



50

**Nederlands Instituut voor
Lastechniek**

TC-I-A-368-87

NIL PROJECT HOOGTEMPERATUURSOLDEREN

SOLDEERMATERIALENONDERZOEK XIV "WIDE GAP"
SOLDEREN VAN KERAMIEK-METAALVERBINDINGEN

Samengesteld door: T. de Haan

namens de stuurgroep "Soldeermaterialenonderzoek"

26 augustus 1987

SOLDEERMATERIALENONDERZOEK XIV
"WIDE GAP" SOLDEREN VAN KERAMIEK-
METAALVERBINDINGEN TC-I-A-368-87

Bestemd voor : Nederlands Instituut voor Lastechniek (N.I.L.)
Laan van Meerdervoort 2b
2517 AJ DEN HAAG
t.a.v. de voorzitter en de leden van de N.I.L.
subcommissie TC-I-A-"Hoogtemperatuursolderen"

Samengesteld door : T. de Haan

namens de stuurgroep "Soldeermaterialenonderzoek", bestaande uit:

J. Kamans	Holec	S. van Heusden	Philips
J. van Dorsselaer	F.O.M.-A	L.K. van Geest	DEP
W.J.J. Wolfis	F.O.M.-N	H.G. ter Beeke	ECN
W. Kersbergen	F.O.M.-N	J.H.F.G. Lipperts	Calor Emag
J.A. van Wel	F.O.M.-A	P.P.J. Ramaekers	TPD-TNO
A.F. Neuteboom	F.O.M.-A	H.H. van der Sluis	MI-TNO
T. de Haan	MI-TNO		

Dit rapport is het resultaat van onderzoek uitgevoerd door het
Metaalinstituut TNO in opdracht van het N.I.L.

INHOUDSOPGAVE	BLZ.
1. Samenvatting	2
2. Inleiding	3
3. Materialen	4
4. Uitvoering	7
4.1 Spreidproeven	7
4.2 Sterkteproeven	8
5. Resultaten	11
5.1 Spreidproeven	11
5.2 Sterkteproeven	13
6. Discussie	18
6.1 Spreidproeven	18
6.2 Sterkteproeven	19
7. Conclusies	22
8. Literatuur	24
9. Tabellen en Figuren	25

1. SAMENVATTING

Onderzoek is uitgevoerd naar de toepasbaarheid van "wide gap" solderen bij het vervaardigen van Al_2O_3 -keramiek-metaalverbindingen. De toegepaste soldeerspleetbreedte bedraagt 0,5 mm.

Uitgevoerd zijn bevochtigingsproeven op het vernikkelde Vacon 70. Na de selectie van de drie "meest in aanmerking komende" soldeersoorten zijn sterkteproeven met deze drie soldeersoorten uitgevoerd. Als variabelen zijn in het onderzoek opgenomen:

- de metalliseringswijze van het keramiek, namelijk een molybdeen-mangaanlaag of direkt gesoldeerd met behulp van titaanhydride;
- de invloed van de uitzettingscoëfficiënt op de sterkte van de verbinding door het toepassen van Vacon 70 of roestvaststaal AISI 316L.

2. INLEIDING

Voor capillair solderen zijn nauwe toleranties noodzakelijk, liggend in de orde van grootte van enkele honderste millimeters. Bij keramiek-metaalverbindingen zijn deze toleranties haalbaar, maar het moeilijk bewerkbaar zijn van keramiek veroorzaakt vaak hoge bewerkingskosten. Het toepassen van "wide gap" soldeer-soorten biedt de mogelijkheid om grotere toleranties toe te passen. Het onderzoek is gericht op spleetbreedtes van 0,5 mm, zijnde de volgens de stuurgroep maximaal haalbare grens.

Het solderen van brede spleten is mogelijk door het toepassen van een soldeer met een lang smelttraject. Gesoldeerd wordt in het smelttraject, waardoor het soldeer gedeeltelijk vloeibaar is. Het mengsel van "vloeibaar" soldeer en "vast" soldeer is dik vloeibaar en daardoor mogelijk in staat een bredere spleet te vullen. In het rapport wordt deze wijze van solderen aangegeven met solderen volgens methode 1.

