

Rapport: (Werkblad)
UITVOERINGSWIJZE VAN EEN EENVOUDIGE
CORROSIEBEPROEVING T.B.V. SOLDEER-
VERBINDINGEN
TC-I-A 248-82



Rapport

Postbus 541 7300 AM Apeldoorn
Tel. (055) 773344 Telex 36395 tnoap
Bezoekadres: Laan van Westenenk 501
Bank: ABN-Rijswijk

Rapport: (Werkblad)
UITVOERINGSWIJZE VAN EEN EENVOUDIGE
CORROSIEBEPROEVING T.B.V. SOLDEER-
VERBINDINGEN
TC-I-A 248-82



Bestemd voor

Nederlands Instituut voor Lastechniek
Laan van Meerdervoort 2b
2517 AJ DEN HAAG
t.a.v. Ing. R. Peereboom (voorz. TC-I-A)
leden NIL subcomissie TC-I-A
"Hoogtemperatuursolderen"

Samengesteld door

Ing. T. de Haan
Ir. H.H. van der Sluis
namens de stuurgroep "Corrosiebestendigheid"
Ir. A.J.A. Mom NLR
D. Pithan Europese Gemeenschap GCO
P.Th.H. Steege Vacuüm Soldeer Centrum
Ing. B.H. Wijngaard TNO-MI

Datum	juli 1982
Opdracht nr.	61.39.6.0522
Rapport nr.	05360M/HAN/NDR
Uw ref. nr.	---
Oplaat	30

INHOUD	BLZ.
1. SAMENVATTING	1
2. INLEIDING	2
3. VERVAARDIGING VAN HET PROEFSTUK	3
4. MEETOPSTELLING	5
5. RESULTAATVERWERKING	7
6. VOORBEELD RAPPORTVORM	9
7. TOETSING VAN DE TESTMETHODE BIJ DRIE BEDRIJVEN	10

Figuren en tabellen.

1. SAMENVATTING

In dit werkblad wordt een eenvoudige corrosietestmethode beschreven voor met nikkelbasis soldeersoorten vervaardigde roestvaststalen verbindingen. Toepassing van de testmethode zal de vergelijkbaarheid van de beproevingsresultaten bevorderen.

Verbetering van de signaal-ruis-verhouding wordt verkregen door vergroting van het te exposeren oppervlak. Temperatuurschommelingen en veroudering van het milieu hebben invloed op het corrosiegedrag. Bij de uitvoering van de testmethode moeten deze invloeden derhalve zo goed mogelijk onder controle gehouden worden.

2. INLEIDING

De corrosiebestendigheid van nikkelgesoldeerde roestvaststalen verbindingen kan worden vastgesteld met een eenvoudige testmethode. De in dit werkblad omschreven werkwijze berust op de resultaten van onderzoek, zoals omschreven in de volgende rapporten:

- Galvanische corrosie van hoogtemperatuurgesoldeerde roestvaststalen verbindingen (ontwikkeling van een eenvoudige testmethode) TC-I-A 148-77.
- Galvanische corrosie van hoogtemperatuurgesoldeerde roestvaststalen verbindingen II (ontwikkeling van een eenvoudige testmethode).
TC-I-A 207-80.
- Galvanische corrosie van hoogtemperatuurgesoldeerde roestvaststalen verbindingen III (ontwikkeling van een testmethode) TC-I-A 227-81.

Het werkblad heeft tot doel om door een nauwkeurige omschrijving van de proef de reproduceerbaarheid vast te leggen en de vergelijkbaarheid van de beproevingsresultaten te bevorderen.

De testmethode berust op de registratie van de corrosiestroom, die kan ontstaan tussen een elektrode, waarin een soldeernaad aanwezig is, en een overeenkomstige elektrode zonder soldeernaad indien beide:

- in hetzelfde waterige milieu zijn geplaatst,
- metalliek met elkaar in verbinding zijn.

De te meten corrosiestroomsterkte geeft een indicatie van de corrosiesnelheid c.q. de mate van corrosiebestendigheid.

3. VERVAARDIGING VAN HET PROEFSTUK

Voor het onderzoek wordt gebruik gemaakt van een proefstuk zoals in figuur 1 is aangegeven. De soldeerspleet is gekozen op 0,075 mm opdat de vorming van secundair stollende fasen mogelijk is. Deze fasevorming kan het optreden van aantasting bevorderen door de grotere verschillen in materiaalsamenstelling die daar het gevolg van is.

Het gesoldeerde proefstuk wordt in plakken verzaagd met een dikte van ca. 10 mm. De hoek tussen de zaagsnede en het vlak van de soldeernaad zal zo klein mogelijk gekozen worden, zie figuur 2. Dit heeft tot gevolg dat het te exposeren soldeernaadoppervlak zo breed mogelijk zal worden. Aan de plakken wordt het te testen deel met de soldeernaad ontnomen, zodanig dat (zie figuur 3):

- aan beide zijden van de soldeernaad minimaal 5 mm basismetale aanwezig is,
- de lengte van de te exposeren soldeernaad 10 mm bedraagt.

Aan de achterzijde van het basismetale wordt een spiraalvormige metaal draad gelast, met een overeenkomstige samenstelling.

Het geheel wordt in bakeliet ingebed zoals in figuur 2 is aangegeven.

