



48

**Nederlands Instituut voor
Lastechniek**

TC-I-A-367-87
(deel A en B)

NIL PROJECT HOOGTEMPERATUURSOLDEREN

SOLDEERMATERIALEN ONDERZOEK XI
WIDE GAP SOLDEREN

Deel A: hoofdstuk 1 t/m 12

Samengesteld door: T. de Haan
namens de stuurgroep "Wide gap solderen"

8 oktober 1987

SOLDEERMATERIALEN ONDERZOEK XI
WIDE GAP SOLDEREN
TC-I-A-367-87

Bestemd voor:

Nederlands Instituut voor Lastechniek
Laan van Meerdervoort 2B
2517 AJ DEN HAAG

t.a.v. de voorzitter en de leden van de N.I.L.-subcie TC-I-A
"Hoogtemperatuursolderen".

Samengesteld door:

T. de Haan
H.H. van der Sluis
namens de stuurgroep "Wide gap solderen" bestaande uit de leden:

P.Th.H. Steege	VSC
J. Kamans	Holec
P. Pikaar	HDZ
G.A. Kool	NLR
W. van Soelen	KLu/DSM
R.J. Zaalberg	Thomassen
W.J.J. Wolfis	FOM-N
W. Kersbergen	FOM-N
A.F. Neuteboom	FOM-A
J.A. van Wel	FOM-A
J. van Dorsselaer	FOM-A
P. Hanenburg	Ned. Philips Bedrijven
J. van Esdonk	Ned. Philips Bedrijven
Chr. van Stiphout	HCH
J.M. van der Zel	Elephant Ceramics

Dit rapport is het resultaat van onderzoek uitgevoerd door
het Metaalinstituut TNO in opdracht van het Nederlands
Instituut voor Lastechniek.

INHOUD

	Blz.
1. SAMENVATTING	4
2. INLEIDING	5
3. MATERIALEN	7
4. VOORPROEVEN PROEFSTAAFONTWERP	10
5. UITVOERING EN RESULTATEN VAN SPREIDPROEVEN	14
5.1 Uitvoeringswijze	14
5.2 Proeven uitgevoerd volgens methode 1 onder 1000°C	14
5.3 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 onder 1000°C	15
6. UITVOERING EN RESULTATEN VAN STRUCTUURONDERZOEK	17
6.1 Uitvoeringswijze	17
6.2 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 boven 1000°C	19
6.3 Proeven uitgevoerd volgens methode 3 boven 1000°C	23
7. UITVOERING EN RESULTATEN VAN RADIOGRAFISCH ONDERZOEK EN BREUKVLAK ONDERZOEK	29
7.1 Uitvoeringswijze	29
7.2 Proeven uitgevoerd volgens methode 1 onder 1000°C	30
7.3 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 onder 1000°C	30
7.4 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 boven 1000°C	31
7.5 Proeven uitgevoerd volgens methode 3 boven 1000°C	34
8. UITVOERING EN RESULTATEN VAN STERKTEONDERZOEK	38
8.1 Uitvoeringswijze	38
8.2 Proeven uitgevoerd volgens methode 1 onder 1000°C	40
8.3 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 onder 1000°C	40
8.4 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 boven 1000°C	42
8.5 Proeven uitgevoerd volgens methode 3 boven 1000°C	44

9. DISCUSSIE	50
9.1 De resultaten verkregen met solderen volgens methode 1 onder 1000°C	50
9.2 De resultaten verkregen met solderen volgens methode 2 onder 1000°C	51
9.3 De resultaten verkregen met solderen volgens methode 2 boven 1000°C	52
9.4 De resultaten verkregen met solderen volgens methode 3 boven 1000°C	55
10. CONCLUSIES	61
11. AANBEVELINGEN VOOR VERDER ONDERZOEK	62
12. LITERATUUR	65
13. TABELLEN EN FIGUREN	67

1. SAMENVATTING

Onderzoek is uitgevoerd op het gebied van het "wide gap solderen". De onderzochte soldeermethoden zijn:

1. het solderen in het smelttraject van het soldeer; in het rapport wordt dit aangeduid als methode 1,
2. het solderen met behulp van een in of bij de spleet aangebracht mengsel van soldeer en metallisch vulmiddel; in het rapport wordt dit aangeduid als methode 2,
3. het solderen met behulp van een sinterpoeder gedoseerd in de soldeerspleet en het soldeer gedoseerd tegen de soldeerspleet aan; in het rapport wordt dit aangeduid als methode 3.

Naar aanleiding van de resultaten van het vooronderzoek [1] is gekozen voor twee spleetbreedtes. De methoden 1 en 2 zijn uitgevoerd bij soldeertemperaturen zowel onder als boven 1000°C. De ingestelde spleetbreedte bedraagt van 0,5 mm. Methode 3 is enkel uitgevoerd boven 1000°C. De hierbij ingestelde spleetbreedte bedraagt 2 mm.

Het aantal proeven is verder beperkt door de volgende met de stuurgroep overeengekomen verdeling:

- methode 1 is slechts uitgevoerd met soldeersoorten op basis van zilver of koper onder 1000°C;
- methode 2 is uitgevoerd met een mengsel van vulpoeder op basis van koper of nikkel en de soldeersoorten zijn op basis van zilver en koper onder 1000°C en op basis van nikkel boven 1000°C; terwijl het vulpoeder op basis van nikkel of r.v.s is.
- methode 3 is uitgevoerd met sinterpoeder, op basis van nikkel of r.v.s. en met BNi2 of BNi5 boven 1000°C.

Bij de solderingen onder 1000°C zijn het spreidgedrag van de soldeerlegingen of mengsels en de treksterkten van de verbindingen bepaald. Bij de solderingen boven 1000°C zijn de gevormde structuren en de treksterkten van de verbindingen bepaald. Het spreidgedrag werd in het vooronderzoek reeds gerapporteerd [1].

2. INLEIDING

In het rapport "Wide gap solderen, vooronderzoek" [1] zijn zowel literatuurgegevens als een aantal voorproeven beschreven op het gebied van het solderen van niet-capillaire spleten.

Het vooronderzoek geeft aan dat aanvaardbare resultaten te bereiken zijn bij:

- het solderen boven 1000°C in het smelttraject van het toegepaste nikkelbasissoldeer; methode 1,
- het solderen boven 1000°C met een mengsel van nikkelbasissoldeer en vulpoeder in soldeerspleten tot 0,5 mm; methode 2,
- het solderen boven 1000°C met een sinterpoeder in de spleet en een nikkelbasissoldeer separaat bij spleetbreedtes tussen 0,5 mm en 3 mm.

Door de stuurgroep is voor het nu gerapporteerde onderzoek gekozen voor:

- aanvullende spreidproeven en sterkteproeven met soldeersoorten op zilver- of koperbasis onder 1000°C volgens methode 1;
- aanvullende spreidproeven en sterkteproeven met soldeersoorten op zilver- of koperbasis onder 1000°C volgens methode 2;
- structuuronderzoek en sterkteproeven met nikkelbasissoldeersoorten gesoldeerd boven 1000°C volgens methode 2; spreidproeven zijn al eerder uitgevoerd [1];
- structuuronderzoek en sterkteproeven met nikkelbasissoldeersoorten gesoldeerd boven 1000°C volgens methode 3; spreidproeven zijn al eerder uitgevoerd [1];

De toe te passen vul- of sinterpoeders zijn koper, nikkel en roestvaststaal AISI 316.

Het onderzoek is gericht op het vulgedrag van brede spleten en de daarbij te verwachten mechanische sterktes. Voor de methoden 1 en 2 is een spleetbreedte van 0,5 mm toegepast. De proeven met methode 3 zijn uitgevoerd met een spleetbreedte van 2 mm.

In figuur 1 is een overzicht van het programma gegeven.

De belangrijkste parameters bij het onderzoek zijn de soldeertemperatuur, de soldeertijd en de korrelgrootte van het vul- of sinterpoeder.

De gesoldeerde verbindingen zijn onderzocht op fouten door middel van radiografisch onderzoek en op de treksterkte bij kamertemperatuur. De breukplaats en het breukuiterslijk zijn in de resultaten meegenomen.

3. MATERIALEN

Werkstukmateriaal

Het toegepaste werkstukmateriaal is roestvaststaal AISI 316 in een plaatdikte van 3 mm. De nominale samenstelling ervan bedraagt in gewichtsprocenten koolstof $\leq 0,1\%$; mangaan $\leq 2,0\%$; silicium $\leq 1,0\%$; chroom tussen 16,0-18,0% nikkel tussen 10,0 en 14,0% en molybdeen tussen 2,0 en 3,0%. De rest is ijzer en verontreinigingen. De treksterkte in uitgangstoestand bedraagt 665 MPa. De rekgrens in uitgangstoestand bedraagt 345 MPa. Tengevolge van gloeien op 1125°C gedurende 240 minuten daalt de treksterkte tot 600 MPa en de rekgrens tot 250 MPa. De treksterkte van op 1125°C gegloeide staven bedraagt bij 500°C 425 MPa met de rekgrens op 128 MPa.

Vulpoeder.

De drie toegepaste vulpoeders zijn:

1. OFHC koperpoeder met een korrelgrootte van 0-50 μm ,
2. zuiver nikkelpoeder; het nikkelpoeder is door middel van uitzeven verdeeld in de korrelgroottes 0 tot 50 μm , 50 tot 75 μm en 75 tot 100 μm ,
3. roestvaststaalpoeder volgens AISI 316 met de volgende analyse in gewichtsprocenten nl.: 0,02% koolstof; 1,0% silicium; 17% chroom; 2,1% molybdeen; 0,2% mangaan; 13,1% nikkel; 0,049% stikstof en 0,10% zuurstof; het roestvaststaalpoeder is door middel van uitzeven verdeeld in de korrelgroottes 0 tot 50 μm , 50 tot 75 μm en 75 tot 100 μm . Tevens is het poeder in niet gezeefde toestand toegepast met een korrelgrootte van 0 tot 100 μm .

Soldeersoorten.

De soldeersoorten zijn aangeduid met de ISO-code 3677. De samenstellingen zijn aangegeven in gewichtsprocenten.

Voor onder 1000°C zijn toegepast:

1. BAg72Cu780 methode 1 en 2
Fabriekscode EL 101
Samenstelling: 72% zilver, 28% koper, zuurstof <30ppm, koolstof ≤ 10 ppm.
2. BAg72Cu780 methode 1 en 2
Fabriekscode EL10
Samenstelling: 72% zilver, 28% koper, koolstof ≤ 50 ppm, fosfor ≤ 150 ppm
3. BAg71CuNi779-795 methode
Fabriekscode Nicusil 3
Samenstelling: 71,15% zilver; 28,1% koper; 0,75% nikkel.
4. BCu90Ge900-1000 methode 1
Fabriekscode VH 1000
Samenstelling: 90% koper; 10% germanium.
5. BAg40CuMn740-840 methode 1
Fabriekscode D 4000
Samenstelling: 40% zilver; 50% koper; 10% mangaan.
6. BAg68CuPd807-810 methode 2
Fabriekscode PdE1 50
Samenstelling: 68% zilver; 27% koper; 5% palladium.
7. BAg58CuPd824-855 methode 1 en 2
Fabriekscode PdE1 51
Samenstelling: 58,5% zilver; 31,5% koper; 10% palladium.
8. BCu87GeNi820-965 methode 1 en 2
Fabriekscode Gemco
Samenstelling: 87,75% koper; 12% germanium; 0,25% nikkel.

Voor boven 1000°C zijn toegepast:

9. BNi71CrSi1080-1135 methode 2 en 3
Fabriekscode Nicrobraz 30
AWS-code BNi5
Samenstelling: 71% nikkel; 19% chroom; 10% silicium.
10. BNi82CrSiFeB970-1000 methode 2 en 3
Fabriekscode Nicrobraz LM
AWS-code BNi2
Samenstelling: 82,5% nikkel; 7% chroom; 4,5% silicium; 3% ijzer;
3% borium.

Het bindmiddel dat is toegepast om de soldeersoorten op het proefstuk op hun plaats te houden is het Nicrobraz cement 500. Om overmatig uitvloeien van het soldeer te voorkomen is het anti-vloeimiddel Nicrobraz green stop off toegepast.

4. VOORPROEVEN PROEFSTAAFONTWERP

In de TC-I-A 319-85 is het beproevingsprogramma voor het onderzoek weergegeven. Het uiteindelijk uitgevoerde programma is door de stuurgroep tijdens de uitvoering van het programma sterk gewijzigd.

Proefstaaf volgens het voorstel TC-I-A-319-85.

In het voorstel is aangegeven dat de sterkteproeven worden uitgevoerd met een ronde proefstaaf overeenkomend met DIN 8525, deel 3. Deze proefstaaf met een diameter van 8 mm zou volgens het voorstel vervaardigd worden uit een proefstuk, bestaande uit twee tegen elkaar gesoldeerde rechthoekige blokken. De gewenste soldeerspleet zou door middel van verspanen in een van de twee proefstukhelften aangebracht worden. Aan dit proefstukmodel kleven de volgende nadelen:

- de bewerking van de diverse delen en de proefstaaf is duur,
- de proefstukken zijn bedoeld om staand gesoldeerd te worden, de voorkeur van de stuurgroep gaat uit naar liggende proefstukken waar het soldeer met de zwaartekracht mee uit de soldeerspleet kan wegzakken.

In het vooronderzoek zijn een platte trekstaaf met een rechthoekige doorsnede en een buigstaaf met een vierkante doorsnede op hun toepasbaarheid onderzocht. De platte trekstaaf is weergegeven in figuur 2. De buigstaaf is weergegeven in figuur 3.

Platte proefstaaf

De platte proefstaaf is vervaardigd uit 3 mm dik plaat van roestvaststaal AISI 316 door middel van snijden met een CO₂-laser. De 2 mm brede soldeerspleet is gesneden met helium. De buitenrand van de proefstaaf is gesneden met zuurstof, waardoor een hogere snijsnelheid toe te passen is. Na het snijden zijn de proefstaven gebeitst in een waterige oplossing van HCl en HNO₃ in water bij een temperatuur van 65°C.

