnischer Sicht ist der Radius an der Schneiden-Spitze sehr wichtig. Dieser Radius wird in der Herstellung gerne mal "frei" interpretiert und der Grat, der bei Herstellung der Schneide oftmals äußerst kreativ entfernt. Die ISO/TS 3669-2 geht von einem Radius von 0,15 mm aus, die DESY Spezifikation fordert einen Radius von 0.1 mm (ohne Toleranzangabe). Je größer der Radius, desto steifer die Schneide und unempfindlicher gegen Fremd-Einwirkung. Aber mit steigendem Radius steigen die Kräfte, die benötigt werden, um den Flansch in den Kupfer-Dichtung eindringen zu lassen. Als in der Praxis sehr geeignet hat sich ein Radius von 0,05-0,1 mm erwiesen. In einigen Flanschdatenblättern findet man einen Radius von 0,2 mm, der sich ebenfalls als geeignet erwies. Die in den technischen Zeichnungen angegebenen Radien sind meist ohne eine Toleranz-Angabe, somit gilt dann die Allgemeintoleranz, die für Radien von 0 bis 3 mm +/- 0,1 mm.

Ganz kurz möchte ich auf das Thema "Wasser-Stoff-Entgasungs-Glühen" eingehen. Nach dem der Stahl in einem zweiten Schritt in der ESU-Anlage umgeschmolzen wurde, bekommt er durch ein nachfolgendes Lösungs-Glühen und anschließendem Abschrecken in Wasser seine ganz speziellen Eigenschaften. Wenn nun vielleicht sogar mehrfach durch beispielsweise Hoch-Temperatur-Lötungen an einem Bauteil mit ConFlat-Flansche und vorgeschaltetem Wasser-Stoff-Entgasung-Glühen (beides unter Vakuum) der Stahl auf hohen Temperaturen gebracht wird, kann der Stahl Schaden nehmen. Nicht nur der Verlust der Härte kann eine Folge sein. Eine negative Eigenschaft derartiger Wärmeeinträge ist infolge Chrom-Nitrid-Bildung der Verlust der Korrosionsbeständigkeit. Um diese zu verhindern, sollten Temperaturen über 400°C vermieden werden. Sollte eine nachträgliche Wärme-Behandlungen (spannungsarm Glühen) notwendig sein, sollte auch diese eine Temperatur von 400 - max. 450°C nicht überschreiten. Durch Wärme-Prozesse bei hohen Temperaturen von Edelstählen auch durch Nitrieren (Randaufsticken) ist mit einer Reduzierung ihrer Korrosionsbeständigkeit zu rechnen.

Als letzten Punkt möchte ich auf die Kupfer-Flachdichtung eingehen. Auch hier gibt es viele unterschiedliche Anbieter. Auch hier spielt die Oberflächen-Beschaffenheit eine wesentliche Rolle. Oftmals werden die Dichtungen zwecks Reinigung und Aussehen geätzt. Das führt oft dazu, dass die Oberfläche verhärtet oder sich die Struktur (Korngrenzen) des Kupfers abzeichnet. Beides hat negative Auswirkungen auf die Dichteigenschaft. Zum Entgraten werden die Dichtungen häufig trowalisiert. Auch das führt zu einer leichten Oberflächen-Härtung. Wie in diesem Bericht gezeigt wurde, können die herkömmlichen Kupfer-Dichtungen mit einer Ausgangs-Härte von 75 – 85 HB durch das Verpressen einen signifikanten Härte-Anstieg erleiden. In einer Dichtung, die mit einem Flansch mit einen von 72° Schneiden-Winkel plastisch verformt wurde, stieg der Wert der Härte auf bis zu 148 HB an. Vergleicht man diesen Wert mit dem unteren Grenzwert, der für die Härte von Flansch-Material in den DESY Spezifikationen angegeben wird, so ist der Unterschied praktisch nicht vorhanden. In anderen Forschungs-Zentren werden deshalb auch für Vakuum-Verbindungen weiche Kupfer-Dichtungen mit einer Härte von ca. 45 HB verwendet.





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Als einen offenen Punkt möchte ich noch auf den Unterschied von gedrehten oder gefrästen Dicht-Konturen hinweisen. Es gibt in der Vergangenheit mehr "Kummer" mittels Fräsen hergestellten CF-Schneiden als mittel Dreh-Bearbeitung hergestellten Schneiden. Dieses Phänomen sollte näher untersucht werden.

**Zusammengefasst** möchte ich zuerst erwähnen, dass durch den Herstellungsprozess die hergestellten Vakuumkammern nicht der DESY Spezifikation genügten. Aus den weiteren dargestellten Untersuchungen zu den resultierenden technischen Problemen ergeben sich für mich folgende Ratschläge:

Bei der Bestellung von Flansch-Material für UHV oder XHV Vakuum-Bauteile sollte bereits vor der Bestellung die Auswahl der Halbzeuge exakt spezifiziert und ggf. eingeschränkt werden. Die 3.1 Zeugnisse sollten sich auf die Liefer-Menge beziehen und die darin enthaltenen Prüfungen sollten präzise auf die Spezifikation der Bauteile zugeschnitten sein. Als die signifikante Werkstoff-Eigenschaft, die den Prozess der Oberflächen-Beschädigungen entgegenwirken kann, steht die Härte des Materials ganz klar an erster Stelle. Hier sollten Werte von 170 HB nicht unterschritten werden. Besser wären noch Werte zwischen 190-200 HB. Nach dem Stand der Technik sind Fertiger durchaus geeignet, einen 1.4429 ESU geschmiedet, mit hoher Härte zu bearbeiten.