Gepolijst worden enkel de scheur- en foutvrije exemplaren. Door het polijsten ontstaat reliëfvorming waardoor de structuur van de naad zichtbaar wordt. Etsen van het proefstuk wordt ontraden, omdat daardoor verandering van het te beproeven metaaloppervlak, zoals passivering, kan worden veroorzaakt. De delen van een naad die in aanmerking komen voor het vastleggen van de structuur op een microfoto, worden gemarkeerd, bijvoorbeeld met behulp van de puntvormige indrukking van een hardheidsbepaling.

De microfoto ($V=50x$) wordt genomen bij scheef invallend licht. Door microscopisch onderzoek worden zowel de soldeernaadbreedte als de exponentiële lengte vastgelegd.

Teneinde de eenduidigheid zoveel mogelijk te verhogen worden de zônes van het basismetaal tot aan de overgangslaag bedekt met een laklaag, zie figuur 4.

Aan de laklaag worden de volgende eisen gesteld:

- dient reproduceerbaar aan te brengen te zijn,
- mag tijdens de beproeving niet losweken.

Aanbevolen wordt "Lacomit" van Canning (GB). Voor het lakken zal het oppervlak gereinigd worden met aceton. Aceton is eveneens toepasbaar voor het verdunnen van de lak. Eventueel kan door verwarmen de dunvloeibaarheid toenemen. De droogtijd voor de eerste laklaag bedraagt 15 minuten. Daarna kan de noodzakelijke tweede laklaag aangebracht worden. Hiervan bedraagt de droogtijd 24 uur.

Figuur 5 geeft aan hoe het proefstuk en de tegenelektrode worden samengesteld. De tegenelektrode, zie figuur 6, zal aan de volgende voorwaarden voldoen:

- het materiaal is identiek aan het basismateriaal van de verbinding
- het heeft eenzelfde cyclus ondergaan,
- de oppervlakteverhouding van de tegenelektrode is 100-1000x oppervlak van de soldeernaad,
- de aansluitdraden zijn beide van hetzelfde materiaalttype als de tegenelektrode.

Bij het samenstellen van het proefstuk worden glazen afstandhouders toegepast, zie figuur 5. De lengte van de afstandhouders wordt zodanig gekozen, dat de afstand tussen de tegenelektrode en de elektrode met de soldeernaad $10 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ bedraagt. De glazen afstandhouders worden gefixeerd met behulp van Lacomitlak. Zowel de achterzijde van de tegenelektrode, als de aansluitdraden worden afgedekt met lak. Het samengebouwde proefstuk wordt na het drogen van de laklaag (± 24 uur) in de meetopstelling gebouwd.

4. MEETOPSTELLING

De meetopstelling is weergegeven in figuur 6. Men kan onderscheiden:

- het testmilieu,
- het meetsysteem.

Het testmilieu zal overeenkomen met de meest extreme omstandigheden waaraan de soldeernaad kan worden blootgesteld. Het toepassen van een hogere temperatuur verhoogt de stroomsterkte, waardoor de signaalsterkte toeneemt. De gekozen temperatuur zal geen sterke daling in het zuurstofgehalte van de vloeistof mogen veroorzaken, zoals bij verwarming van waterige oplossingen boven 70°C op kan treden.

Stabilisatie van het milieu wordt bevorderd door:

- het toepassen van een grote vloeistofinhoud, eventueel met een voorraadvat en een pompsysteem,
- regelmatig verversen,
- toevoer van gedemineraliseerd water ter compensatie van het verdampte water.

De actuele zuurgraad (pH) moet regelmatig worden gecontroleerd door middel van een meting.

Om de temperatuur tijdens de beproeving zo constant mogelijk te houden, wordt aanbevolen de bekertjes met proefstukken en milieu in een waterbad te plaatsen. Door middel van roerders wordt zorg gedragen voor een goede homogeniteit van het milieu.

Het elektrisch meetsysteem bestaat uit de volgende onderdelen:

- een precisieweerstand van 100 Ω ,
- een schrijver met een millivolt schaalverdeling,
- een pH-meter,
- een contactthermometer,
- een niveaumeter.

Zowel de elektrode, waarin de soldeernaad aanwezig is, als de tegenelektrode zijn voorzien van aansluitdraden. De weerstand van 100 Ω wordt tussen de aansluitdraden gesoldeerd.

De toe te passen schrijver wordt ingesteld op het 10 mV schaalbereik, wat over het algemeen overeenkomt met 100 schaaldelen. De aanbevolen papiersnelheid bedraagt 30 mm per uur. Registratie heeft plaats gedurende minimaal 7 dagen.

Dit houdt in dat er ca. 5 meter registratiepapier verbruikt wordt. De registratie van de sterkte van de corrosiestroom vindt plaats door de spanningsval over de weerstand van 100 Ω te meten. De schrijver wordt door middel van soldeerverbindingen over de weerstand van 100 Ω aangesloten, waarbij de negatieve klem van de schrijver wordt verbonden met de elektrode die de soldeernaad bevat. Bij gebruik van een meerkanaals-schrijver verdient het aanbeveling om de nullijn voor de metingen aan verschillende proefstukken onderling te verschuiven. Indien mogelijk zal de registratie van het verloop van de temperatuur en de zuurgraad bij de corrosiestroomregistratie worden opgenomen.