Het beitsen verwijdert de dunne geelkleurige snijoxydelaag in de soldeerspleet, maar niet de dikkere zwarte oxydelaag van de met zuurstof

gesneden buitenrand. Het roestvaststaalpoeder is in de soldeerspleet gefixeerd met behulp van bindmiddel. Door trillen is het poeder zoveel mogelijk verdicht. Het soldeerpoeder is op het roestvaststaalpoeder aangebracht. De aangebrachte hoeveelheid is driemaal het gewicht aan roestvaststaalpoeder. Het soldeer is gefixeerd met bindmiddel. Door het aanbrengen van anti-vloeimiddel is het uitvloeien van het soldeer over het proefstaafoppervlak voorkomen. Het anti-vloeimiddel is zowel aan de onderzijde als aan de bovenzijde bij de soldeerspleet aangebracht. De proefstaaf is liggend gesoldeerd, waarbij de soldeerspleet aan de onderzijde vrij ligt. De oplegvlakken moeten voldoende groot zijn om te voorkomen dat de proefstaaf t.g.v. het eigen gewicht op soldeertemperatuur doorzakt. Na het solderen zijn de verbindingsnokken en het overtollige soldeer door slijpen verwijderd.

Buigstaaf

De buigstaaf is gevormd door het in elkaars verlengde solderen van twee kerfloze slagstaven, zie figuur. 3. De uit roestvaststaal AISI 316 bestaande kerfloze slagstaven meten 55 bij 10 bij 10 mm. De buigstaaf heeft een totale lengte van 112 mm. Het fixeren en vullen van de spleet is op twee verschillende manieren uitgevoerd:

- bij staaf 1 is om de soldeerspleet een U-vormig roestvaststalen klem met een beenlengte van 15 mm aangebracht. De klem sluit drie van de vier zijden van de soldeerspleet af. De klem is op de twee proefstaafhelften vastgezet door middel van puntlassen. Op deze wijze is tegelijk de soldeerspleet op 2 mm breedte gefixeerd. Het vulpoeder is in de soldeerspleet aangebracht en verdicht door trillen. Een bindmiddel wordt niet aan het vulpoeder toegevoegd, omdat het vulpoeder in de soldeerspleet is opgesloten. De U-vormige klem steekt boven de proefstaafhelften uit. Door het aanlassen van twee lipjes op het bovenvlak van de twee proefstaafhelften is op eenvoudige wijze een bakje gevormd waarin het soldeer gedoseerd is. De toegepaste hoeveelheid soldeer bedraagt driemaal het gewicht van het vulpoeder in de soldeerspleet;

- bij staaf 2, zie figuur 3, zijn op twee zijvlakken van de proefstaafhelften roestvaststalen stripjes aangebracht van 10 x 2 x 0,1 mm door middel van puntlassen. De stripjes verbinden de twee proefstaafhelften en fixeren de soldeerspleet op de gewenste 2 mm. Om het vulpoeder in de spleet aan te brengen zijn drie van de vier zijden van de soldeerspleet afgesloten met plakband. Het vulpoeder is in de gevormde ruimte aangebracht, verdicht door middel van trillen en gefixeerd met behulp van Microbraz cement. Na het uitharden van de binder is het plakband verwijderd. Aan de bovenzijde van de soldeerspleet is met behulp van roestvaststaalplaat van 0,5 mm dikte een bakje gevormd. De zijkanten van het bakje zijn op de proefstaaf bevestigd door middel van puntlassen. Als bodem fungeert de proefstaaf met de met vulpoeder gedoseerde soldeerspleet. In dit bakje is het soldeer gedoseerd, waarin het gewicht van het soldeer gelijk is aan driemaal de hoeveelheid vulpoeder in de soldeerspleet.

Het solderen

Bij beide proefstaaftypen is na het solderen de overmaat soldeer verwijderd door middel van slijpen. Ook de fixatieplaatjes en de U-vormige klem zijn door slijpen verwijderd.

Het solderen is uitgevoerd met BNi2.

Roestvaststaalpoeder AISI 316 met een korrelgrootte tussen 75 μm en 100 μm is toegepast als vulmiddel in de soldeerspleet. Gesoldeerd is volgens methode 3 met het vulmiddel in de spleet en het soldeer erboven op. De soldeerparameters zijn gekozen in overeenstemming met het structuuronderzoek (zie hoofdstuk 6.4). De gevolgde cyclus in de Wentgate oven is:

- vacuüm beter dan 1×10^{-5} mbar gedurende de hele cyclus
- opwarmingsnelheid 90°C per minuut
- soldeertemperatuur 1125°C
- soldeertijd 1 uur
- geforceerd afkoelen vanaf 1125°C onder Argon.

Het microscopisch onderzoek

In figuur 4 is de structuur weergegeven van een buigstaaf. De structuur bestaat uit een ductiele matrix met in korrels de harde intermetallische fasen, overeenkomend met de als meest ideale structuur aangegeven structuur uit [2].

Bij het microscopisch onderzoek van een lasergesneden gesoldeerde platte proefstaaf is geen nadelige invloed van het lasersnijden waarneembaar. De structuur van de overgangszône is vergelijkbaar met die van figuur 4. De snijkanten zijn niet geheel recht. Aan de bovenzijde is de naad enkele tienden millimeters groter dan aan de onderzijde.

Het destructief onderzoek

De platte proefstaven zijn getrokken in een hydraulische trekbank met een belastingssnelheid van 10 MPa per seconde. De buigstaven zijn gebogen in een hydraulische drukbank. De diameter van de buigdoorn bedroeg

30 mm, de oplegafstand 45 mm. In tabel 1 zijn de resultaten van de voorproeven weergegeven.

Keuze

Alle proefstaven zijn in de soldeernaad gebroken. Bij de buigstaven treedt breuk op langs één van de twee overgangszônes. Bij de trekstaven treedt breuk op in de soldeernaad zelf.

Op grond van de verkregen resultaten en de eenvoudige vervaardigingswijze is door de stuurgroep gekozen voor het uitvoeren van de mechanische beproeving met de platte trekproefstaven. De breedte is aangepast aan DIN 50125, zie figuur 5.

5. UITVOERING EN RESULTATEN VAN SPREIDPROEVEN

5.1 Uitvoeringswijze

Het beoordelen van de eventuele geschiktheid van een soldeer of soldeercombinatie is uitgevoerd door middel van hellende spreidproeven, zie [1].

De spreidproeven zijn als volgt uitgevoerd:

- van het rvs AISI 316 zijn plaatjes vervaardigd met de afmeting van 30x30x3 mm;
- de bovenzijden van de plaatjes zijn geslepen op een ruwheid (CLA) van 0,1-0,4 μm ;
- De plaatjes zijn ontvet in chlorothene, gebeitst in een oplossing van 55ml HCl en 50 ml HNO₃ in 395 ml H₂O bij 65°C gedurende 5 minuten, gespoeld in water, in alcohol en gedroogd met warme lucht;
- per plaatje is een vaste hoeveelheid soldeer aangebracht;
- de hoeveelheid soldeer is gefixeerd of met behulp van "Nicrobraz Cement grade 500" of door puntlassen;
- de plaatjes zijn vervolgens in de vacuümoven opgesteld onder een hoek van 30°. De te verwachten richting van het uitvloeien van het soldeer, naar beneden, en de slijprichting van het oppervlak vallen samen.

Bij de beoordeling na het solderen zijn de volgende criteria toegepast:

- . het ontstaan van een gesloten soldeermassa
- . het op de plaats blijven liggen van het soldeer.

Indien aan beide criteria is voldaan is het in principe mogelijk om een brede spleet te vullen. Het soldeer vormt dan een gesloten massa, terwijl het vermoedelijk niet (snel) uit de soldeernaad zal vloeien.

5.2 Proeven uitgevoerd volgens methode 1 onder 1000°C

Methode 1 is het solderen in het smeltraject van het soldeer.

Het soldeer moet het werkstukmetaal bevochtigen maar mag niet over het werkstukmetaal uitvloeien [1]. Bij toepassen van roestvaststaal is het

door de hoge oppervlaktespanning van het soldeer op het roestvaststaal mogelijk dat ook bij soldeertemperaturen boven het smelttraject aan beide voorwaarden kan worden voldaan.

Soldeerproeven zijn uitgevoerd met de volgende legeringen:

- BCu87GeNi820-965 , poeder
- BCu90Ge900-1000 , draad
- BAg40CuMn740-840 , draad
- BAg72Cu780; $O_2 < 30$ ppm, draad, vacuüm omgesmolten
- BAg72Cu780; $P \leq 150$ ppm, draad, geen vacuüm kwaliteit;
- BAg58CuPd824-855 , draad

De resultaten zijn vermeld in tabel 2. De soldeerlegeringen bevochtigen wel, maar vloeien niet uit bij de volgende temperaturen:

BCu87GeNi820-965	: 950°C - 1000°C;
BCu90Ge900-1000	: 975°C - 1000°C;
BAg40CuMn740-840	: 860°C - 890°C;
BAg72Cu780	: 795°C - 810°C;
BAg58CuPd824-855	: 830°C - 890°C.

Onder het genoemde temperatuurtraject treedt geen bevochtiging van het gebeitste roestvaststaal op. Boven het genoemde temperatuurtraject treedt een te sterk spreiden van het soldeer op, waardoor een brede spleet vermoedelijk niet te vullen is.

5.3 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 onder 1000°C

Methode 2 is het solderen met een mengsel van soldeer en vulpoeder. Eén van de hierbij optredende problemen is het feit dat soldeersoorten niet tegen een acceptabele prijs in poedervorm te leveren zijn. Om toch een indruk te verkrijgen is een stukje soldeerdraad bedekt met een laagje vulpoeder.

De toegepaste vulpoeders zijn:

- nikkelpoeder;
- koperpoeder.

De toegepaste soldeersoorten zijn:

- BAg72Cu780; $O_2 < 10$ ppm, draad
- BAg71CuNi779-795, draad
- BAg68CuPd807-810, draad
- BAg58CuPd824-852, draad
- BAg58CuPd824-852, draad, andere leverancier dan voorgaande soldeer.

Deresultaten zijn vermeld in tabel 3.

Hieruit blijkt dat bij:

- BAg72Cu780; $O_2 < 10$ ppm met nikkelpoeder geen toepasbare resultaten zijn verkregen. De resultaten met koperpoeder zijn slecht, doordat poreusheid en ontmenging optreden,
- BAg71CuNi780-795 de toevoeging van 0,75% Ni aan het soldeer nauwelijks het resultaat verbetert,
- het toepassen van palladiumhoudende soldeersoorten weinig goede resultaten te verwachten zijn. De bruikbaar geachte combinatie van proefstuk 39 vertoont inwendig grote poriën. De soldeerhuid is echter niet poreus (zie figuur 6).

De toepasbaarheid van methode 2 onder 1000°C met soldeerlegeringen op zilverbasis is gering, zoals uit deze resultaten blijkt. In [4] wordt dit bevestigd. Het onderzoek in deze richting is daarom niet verder uitgevoerd mede wegens de hoge kosten van de poedervormige soldeersoorten.

6. UITVOERING EN RESULTATEN VAN STRUCTUURONDERZOEK

6.1 Uitvoeringswijze

De soldeerparameters

Het structuuronderzoek is uitgevoerd om voor het solderen van de trekproefstaven de invloed van de soldeercyclus op de structuur vast te leggen.

Bij het structuuronderzoek is gekeken naar:

- het aanwezig zijn van poriën in de soldeernaad;
- het aanwezig zijn van een netwerk van brosse intermetallische fasen.

Invloed op beide aspecten mag verwacht worden van:

- het soldeer;
- de samenstelling en de korrelgrootte van het vulpoeder;
- de opwarmingsnelheid, vooral tussen de solidustemperatuur van het soldeer en de soldeertemperatuur;
- de soldeertemperatuur;
- de soldeertijd;
- de afkoelingsnelheid, vooral tussen de soldeertemperatuur en de solidustemperatuur van het soldeer.

De uitvoering

Het structuuronderzoek is als volgt uitgevoerd:

- van r.v.s. AISI 316 zijn plaatjes vervaardigd van 25 x 12,5 x 3 mm of van 100 x 25 x 3 mm;
- door middel van TIG-hechten zijn twee plaatjes op de gewenste spleetbreedte van 0,5 mm of 2 mm aan elkaar gehecht. Bij de korte plaatjes zijn op de 25 mm zijde steeds twee hechten toegepast. Bij de 100 mm plaatjes zijn steeds vier hechten, regelmatig over de 100 mm lange soldeerspleet verdeeld, aangebracht;

- voor het solderen zijn de proefstukjes ontvet in chlorothene en gebeitst in een oplossing van 395 ml H₂O; 55 ml HCl en 50 ml HNO₃ bij 65°C gedurende 5 minuten;
- na het beitsen zijn de proefstukken gespoeld met stromend water, vervolgens met alcohol en gedroogd met warme lucht;
- rond de soldeerspleet is met een penseel het antivloei middel aangebracht om overmatig uitvloeien van het soldeer over het proefstukoppervlak te voorkomen;
- tijdens het solderen zijn de proefstukken zodanig opgelegd dat de soldeerspleet aan beide zijden vrij ligt. Op deze wijze is direct te bepalen of het soldeermengsel in staat is om in de spleet te blijven hangen, of dat het te dunvloeibaar is en uit de soldeerspleet wegzakt;
- na het solderen zijn de succesvolle verbindingen dwars op de soldeernaad doorgeslepen voor het vervaardigen van het preparaat voor microscopisch onderzoek;
- de preparaten zijn gepolijst met als laatste stap diamantkorrels met een korrelgrootte van 1 µm;
- de preparaten zijn electrolytisch geëtst bij 5 Volt in een waterige 10 gewichtsprocenten bevattende chroom (VI)-oxyde oplossing.

Een uitzondering op deze werkwijze vormt de eerste proevenserie met BNi2 en rvs poeder volgens methode 3. Hierbij is gebruik gemaakt van 3 mm dikke plaatjes waar door middel van frezen een 2 mm brede en 2 mm diepe gleuf is aangebracht over vrijwel de gehele lengte van het plaatje. Het soldeermengsel kan in dit geval niet uit de doseergleuf weg. Bij vervolgprouven is de freesdiepte vergroot zodat wel een aan de onderzijde openstaande gleuf toegepast is. Het TIG hechten biedt echter een veel snellere aanmaakwijze van de proefstukken en heeft dus de voorkeur gekregen.

Proeven uitgevoerd volgens methode 1 en 2 beneden 1000°C zijn reeds onderzocht in [1].