Ook is het mogelijk om soldeer en een hoger smeltend vulpoeder met elkaar te mengen. Het op soldeertemperatuur ontstane mengsel vertoont een grote overeenkomst met soldeer met een smelttraject waarin gesoldeerd wordt. Het toepassen van een mengsel wordt in dit rapport aangegeven met solderen volgens methode 2.

Uit voorgaand onderzoek [1] is gebleken dat:

- het solderen in het smelttraject (methode 1) goed toepasbaar is tot circa 0,5 mm;
- het solderen met een mengsel van soldeer en vulpoeder (methode 2) problemen oplevert bij het vinden van een geschikte combinatie van soldeer en vulpoeder.

3. MATERIALEN

Als werkstukmaterialen zijn aluminiumoxyde, Vacon 70 en roestvaststaal AISI 316L toegepast.

Het aluminiumoxyde is geleverd door de firma Anderman en Ryder Ltd. De fabriekscodé is Deranox 975. De samenstelling en de eigenschappen zijn gegeven in tabel 1.

Het Al_2O_3 is in twee uitvoeringen toegepast namelijk:

- voorzien van een molybdeen-mangaanlaag en vervolgens van een nikkellaag, door de leverancier aangebracht;
- zonder metalliseringslaag, geschikt voor het direkt solderen met behulp van titaanhydride.

Over de door de leverancier aangebrachte metalliseringslaag zijn geen gegevens bekend. De opbouw van de laag is weergegeven in de figuren 1 en 2. De molybdeen-mangaanlaag van het geprepareerde proefstuk heeft een dikte van circa 22 μm . De daarop aangebrachte nikkellaag heeft een dikte van circa 4 μm . Deze keramiekonderdelen zijn toegepast in de geleverde toestand.

Van het toe te passen keramiek ten behoeve van het actief solderen zijn de oppervlakteruwheid en de kristalstructuur vastgelegd. De oppervlakteruwheid R_a bedraagt 1,4 μm . De structuur van het keramiek wordt weergegeven in de figuren 3 t/m 6. "Koud" geeft de structuur weer in de leveringstoestand. "Warm" geeft de structuur weer na de stookcyclus van 1300°C gedurende 1 uur in lucht. Verschil in de structuren is niet aan te geven. Alle niet-gemetalliseerde proefstukken zijn voor het aanbrengen van de soldeerlaag gestookt op 1300°C gedurende 1 uur om: - het oppervlak te reinigen;

- eventuele scheurtjes op te vullen met de in het keramiek aanwezige flux.

De flux bevat magnesium, silicium en calcium, zoals blijkt uit de EDAX-analyse weergegeven in figuur 7. De hoeveelheden zijn gering zodat een betrouwbaar analyseresultaat met het EDAX-systeem niet te verkrijgen is.

Als metaal met een lage uitzettingscoëfficiënt is Vacon 70 toegepast. De nominale samenstelling en de mechanische eigenschappen zijn vermeld in tabel 2. Uit het Vacon 70 in plaat met een dikte van 3 mm zijn ringen vervaardigd door middel van lasersnijden. De ringen bezitten een binnendiameter van $10,2 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$. De buitendiameter bedraagt $15,9 \pm 0,1 \text{ mm}$. Op de ringen zijn afstandhouders aangebracht van Vacon 70 met een dikte van 0,5 mm. Het Vacon 70 is vernikkeld in een zogenaamd Watt's bad met een laagdikte van $10 \text{ } \mu\text{m}$, zie tabel 3. De nikkellaag is in vacuüm ($< 5 \times 10^{-6} \text{ mbar}$) ingestookt bij 900°C gedurende 30 minuten.