Vanuit deze twee gegevens kunnen vaak mogelijke discontinuïteiten in de beproevingsresultaten later verklaard worden.

5. RESULTAATVERWERKING

Uit uitgevoerd onderzoek blijkt dat de corrosie van meerdere identieke proefstukken van één soldeerverbinding niet altijd op dezelfde wijze in de tijd verloopt. Al of niet tijdelijk passiveren van het naadoppervlak, bijvoorbeeld door samenstellingsverschillen hebben een sterke invloed op de beproevingsresultaten. Het is daarom noodzakelijk om de proef in minimaal drievoud uit te voeren.

Bij de beproeving wordt met behulp van een schrijver het verband geregistreerd tussen de corrosiestroom en de beproevingstijd. De stroom - tijd-curven worden vergeleken met het geregistreerde verloop van de pH en de temperatuur.

De corrosiestroom wordt voor ieder moment op de schrijver aangegeven en bedraagt 0,01 van de potentiaalwaarde, die over de weerstand van 100 Ω wordt gemeten ($i = V/R$). Deze waarden worden in afhankelijkheid van de tijd uitgezet (X-as = tijd, Y-as = stroomsterkte). Aanbevolen wordt om hierbij een tijdsinterval van 20 uur aan te houden, tenzij uit de schrijverregistratie blijkt dat een korter tijdsinterval gewenst is.

De curven geven een mogelijk verschil aan tussen de aantastingsnelheid van verschillende soldeernaadtypen. Teneinde een vergelijkingsgetal te verkrijgen wordt de volgende berekeningswijze toegepast:

1. Per proefstuk wordt de gemiddelde corrosiestroomsterkte over bijvoorbeeld 9 meetpunten berekend.
2. De stroomdichtheid wordt berekend door de corrosiestroomsterkte te delen door het soldeernaadoppervlak.
3. Per soldeer-basismateriaal combinatie wordt de gemiddelde stroomdichtheid berekend over minimaal drie resultaten.

De hoogte van de gemiddelde stroomdichtheid is een maat voor de aantastingsnelheid van de soldeerverbinding.

Na het verstrijken van de beproevingsduur worden de proefstukken uit het milieu genomen en schoongespoeld met gedemineraliseerd water. Vervolgens worden de proefstukken gespoeld in alcohol en gedroogd met warme lucht. Na het verwijderen van de tegenelektrode wordt het beeld van de aantasting vastgelegd door middel van een microfoto met een vergroting van 50x. Bij de bestudering van de soldeerverbinding zijn de volgende vragen van belang:

- welke zones zijn in oplossing gegaan?

(bijvoorbeeld soldeernaad, overgangszone, penetratiezone)

- is er sprake van een scheurvormige aantasting?

- is er nog metallisch contact tussen het basismetaal en het nog resterende deel van de soldeernaad?.

De verkregen resultaten worden verzameld in een meetrapport. Hierin wordt het volgende aangegeven:

1. de proefuitvoerende instantie (bedrijf, instelling),
2. het soldeermateriaal,
3. het basismetaal,
4. de soldeercyclus (soldeertemperatuur, soldeertijd, opwarm- en afkoel-snelheid, atmosfeer),
5. het beproevingsmilieu,
6. de beproevingstemperatuur,
7. de expositietijd,
8. de gemiddelde corrosiestroomdichtheid,
9. het tijdsinterval tussen de meetpunten,
10. de aangetaste zône in de verbinding,
11. de corrosiestroomcurve indien aanwezig,
12. een microfoto van de uitgangstoestand,
13. een microfoto van de eindtoestand,
14. aanvullende opmerkingen.

Het verzamelen van dit type testrapporten kan in de verdere toekomst leiden tot het vervaardigen van een eenvoudige corrosie-atlas, waarin een snelle indruk verkregen kan worden omtrent de toepasbaarheid van een bepaalde soldeerverbinding in een bepaald milieu.

6. VOORBEELD RAPPORTVORM

1. Uitvoerder Hazemeijer Holec
2. Soldeersoort BNi2
3. Basismetaal RVS AISI 304
4. Soldeercyclus:
soldeertemperatuur : 1100°C
soldeertijd : 10 minuten
opwarm snelheid : 25°C per minuut
afkoel snelheid : 25°C per minuut
atmosfeer : < 10⁻⁵ mbar
5. Beproevingmilieu : 16 ml melkzuur per liter gedemineraliseerd water
6. Beproevingstempe-
ratuur : 65°C
7. Expositietijd : 165 uur
8. Gemiddelde stroom-
dichtheid : 15 µA
9. Tijdsinterval tus-
sen meetpunten : 20 uur
10. Aangetaste zones : overgangslaag
11. Corrosiestroomcurve: zie figuur 7
- 12/ Microfoto voor en
13. na de beproeving : zie figuur 8
14. Er is geen goede verklaring voor het verschillend gedrag in corrosie-
stroomsterkte. Wel valt op dat de soldeernaad van de twee proefstukken
met de laagste stroomsterkte bedekt zijn met een bruin laagje. Bij het
proefstuk met de hoogste stroomsterkte, nr. 10, treedt deze laag niet
op. De herkomst van de lagen bij de nummers 3 en 8 is niet bekend.