Der Stickstoff-Gehalt sollte deutlich über 0,16 % liegen, besser noch höher. Der Nickel-Gehalt sollte immer über 12 % liegen. Ggf. unter zur Hilfenahme des Delong-Diagramm prüfen in welchem Bereich sich der angebotene Stahl befindet. Die Korngröße sollte möglich fein gewählt werden. Ein Korn zwischen 3-6 hat sich bewährt.

Auf Wärme-Prozesse oberhalb von 400 °C sollte generell verzichtet werden. Wenn HT-Lötungen erforderlich sind, sollten Flansche nachträglich angeschweißt werden. Wenn ein Wasserstoff-Entgasung-Glühen nicht vermieden werden kann, ist ein feines Korn, Härte-Werte deutlich über 180 HB und ein Stickstoff-Gehalt > 0,18 ° erstrebenswert! Es sollte dennoch maßvoll mit Wärme-Prozessen an CF-Flanschen umgegangen werden.

Zu der Geometrie der Schneide rate ich immer zu einem 90° Schneiden-Winkel, was bedeutet, dass die beiden anderen Winkel, Taper-Winkel und Counter-Slope, beide mit 20° zu fertigen sind. Ferner muss die Schneiden-Spitze immer sauber, maschinell gerundet werden. Ich empfehle einen Radius von 0,05-0,1 mm.

Der Herstell-Prozess der CF-Flansche, die Schneiden-Geometrie, das Vormaterial, die Oberflächen-Beschaffenheit und die Auswahl der geeigneten Dichtungen bestimmen maßgeblich die Verlässlichkeit von Vakuum-Verbindungen. Ferner werden durch Einsatz-Bedingungen, wie Tieftemperatur und Reinheits-Bedingungen der Partikelarmut, weitere Kriterien geschaffen, die für CF-Flansch-Verbindungen sehr negative Auswirkungen haben können. Sofern all das berücksichtigt werden kann, wird die "Orangen-Haut" keine Chance haben sich zu entfalten.

Und nicht zuletzt ist eine ständige Überwachung der gelieferten Ware auf die Einhaltung der wichtigen Parameter unbedingt zu empfehlen, da sich die Hersteller nicht immer zwingend an die Vorgaben halten.

HELMHOLTZ	Seite 54 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

#### Referenzen

Ref. 1: Technische Spezifikation Nr.: Vakuum 003/2008, Version 1.3 / 17.03.2009 Geschmiedete Ronden aus Material 1.4435 / ESU (316L / ESR), (Vakuumanwendungen) https://edmsdirect.desy.de/item/D00000001383041

Ref. 2: Technische Spezifikation Nr.: Vakuum 004/2008 Version 1.3 / 07.11.2017 Flachdichtungen aus Kupfer für ConFlat<sup>®</sup>-Flanschverbindungen (Vakuumanwendungen) https://edmsdirect.desy.de/item/D0000001383041

Ref. 3: UHV-CF/CFg-Flansche, techn. Zeichnung Nr. 2-02-0101-0-001 https://edmsdirect.desy.de/item/D00000001383041

Ref. 4-6: <u>https://avs.scitation.org/doi/pdf/10.1116/1.1545758?class=pdf</u>, <u>https://avs.scitation.org/doi/pdf/10.1116/1.2906258?class=pdf</u>, <u>https://www.academia.edu/6289806/The tightness conditions of UHV all-</u> <u>metal\_seals\_subjected\_to\_the\_radiation\_and\_inelastic\_deformation</u>





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

### Anlagen

#### 8.1. Technische Zeichnungen



Darstellung 06: Vakuumkammern Typ OTR B

HELMHOLTZ	Seite 56 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Fertigung/ Montage

Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017



Darstellung 07: Vakuumkammer Typ OTR A/C

HELMHOLTZ	Seite 57 von 64	DESY-MDI 3
	Version: 05	Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

#### 8.2. Die Fotos zeigen die Beschädigungen (Orangenhaut) an den CF Schneide



Bild 15: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Fertigung/ Montage



Bild 16: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3



Bild 17: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3

HELMHOLTZ	Seite 59 von 64 Version: 05	DESY-MDI 3
		Silke Vilcins



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL Fertigung/ Montage

Datum: Juni 2017



Bild 18: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3



Bild 19: Zeigt die Beschädigungen an einem CF 63 er Flansch einer OTR Typ A Vakuum-Kammer (aufgenommen von Dirk Nölle) im Reinraum bei MDI 3