Als metaal met een hoge uitzettingscoëfficiënt is roestvaststaal AISI 316L toegepast. De nominale samenstelling en de mechanische eigenschappen zijn vermeld in tabel 4. De leverancier is niet bekend. De vervaardiging tot onderdelen voor de proefstukken verloopt analoog aan die voor Vacon 70.

De in het onderzoek toegepaste soldeersoorten zijn:

<u>ISO-code 3677</u>	<u>Nominale samenstelling</u>
BAg 72 Cu 780 *)	72%Ag; 28%Cu; C \leq 50ppm; P \leq 150ppm
BCu 87 Ge Ni 820-965	87,75%Cu; 12%Ge; 0,25%Ni
BAG 72 Cu 780	72%Ag; 28%Cu; O ₂ \leq 30ppm; C \leq 10ppm
BAG 72 Cu Ni 779-795	71,15%Ag; 28,1Cu; 0,75Ni
BAG 68 Cu Pd 807-810	68%Ag; 27%Cu; 5%Pd

*) Geen vacuümkwaliteit, in het rapport aangeduid met een ster.

BAG 58 Cu Pd 824-855	58,5%Ag; 31,5%Cu; 10%Pd
BAG 40 Cu Mn 740-840	40%Ag; 50%Cu; 10%Mn
BCu 90 Ge 900-1000	90%Cu; 10%Ge
BAG 56 Cu Ni 771-893	56%Ag; 42%Cu; 2%Ni

De soldeersoorten BAG 72 Cu 780* en BCu 87 Ge Ni 820-965 zijn in poedervorm toegepast. Alle overige soldeersoorten zijn in draadvorm (met een diameter van 1 mm) toegepast.

Voor het direkt solderen is titaanhydride toegepast van het type Degussa type S. De binder is van Wall Colmonoy type Microbraze waterbasis type 11.

4. UITVOERING

4.1 Spreadproeven

De spreadproeven zijn als volgt uitgevoerd:

- van het Vacon 70 zijn plaatjes vervaardigd met de afmeting van 30x30x3 mm;
- de bovenzijden van de plaatjes zijn geslepen op een ruwheid van 0,1-0,4 μm ;
- op het Vacon 70 is een nikkellaag aangebracht met een dikte van 10 μm . De nikkellaag is aangebracht met behulp van het Watt's bad, zie [2];
- de nikkellaag is ingestookt op 900°C gedurende 30 minuten;
- per plaatje is een vaste hoeveelheid soldeer aangebracht met behulp van een doseermal;
- de bij het wegnemen van de soldeermal gevormde hoeveelheid soldeer is gefixeerd met behulp van "Microbraze Cement grade 500";
- de plaatjes zijn vervolgens in de vacuümoven opgesteld onder een hoek van 30°. De te verwachten vloeirichting van het soldeer 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 biedt zo'n soldeer in principe mogelijkheden om een brede spleet te vullen. Het soldeer vormt dan een gesloten massa, terwijl het vermoedelijk niet (snel) uit de soldeernaad zal vloeien.

4.2 Sterkteproeven

Voor het uitvoeren van de sterkteproeven is gebruik gemaakt van het zogenaamde ASTM proefstuk, zie figuur 8. Het samengestelde proefstuk is weergegeven in de figuren 9 en 10. De vervaardiging is te verdelen in het aanbrengen van de metalliseringslaag op het keramiek en in het solderen van het gehele proefstuk.

De metalliseringslaag

Het keramiek wordt toegepast met twee metalliseringslagen, te weten:

- een molybdeen-mangaan/nikkellaag;
- een titaanhydride-zilversoldeerlaag, zogenaamd actief-solderen.