7. TOETSING VAN DE TESTMETHODE BIJ DRIE BEDRIJVEN.

Ter beoordeling van het werkblad is door Vacuüm Soldeer Centrum, Hazemeijer-Holec en TNO een vergelijkingsproef uitgevoerd.

De proefstukken zijn vervaardigd door TNO, volgens de omschrijving in het werkblad.

De onderzochte proefstukken zijn vervaardigd van RVS AISI 304, gesoldeerd met BNi2. De soldeercyclus bij een vacuüm $< 10^{-5}$ mbar is:

- opwarmsnelheid : 25°C per minuut
- egalisatie : 900°C gedurende 10 minuten
- solderen : 1100°C gedurende 10 minuten
- afkoelsnelheid : 25°C per minuut

Dankzij de voorgeschreven spleetbreedte van 75 μm ontstaat bij deze soldeerparameters een faserijke naad. Ten gevolge van het schuin inbedden van de naad wordt een extra vergroting van de naadbreedte verwezenlijkt. De gemeten naadbreedte varieert van 0,24 mm tot 0,51 mm. Als milieu is een waterige oplossing van melkzuur gekozen. De concentratie bedraagt 16 ml melkzuur per liter water. De beproevingstemperatuur bedraagt 65°C.

In hoofdstuk 6 worden de resultaten van de proeven, uitgevoerd door Hazemeijer, weergegeven. In tabel 1 staan de meetwaarden vermeld, in tabel 2 de berekende stroomdichtheid en de microscopische waarneming. Zichtbaar is de correlatie tussen de stroomdichtheid en de aantasting. Bij de beoordeling van de aantasting met behulp van de stereomicroscopie is de volgende verdeling aan te geven:

- grote spleetvormige aantasting is geconstateerd bij de proefstukken 3, 8, 10 en 12,
- een geringere spleetvormige aantasting is geconstateerd bij de proefstukken 2, 9 en 11,
- vrijwel geen aantasting is geconstateerd bij de proefstukken 4 en 7.

Uit tabel 2 blijkt dat de resultaten van de stroommetingen hier vrijwel mee overeenstemmen. Voor de verschillen in aantastingssnelheid is geen verklaring te geven. Bij elf van de twaalf proefstukken is de soldeernaad bedekt met een bruine laag. Ook de herkomst van deze laag is niet bekend.

In de voorgaande onderzoeken is deze laagvorming niet opgetreden. De resultaten worden er zeker door beïnvloed. De oorzaak moet vermoedelijk gezocht worden in het milieu.

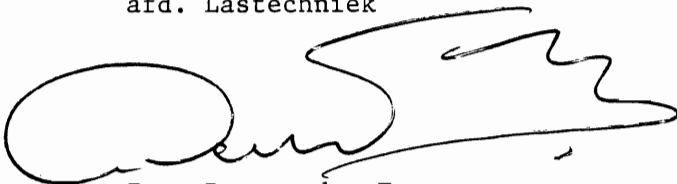
Voor een corrosieproces, waarbij vele factoren een rol spelen, is volgens de stuurgroep, de beproevingsmethode in voldoende mate reproduceerend. De stuurgroep is van mening dat de proefstukvervaardiging vaak buiten de mogelijkheden van de eigen afdeling in het bedrijf valt. De meting zelf is ervaren als bijzonder eenvoudig.

Verbetering van de reproduceerbaarheid van de proefuitvoering is te verkrijgen door:

- ervaring in de proefuitvoering,
- uitwisseling van ervaringen.

METAALINSTITUUT TNO

afd. Lastechniek



Ing. D. van der Torre

sectie Soldeertechnologie



Ir. H.H. van der Sluis

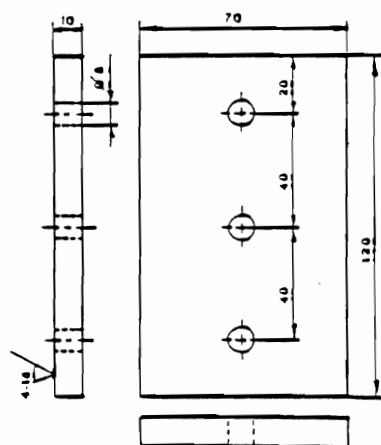
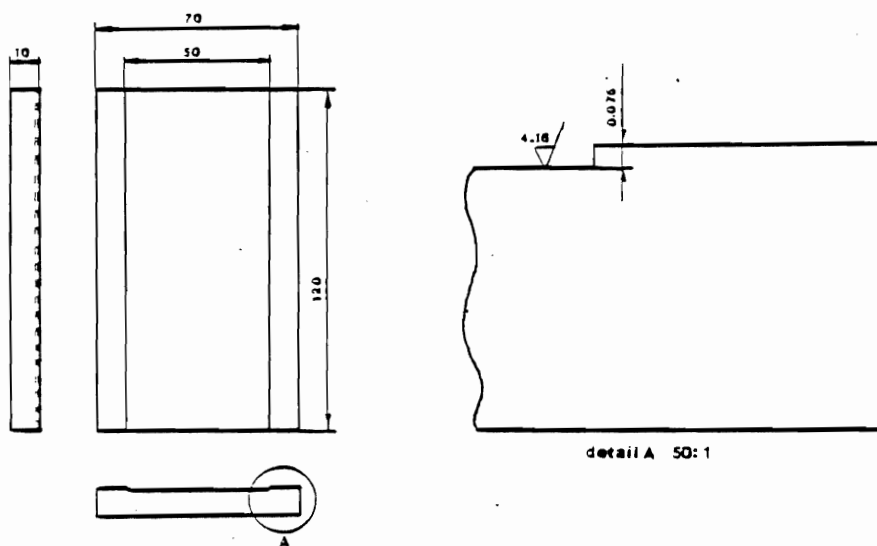


Fig. 1: Afmetingen van de te solderen delen, waaruit na het solderen de proefstukken vervaardigd werden.