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

#### 8.3. Normen und Regelwerke

- ISO 5 Angabe der Reinheitsklasse
- ISO/TS 3669-2:2007-09 Pre-Norm Vacuum Technology Bakeble Flanges Part 2: Dimensions of knife-edge flanges
- DIN EN ISO 6506-1 Härteprüfung nach Brinell •
- ISO 14644 ff Reinheitsklassen
- DIN 50602 Stahlreinheitsgrad Bestimmung
- ASTM E 112:2013 Bestimmung der mittleren Korngröße

#### 8.4. Anhang



#### Darstellung 08: Schematischer "Stammbaum" der austenitischen rostfreien Stähle, www.dewstahl.com





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Die folgenden drei Darstellungen sind einer Präsentation von Herrn Sonderegger (Fa. VAT, Schweiz) gehalten, auf der CERN Accelerator school, Platja D'Aro, Spain, entnommen worden. Der Titel der Präsentation lautet: "Vacuum Sealing Technology". https://cas.web.cern.ch/sites/cas.web.cern.ch/files/lectures/platjadaro-2006/sonderegger.pdf

Static sealing configurations in the Vacuum Technology			
Material	Max. working temperature	Profile	Remarks
Synthetic rubber NBR CR (NEOPREN)	90C	<b>9</b>	<ul> <li>X- times usable</li> <li>Most used seal in fine and high vacuum technology</li> <li>Relative low priced</li> <li>Outgassing approx 1 x 10<sup>-6</sup> (strongly depending on treatment)</li> <li>Use groove cut-in measure list</li> </ul>
Fluoroelastomer FKM (VITON <sup>®</sup> )	150°C	<b>9</b>	<ul> <li>X- times usable</li> <li>Expensive</li> <li>For demanding purposes (UHV)</li> <li>Outgassing approx 1 × 10<sup>-8</sup> (strongly depending on treatment)</li> <li>Use groove cut-in measure list</li> </ul>
Perfluoroelastomer FFKM (KALREZ <sup>®</sup> CHEMRAZ <sup>®</sup> )	200 - 250°C	9	<ul> <li>X- times usable</li> <li>Very expensive</li> <li>Only for special purposes (UHV, chemical)</li> <li>Outgassing approx 1 x 10<sup>-9</sup> (strongly depending on treatment)</li> <li>Use groove cut-in measure list</li> </ul>
Polytetrafluoroethylene PTFE (TEFLON <sup>®</sup> )	260℃		- X- times usable - chemically resistant - rarely used - Outgassing approx 1 x 10 <sup>-8</sup> - Needs to be "trapped"

Darstellung 09: Übersicht der gängigen, nicht metallischen Werkstoffe für Vakuum-Verbindungen und einige ihre Eigenschaften

GEMEINSCHAFT
--------------



Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat <sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Static sealing configurations in the Vacuum Technology			
Material	Max. working temperature	Profile	Remarks
ALUMINIUM Covering Hélicoflex (Delta)	300C	Spring O	- One time usage - Sealing surface R <sub>a</sub> 0,4 - Casing also in other materials - Application UHV
INDIUM (or pure tin)	100℃	¢ 1-2	- One time usage - Soft - Rarely used - Small out gassing
STAINLESS STEEL INDIUM	00C		- Multiple usage - Suitable for small flange – system (ordinary tension rings) - Minimally out gassing
ALUMINIUM	260℃		- One time usage - Usable with stainless steal small flanges (special tension rings) - Limited UHV suitable

Darstellung 10: Übersicht von einigen metallischen Sonder-Werkstoffe für Vakuum-Verbindungen und einige ihre Eigenschaften





Beschreibung: Micro Oberflächen Beschädigungen an ConFlat<sup>®</sup> Schneidkanten komplexer Vakuumkammern des XFEL

Datum: Juni 2017

Static sealing configurations in the Vacuum Technology			
Material	Max. working temperature	Profile	Remarks
COPPER (only usable in OFHC)	400°C	Screw	- One time usage - CF - Flange - System - Easy to assemble - Very little out gassing - Application UHV
GOLD	450℃	ø 0.5-1.5	<ul> <li>Up to approx. 4 times usable (anneal each time)</li> <li>Instead of CF at larger Ø</li> <li>High sealing force</li> <li>Corrosion resistant</li> <li>Little out gassing</li> <li>Application UHV</li> </ul>
COPPER silver plated VAT VATSEAL	300°C		- One time usage - SS-flanges, flat surface N4 (Ra = 0.2µm) - Application UHV
SS – silver plated edge seal	450°C		-Multiple usage - SS-flanges, flat surface N4 (Ra = 0.2µm) - Application UHV
SS – SS RHP – Flat seal Flowmeca ™	- 100℃ + 500℃		- Multiple usage - SS weld fittings or even the tube itself, plane surface - Application UHV

Darstellung 11: Übersicht der gängigen metallischen Werkstoffe für Vakuum-Verbindungen und einige ihre Eigenschaften



Darstellung 12: Schematischer Schnitt durch eine prinzipielle Schneidenkontur aus "Dependence of the seal property of ConFlat-type flanges on the fine dimensions oft he knife edge" von Satoshi Kurokouchi u.a.