6.2 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 boven 1000°C

Soldeerwijze

Methode 2 is het solderen met soldeerpoeder en vulpoeder dat als mengsel voor het solderen in de 0,5 mm brede soldeerspleet aangebracht wordt. De proeven zijn uitgevoerd met de poedervormige nikkelbasissoldeersoorten BNi2 en BNi5. Beide zijn toegepast in combinatie met roestvaststaalpoeder en met nikkelpoeder. Per proevenserie zijn tevens de resultaten uit de literatuur aangegeven. Deze literatuur resultaten hebben gediend als uitgangspunt voor dit deel van het onderzoek.

Literatuur BNi2

De in de literatuur aangegeven resultaten met het soldeer BNi2 zijn [2]:

- bij het toepassen van een mengsel met 60% soldeer en 40% vulpoeder zijn in de naden, vooral bij de combinatie met roestvaststaalpoeder poriën aanwezig. Extra op het oppervlak van de soldeerspleet aangebracht soldeer is niet in staat om de poriën te vullen;
- door de snelle diffusie van het borium in het roestvaststaal vulpoeder is een veel hogere soldeertemperatuur nodig dan de liquidustemperatuur van het soldeer om vloeien van het mengsel te verkrijgen.

Uit het vooronderzoek [1] is bekend dat een te kiezen soldeertemperatuur voor de combinatie met nikkelpoeder boven 1025°C en voor de combinatie met roestvaststaalpoeder boven 1100°C tot een gewenst resultaat kan leiden.

Resultaten BNi2

De resultaten van het structuuronderzoek met BNi2 zijn weergegeven in tabel 4 voor de proeven met nikkelpoeder en in tabel 5 voor de proeven met roestvaststaalpoeder. In beide proevenseries zijn porievrije soldeerverbindingen gevormd mede door het hoge aandeel aan soldeer ten opzichte van het vulpoeder. Het mengsel bevat drie delen soldeer op een deel vulpoeder.

Nikkelpoeder

Bij de proeven met het nikkelpoeder op 1050°C ontstaat een structuurbeeld zoals is weergegeven in figuur 7. De structuur bestaat uit grove nikkelkristallen met daartussen een fijnkorrelige matrix.

Intermetallische fasen zoals gevormd in een brede spleet zonder vulpoeder zijn niet waarneembaar. Variatie in de korrelgrootte van het vulpoeder of de opwarmingssnelheid heeft geen waarneembare invloed op de structuur.

Bij het toepassen van een soldeertemperatuur van 1175°C ontstaat een primair stollende dendrieten bevattende structuur, zoals is weergegeven in figuur 8. Tussen de dendrieten zijn donker aanetsende intermetallische fasen aanwezig. Variatie in korrelgrootte heeft geen invloed op de structuur.

Roestvaststaalpoeder

Bij de proeven van BNi2 met roestvaststaalpoeder, zie tabel 5, ontstaat een structuur zoals is weergegeven in figuur 9. Het vulpoeder is niet meer in de structuur te herkennen maar lijkt volledig door het soldeer te zijn opgelost. De structuur bestaat geheel uit intermetallische fasen. Poriën zijn vrijwel niet aanwezig. Veranderingen van de soldeerparameters veroorzaken geen waarneembare veranderingen in de microstructuur.

Literatuur BNi5

De in de literatuur aangegeven resultaten met BNi5 zijn vermeld in [2,3] en luiden:

- bij nikkelpoeder is de reactie tussen het soldeer en het vulpoeder gering. In de structuur blijft de microstructuur van het BNi5 zichtbaar tussen de nikkelkorrels.

Door de snelle diffusie tijdens het opwarmen stijgt de liquidustemperatuur van het soldeer en blijft vloeien van het soldeer uit, ook bij 1220°C. Zowel veranderingen van de soldeertemperatuur, de korrelgrootte, de chemische samenstelling van het vulpoeder of de verhouding tussen soldeer en vulmetaal beïnvloeden de gevormde structuur niet.

- bij roestvaststaalpoeder is de reactie tussen het soldeer en het vulpoeder sterker.

Bij solderen op 1175°C gedurende 10 minuten en een soldeer-vulpoeder verhouding van 2:3 ontstaat een structuur die vrijwel geheel uit een vaste oplossing bestaat met plaatselijk donker gekleurde nikkelchromsiliciden. Het aanwezig zijn van intermetallische fasen is mede afhankelijk van de samenstelling en de korrelgrootte van het roestvaststaal vulpoeder. Het oplossen van de intermetallische fasen verloopt beter met AISI 316 dan met AISI 304. Bij het toepassen van een grover vulpoeder ontstaan meer intermetallische fasen dan bij een fijner poeder.

Uit het vooronderzoek [1] is bekend dat de te kiezen soldeertemperatuur voor de combinatie met BNi5 en nikkelpoeder rond 1150°C ligt. Voor de combinatie van BNi5 met roestvaststaalpoeder ligt de te kiezen soldeertemperatuur rond 1175°C tot 1200°C, onder andere afhankelijk van de toegepaste korrelgrootte.

Resultaten BNi5

De resultaten van het structuuronderzoek op BNi5 zijn weergegeven in tabel 6 voor de proeven met nikkelpoeder en in tabel 7 voor de proeven met roestvaststaalpoeder. In beide series zijn vrijwel geheel porievrije verbindingen gevormd.

Nikkelpoeder

Bij de proeven met het nikkelpoeder ontstaan structuren zoals weergegeven is in figuur 10. Er is geen sprake van een ductiele matrix, tussen de grove korrels zijn intermetallische fasen waarneembaar. De figuur geeft aan dat een homogene verdeling van de structuurbestanddelen niet verkregen is. Opmerkelijk is dat de soldeerfouten zoals poriën het grootst zijn bij de laagste opwarmsnelheid. Bij de opwarmsnelheid van 90°C per minuut zijn in de naad op de plaats van de doorsnede geen poriën aanwezig. In deze structuur zijn de korrels fijner. De soldeertijd bedraagt slechts tien minuten ten opzichte van 60 minuten voor de overige proeven uit deze serie.

Roestvaststaalpoeder

Bij de proeven van BNi5 met het roestvaststaalpoeder ontstaan structuren zoals weergegeven is in figuur 11. De structuur bestaat uit grote primair stollende korrels met daartussen een donker aanetsende en zeer fijne intermetallische deeltjes bevattende matrix. De structuur verschilt duidelijk van die verkregen met het nikkelpoeder, zie figuur 10. De matrixstructuur bevat bij het roestvaststaalpoeder als vulmiddel fijnere deeltjes dan bij het nikkelpoeder als vulpoeder. Een invloed op de structuur van de korrelgrootte of de opwarmsnelheid is niet waarneembaar. Het aantal poriën in de preparaatdoorsnede is bij de opwarmsnelheid van 50°C per minuut kleiner dan bij 5°C per minuut.

6.3 Proeven uitgevoerd volgens methode 3 boven 1000°C

Bij methode 3 is het vulpoeder voor het solderen in de soldeerspleet aangebracht. Vervolgens is het soldeer tegen of op de soldeerspleet aangebracht. De toegepaste spleetbreedte bedraagt 2 mm. De proeven zijn uitgevoerd met de poedervormige nikkelbasissoldeersoorten BNi2 en BNi5. Beide zijn toegepast in combinatie met nikkelpoeder en met roestvaststaalpoeder. Per serie proeven zijn tevens de resultaten uit de literatuur aangegeven. Deze resultaten zijn het uitgangspunt van dit deel van het onderzoek.

Literatuur BNi2

De in de literatuur aangegeven resultaten met het soldeer BNi2 zijn [2]:

- in de combinatie met nikkelpoeder zijn tussen de korrels van het vulpoeder intermetallische fasen waarneembaar;
- in de combinatie met roestvaststaalpoeder is een ductiele matrix zichtbaar. In deze matrix zijn de roestvaststaalkorrels waarneembaar, waarin ijzerboriden aanwezig zijn;
- de toegepaste soldeertemperatuur is 1125°C bij een soldeertijd van 10 minuten.

Uit het vooronderzoek [1] is bekend dat bij het toepassen van nikkelpoeder als vulmetaal een soldeertemperatuur van 1050°C voldoende is, maar dat goede resultaten pas worden verkregen bij een soldeertemperatuur van 1175°C. Bij het toepassen van roestvaststaal als vulpoeder wordt bij de soldeertemperatuur van 1125°C een goed resultaat verkregen.

Resultaten BNi2

De resultaten van het structuuronderzoek met BNi2 zijn weergegeven in tabel 8 voor de proeven met nikkelpoeder en in tabel 9 voor de proeven met roestvaststaalpoeder.

Nikkelpoeder

Bij de proeven met het nikkelpoeder, zie tabel 8, zijn verbindingen waarin poriën aanwezig zijn verkregen. De in figuur 12 tot en met 15 weergegeven doorsneden geven de structuren weer van de trekproefstaven uit hoofdstuk 8.5. In de structuren valt op dat:

- snel en kort solderen aanleiding geeft tot een korrelige structuur met een netwerk van intermetallische fasen, zie figuur 12;
- het verlengen van de soldeertijd tot 240 minuten een structuur veroorzaakt van primair gestolde nikkelkristallen met daartussen intermetallische fasen, zie figuur 13;
- het langzaam opwarmen in het soldeertraject een structuur te zien geeft met primair gestolde dendrieten in een matrix van fijne intermetallische fasen, zie figuur 14;
- het verlengen van de soldeertijd tot 240 minuten grovere primair stollende nikkelkristallen veroorzaakt in een matrix met grovere intermetallische fasen, zie figuur 15.

Bij geen van de structuren is een goede ductiliteit van de matrix te verwachten.

Roestvaststaalpoeder

De resultaten van het structuuronderzoek op de combinatie van BNi2 met roestvaststaalpoeder zijn weergegeven in tabel 9. Een selectie van de verkregen structuren is weergegeven in de figuren 16 tot en met 24. In fig. 16 is de structuur weergegeven van de combinatie met de korrelgrootte 0 - 50 μm , de soldeertijd 10 minuten en de opwarm- respectievelijk de afkoelsnelheid beide 25°C per minuut. In de figuur

is een verdeling in twee gebieden te zien met een verschillende structuur, nl. een gebied met secundaire fasen in de matrix en een gebied met boriden in de roestvaststalen korrels. Bij de overige korrelgroottes in de serie treedt een vergelijkbare verdeling op.

Langere soldeertijden, te weten 30, 60 of 120 minuten, zie respectievelijk de figuren 17, 18 en 19 voor de korrelgroottes kleiner dan 50 μm , geven een steeds meer verslechterend resultaat te zien door erosie van het vulpoeder. De primair stollende nikkellaag en de boridepenetratie op de korrelgrenzen van het roestvaststaal nemen beide toe. De proeven met grovere vulkorrels geven een vergelijkbaar beeld te zien. Structuren met een ductiele matrix zijn niet waargenomen.

Daar de korrelgrootte slechts een geringe invloed lijkt te hebben zijn de nu volgende proeven uitgevoerd met de korrelfractie 75 - 100 μm . Deze fractie geeft bij het uitzeven van het r.v.s. poeder de hoogste opbrengst (met andere woorden het r.v.s. poeder bevat voornamelijk grote korrels).

Bij het bepalen van de invloed van de opwarm- en afkoelsnelheid is de volgende soldeercyclus toegepast:

- opwarmsnelheid 90°C per minuut;
- soldeertemperatuur 1125°C;
- soldeertijd 60 minuten;
- snelkoelen vanaf 1125°C met Argon.

De verkregen structuur is weergegeven in figuur 20. Deze structuur komt overeen met die van de buigstaven, zie fig. 4, welke zijn vervaardigd met dezelfde soldeerparameters. De structuur bestaat uit een secundaire fase vrije matrix waarin zich boride bevattende korrels bevinden. Deze structuur is vergelijkbaar met die welke in [2] is weergegeven. Door de opwarmsnelheid en de afkoelsnelheid te variëren is bepaald welke van de twee parameters de grootste invloed uitoefent op de structuur. In figuur 21 is de structuur weergegeven die ontstaat na opwarmen met 90°C per minuut en afkoelen met 25°C per minuut. In figuur 22 is de structuur weergegeven na opwarmen met 25°C per minuut en afkoelen door

snelkoelen vanaf 1125°C. Een hoge opwarmsnelheid heeft een grotere invloed dan een hoge afkoelsnelheid. In de figuren 23 en 24 wordt de structuur weergegeven na opwarmen met respectievelijk 75°C en 50°C per minuut. In beide gevallen is afgekoeld met 25°C per minuut. Bij de opwarmsnelheid van 50°C per minuut zijn intermetallische fasen waarneembaar. Bij 75°C per minuut zijn deze voor een deel verdwenen. Op grond van deze proeven is gekozen voor een opwarmsnelheid van 90°C per minuut voor de trekproefstaven. Afkoelen wordt uitgevoerd door snelkoelen onder Argon vanaf 1125°C.

Literatuur BNi5

De in de literatuur aangegeven resultaten met het soldeer BNi5 zijn:

- in de combinatie met nikkelpoeder is een soldeertemperatuur toegepast van 1175°C [2,3]. Door de geringe reactie tussen het nikkelpoeder en het soldeer is in de structuur tussen de nikkelkorrels de oorspronkelijke BNi5 structuur met intermetallische fasen zichtbaar [2];
- het toepassen van een gesinterd nikkelpoeder geeft een afname van de holtes tussen de korrels te zien [3]. Door de kleinere holtes neemt de hoeveelheid intermetallische fasen in het BNi5 tussen de korrels af. Het verlengen van de soldeertijd van 5 of 10 minuten tot 60 minuten geeft een afname van de microhardheid van de intermetallische fasen te zien. De terugval is van 300 - 600 HV0,05 tot 200-220 HV0,05. De intermetallische fasen kunnen geheel oplossen, maar de structuur in de soldeernaad blijft bestaan uit twee fasen.
- met roestvaststaalpoeder ontstaat een structuur met twee fasen nl. een vaste oplossing met daaromheen zwarte nikkel-chroom-siliciden. De reactie met roestvaststaalpoeder is sterker dan met nikkelpoeder. Bij het toepassen van AISI 316 (320 mesh) zijn minder siliciden aanwezig dan bij het toepassen van AISI 304 (150 mesh).