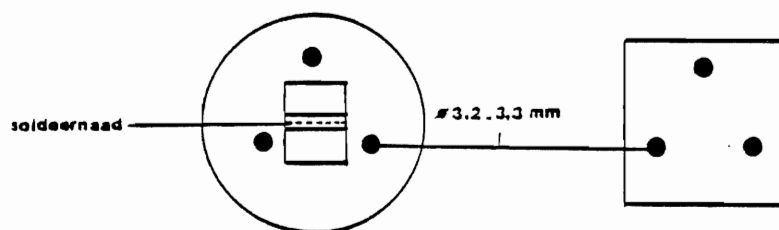
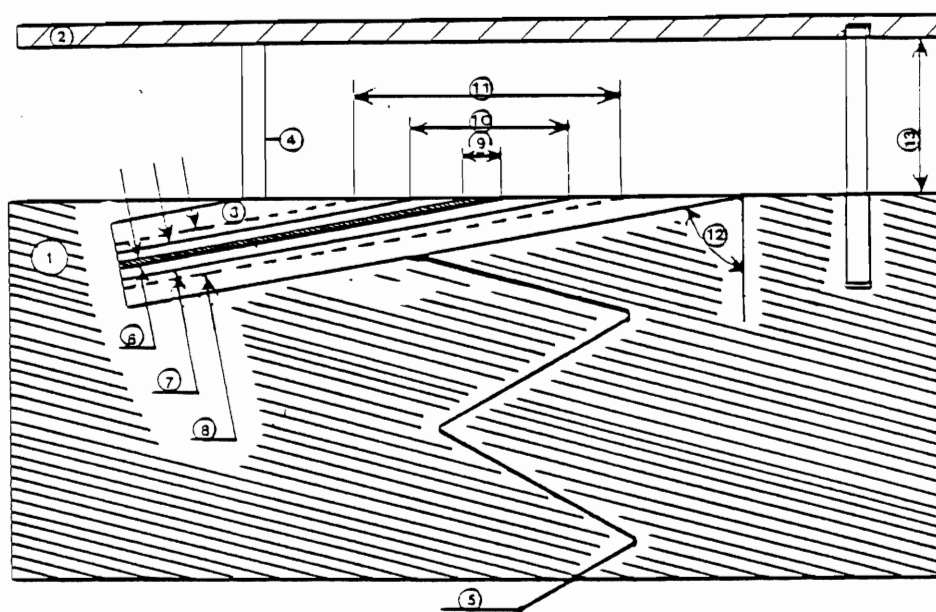


Fig. 2: preparaat tegenelektrode



- | | |
|------------------------------|---|
| 1 = bakeliet | 8 = soldeernaad met overgangszône |
| 2 = tegenelektrode | 9 = geprojecteerde spleetbreedte |
| 3 = deel van het proefstuk | 10 = geprojecteerde naaddikte |
| 4 = glazen staaf | 11 = geprojecteerde naaddikte met overgangszône |
| 5 = aansluitdraad | 12 = 90°-zaagsnedehoek |
| 6 = voormalige spleetbreedte | 13 = vaste afstand van 10 mm |
| 7 = soldeernaad | |

Fig. 3: De ligging van de soldeernaad in de bakeliet.

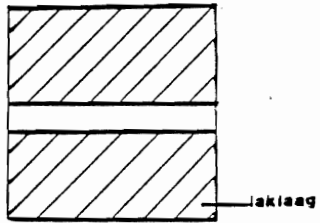


Fig. 4: aflakgebied.