De titaanhydride-zilversoldeerlaag is in eigen beheer aangebracht. De werkwijze is als volgt:

1. Het aanmaken van de titaanhydridesuspensie in alcohol.
Hiervoor wordt 1200 ml alcohol gemengd met 20 ml waterbasis-cement en 2 gram TiH_2 .
2. Voor het neerslaan van de TiH_2 op de proefstukken worden deze in de vloeistof ondergedompeld zodanig dat de vloeistofhoogte boven het te solderen vlak 25 mm bedraagt.
De neerslagtijd van de titaanhydride uit de vloeistof bedraagt 60 minuten.
3. Na 60 minuten is de vloeistof uit het bad verwijderd met behulp van een hevel.
4. Het titaanhydride op de vlakken die niet gesoldeerd worden, is met behulp van alcohol afgewassen. De met titaanhydride bedekte proefstukhelften zijn in een oven op $130^{\circ}C$ gedurende

15 minuten gedroogd. De aangebrachte hoeveelheid titaanhydride bedraagt ongeveer 2,3 tot 2,9 mg ofwel 2,0 tot 2,5 mg/cm².

5. Op de titaanhydridelaag is circa 65 mg van het toe te passen soldeer aangebracht. Het metalliseren is uitgevoerd met hetzelfde soldeer als waarmee in later stadium de "wide gap" gesoldeerd wordt. De soldeerhoeveelheid bedraagt circa 56 mg/cm². Bij geheel oplossen van het titaan in het soldeer bedraagt het percentage titaan ongeveer 4%.
6. Het uitvloeien is uitgevoerd op een temperatuur boven de toe te passen soldeertemperatuur. De soldeertijd bedraagt 30 minuten in een vacuüm $\leq 5 \times 10^{-4}$ mbar.
7. Na het solderen worden de proefstukhelften bewaard tot gebruik in ofwel de vacuümvoven ofwel in een exsiccator met droogmiddel (silicagel).

Het solderen

Twee proefstukhelften zoals weergegeven in figuur 8 zijn met behulp van een fixatiemal aan de Vacon 70 tussenring gesoldeerd. De fixatiemal is weergegeven in figuur 10. Na het oplossen van enige problemen bleek deze fixatiemal tot bruikbare en redelijk planparallele proefstaven te leiden.

Het soldeer is over het algemeen in draadvorm aangebracht, waarbij per te solderen 0,5 mm brede soldeerspleet 0,7 g soldeer benodigd is. De draaddiameter van het soldeer bedraagt 1 mm. De soldeertijd bedraagt 10 minuten.

De bij het solderen optredende problemen zijn:

- Het schranken van de bovenste proefstukhelft waardoor scheefstand en/of een te grote soldeerspleet kunnen ontstaan;
- het penetreren van soldeer tussen de keramische centreerpen en de binnenzijde van de Vacon 70 ring. Hechting treedt niet op maar tijdens het afkoelen ontstaat er door het verschil in uitzettingscoëfficiënt tussen de metalen ring en de keramische centreerpen een lichte "krimpbeweging". Deze verbinding kan problemen veroorzaken bij het verwijderen van de keramische pen. Door de diameter van de keramische pen 0,2 mm kleiner te kiezen dan het gat van het proefstuk is dit probleem opgelost.

De beoordeling van de proefstukken bestaat uit de volgende drie onderdelen:

- Visuele beoordeling van de buitenzijde van de soldeernaad;
- meten van de lektheid van de verbinding met behulp van een helium lekzoekapparaat;
- beproeven van het proefstuk. De trekproeven zijn uitgevoerd bij Philips.

5. RESULTATEN

5.1 Spreidproeven

De spreidproeven zijn uitgevoerd met soldeersoorten met een smelttraject (methode 1) en met mengsels van soldeer en vulpoeder (methode 2).

Methode 1

De resultaten met de soldeersoorten in het smelttraject zijn vermeld in tabel 5. De proeven zijn beoordeeld op:

- wel of niet spreiden van het soldeer over het oppervlak. Bij het spreiden zal over het algemeen het soldeer door de hoek van 30° die het plaatje maakt naar één zijde spreiden c.q. zakken;
- het geheel of gedeeltelijk smelten van de soldeerdraad. Bij gedeeltelijk smelten is de vorm van de soldeerdraad nog duidelijk herkenbaar.