Uit het vooronderzoek [1] is bekend dat voor een goed resultaat de soldeertemperatuur voor zowel nikkelpoeder als roestvaststaalpoeder

boven 1175°C moet liggen. Een lagere temperatuur geeft aanleiding tot poriën in de soldeernaad.

Resultaten BNi5

De resultaten van het structuuronderzoek met BNi5 zijn weergegeven in tabel 10 voor de proeven met nikkelpoeder en in tabel 11 voor de proeven met roestvaststaalpoeder.

Nikkelpoeder

De resultaten van de soldeerproeven met BNi5 en nikkelpoeder zijn weergegeven in tabel 10. Enkele verkregen structuren zijn weergegeven in de figuren 25 tot en met 28. Bij het nikkelpoeder treedt het probleem op dat bij een te lage opwarmsnelheid het soldeer bij 1175°C tot 1185°C onvoldoende in het vulpoeder doordringt, zie fig. 25. Ook kan het voorkomen dat een deel van het vulpoeder uit de spleet wegvalt. Wat resteert is een "vel" van soldeer met een grove structuur, zie fig. 26. Tussen de korrels zijn secundaire fasen waarneembaar. Verhoging van de opwarmsnelheid vergroot de penetratie in het nikkelpoeder, zoals in fig. 27 zichtbaar is. In deze figuur is door het etsen goed het verschil waarneembaar tussen het gebied waar de nikkelkorrels vrijwel volledig door het soldeer zijn geërodeerd en het gebied waar vrijwel geen soldeer in is doorgedrongen en veel poriën aanwezig zijn. De overgang wordt gevormd door de donker aangeëtste zône. Verhoging van de soldeertemperatuur tot 1200°C of 1225°C geeft ook bij een hoge opwarmsnelheid vrijwel geen verbetering te zien, zie figuur 28. Het sinteren en de erosie nemen beide toe.

Roestvaststaalpoeder

De resultaten van de soldeerproeven met BNi5 en roestvaststaalpoeder zijn weergegeven in tabel 11. Enkele verkregen structuren zijn weergegeven in de figuren 29 tot en met 34

In de resultaten is waarneembaar dat een grovere korrel van het vulpoeder de hoeveelheid intermetallische fasen vergroot. Verhoging van de soldeertemperatuur en verlenging van de soldeertijd leiden beide tot een grotere erosie van het vulpoeder. In de naadstructuur ontstaan hierdoor grovere intermetallische fasen, zie bijvoorbeeld de serie 5.3 en 5.6 in tabel 11 en ook de figuren 29, 30 en 31.

De herhalingsproef van 5.8 geeft t.o.v. 5.3 meer intermetallische fasen te zien door een geringere vulling met het roestvaststaalpoeder.

In figuur 32 is de structuur weergegeven die wordt verkregen met een lage opwarmsnelheid van 5°C per minuut. De structuur bestaat uit een deel waar het soldeer goed tussen de korrels is doorgedrongen en een deel waar dit minder het geval is. Het deel met secundaire fasen en poriën is groter bij een toenemende korrelgrootte, zie figuur 33 en 34. Bij alle drie de figuren is hetzelfde deel van de naad weergegeven. De indruk is dat enkel bij een fijne korrel een lage opwarmsnelheid van 5°C per minuut tot redelijke resultaten leidt. De aan te bevelen soldeerwijze met BNi5 en roestvaststaalpoeder lijkt snel solderen met een fijne korrel.

7. UITVOERING EN RESULTATEN VAN HET RADIOGRAFISCH ONDERZOEK EN BREUKVLAK ONDERZOEK

7.1 Uitvoeringswijze

Radiografisch onderzoek

Na het solderen zijn van een groot aantal proefstaven röntgenfilms vervaardigd. Voor het verkrijgen van een gelijke dikte van de proefstaven is de overmaat soldeer of soldeermengsel door middel van slijpen verwijderd. Indien het soldeeroppervlak lager ligt dan het proefstaafoppervlak is die situatie niet gewijzigd. In de praktijk kan eveneens het wegzakken van het soldeer of soldeermengsel optreden.

De röntgenfilms zijn opgenomen met een buisspanning van 175 kV en een buisstroom van 5 mA. De belichtingstijd is variabel en voldoende lang om bij alle opnamen een redelijk gelijke zwarting van de afgebeelde soldeernaden te geven. De films zijn van Agfa Gevaert type Structurix D4 met loodfolie als beeldversterker. Per opname is een beeldindicator volgens 10 ISO16 toegepast om de kwaliteit van de opname te kunnen beoordelen. De proefstaven worden op ware grootte afgebeeld op de röntgenfilms.

De röntgenfilms zijn visueel beoordeeld met behulp van een filmleeslamp en een loupe met een vergroting van 5x. De waar te nemen aantekeningen zijn poriën en soldeerfouten. Bij de 2 mm brede soldeernaden is de positie van de aantekeningen aan te geven en mogelijk te relateren aan de plaats van de breuk bij de mechanische beproeving.

Visueel onderzoek

Het breukvlakonderzoek is uitgevoerd met behulp van een stereomicroscoop met een vergroting van 40x.

De resultaten

De resultaten van de beoordelingen zijn weergegeven in de tabellen 12 tot en met 17. Deze tabellen bevatten :

- de positie van de breuk, met "midden" wordt aangegeven dat de breuk door het soldeer is opgetreden, met "rand" wordt bedoeld dat de breuk dicht langs of bij het roestvaststaaloppervlak is opgetreden;
- de radiografische beoordeling;
- het uiterlijk van het breukoppervlak, "glimmend" geeft een weinig ductiel breukoppervlak aan terwijl met "mat" een ductiel breukoppervlak wordt aangeduid. Deze twee aanduidingen zijn enkel toegepast bij de combinaties met nikkelbasissoldeer. De overige soldeersoorten in dit onderzoek vertonen enkel een ductiel breukoppervlak.

7.2 Proeven uitgevoerd volgens methode 1 onder 1000°C

De proefstaven zijn vervaardigd door het solderen in of vlak boven het smelttraject van de soldeersoorten op basis van koper of zilver. De resultaten zijn weergegeven in tabel 12.

In de proefstukken met BAg58CuPd824-855 zijn op de röntgenfilms geen foutindicaties waarneembaar. In de overige proefstaven zijn zowel poriën als lijnvormige fouten aanwezig. Enkele poriën zijn in het breukvlak waarneembaar. De oorzaak van de fouten is niet onderzocht.

7.3 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 onder 1000°C

De proefstaven zijn vervaardigd door het solderen van een mengsel met drie delen soldeerpoeder en een deel vulpoeder. Het soldeer is BCu 87GeNi820-965.

De resultaten zijn vermeld in tabel 13. Voor de proeven met koperpoeder geldt dat na het solderen op 990°C volgens de röntgenfilms er een spleet gevormd is met een vrij grote lengte van ca. 7,5 mm.

Na het solderen met koperpoeder op 1015°C blijken volgens de röntgenfilms enkel nog poriën aanwezig te zijn. Aantal en afmetingen van de poriën beïnvloeden de treksterkte. De poriën zijn voldoende groot om deze onder de stereomicroscoop terug te vinden in het breukvlak.

Met nikkelpoeder zijn geen goede resultaten bereikt. Het soldeer vormt met het vulpoeder geen mengsel maar een poreuze massa. Bij het verwijderen van de hechtlassen treedt vaak al breuk op. De proefstaven zijn niet radiografisch onderzocht.

7.4 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 boven 1000°C

Bij methode 2 is er een mengsel van soldeer en vulpoeder in de soldeerspleet aangebracht. De soldeerspleetbreedte bedraagt 0,5 mm. De soldeerproeven zijn uitgevoerd met de soldeersoorten BNi2 en BNi5 in combinatie met nikkelpoeder of roestvaststaalpoeder. De hoeveelheid soldeer bedraagt drie maal de hoeveelheid vulpoeder om porievorming te voorkomen.

BNi2

De resultaten van het radiografisch onderzoek van de proefstaven met het soldeer BNi2 zijn weergegeven in tabel 14.

Nikkelpoeder

Per combinatie van soldeer en nikkelpoeder zijn de volgende resultaten aan te geven:

- bij de proeven 15-1 t/m 17-2 (90°C/min; 1050°C; 10 min) is er geen relatie tussen de indicaties op de röntgenfilm en de plaats van de breuk en/of het breukuiteerlijk.
- bij de proeven 12-1 t/m 14-2 (5°C/min; 1125°C; 60 min) komen in vrijwel alle proefstaven poriën voor. Een relatie tussen de

aanwezigheid van de poriën en de plaats van de breuk en/of het breukuiterlijk is niet aan te geven.

Uit de röntgenbeoordeling blijkt tevens dat solderen met een hoge opwarmingssnelheid (90°C/min) en een korte soldeertijd (10 min) bij de combinatie met nikkelpoeder (serie 15-1 t/m 17-2) het aantal fouten beperkt ten opzichte van een lage opwarmingssnelheid (5°C/min) en een lange soldeertijd (60 min).

Roestvaststaalpoeder

Per combinatie van BNi2 en roestvaststaalpoeder zijn de volgende resultaten aan te geven:

- bij de proeven 6-1 t/m 8-2 (90°C/min; 1125°C; 10 min) zijn kleine poriën aanwezig;
- bij de proeven 9-1 t/m 11-2 (5°C/min; 1125°C; 60 min) zijn meer poriën aanwezig dan in de serie 6-1 t/m 8-2. De poriën zijn niet zichtbaar in het soms gehele en soms gedeeltelijke matte breukvlak.
- bij de proeven 2-1 t/m 3-3 (90°C/min; 1125°C), waarbij het roestvaststaalpoeder niet in korrelfracties is verdeeld, zijn weinig poriën geconstateerd. Lang solderen (serie 2-1 t/m 2-3; 60 minuten) veroorzaakt meer soldeerfouten dan kort solderen (serie 3-1 t/m 3-3; 10 min.).

Bij het toepassen van roestvaststaalpoeder is het verschil zoals geconstateerd voor nikkel poeder eveneens aanwezig (serie 6-1 t/m 8-2: 90°C/min en 10 min; serie 9-1 t/m 11-2: 5°C/min en 60 min).

De verbindingen met "niet gezeefd" roestvaststaalpoeder (serie 2-1 t/m 3-3) zijn gesoldeerd met een opwarmingssnelheid van 90°C per minuut. Kort (10 min, serie 2-1 t/m 2-3) of lang (60 min, serie 3-1 t/m 3-3) solderen heeft slechts een marginale invloed op het aantal foutjes. Bij het toepassen van niet uitgezeefd roestvaststaalpoeder geldt dat het aantal foutjes in de verbindingen kleiner is dan bij de verbindingen met uitgezeefd roestvaststaal.

BNi5

De resultaten van het radiografisch onderzoek van de proefstaven met het soldeer BNi5 zijn weergegeven in tabel 15.

Nikkelpoeder

Per combinatie van soldeer en nikkelpoeder zijn de volgende resultaten aan te geven:

- bij de proeven 27-1 t/m 29-2 (5°C/min; 1175°C; 60 min) zijn veel soldeerfouten aanwezig hetgeen eveneens blijkt uit de foutindicaties op het breukvlak;
- bij de proeven 30-1 t/m 32-2 (90°C/min; 1175°C; 10 min) zijn veel poriën gevormd zoals eveneens uit het uiterlijk van het breukvlak blijkt.

Roestvaststaalpoeder

Per combinatie van BNi5 en roestvaststaalpoeder geldt dat in de proeven 21-1 t/m 22-2 (5°C/min; 1175°C; 60 minuten) en de proeven 24-2 en 25-1 veel poriën aanwezig zijn. De slechte kwaliteit van deze verbindingen blijkt eveneens uit de in het breukvlak zichtbare soldeerfouten. Bij de proefstaven met de korrelgrootte 75-100µm voor het roestvaststaalpoeder is het soldeermengsel uit de naad weggezakt.

Bij het solderen met BNi5 volgens methode 2 is het bij de gekozen soldeerparameters niet mogelijk om foutvrije verbindingen te vervaardigen.

7.5 Proeven uitgevoerd volgens methode 3 boven 1000°C

Bij methode 3 is het vulpoeder als sinterpoeder in de soldeerspleet van 2 mm breedte aangebracht. Het soldeer is bovenop de spleet aangebracht. Tijdens het solderen vult het soldeer de capillaire ruimtes tussen het vulpoeder. De soldeerproeven zijn uitgevoerd met de soldeersoorten BNi2 en BNi5 in combinatie met nikkelpoeder of roestvaststaalpoeder.

BNi2

De resultaten van het radiografisch onderzoek van de proefstaven met het soldeer BNi2 zijn weergegeven in tabel 16.

Nikkelpoeder

De volgende resultaten zijn aan te geven voor de combinaties met nikkelpoeder:

- bij de proeven 1a t/m 1c (90°C/min; 1125°C; 10 min) zijn geen soldeerfouten waarneembaar. Proefstaaf 1a wijkt af van de overige twee door een glimmend breukvlak;
- bij de proeven 1g t/m 1i (90°C/min; 1125°C; 240 min) bevat enkel proefstaaf 1h geen soldeerfouten. De breukvlakken glimmen, hetgeen een brosse breuk aangeeft;
- bij proeven 1m t/m 1o (5°C/min; 1125°C; 10 min) zijn geen foutvrije verbindingen aanwezig.
- bij proeven 1s t/m 1u (5°C/min; 1125°C; 240 min) bevat proefstaaf 1t geen soldeerfouten. De beide andere proefstaven bevatten wel foutjes.

Uit de resultaten blijkt dat met nikkelpoeder snel (90°C/min) en kort solderen (10 min) gunstig is om poriën te voorkomen. De proefstaven met de korrelgrootte 50-75 µm (1b, 1h en 1t) vertonen geen aantekeningen. De breukvlakken duiden op zowel brosse als ductiele verbindingen.