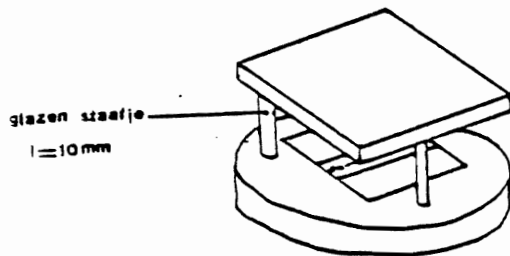
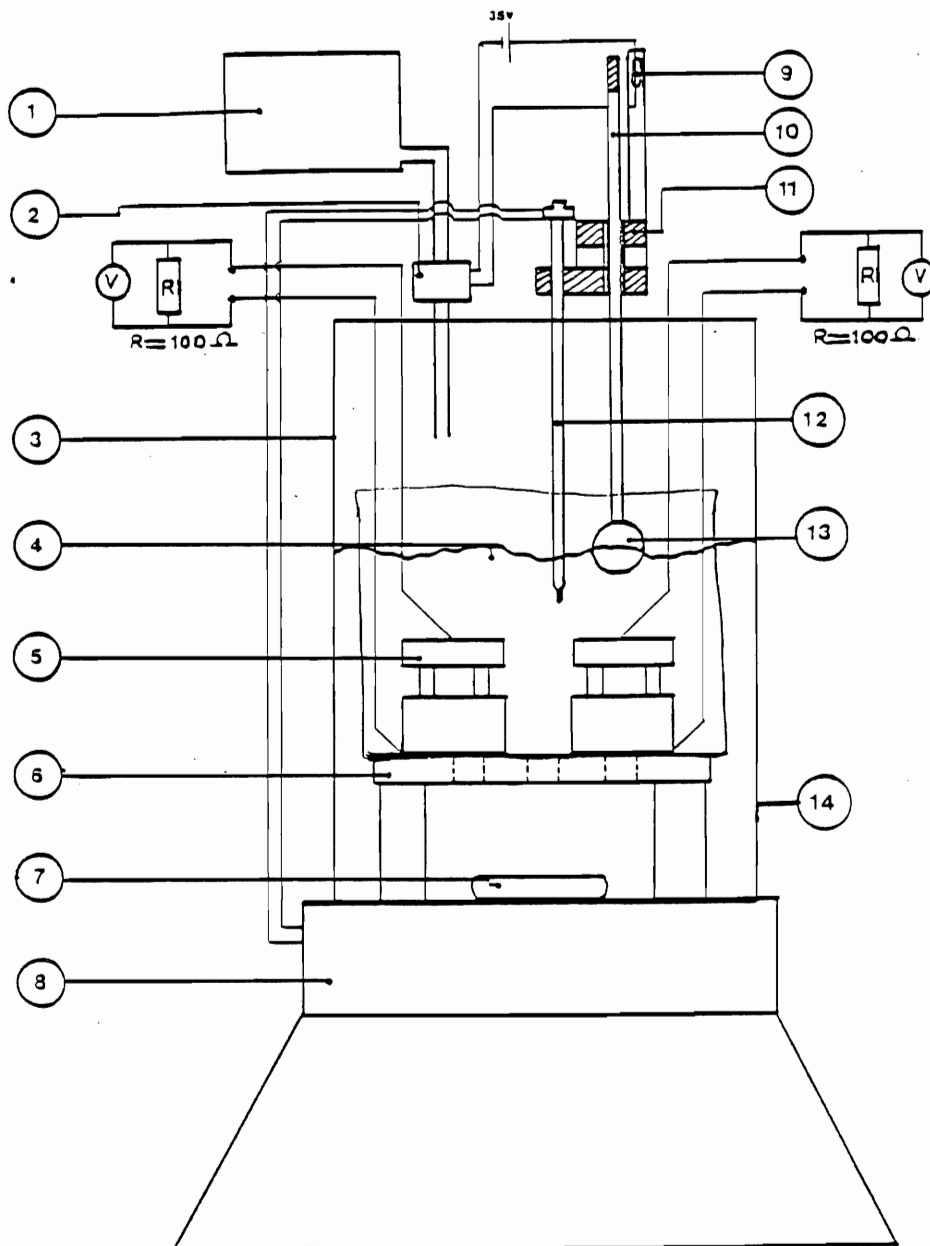


Fig. 5: montage



1 = reservoir koud demi-water

2 = magneetklep

3 = bak

4 = milieu

5 = preparaat

6 = hulpplateau

7 = roerstaaf

8 = kookplaat

9 = reed contact

10 = glazen staaf met magneet

11 = geleiding

12 = contactthermometer

13 = drijver

14 = waterbak

Fig. 6: De opstelling.

100

Composi proof.