De verkregen resultaten zijn:

- BAg 72 Cu 780 heeft geen overgangsgebied tussen het niet gesmolten zijn en het spreiden over het oppervlak;
- BAg 72 Cu Ni 779-795 heeft eveneens geen overgangsgebied tussen het niet gesmolten zijn en het spreiden van het soldeer.
- BAg 68 Cu Pd 807-810 heeft eveneens geen overgang tussen het niet gesmolten zijn en spreiden. Eigenlijk mag smelten pas optreden bij 807°C. De toegepaste draad smelt echter al bij 780°C, hetgeen bevreemdend is. Mogelijk is draadverwisseling opgetreden;
- BAg 58 Cu Pd 824-855 lijkt goed toepasbaar bij 830°C tot 850°C. In dit temperatuurtraject treedt enige vloeï op en

blijft de soldeerdraad "liggen" in gesmolten vorm met een hoogte van circa 0,5 mm;

- BAg 40 Cu Mn 740-840 geeft bij elke temperatuur een zichtbaar restant van de soldeerdraad. Bij dit soldeer lijkt de ontmenging van het soldeer te sterk, waardoor geen homogene verbinding gevormd zal worden;
- BCu 90 Ge 900-1000 lijkt goed toepasbaar tussen 1000°C en 1020°C. De resultaten zijn vergelijkbaar met die van BAg 58,5 Cu Pd 824-855;
- BAg 56 Cu Ni 771-893 lijkt goed toepasbaar tussen 885°C en 895°C. De resultaten zijn vergelijkbaar met die van BAg 58,5 Cu Pd 824-855.

Op grond van de verkregen resultaten zijn voor het sterkteonderzoek de volgende soldeersoorten geselecteerd:

- BAg 58 Cu Pd 824-855
- BCu 90 Ge 900-1000
- BAg 56 Cu Ni 771-893

Per soldeersoort zijn steeds drie soldeertemperaturen geselecteerd afhankelijk van de eerder gevonden resultaten.

Methode 2

De resultaten met de mengsels van soldeer en vulpoeder met een verhouding van 3:1 zijn vermeld in tabel 6. De resultaten zijn beoordeeld op:

- Wel of niet spreiden van het mengsel over het onder een hoek van 30° opgestelde soldeervlak;
- het wel of niet vormen van een gesloten soldeerooppervlak ter plaatse van de doseerplaats.

Zoals ook al uit [1] gebleken is, geeft het solderen volgens methode 2 met mengsels met soldeersoorten op basis van zilver

en/of koper geen goede resultaten. Het soldeer vormt met het poeder vrijwel geen gesloten massa. Het enige bruikbare resultaat heeft proef no. 42 opgeleverd, waarbij geen spreiding maar wel een gesloten oppervlak ontstaan is. De overige resultaten zijn niet toepasbaar voor wide gap solderen.

Voor het sterkte-onderzoek is dan ook alleen de combinatie van BCu 87 Ge Ni 820-965 met koperpoeder gekozen bij een soldeertemperatuur van 975°C.

5.2 Sterkteproeven

De sterkteproeven zijn uitgevoerd volgens ASTM F19-61 CLM-15. Als soldeersoorten zijn toegepast voor methode 1:

- BAg 58 Cu Pd 824-855
- BAg 56 Cu Ni 771-893
- BCu 90 Ge 900-1000

Voor methode 2 is de combinatie van BCu 87 Ge Ni 820-965 met koperpoeder toegepast.

Per combinatie zijn steeds 3 proeven uitgevoerd. De resultaten van het onderzoek zijn vermeld in tabel 7 t/m 11.

In tabel 7 zijn de resultaten weergegeven van de proeven met BAg 58 Cu Pd 824-855. De spleetbreedte bij de Vacon 70 ring bedraagt 0,5 mm.