Roestvaststaalpoeder

Voor de combinaties met roestvaststaalpoeder geldt dat:

- de proeven 1d t/m 1f (90°C/min; 1125°C; 10 min) poriën bevatten die vooral gelegen zijn langs de rand van de soldeernaad. Hier treedt tevens de breuk op;
- de proeven 1j t/m 1l (90°C/min; 1125°C; 240 min) poriën bevatten. Bij proefstaaf 1k treedt de breuk langs de rand van de soldeernaad op waar tevens volgens de röntgenfilm poriën aanwezig zijn. Beide andere proefstaven breken in het soldeer.
- de proeven 1p t/m 1r (5°C/min; 1125°C; 10 min) eveneens poriën bevat. Ook deze proeven geven aan dat de breukplaats langs de rand of in het midden beïnvloed wordt door de aanwezigheid van poriën;
- de proeven 1v t/m 1x (5°C/min; 1125°C; 240 min) eveneens poriën bevatten die de ligging van de breuk bepalen;
- de proeven 4-1 t/m 1-3 (90°C/min; 1125°C; 240 min) weinig poriën bevatten.

Uit de resultaten blijkt dat met uitgezeefd roestvaststaalpoeder poriën vrijwel niet te voorkomen zijn. Bij een opwarmingssnelheid van 5°C/min is het aantal soldeerfouten groter dan bij 90°C per minuut, zoals blijkt uit het vergelijken van de proefstaven 1p, 1q, 1r, 1v, 1w en 1x (5°C/min) met de proefstaven 1j; 1k; 1l 1d; 1e en 1f (90°C/min). Het toepassen van "niet gezeefd" roestvaststaalpoeder geeft een afname van het aantal poriën te zien, zoals blijkt uit de serie 4-1 t/m 1-3.

BNi5

De resultaten van het radiografisch onderzoek van de proefstaven met het soldeer BNi5 zijn weergegeven in tabel 17.

Nikkelpoeder

De volgende resultaten zijn verkregen voor de combinaties met nikkelpoeder:

- de proeven D2 t/m F2A (90°C/min; 1175°C; 60 min) vertonen over het algemeen veel poriën. Het breukvlak laat zien dat het soldeer bij enkele proefstaven maar voor een beperkt deel in het poeder gedrongen is. De waarneembare indringdiepte is voor de proefstaaf D2A: 30%; voor F2: 25% en voor F2A: 30%. Dit verklaart het grote deel "mat breukvlak". Bij proefstaaf E2A is het soldeer voldoende diep in het poeder doorgedrongen. Bij de proefstaven D2 en E2 ligt het mengsel dieper waardoor de soldeernaad niet volledig meer gevuld is. De dikte van de resterende, wel volledig afsluitende laag bedraagt 1,6 mm bij beide staven. Soldeerfouten zijn niet waarneembaar.
- de serie G2 t/m I2A (90°C/min; 1225°C 10 min) vertoont veel soldeerfouten bestaande uit poriën en vulfouten. De vulfouten zijn in het breukoppervlak herkenbaar. Op de röntgenfilms veroorzaken ze lijnvormige aantekeningen. De proefstaven G2 en G2A bevatten enkel poriën. De overige proefstaven bevatten tevens vulfouten die de sterkte verlagen.

Roestvaststaalpoeder

Met BNi5 in combinatie met het roestvaststaalpoeder zijn de volgende resultaten verkregen:

- de proeven A2 t/m C2A (90°C/min; 1175°C; 10 min) vertonen geen soldeerfouten bij de korrelfractie 0-50 µm. Bij de twee grotere korrelfracties treden een groter aantal soldeerfouten op, bestaande uit poriën. Het breukoppervlak verandert van mat naar glimmend, hetgeen een minder ductiele breuk aangeeft;
- de proeven 18-1 t/m 20-4 (90°C/min; 1175°C; 60 min) vertonen eveneens het kleinste aantal fouten bij de korrelfractie van 0-50µm. De breukvlakken wijzen op een over het algemeen minder ductiele breuk, uitgezonderd de proefstaven 18-1; 18-4 en 19-1.

Bij het beoordelen van de resultaten van het radiografisch onderzoek blijkt een groot aantal soldeerfouten aanwezig in de diverse series proefstaven.

De kleinste nog waar te nemen foutjes bedragen ongeveer 0,5 mm, zoals blijkt uit de röntgenopnamen.

8. UITVOERING EN RESULTATEN VAN STERKTEONDERZOEK

8.1 Uitvoeringswijze

Vervaardiging

De trekproefstaven zijn gesneden met behulp van de CO₂-laser. Figuur 2 geeft de toegepaste trekproefstaaf met de afmetingen volgens DIN 50125 weer. De afmetingen zijn gegeven in figuur 5. In figuur 2 worden twee varianten van de trekproefstaaf getoond.

Bij proefstaaf 3 is de soldeerspleet geheel met de laser onder heliumgasbescherming gesneden. De spleet is op eenvoudige wijze door beitsen te reinigen van oxyden. Tijdens de produktie van de staven bleken er twee problemen op te treden.

- De snede reproduceert onvoldoende. Soms treedt door onbekende oorzaak reflectie van de laserbundel op en doorboort de straal de rvs plaat niet meer.
- Spletten kleiner dan 1 mm zijn niet goed te snijden doordat de twee te snijden vlakken te dicht bij elkaar liggen.

Bij proefstaaf 2 zijn de twee proefstaafhelften los van elkaar met de laser met zuurstof gesneden. Dit levert geen problemen op.

Na het snijden worden de soldeervlakken mechanisch bewerkt om de dikke oxydelaag te verwijderen. De twee proefstaafhelften worden vervolgens aan elkaar gehecht met behulp van TIG-lassen. Bij het hechten, in een daarvoor vervaardigde mal, moet erop toegezien worden dat:

- de twee proefstaafhelften in één lijn liggen;
- de spleetbreedte op de juiste, gewenste grootte blijft gehandhaafd;
- de soldeerspleet loodrecht staat op de lengteas van de proefstaaf.

Solderen

Na het hechten van de proefstaafhelften zijn deze:

- ontvet in chlorothene;

- gebeitst in een oplossing van 395 ml water met 55 ml zoutzuur en 50 ml salpeterzuur bij 65°C gedurende 5 minuten;
- gespoeld met water;
- gespoeld met alcohol;
- gedroogd met warme lucht;
- gedoseerd met vulpoeder in de spleet en soldeer bovenop de spleet. Beide poeders zijn gefixeerd met enkele druppels bindmiddel.
- voorzien van het antivloei middel rond de soldeernaad om uitvloeien van het soldeer te voorkomen. Uitvloeien kan aanleiding geven tot een tekort aan soldeer in de naad en tot een soldeerverbinding tussen de soldeertafel en de proefstaaf,
- op de soldeertafel in de oven geplaatst waarbij de onderzijde van de soldeerspleet vrij van de tafel is, zodat het mengsel de mogelijkheid heeft om uit de spleet te zakken.

Beproeven

Na het solderen zijn de twee hechtlassen door middel van frezen verwijderd. De overmaat aan soldeer op de bovenzijde en de onderzijde is door middel van slijpen verwijderd. Ter plaatse van de soldeernaad is de breedte en de dikte van de proefstaaf opgemeten, waarna de trekproef is uitgevoerd. Bij de beproeving met de hydraulische trekbank is de belastingssnelheid ingesteld op 10 MPa per seconde. Enkel de breukbelasting is bepaald omdat het meten van de vloeigrens en de breukrek enkel gegevens opleveren over het roestvaststaal AISI 316. De soldeernaad heeft door zijn kleine afmeting in lengterichting van de staaf een zeer geringe invloed op de vloeigrens en de breukrek indien deze zijn bepaald volgens de gebruikelijke procedures.

Beoordeling

Na de trekproef is de plaats van de breuk vastgelegd. Hierbij is onderscheid gemaakt in:

- breuk in de soldeernaad;

- breuk in de overgangszône;
- breuk in het roestvaststaal.

Het breukvlak is beoordeeld met behulp van de stereomicroscoop op de aanwezigheid van soldeerfouten. Alle proeven zijn uitgevoerd in duplo.

8.2 Proeven uitgevoerd volgens methode 1 onder 1000°C

De resultaten van de soldeerproeven zijn vermeld in tabel 18. Boven 830°C levert het solderen van roestvaststaal AISI 316 goede resultaten op zoals is gebleken uit dit onderzoek en uit [4] bekend is.

Bij enkele proefstaven ligt het soldeeropervlak onder het roestvaststaal oppervlak. De soldeermeniscus is hol. In die gevallen is de treksterkte berekend op dat verminderde oppervlak. Deze correctie is uitgevoerd voor de proefstaven K2, N2 en N2A.

Proefstaven J2 en J2A vertonen beide in het breukvlak een langwerpige porie, die bij J2A het grootste is. Verrekening van deze fouten levert sterkte waarden op van respectievelijk 398 MPa en 369 MPa.

De sterkte waarden van de zilversoldeersoorten variëren tussen 350 en 400 MPa. Alleen met het soldeer BAg58CuPd824-855 is een duidelijk hogere sterkte bereikt van 510 MPa. De relatief lage toepasbare soldeertemperatuur op het roestvaststaal van 860°C is gunstig voor toepassen van dit soldeer.

8.3 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 onder 1000°C

Het uitvoeren van proeven met een mengsel van zilverbasis- of koperbasissoldeer onder 1000°C volgens methode 2 is problematisch vanwege de slechte verkrijgbaarheid van deze soldeersoorten in poedervorm. De kostprijs per gram ligt rond f. 1,90 à f. 6,- bij een afname van 1000 g. De kiloprijs ligt zo hoog dat de stuurgroep heeft besloten dit deel van het onderzoek sterk te beperken. Ook aan de mogelijkheid

tot het realiseren van goede verbindingen wordt door de stuurgroep getwijfeld.

Uit het vooronderzoek [1] is bekend dat proeven uitgevoerd met BAg72Cu780 en zilver-, koper-, roestvaststaal- of nikkelpoeder geen toepasbaar mengsel oplevert.

BCu87GeNi820-965

Het soldeer BCu87GeNi820-965 is als enige soldeer in poedervorm aanwezig. Met dit soldeer is een aantal soldeerproeven uitgevoerd in combinatie met koperpoeder en nikkelpoeder. Het toegepaste mengsel bestaat voor drie delen uit soldeer en voor een deel uit vulpoeder. De toegepaste soldeerparameters zijn vermeld in tabel 19 samen met de treksterktes van de verbindingen.

Koperpoeder

Met koperpoeder is bij solderen op 990°C geen homogene verbinding gevormd. De breukvlakken bestaan grotendeels uit met soldeer bedekte korrels. De sterkte ligt rond 154 MPa. Na solderen op 1015°C is op het breukvlak zichtbaar dat er een sterke vermenging van het soldeer met het koperpoeder is opgetreden. Het meer homogene mengsel heeft een hogere sterkte met een gemiddelde waarde van 327 MPa. Op de breukvlakken van de bij 1015°C gesoldeerde verbindingen zijn poriën zichtbaar die de sterkte van de verbinding nadelig beïnvloeden.

Nikkelpoeder

Solderen met een mengsel van BCu87GeNi820-965 en nikkelpoeder leidt tot slechte resultaten. Breuk in de verbindingen is vaak opgetreden tijdens het verwijderen van de hechtlassen. Het soldeeropervlak is korrelig. Het uiterlijk geeft de indruk dat de nikkelkorrels aan elkaar gesoldeerd zijn zonder dat de ruimte tussen de korrels is opgevuld met

soldeer. De verbindingen geven een zeer poreuze indruk. Enkel met het fijnste nikkelpoeder is nog een bruikbare proefstaaf verkregen. Bij dit nikkelpoeder is de ruimte tussen de korrels het kleinst hetgeen vermoedelijk een positieve invloed heeft. De sterkte bedraagt 165 MPa.

8.4 Proeven uitgevoerd volgens methode 2 boven 1000°C

Werkwijze

Bij methode 2 is een mengsel van soldeer en vulpoeder in de soldeerspleet aangebracht. De soldeerspleetbreedte bedraagt 0,5 mm. De proeven zijn uitgevoerd met de soldeersoorten BNi2 en BNi5 in combinatie met nikkelpoeder en roestvaststaalpoeder. De verhouding tussen het soldeer en het vulpoeder bedraagt drie gewichtsdelen soldeer op een gewichtsdeel vulpoeder.

Literatuur

Uit de literatuur zijn geen sterkteresultaten bekend voor soldeerverbindingen volgens methode 2. Voor zowel BNi2 [2] als BNi5 [2,3] wordt aangegeven dat zelfs bij het toepassen van hoge maar niet aangegeven soldeertemperaturen bij beide soldeersoorten poriën niet te voorkomen waren. De aangegeven mengverhouding bedraagt 40% vulpoeder en 60% soldeer.

BNi2

De sterkteresultaten van BNi2 zijn vermeld in tabel 20 voor zowel de proeven met nikkelpoeder als met roestvaststaalpoeder. In tabel 21 is een overzicht gegeven van de gemiddelde sterktewaarden.

Uit de resultaten blijkt dat:

- bij het toepassen van nikkelpoeder snel (90°C/min) en kort (10 min.) solderen een hogere sterkte te zien geeft dan langzaam (5°C/min) en lang (60 min) solderen.
- bij het toepassen van roestvaststaalpoeder met uitgezeefde korrelfracties er vrijwel geen verschil is tussen snel (90°C/min) en kort (10 min) of langzaam (5°C/min) en lang solderen (60 min);
- het verdelen van de vulpoeders in korrelfracties geen grote invloed heeft op de sterkte;
- het toepassen van "niet gezeefd" roestvaststaalpoeder aanleiding geeft tot hogere sterkeresultaten. Het verschil is in tabel 20, proeven 2-1 t/m 3-3 duidelijk waarneembaar. Uitzeven leidt tot slechtere resultaten bij dit roestvaststaalpoeder in deze combinatie. Bij het "niet gezeefde" roestvaststaalpoeder is het in tabel 21 aangegeven verschil tussen snel/kort solderen (287 MPa) en snel/lang solderen (267 MPa) veroorzaakt door een soldeerfout van ongeveer 10% in proefstaaf 2-2 (zie tabel 20).

BNi5

De sterkeresultaten van BNi5 zijn vermeld in tabel 22 voor zowel de proeven met nikkelpoeder als met roestvaststaalpoeder. In tabel 23 is een overzicht gegeven van de gemiddelde sterktewaarden.