Feb 1982

AlSi 204 geschleudert mit BM 12

profiel 10-8-3

Kreisprozess in Zusammenarbeit mit TPO im VSC

Hölzer Klebstoffe

MR 10
MR 7
MR 6

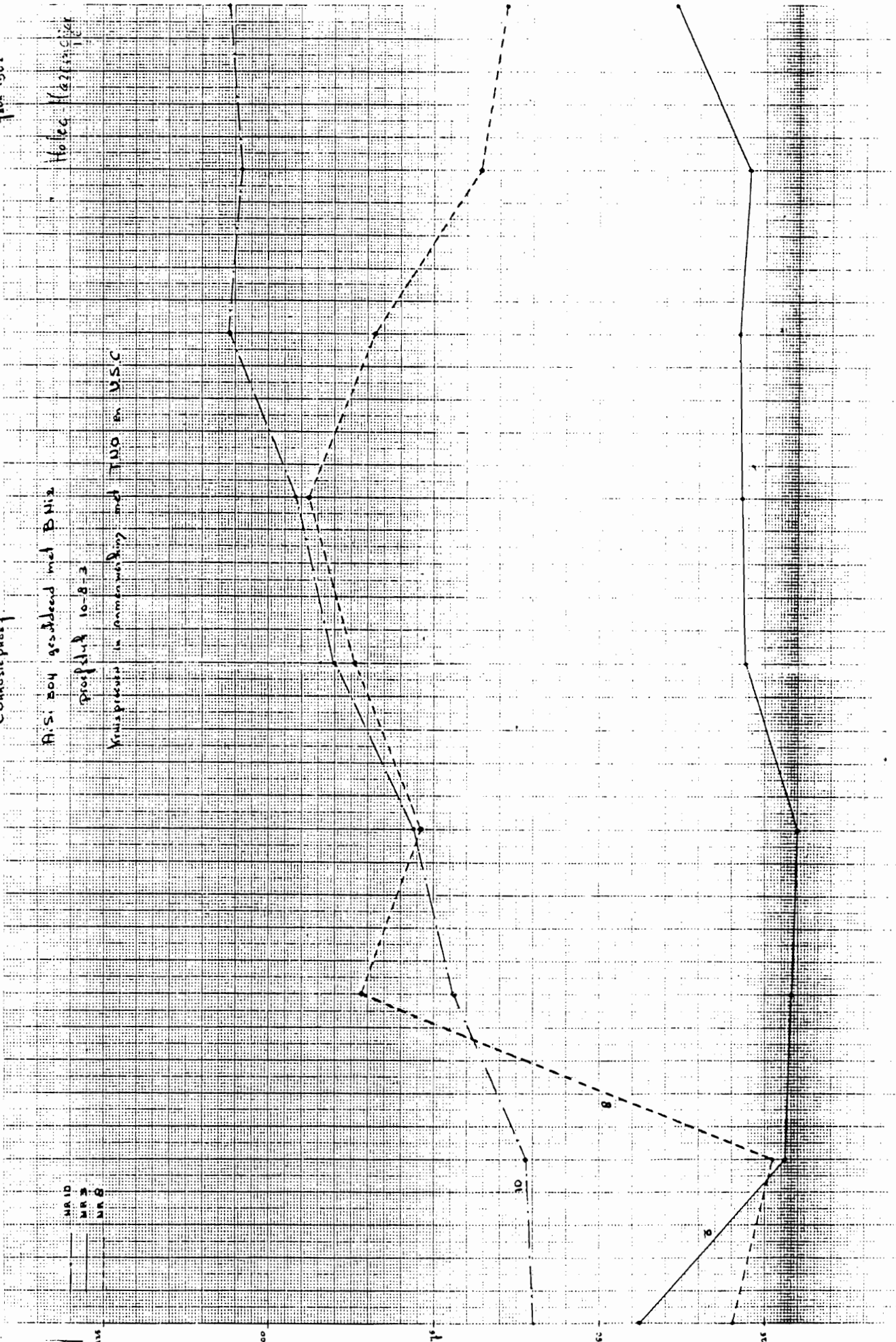
100

100

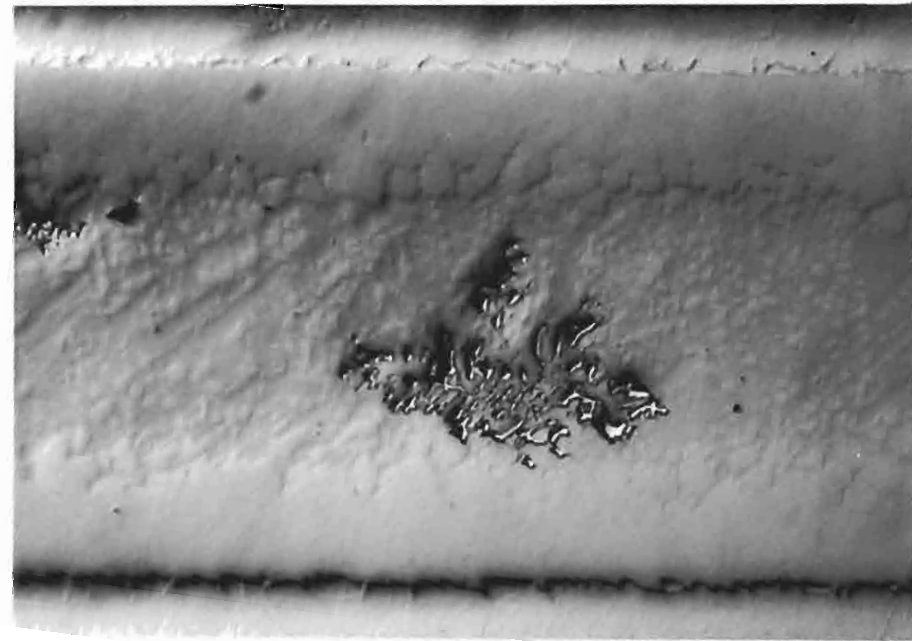
100

100

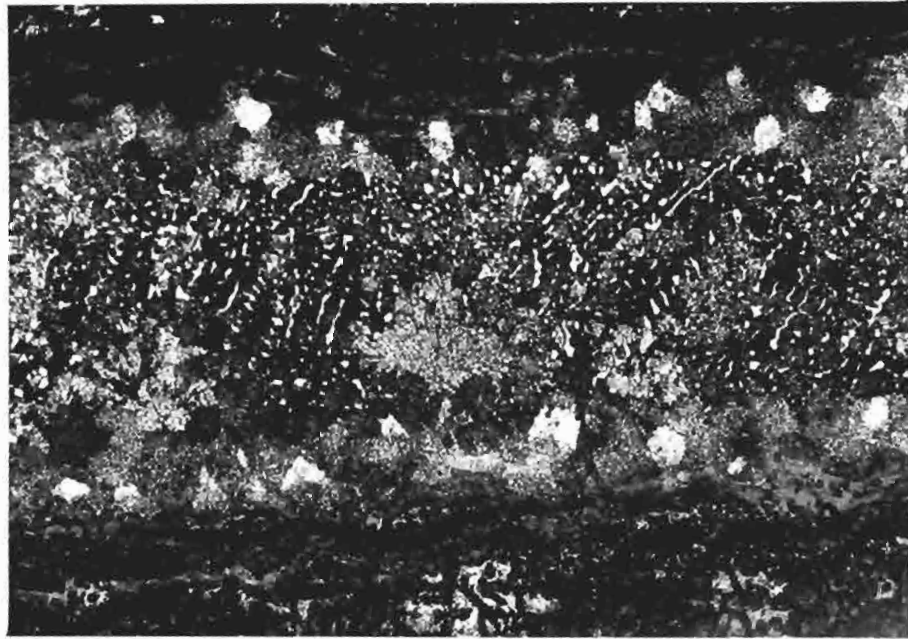
100



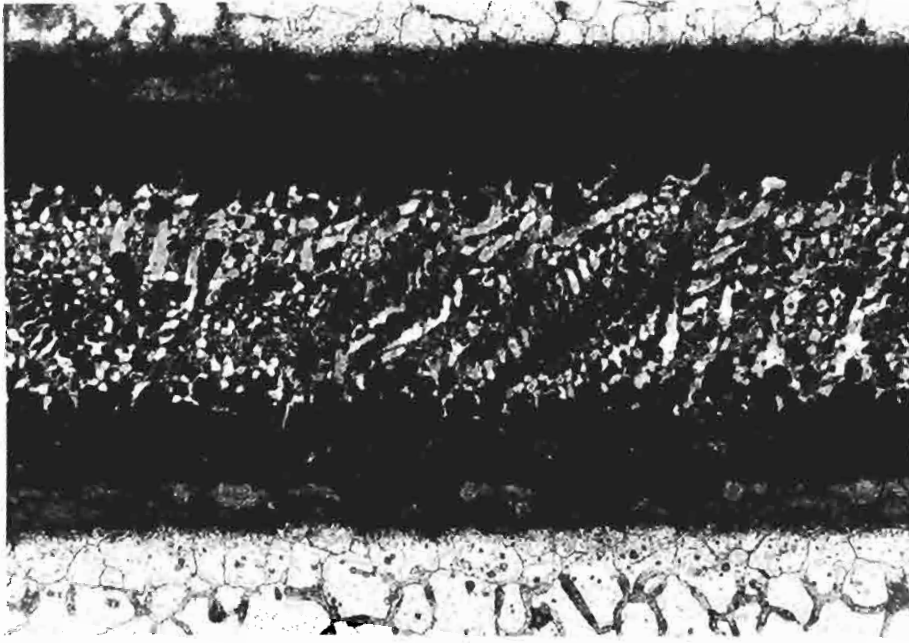
Z/100
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14



L2964 No. 3 voor expositie V=100x



L3009 No.3 na 165 uur expositie V=100x



L3020 No.10 na 165 uur expositie V=100x



Fig. 8: Het resultaat van het microscopisch onderzoek voor en na de corrosieproefing van BNI2 met RVS AISI 304
in steriele melkzuuroplossing (16 ml/liter) bij 65°C.

proef- stuk- nummer	stroom- dichtheid $\mu\text{A}/\text{mm}^2$	stroomsterktemeting (μA)									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	I gem.
Hazemeijer											
10	0,46 x 11	60	61	72	78	90	96	106	104	106	86
8	0,34 x 9	30	24	86	77	-	94	84	68	64	66
3	0,51 x 10	44	22	21	20	-	29	29	27	38	29