Het metalliseren met TiH₂ is uitgevoerd op 910°C. Het solderen van deze proefstukken is uitgevoerd op 850°C, 865°C en 875°C. De soldeertemperatuur van 850°C is aan de lage kant om het soldeer goed te laten vloeien. De slecht gevloeiende serie van

proefstuk 17 t/m 19 is niet beproefd vanwege het grote aantal soldeerfouten bij de meniscus van het soldeer en het hoge TiH_2 gewicht. Bij de herhalingsserie is het resultaat wat het uiterlijk betreft beter. De breukbelastingen liggen op 2550 N, 2650 N en 4150 N.

Ook de soldeertemperatuur van 865°C is aan de lage kant. Twee van de zes proeven zijn slecht gevuld en daarom niet beproefd. De breukbelastingen van de overige proefstukken bedragen 2000, 1850, 2450 en 4750 N. De uitschieter van 4750 N ondanks randin-karteling is niet uit het breukuiterlijk of de scheefstand te verklaren.

Bij de soldeertemperatuur van 875°C verbetert het soldeerresultaat sterk wat zich uit in een toename van de breukbelasting tot 5400 N, 5600 N en 6400 N. Foutjes en scheefstand lijken de sterkte te beïnvloeden. Opmerkelijk is dat alle drie de verbindingen niet vacuümdicht zijn.

Het soldeer met BA9 58 Cu Pd 824-855 op de Mo Mn-lagen levert duidelijk sterkere verbindingen op. Na solderen op 855°C bedragen de breukbelastingen 5950 N, 8450 N en 8550 N. Na solderen op 865°C bedragen de breukbelastingen 7600 N, 9500 N en 9900 N. Na solderen op 875°C bedragen de breukbelastingen 7800 N, 7700 N en 10550 N. Scheefstand of kleine soldeerfoutjes vormen geen aanwijsbare oorzaak voor de gemeten verschillen. Slechts één proefstuk (nr. 42) blijkt lek, vermoedelijk door de aanwezigheid van enkele soldeerfoutjes.

In tabel 8 zijn de resultaten weergegeven van de proeven met BA9 56 Cu Ni 771-893. De spleetbreedte bij de Vaconring bedraagt 0,5 mm.

Het metalliseren met TiH_2 is uitgevoerd op $960^\circ C$. Het solderen van de proefstukken is uitgevoerd op respectievelijk $900^\circ C$, $925^\circ C$ en $950^\circ C$. De soldeertemperatuur van $900^\circ C$ is aan de lage kant om het soldeer goed de spleet te laten vullen. De gemeten breukbelastingen bedragen 3350 en 3150 N.

Enkel bij $925^\circ C$ zijn twee verschillende doseerwijzen toegepast namelijk folievormig soldeer en draadvormig soldeer. De breukbelastingen voor het foliesoldeer bedragen 3150 N, 4100 N en 3450 N. De breukbelastingen voor het draadsoldeer bedragen 6450 N, 4150 N en 6050 N. Bij $950^\circ C$ is de naadvulling bij twee van de drie proefstukken slecht. De breukbelasting voor het derde proefstuk bedraagt 6100 N.

Het solderen met BAg 56 Cu Ni 771-893 op de Mo Mn-lagen levert duidelijk sterkere verbindingen op. Na solderen op $900^\circ C$ bedragen de breukbelastingen 10300 N, 11350 N en 7350 N. Voor de afwijkende waarden van 7350 N is geen oorzaak aan te geven. Na solderen op $925^\circ C$ waarbij soldeerfolie is toegepast, bedragen de breukbelastingen 4200 N, 6200 N en 4750 N. In de verbindingen zijn meer soldeerfoutjes aanwezig dan in de serie gesoldeerd op $900^\circ C$. Na solderen op $950^\circ C$ bedragen de breukbelastingen 7400 N en 8250 N. Bij het derde proefstuk bleek de centreerpen vast in het proefstuk te zitten.

In tabel 9 zijn de resultaten weergegeven met BCu 90 Ge 900-1000. De spleetbreedte bij de Vacoring bedraagt 0,5 mm.