Uit de resultaten blijkt dat:

- het aantal in het breukvlak waarneembare soldeerfouten hoog is, zowel bij het toepassen van roestvaststaalpoeder als bij het toepassen van nikkelpoeder;
- het breukoppervlak glimt, hetgeen aangeeft dat de breuk over het algemeen bros is;
- de absolute sterktewaarden zowel voor nikkelpoeder als voor roestvaststaalpoeder laag zijn. Bij beide vulpoeders zijn de hoogste waarden bereikt met de fractie 0 - 50 µm;
- bij beide vulpoeders een langere soldeertijd (60 minuten t.o.v. 10 minuten) de sterkte in positieve zin beïnvloedt. Bij de combinatie

met nikkelpoeder stijgt de gemiddelde treksterkte van ca. 100 MPa naar ca. 145 MPa. Bij de combinatie met roestvaststaalpoeder stijgt de gemiddelde treksterkte van circa 120 MPa tot ca. 170 MPa.

De resultaten van de proeven volgens methode 2 boven 1000°C zijn matig. Bij het toepassen van deze methode zijn de resultaten met het soldeer BNi2 beter dan met het soldeer BNi5.

8.5 Proeven uitgevoerd volgens methode 3 boven 1000°C

Werkwijze

Bij methode 3 is het vulpoeder in de soldeerspleet aangebracht. Het soldeer is bovenop het vulpoeder aangebracht. Tijdens het solderen vloeit het soldeer in het vulpoeder. De soldeerspleetbreedte bedraagt 2 mm. De proeven zijn uitgevoerd met de soldeersoorten BNi2 en BNi5 in combinatie met nikkelpoeder en roestvaststaalpoeder. De gedoseerde hoeveelheid soldeer bedraagt driemaal het gewicht van het vulpoeder.

Literatuur BNi2

De door Lugscheider [2] aangegeven resultaten met het soldeer BNi2 zijn verkregen met roestvaststaal AISI 321 als werkstukmetaal voor een cilindrische proefstaaf waarin de spleetbreedte 0,5 mm bedraagt. Gesoldeerd is op 1125°C gedurende 10 minuten. De opwarm- en afkoelsnelheden zijn niet vermeld. Voor de combinatie met nikkelpoeder bedraagt de sterkte circa 310 MPa. Voor de combinatie met roestvaststaal AISI 316 (320 Mesh, 0 - 44 µm) is de sterkte circa 450 MPa. Een spreidingsgebied voor de resultaten is niet opgegeven. Voor de combinatie met roestvaststaalpoeder AISI 304 (150 Mesh, 0 - 100 µm) is de sterkte circa 400 MPa.

Resultaten BNi2

De resultaten van de trekproeven met BNi2 in combinatie met het nikkelpoeder en het roestvaststaalpoeder zijn vermeld in de tabellen 24 en 25. In tabel 24 bedraagt de hoogste gemeten waarde voor de combinatie met nikkelpoeder 346 MPa (proef 1t). Voor de combinatie met roestvaststaalpoeder is de hoogste gemeten waarde 430 MPa (proef 1L). De spreiding in de resultaten tussen de duploproeven is over het algemeen groot. Voor de combinatie met nikkelpoeder is de gemiddelde spreiding 37 MPa en voor roestvaststaalpoeder 49 MPa.

Breuk heeft bij alle proefstaven plaats in de soldeernaad. De plaats en het uiterlijk van de breuk is afhankelijk van de soldeerparameters.

Nikkelpoeder

Bij het toepassen van nikkelpoeder geldt voor de cyclus:

- opwarmsnelheid 90°C/min en t = 10 min dat de breuk in het soldeer ligt. Het breukuiterlijk is mat.
- opwarmsnelheid 90°C/min en t = 240 min dat de breuk in de overgangszône ligt. Het breukuiterlijk is glimmend.
- opwarmsnelheid 5°C/min en t = 10 min dat de breuk in de overgangszône ligt. Het breukuiterlijk is glimmend.
- opwarmsnelheid 5°C/min en t = 240 min dat de breuk in het soldeer ligt. Het breukuiterlijk is mat.

Invloed van de korrelgrootte op het uiterlijk van de breuk is niet aan te geven.

Roestvaststaalpoeder

Bij het toepassen van roestvaststaalpoeder geldt dat:

- bij 10 minuten soldeertijd bij beide opwarmsnelheden de breuk in de overgangszône ligt;
- bij 240 minuten soldeertijd bij beide opwarmsnelheden de breuk in het soldeer ligt;

- in alle gevallen het breukoppervlak een mat uiterlijk heeft;
- het toepassen van de korrelgrootte 0 - 50 μm bij de proefstaven 1D; 1V; 1d, 1j; 1p en 1v tot een vrij recht en mat breukuiterlijk leidt.

Aanvullende proeven

In tabel 25 zijn aanvullende proeven opgenomen. Bij deze proeven is gekeken naar het effect van:

- niet uitzeven (proefstaven 4-1 tot en met 1-3);
- de proefstaafbewerking "laser snijden" of "TIG hechten" (proefstaven 1F tot en met 1f) en een variabele spleetbreedte (proefstaven Z1, Z2 en Z3);
- hot isostatic pressing (HIP), het verdichten van de structuur onder hoge druk met behulp van argon. De proeven 38-1 t/m 38-3 zijn uitgevoerd op 1000°C gedurende 2,3 uur. De overige HIP-proeven zijn uitgevoerd op 950°C gedurende 2,1 uur.

De resultaten van dit aanvullende onderzoek zijn:

- het uitzeven van korrelfracties heeft weinig invloed op de sterkte;
- tussen de proefstaafbewerking "laser snijden" of "TIG hechten" is vrijwel geen verschil waarneembaar. "TIG hechten" lijkt een lichte voorkeur te genieten;
- de spleetbreedte heeft geen invloed;
- het HIP proces heeft geen duidelijke verbetering van de sterkte tot gevolg. De toegepaste HIP-temperatuur van 1000°C leidt tot slechtere waarden dan 950°C.

Warmtrekproeven

Enkele warmtrekproeven zijn uitgevoerd met de combinatie BNi2 en roestvaststaal met de korrelgrootte 0 - 100 μm . De soldeerparameters zijn opwarmen met 90°C per minuut, solderen op 1125°C gedurende 240 minuten en snelkoelen vanaf 1125°C. De treksterktes voor de proefstaven 43-1, 43-2 en 43-3 bedragen op 500°C respectievelijk 222 MPa, 256 MPa

en 248 MPa. Proefstaaf 43-2 is in de overgangszône gebroken, de beide anderen in de soldeernaad. De warmtrekproef geeft geen afwijkend beeld ten opzichte van beproeving op 20°C, enkel dat de sterkte van de verbinding 100 MPa daalt. Hetgeen vergelijkbaar is met de daling van de sterkte van het werkstukmateriaal, zie hoofdstuk 3 (65 MPa).

Samenvatting BNi2

In tabel 26 zijn de resultaten uit tabel 24 samengevat. De proeven met nikkelpoeder geven een gemiddelde sterkte te zien van 257 MPa. Ten aanzien van de soldeercyclus geldt dat solderen met een opwarmsnelheid van 90°C per minuut en een verblijftijd van 10 minuten een geringe positieve invloed heeft op de sterkte. Hetzelfde geldt voor een opwarmsnelheid van 5°C per minuut en een soldeertijd van 240 minuten. Voor de korrelgrootte van het nikkelpoeder geldt dat het toepassen van een korrelgrootte van 50 tot 75 µm eveneens een gunstige invloed uitoefent op de treksterkte.

Volgens tabel 26 bedraagt de gemiddelde sterkte voor de trekproeven met roestvaststaalpoeder 327 MPa. Bij het roestvaststaalpoeder liggen de resultaten voor een opwarmsnelheid van 90°C per minuut en een verblijftijd van 240 minuten duidelijk het gunstigst, namelijk op 361 MPa. Een soldeertijd van 10 minuten levert bij de hoge opwarmsnelheid een sterkte op van 329 MPa, de op twee na beste gemiddelde waarde. De invloed van de korrelgrootte op de sterkte is minder goed aan te geven. De korrelgrootte 0 - 50 µm geeft gemiddeld de beste resultaten met 340 MPa. De soldeerproeven met de opwarmsnelheid van 90°C per minuut en een soldeertijd van 240 minuten wijkt echter af van de trend: de hoogste waarde van 384 MPa wordt gevonden bij de korrelgrootte van 75 - 100 µm.

Literatuur BNi5

De door Lugscheider aangegeven resultaten met het soldeer BNi5 zijn verkregen met als werkstukmateriaal roestvaststaal AISI 321 [2] of met

onlegeerd staal (Fe 510 vermoedelijk) met een treksterkte van 540 MPa. De cilindrische proefstaaf met een diameter van 8 mm is bij het roestvaststaal ingesteld op 0,5 mm en bij het ongelegeerde staal op 1,25 mm. Gesoldeerd is op 1175°C gedurende 10 minuten met beide werkstukmetalen en met het ongelegeerde staal tevens gedurende 60 minuten.

Voor de combinatie met nikkelpoeder en werkstukmetaal r.v.s. 321 [2] bedraagt de sterkte circa 290 MPa bij de spleetbreedte van 0,5 mm en de soldeertijd van 10 minuten.

Bij de spleetbreedte van 1,25 mm in onlegeerd staal [3] bedraagt de sterkte na een soldeertijd van 10 minuten circa 400 MPa. Na een soldeertijd van 60 minuten bedraagt de sterkte circa 535 MPa. Hierbij moet opgemerkt worden dat bij het ongelegeerde staal het nikkelpoeder vooraf gesinterd is tot een dichtheid hoger dan de 50%, die haalbaar is indien de spleet met los poeder gevuld wordt. Het gevormde sinterfolie dient tevens als folie voor het instellen van de spleetbreedte. In beide gevallen ligt de breuk bij de proefstaven van ongelegeerd staal in het soldeer.

Bij capillair solderen met een spleetbreedte van 25 µm in de proefstaven van ongelegeerd staal bedraagt de treksterkte 545 MPa en treedt breuk op in het staal.

Voor de combinatie met roestvaststaal AISI 316 poeder en werkstukmetaal AISI 321 [2] bedraagt de sterkte circa 400 MPa bij de spleetbreedte van 0,5 mm en een soldeertijd van 10 minuten. De korrelgrootte van het poeder is 320 Mesh (0 - 44 µm). Met roestvaststaal AISI 304 met een korrelgrootte van 150 Mesh (0 - 100 µm) bedraagt onder gelijke omstandigheden de sterkte circa 320 MPa.

Voor de combinatie van een nikkel-chroom-legering poeder en onlegeerd staal [3] bedraagt de sterkte 570 MPa. De soldeertijd is 10 minuten en het NiCr-poeder is vooraf gesinterd. De breuk ligt in de overgangszone waar kleine soldeerfouten waarneembaar zijn.

Resultaten BNi5

De resultaten van de trekproeven van BNi5 in combinatie met zowel nikkelpoeder als roestvaststaal poeder zijn vermeld in tabel 27. Op grond van de resultaten van het structuuronderzoek is in overleg met de stuurgroep alleen de hoge opwarmsnelheid van 90°C/minuut toegepast. De in tabel 27 aangegeven hoogste treksterkte voor de proeven met nikkelpoeder is 450 MPa (proef E2). Voor de combinatie met roestvaststaalpoeder is de hoogste treksterkte 374 MPa (proef A2). De spreiding in de resultaten tussen de duploproeven is over het algemeen groot. Voor de combinatie met nikkelpoeder is de gemiddelde spreiding 75 MPa en voor roestvaststaalpoeder 43 MPa.

Opvallend in de resultaten is dat bij de proeven met het roestvaststaal poeder en een soldeertijd van 60 minuten het mengsel bij één proef per korrelgrootte uit de naad wegzakt. Verhoging van de hoeveelheid bindmiddel vermindert het risico op wegzakken .

Bij het toepassen van nikkelpoeder loopt bij alle proefstaven de breuk door de soldeernaad. Het breukuiteerlijk is mat en verloopt grillig. Bij het toepassen van roestvaststaalpoeder loopt de breuk bij de proefstaven 18-1; 18-3; 18-4; 19-3 en 20-1 door de soldeernaad en bij de overige proevenstaven door de overgangszône. Het breukoppervlak glimt meer dan bij het toepassen van nikkelpoeder, zonder dat het breukoppervlak een brossse indruk geeft. Bij breuk door de overgangszône is het breukvlak vrij recht.

Samenvatting BNi5

De resultaten uit tabel 27 zijn samengevat in tabel 28. Voor de resultaten met het nikkelpoeder geldt dat:

- de hoge waarde van 401 MPa beïnvloed wordt door de slechts half gesoldeerde proefstaaf E2 (450 MPa teruggerekend);

- de korrelfractie 75-100 μm in resultaat duidelijk lager uitkomt dan de overige uitgezeefde fracties, respectievelijk 196 MPa tegen 327 MPa en 335 MPa;
- er een geringe indicatie is dat 60 minuten solderen een verbetering van de treksterkte oplevert (van 279 MPa naar 290 MPa).

Voor de resultaten met het roestvaststaalpoeder geldt dat:

- de korrelgrootte 0 - 50 μm zowel bij 10 minuten als bij 60 minuten het beste resultaat oplevert;
- 10 minuten solderen een duidelijk hogere sterkte vertoont dan 60 minuten respectievelijk 330 MPa en 231 MPa;
- bij 60 minuten solderen de kans aanwezig is dat het soldeermengsel uit de soldeerspleet zakt.

9. DISCUSSIE

9.1 De resultaten verkregen met solderen volgens methode 1 onder 1000°C.

De resultaten zijn verkregen uit spreidproeven, radiografie en trekproeven.

Het soldeer BAg58CuPd824-855 is volgens de spreidproeven toepasbaar op roestvaststaal AISI 316 tussen 830°C en 890°C. Bij het solderen op 860°C zijn verbindingen te vervaardigen in een 0,5 mm brede spleet die

- volgens de radiografie geen soldeerfouten bevatten
- een sterkte bezitten van circa 515 MPa.

De overige toegepaste soldeersoorten geven een acceptabel spreidgedrag te zien. De 0,5 mm brede soldeerspleet is echter volgens de radiografie niet foutvrij. De sterkte van deze verbindingen varieert tussen 350 en 400 MPa.

Soldeersoorten op basis van zilver en koper zijn bruikbaar op roestvaststaal AISI 316 door de grote contacthoek tussen het soldeer en het roestvaststaaloppervlak. Het soldeer vloeit niet uit, maar vormt een "hoge" druppel. Door deze hoge druppelvorm is het soldeer in staat om een 0,5 mm brede soldeerspleet te overbruggen.