Vacuum Soldeer Centrum											
4	0,46 x 9	-	6	8	10	12	14	17	18	-	12
7	0,37 x 9,5	-	9	10	11	14	16	19	20	-	14
11	0,43 x 8	-	6	9	10	14	17	21	22	-	14
TNO											
9	0,24 x 9	6	7	8	11	13	14	16	17	18	12
12	0,44 x 8,5	7	14	18	21	24	27	32	36	39	24
2	0,51 x 9	11	12	17	19	21	24	26	29	32	21

Tabel 1: De in het parallelonderzoek gemeten stroomsterkten.

proef- stuk- nummer	stroom- dichtheid $\mu\text{A}/\text{mm}^2$	microscopische beoordeling	gemiddelde stroomdichtheid $\mu\text{A}/\text{mm}^2$
Hazemeijer			
10	17	geen aanslag, sterke aantasting	15
8	22	bruine aanslag, geringe aantasting	
3	6	bruine aanslag, randzone aangetast	
Vacuum Soldeer Centrum			
4	3	bruine aanslag, randzone nauwelijks aan- tast	4
7	4	bruine aanslag, randzone nauwelijks aan- getast	
11	4	bruine aanslag, randzone aangetast	
TNO			
9	6	bruine aanslag, randzone aangetast	6
12	7	bruine aanslag, deel basismetaleel wegge- broken	
2	5	bruine aanslag, randzone aangetast	

Tabel 2: De stroomdichtheid en de microscopische waarnemingen.