De toe te passen soldeertemperatuur ligt boven de smeltemperatuur van het soldeer om voldoende bevochtiging van het soldeer op het roestvaststaal te verkrijgen. Een te hoge temperatuur leidt tot een te kleine contacthoek, levert een te goede bevochtiging op en zal tot gevolg hebben dat het "Wide gap" solderen niet succesvol verloopt.

De gevolgde methode berust niet op het toepassen van "solderen in het smelttraject", omdat in het smelttraject de bevochtiging te gering is. De verkregen resultaten gelden niet voor goed bevochtigende werkstukmaterialen omdat daar het soldeer uitvloeit in plaats van een druppel vormt. Bij goed bevochtigende werkstukmaterialen moet dus wel in het soldeertraject gesoldeerd worden.

9.2 De resultaten verkregen met solderen volgens methode 2 onder 1000°C.

De resultaten zijn verkregen uit spreidproeven, radiografie en trekproeven. De soldeersoorten op basis van koper of zilver zijn in poedervorm niet tegen redelijke prijs te verkrijgen.

Bij de spreidproeven is waarneembaar dat de toegepaste soldeersoorten beter over het roestvaststaaloppervlak uitvloeien dan dat de soldeersoorten in de toegepaste vulpoeders worden opgenomen. De oorzaak is vermoedelijk oxydatie van het vulpoeder ten gevolge van te lang bewaren.

Enkele trekproefstaven zijn gesoldeerd met BCu87GeNi820-965 en koper- of nikkelpoeder. Met nikkelpoeder zijn geen goede verbindingen te vervaardigen.

Met koperpoeder zijn wel verbindingen te vervaardigen. Na solderen op 990°C bedraagt de sterkte 154 MPa. Na solderen op 1015°C bedraagt de sterkte 327 MPa. De soldeerverbindingen bevatten poriën, hetgeen de lage treksterktes verklaart. Gezien de temperatuurgrens oorspronkelijk op maximaal 1000°C is gekozen, zijn hogere soldeertemperaturen niet meer toegepast.

9.3. De resultaten verkregen met solderen volgens methode 2 boven 1000°C.

De resultaten zijn verkregen uit structuuronderzoek, radiografie en trekproeven. Het toegepaste mengsel bestaat voor drie delen uit soldeer en voor een deel uit vulpoeder.

Literatuur BNi2

De literatuur [1,2] geeft aan dat bij een verhouding van 60% BNi2 en 40% vulpoeder problemen optreden bij het navoeden in de soldeernaad. De diffusie van borium en silicium vanuit het soldeer in het vulpoeder leidt tot smeltpuntverhoging van het soldeer en daardoor voortijdig vastvriezen.

Poriën worden niet meer nagevuld. Met nikkelpoeder ligt de toe te passen soldeertemperatuur boven 1025°C. Met roestvaststaalpoeder ligt de toe te passen soldeertemperatuur boven 1100°C. In de literatuur zijn geen sterkteresultaten vermeld.

Resultaten BNi2

Bij de uitgevoerde proeven met BNi2 en nikkelpoeder zijn de volgende resultaten verkregen:

- de soldeercyclus opwarmen 90°C/min. en solderen op 1050°C gedurende 10 minuten leidt tot een structuur van nikkelkristallen in een matrix met intermetallische fasen, vrijwel porievrij en een treksterkte rond 222 MPa;

- de soldeercyclus opwarmen $5^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ en solderen op 1175°C gedurende 60 minuten leidt tot een structuur van nikkeldendrieten in een matrix met intermetallische fasen, het aantal poriën is groter dan bij de voorgenoemde soldeercyclus. De treksterkte ligt op 214 MPa .

De resultaten geven aan dat van methode 2 met de combinatie BNi2 en nikkelpoeder geen hoge sterktes te verwachten zijn.

Bij de uitgevoerde proeven met BNi2 en roestvaststaalpoeder zijn de volgende resultaten verkregen:

- onafhankelijk van de soldeercyclus ontstaat er een structuur met intermetallische fasen in de matrix;
- een hoge opwarmsnelheid ($90^{\circ}\text{C}/\text{min.}$) leidt tot een betere vulling van de soldeernaad dan een lage opwarmsnelheid, vermoedelijk doordat het soldeermengsel bij de hoge opwarmsnelheid "langer" dunvloeibaar is voordat vastvriezen ten gevolge van diffusie optreedt;
- het toepassen van niet uitgezeefd roestvaststaalpoeder geeft een betere vulling van de soldeernaad te zien dan het toepassen van uitgezeefde poederfracties. Het verschil is zichtbaar in de gemeten treksterkte die voor "niet gezeefd" poeder circa 275 MPa bedraagt en voor de korrelfracties circa 240 MPa . Het verschil kan veroorzaakt worden door een hogere vulgraad van het niet uitgezeefde roestvaststaalpoeder ten opzichte van de uitgezeefde poederfracties.

Ook van de combinatie van BNi2 en roestvaststaalpoeder zijn geen hoge sterktes te verwachten. Ten opzichte van de combinatie met nikkelpoeder ligt de sterkte hoger vermoedelijk door een betere opname van silicium en vooral borium in het roestvaststaalpoeder.

Literatuur BNi5

De literatuur [1, 2, 3] geeft aan dat bij een verhouding van 60% soldeer en 40% vulpoeder problemen optreden met navoeden in de soldeernaad analoog aan de proeven met BNi2. Met nikkelpoeder ontstaat er een structuur met nikkelkorrels en een brosse, intermetallische fasen bevattende, matrix. Vloei van het mengsel treedt ook bij 1220°C niet op. Voor de proeven met roestvaststaalpoeder wordt aangegeven dat er een vergelijkbare structuur ontstaat als met nikkelpoeder, maar door een betere diffusie van het silicium in het roestvaststaalpoeder is de hoeveelheid intermetallische fasen geringer. Een afnamepercentage wordt echter niet genoemd. Sterkteresultaten van BNi5 volgens methode 2 worden niet vermeld.

Resultaten BNi5

Bij de uitgevoerde proeven van BNi5 en nikkelpoeder zijn de volgende resultaten verkregen:

- de gevormde structuren bestaan uit primaire nikkelkorrels met daartussen een intermetallische fasen bevattende matrix;
- bij een hoge opwarmingsnelheid (90°C/min.) is het aantal poriën kleiner dan bij een lage opwarmingsnelheid (5°C/min.). Alle proefstaven bevatten echter poriën;
- snel (90°C/min.) en kort (10 min.) solderen geeft een structuur met de kleinste fasen en korrels;
- de treksterkte van de verbindingen is laag en ligt rond 120 MPa.

Bij de uitgevoerde proeven met BNi5 en roestvaststaalpoeder zijn de volgende resultaten verkregen:

- de gevormde structuren bestaan uit primaire nikkelkristallen met een matrix van intermetallische fasen. De intermetallische fasen zijn

- minder naaldvormig en geringer in hoeveelheid dan bij het toepassen van nikkelpoeder;
- bij een hoge opwarmsnelheid (50°C/min. of meer) is het aantal poriën kleiner dan bij een lage opwarmsnelheid (5°C/min.). De reden is vermoedelijk het "langer" dunvloeibaar zijn van het soldeermengsel
 - poriën zijn niet te voorkomen;
 - de treksterkte ligt met 150 MPa iets boven de treksterkte bij de proeven met nikkelpoeder (ca. 120 MPa), vermoedelijk door een betere siliciumopname in het roestvaststaal vulpoeder ten opzichte van het nikkelvulpoeder;
 - het beste resultaat (190 MPa) is bereikt met de kleinste korrelgrootte (0-50 µm) en de langste soldeertijd (60 min.).

Samenvatting

Methode 2 leidt bij het toepassen van de nikkelsoeldeersoorten BNi2 en BNi5 niet tot een sterke verbinding door:

- vastvriezen van het soldeermengsel waardoor navoeden niet voldoende op kan treden en poriën ontstaan;
- een te laag gehalte aan vulpoeder waardoor de intermetallische fasen onvoldoende uit de matrix opgenomen worden. Bij beide soldeersoorten zijn de resultaten met roestvaststaalpoeder beter dan met nikkelpoeder.

Verhogen van het aandeel aan vulpoeder bevordert het vastvriezen, terwijl een groter aandeel soldeer de vorming van intermetallische fasen bevordert.

9.4 De resultaten volgens methode 3 boven 1000°C.

De resultaten zijn verkregen uit structuuronderzoek, radiografie en trekproeven. Het vulpoeder is in de soldeerspleet aangebracht en zoveel

mogelijk verdicht. Het soldeer is bovenop het vulpoeder aangebracht. Het soldeergewicht bedraagt driemaal het gewicht van het vulpoeder.

Literatuur BNi2

De literatuur geeft voor BNi2 aan dat met nikkelpoeder een structuur ontstaat waarbij tussen de nikkelkorrels intermetallische fasen aanwezig zijn [2]. Na de soldeercyclus met 1125°C gedurende 10 minuten bedraagt de treksterkte van de verbinding circa 310 MPa.

Bij het toepassen van BNi2 met roestvaststaalpoeder wordt een structuur gevormd met een ductiele matrix waarin korrels aanwezig zijn. In deze korrels zijn de intermetallische fasen aanwezig. De met een microscoop waarneembare fasen bestaan grotendeels uit ijzerboriden. De treksterkte na de soldeercyclus met 1125°C gedurende 10 minuten bedraagt:

- 450 MPa met roestvaststaal AISI 316 als vulpoeder (< 44 µm);
- 400 MPa met roestvaststaal AISI 304 als vulpoeder (< 100 µm).

Het verschil wordt verklaard uit het korrelgrootteverschil (De indruk is echter dat ook het molybdeengehalte hierin belangrijk kan zijn).

Resultaten BNi2

Bij de uitgevoerde proeven met BNi2 en nikkelpoeder zijn de volgende resultaten verkregen:

- snel (90°C/min.) en kort (10 min.) solderen leidt tot een structuur met nikkelkorrels en een matrix waarin intermetallische fasen aanwezig zijn. Alle overige uitgevoerde cyclussen geven primaire nikkelkristallen te zien met daartussen een matrix met intermetallische fasen. Het verschil is vermoedelijk veroorzaakt door erosie van het nikkelpoeder.
- snel (90°C/min.) opwarmen vermindert het aantal soldeerfouten ten opzichte van langzaam solderen;
- breuk treedt op rond 250 MPa. Een lange soldeertijd (240 minuten) geeft tweemaal een sterkte van circa 340 MPa te zien. Deze beide

verbindingen zijn vrij van poriën. De aanwezigheid van fouten heeft een grote invloed op de sterkte van de verbindingen.

Bij de uitgevoerde proeven met BNi2 en roestvaststaalpoeder zijn de volgende resultaten verkregen:

- met een lage opwarmingssnelheid worden structuren verkregen waarbij in de matrix intermetallische fasen aanwezig zijn. Bij opwarmingssnelheden boven 75°C/min. ontstaat een matrix die vrij is van intermetallische fasen. De intermetallische fasen zijn in korrels aanwezig die ingebed liggen in de ductiele matrix. De ductiele matrix wordt vermoedelijk gevormd doordat bij een hoge opwarmingssnelheid het soldeer goed tussen de korrels vloeit en het diffusieproces van vooral borium in de roestvaststaalkorrels gunstig beïnvloed wordt. In [5] wordt aangegeven dat reeds in de korrels gediffundeerd borium kan werken als een diffusiebarrière voor het overige borium. Daarnaast verkleint siliciumdiffusie de oplosbaarheid van borium in het roestvaststaal [5]. (Onderzoek in deze richting is echter niet uitgevoerd). Silicium diffundeert langzamer door het roestvaststaal dan borium. Juist bij langzaam opwarmen kunnen beide effecten een rol spelen.
- uit de röntgenfilms blijkt dat vrijwel geen verbindingen verkregen zijn zonder de aanwezigheid van soldeerfouten. Het toepassen van gezeefde korrelfracties of van niet-gezeefd poeder heeft weinig invloed op het voorkomen van poriën;
- de sterkte van de verbindingen ligt gemiddeld op 330 MPa met uitschieters tot boven 400 MPa.
De proefstaven met de hoogste sterktes zijn gesoldeerd met een opwarmingssnelheid van 90°C/min. wat op zich dus een gunstige structuur heeft opgeleverd;
- verdichten door middel van de "hot isostatic press" heeft geen duidelijke verbetering in de sterkte tot gevolg;
- de sterkte van de verbindingen op 500°C bedraagt circa 240 MPa, hetgeen 90 MPa lager is dan bij kamertemperatuur.

Literatuur BNi5

De literatuur geeft voor BNi5 aan dat met nikkelpoeder de reactie tussen het soldeer en het vulpoeder gering is [2,3]. Er ontstaat bij het solderen een tweefasen structuur van nikkelkorrels in een intermetallische fasen bevattende matrix. Verlengen van de soldeertijd heeft geen grote invloed op de structuur, enkel de hardheid neemt af (soldeertijd 10 minuten: hardheid maximaal 550 HV0,05, soldeertijd 60 minuten: hardheid maximaal 250 HV0,05). De sterkte van de verbinding wordt vooral bepaald door de dichtheid van het vulpoeder. Vooraf verdichten-vermoedelijk door persen en sinteren-verhoogt de vulgraad van het vulpoeder zodat minder intermetallische fasen ontstaan. De in de literatuur opgegeven sterktes variëren van 290 MPa (nikkel vulpoeder niet verdicht) tot 400 MPa (nikkelpoeder verdicht) bij een soldeertijd van 10 minuten of 535 MPa (nikkelpoeder verdicht) bij een soldeertijd van 60 minuten.

Bij het toepassen van BNi5 met roestvaststaalpoeder treedt eveneens een matrix met intermetallische fasen op [2]. De reactie tussen het soldeer en het vulpoeder is sterker dan bij nikkelpoeder, maar onvoldoende om alle intermetallische fasen uit de matrix te verwijderen. De bereikte sterkte bij een soldeertijd van 10 minuten met AISI 316 poeder (korrelgrootte < 44 µm) bedraagt 400 MPa en met AISI 304 poeder (korrelgrootte < 400 µm) 320 MPa. Aangegeven wordt dat het verschil vermoedelijk veroorzaakt wordt door de korrelgrootte van het vulpoeder.

Resultaten

Bij de uitgevoerde proeven met BNi5 en nikkelpoeder zijn de volgende resultaten verkregen:

- een hoge opwarmingsnelheid (toegepast 90°C/min.) is noodzakelijk om het soldeer in voldoende mate in het vulpoeder te laten doordringen. Door

diffusie en erosie neigt het soldeer tot vastvriezen voordat de soldeernaad geheel gevuld is. In de microstructuur is duidelijk waarneembaar tot hoever de naad gevuld is;

- uit de radiografie blijkt dat in vrijwel alle verbindingen foutjes aanwezig zijn;
- de sterkte van de verbindingen varieert van 190 MPa tot 380 MPa. De serie gesoldeerd bij 1225°C en met de kleinste korrelgrootte van het vulpoeder (0-50 µm) bereikt de hoogste sterkte.

Bij de uitgevoerde proeven met BN15 en roestvaststaalpoeder zijn de volgende resultaten verkregen:

- het toepassen van een grote korrel (75 - 100 µm) van het vulpoeder leidt tot meer intermetallische fasen in de matrix dan het toepassen van kleinere korrels (0 - 50 µm);
- een lage opwarmingsnelheid kan leiden tot voortijdig vastvriezen van het soldeer ten gevolge van diffusie van het silicium in het vulpoeder. Een langere soldeertijd of een hogere soldeertemperatuur leidt tot grovere intermetallische fasen;
- uit de resultaten van de radiografie blijkt dat bij de korrelfractie 0 - 50 µm het kleinste aantal poriën optreedt;
- uit het sterkte-onderzoek blijkt dat de hoogste sterktes verkregen zijn met de kleinste korrels (0 - 50 µm). De oorzaak is vermoedelijk een hogere dichtheid van het vulpoeder bij de kleinste korrels. Opvallend is het feit dat een langere soldeertijd (60 minuten ten opzichte van 10 minuten) leidt tot een circa 100 MPa lagere treksterkte (330 MPa ten opzichte van 231 MPa). De oorzaak is vermoedelijk gelegen in het feit dat bij een soldeertijd van 60 minuten door erosie een grovere structuur ontstaat ten opzichte van een soldeertijd van 10 minuten. Ook treedt bij 60 minuten solderen driemaal het wegzakken van het mengsel uit de soldeernaad op, hetgeen een dunner vloeibaar mengsel doet vermoeden. Dit mengsel kan dunvloeibaar worden indien het roestvaststaalpoeder sterk erodeert zonder dat vastvriezen optreedt.

Samenvatting

Methode 3 kan leiden tot verbindingen met een sterkte van 400 MPa.

Belangrijk zijn:

- de korrelgrootte van het vulpoeder. Over het algemeen zijn de hoogste resultaten bereikt met het fijnste vulpoeder (0 - 50 μm). De vulgraad van de spleet met dit fijne poeder is vermoedelijk het grootste. De literatuur geeft voor nikkelpoeder aan dat een hogere verdichting leidt tot hogere treksterktes;
- vastvriezen tijdens het penetreren van het soldeer in het vulpoeder kan optreden indien de opwarmsnelheid in het soldeertraject tussen de solidustemperatuur van het soldeer en de soldeertemperatuur te laag is;
- de diffusie van de smeltpuntverlagende elementen vanuit het soldeer in het vulpoeder is een structuurbepalende factor en daardoor belangrijk. Een goede combinatie is BNi2 met roestvaststaalpoeder, vooral bij een hoge opwarmsnelheid ($>75^\circ\text{C}/\text{min.}$). Voor BNi5 zijn de resultaten met nikkelpoeder of roestvaststaalpoeder vergelijkbaar, mits bij roestvaststaalpoeder de soldeertijd niet te lang gekozen wordt wegens een te sterk oplossen van het vulpoeder.

In hoofdstuk 11 "aanbevelingen voor verder onderzoek" worden andere mogelijke combinaties genoemd van soldeer en basismateriaal die kunnen leiden tot hogere sterktes.

10. CONCLUSIES

Het uitgevoerde onderzoek geeft aan dat het mogelijk is om niet capillaire spleten tot een breedte van 2 mm te solderen. Voor spleetbreedtes van 0,5 mm geeft het solderen in of dicht boven het smelttraject van het soldeer goede resultaten. Voor spleetbreedtes van 2 mm geeft het solderen met behulp van een vulpoeder in de spleet en het soldeer erbuiten goede resultaten. Het solderen met een mengsel van soldeer en vulpoeder leidt zowel bij spleten van 0,5 mm als bij spleten van 2 mm tot soldeerfouten.

Methode 1, het solderen in het smelttraject, is enkel toegepast met zilverbasis soldeersoorten. Hiervan geeft BAg58CuPd824-855 een goede 0,5 mm brede verbinding met een treksterkte van 515 MPa. Het solderen is niet uitgevoerd in het smelttraject omdat in het smelttraject de bevochtiging van het soldeer op het toegepaste roestvaststaal te gering is. De toegepaste soldeertemperatuur bedraagt 860°C. Bij de overige zilversoldeersoorten treden fouten in de soldeernaad op, waardoor de sterkte daalt tot circa 400 MPa.

Methode 2, het solderen met een mengsel van soldeer en vulpoeder, is zowel met zilverbasissoldeersoorten als met nikkelbasissoldeersoorten uitgevoerd. Bij de zilverbasissoldeersoorten ontstaan poreuze verbindingen doordat het soldeer wel de vulpoederkorrels aan elkaar soldeert maar de tussenliggende ruimte in onvoldoende mate opvult. Bij de nikkelbasissoldeersoorten zijn twee problemen aanwezig:

- bij een hoog aandeel aan vulpoeder treedt te snel vastvriezen van het soldeer op, waardoor de naad onvoldoende gevuld wordt;
- bij een lager aandeel vulpoeder ontstaan door de grotere hoeveelheid soldeer meer intermetallische fasen in de soldeernaad.

De methode is over het algemeen te ontraden.

Methode 3, het solderen met het vulpoeder in de soldeernaad en het soldeer erbuiten, leidt voor nikkelbasissoldeersoorten tot sterkte

resultaten die liggen in de buurt van die van methode 1 met zilverbasissoldeer (400 MPa). De diffusie van de smeltpuntverlagende elementen is een belangrijke factor voor het voorkomen van intermetallische fasen in de soldeernaad. Voor de combinatie van BNi2 en roestvaststaalpoeder geldt dat een hoge opwarmsnelheid (>75°C/min.) een structuur tot gevolg heeft die bestaat uit een matrix zonder intermetallische fasen, waarvan de treksterkte rond 400 MPa ligt. Met de combinatie van BNi5 en nikkelpoeder of roestvaststaalpoeder zijn vergelijkbare resultaten te bereiken mits het poeder voldoende verdicht is (door een kleine korrelgrootte toe te passen of sinteren onder druk). De combinatie van BNi2 met nikkelpoeder levert treksterktes op onder 300 MPa door de aanwezigheid van intermetallische fasen in de matrix van de structuur.

De resultaten van de zilverbasissoldeersoorten gelden enkel op moeilijker te bevochtigen materialen. Op beter te bevochtigen materialen geldt dat de soldeertemperatuur lager zal moeten liggen om een brede spleet te vullen.

In de aanbevelingen voor verder onderzoek wordt een aantal combinaties van vulpoeder en soldeersoorten aangegeven die bij het toepassen van methode 3 mogelijk tot sterkere verbindingen kunnen leiden.

11. AANBEVELINGEN VOOR VERDER ONDERZOEK

Van de onderzochte methoden bieden de methode 1 en 3 de grootste kans op een succesvolle verbinding. Methode 3 lijkt als enige de mogelijkheid te bezitten om verbindingen te vervaardigen die dezelfde sterkte bezitten als het werkstukmetaal.

Bij methode 3 heeft de reactie tussen het soldeer en het vulpoeder een grote invloed op de ductiliteit van de verbinding. Mogelijke verbeteringen zijn te vinden in:

- verhogen van de dichtheid van het vulpoeder [2,3];
- aanpassen van de combinatie van soldeer en vulpoeder.

Het verdichten van het vulpoeder is op twee wijzen mogelijk. Deze zijn:

- de juiste keuze van korrelfracties van het vulpoeder [2];
- het persen van het vulpoeder vóór het solderen [3].

Voor het persen van het vulpoeder leidt tot verbindingen met een sterkte gelijk aan die van het werkstukmetaal (570 MPa), vermoedelijk Fe 510.

Voor het aanpassen van de combinatie van soldeer en vulpoeder geldt dat de twee meest toegepaste smeltpuntverlagende elementen borium en silicium beter in het vulpoeder moeten worden opgenomen. In [5] wordt aangegeven dat in nikkelpoeder bij 850°C circa 12% Si en 0% B óf 0% Si en 5,8% B oplosbaar is. Bij 5% Si is circa 2,9% B oplosbaar. Knotek e.a. geven aan dat het toevoegen van Cr aan Ni vrijwel geen invloed heeft op de opnamecapaciteit van het vulpoeder. Vermoedelijk zijn met een andere keuze van de verhouding van Si en B dan bij BNi2 betere resultaten te bereiken (zie ook [2]).

Andere in de literatuur aangegeven combinaties zijn:

- | | |
|---|-----|
| 1 Ni ₁₅ Cr _{3,5} B ₁₀₅₅ (NB 150) met Ni _{0,35} Si _{0,2} B | [6] |
| 2 Ni ₁₅ Cr _{3,5} B ₁₀₅₅ (NB 150) met Ni ₇ Fe ₁₅ Cr _{0,75} Si _{0,2} B | [6] |
| 3 Ni ₁₅ Cr _{3,5} B ₁₀₅₅ (NB 150) met Fe ₈ Ni ₁₈ Cr _{1,25} Si _{0,2} B | [6] |
| 4 Ni ₁₅ Cr _{3,5} B ₁₀₅₅ (NB 150) met Fe ₁₂ Cr _{1,25} Si _{0,2} B | [6] |
| 5 Ni ₁₅ Cr _{3,5} B ₁₀₅₅ (NB 150) met Ni ₂₀ Cr | [6] |
| 6 Ni ₇ Cr ₃ B ₆ W _{4,5} Si ₃ B ₉₇₅₋₁₀₄₀ (NB 200) met Hastelloy C | [7] |
| 7 Ni ₇ Cr ₃ B ₆ W _{4,5} Si ₃ B ₉₇₅₋₁₀₄₀ (NB 200) met René 80 | [7] |
| 8 Ni ₁₅ Cr _{3,5} B ₁₀₅₅ (NB 150) met In 738 LC | [8] |
| 9 Ni ₁₅ Cr _{3,5} B ₁₀₅₅ (NB 150) met In 939 | [8] |
| 10 Ni ₁₅ Cr _{3,5} B ₁₀₅₅ (NB 150) met NiCr poeder | [8] |
| 11 Ni _{15,3} Cr _{10,3} Co _{2,3} B _{3,5} Al _{3,4} Ta (D15) met René 80 | [9] |
| 12 Ni ₂₁ Cr ₂₁ Co _{2,9} B _{3,5} Ta _{0,03} La (DF3) met Hastelloy C | [9] |
| 13 Ni ₇ Cr ₃ Fe ₆ W _{4,5} Si _{3,2} B ₉₇₅₋₁₀₄₀ (NB 200) met Hastelloy C | [9] |

Van een beperkt aantal van de hier boven genoemde combinaties zijn sterktewaarden genoemd in de diverse publikaties. Deze zijn voor de combinatie:

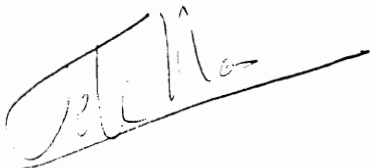
6. Nb 200 met Hastelloy C (250-320 Mesh) 482-650 MPa
7. Nb 200 met René 80, er is geen sterkte opgegeven maar de verwachting is dat de sterkte hoger ligt dan bij 6, zie ook 11.
11. D15 met René 80 760-890 MPa
12. DF3 met Hastelloy C = 430 MPa
13. Nb 200 met Hastelloy C = 490 MPa

Vooraf het toepassen van vulpoeders met een chemische analyse die lijken op die van René 80 (Ni 14Cr 0,2 Fe 9,5 Co 4W 4Mo 0,2 Si 3 Al 5 Fe) zijn aan te bevelen voor nader onderzoek.

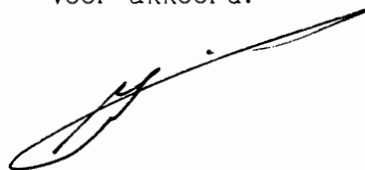
METAALINSTITUUT TNO

Afd. Las- & Materiaaltechnologie

voor akkoord:



T. de Haan



H.H. van der Sluis

12. LITERATUUR

- [1] T. de Haan, H.H. van der Sluis
Soldeermaterialenonderzoek X
Wide gap solderen, vooronderzoek
Rapportnummer TC-I-A 324-85
Datum: 28 november 1985
- [2] H. Zuang, E. Lugscheider, J. Chen
Wide gap brazing of stainless steel with nickel base braze alloys
IIW Document SC-IA-B-133 85
- [3] E. Lugscheider, V. Dietrich, J. Mittendorff
Wide gap brazing with nickel base filler metals
17 Intern. AWS-WRC Brazing and Soldering Conference
April 15-17 1986, Atlanta
Document I-819-86/OE
Document SC-IC-341/86 OE
- [4] T. de Haan, H.H. van der Sluis
Soldeermaterialenonderzoek VII
Het direct solderen van chroomhoudende staalsoorten met behulp van
BAg72Cu780
Rapportnummer TC-I-A-292-84
Datum: april 1984

- [5] O. Knotek E. Lugscheider
Brazing filler metals based on reacting NiCrBSi alloys
Welding Journal oktober 1976
Research Supplement blz. 314s - 318s.
- [6] Nicrogap Eng. Data sheet 2214 GB
Microbraz
Wall Colmonoy L t d G B
- [7] J.W. Chasteen G.E. Metzger
Brazing of Hastelloy X with wide clearance butt joints
Welding Journal 1979 Research supplement blz. 111s - 117s.
- [8] B. Jahnke J. Demny
Microstructural investigations of a nickelbased repair coating
processed by liquid phase diffusion sintering
Thin solid films 110 (1983) blz. 225 - 235.
- [9] J.W. Chasteen
Development and evaluation of wide clearance braze joints in gammaprime
alloys
AFWAL TR 82 4016.