Het metalliseren met TiH_2 is uitgevoerd op $1060^\circ C$. Het solderen van de proefstukken is uitgevoerd op $1020^\circ C$, $1030^\circ C$ en $1040^\circ C$. De soldeertemperatuur van $1020^\circ C$ is aan de te lage kant om het

soldeer goed te laten vloeien. De soldeernaden zijn bij de meniscus slecht gevuld. De breukbelastingen na solderen op 1020°C bedragen 2300 N en 2250 N.

De soldeertemperatuur van 1030°C leidt eveneens tot matige solderingen. De breukbelastingen bij deze soldeertemperatuur bedragen 700 N, 1700 N en 2400 N. De soldeertemperatuur van 1040°C geeft beter uitziende soldeernaden. De breukbelastingen liggen met 1200 N, 3200 N en 2300 N niet veel hoger dan de overige resultaten.

Het solderen met BCu 90 Ge 900-1000 op de Mo Mn-metallisering levert betere resultaten op. Na het solderen op 1020°C bedragen de breukbelastingen 6500 N, 3900 N en 5800 N. Na solderen op 1030°C blijken de soldeerverbindingen aan de buitenzijde niet mooi aangevloeid. Bij de goed uitziende verbinding bedraagt de breukbelasting 5900 N. Bij de proefstukken met "inkarteling" bedragen de breukbelastingen 3800 N en 4500 N.

Het toepassen van 1040°C als soldeertemperatuur geeft goed uitziende soldeerverbindingen. De breukbelastingen van deze verbindingen liggen op 6400 N, 6600 N en 6100 N. De verbinding met 6100 N blijkt echter niet vacuümdicht te zijn.

In tabel 10 zijn de resultaten vermeld met een roestvaststalen (AISI 316L) tussenring en BAg 56 Cu Pd 824-855. Het verschil in uitzettingscoëfficiënt tussen het roestvaststaal en het keramiek leidt bij de volgens het TiH₂ methode gesoldeerde proefstukken tot breuk. De breuk treedt echter pas enige tijd (tot 0,5 uur) na het solderen en afkoelen op.

Bij de Mo Mn-metalliseringen zijn lekdichte verbindingen gevormd. Van de helft van het aantal proefstukken zijn scheuren in het keramiek bij de soldering zichtbaar. De drie overige proefstukken bezitten een breukbelasting van 2600 N, 4100 N en

3900 N. De waarde van 2600 N ligt lager dan de overige; dit wordt vermoedelijk veroorzaakt doordat bij dit proefstuk snelkoeling is toegepast vanaf 500°C terwijl de overige twee proefstukken geheel in vacuüm zijn afgekoeld.

Voor methode 2 is enkel de combinatie van BCu 87 Ge Ni 820-965 met koperpoeder toegepast. De volgens de titaanhydridemethode gesoldeerde proefstukken zijn echter zodanig poreus in de soldeernaad zelf, dat verder onderzoek niet zinvol bleek en niet meer is uitgevoerd.

6. DISCUSSIE

6.1 Spreadproeven

Methode 1

De oppervlaktespanning tussen het soldeer en het werkstukmateriaal blijkt belangrijk voor het toepassen van een soldeer als "wide gap soldeer". Een grote contacthoek is gunstig voor het vormen van een hoge, geheel gesmolten druppel soldeer. Het vernikkelde Vacon 70 is echter goed soldeerbaar zodat solderen met een gedeeltelijk vloeibaar soldeer noodzakelijk wordt, d.w.z. solderen in het smelttraject. Het soldeer mag echter niet gaan ontmengen omdat dan een soldeerrestant achterblijft op de doseerplaats.

Niet toepasbare soldeersoorten zijn volgens het spreadproefonderzoek:

- BAg 72 Cu 780 wegens het ontbreken van een smelttraject;
- BAg 72 Cu Ni 779-795 wegens te snel uitvloeien;
- BAg 68 Cu Pd 807-810 wegens te snel uitvloeien;
- BAg 40 Cu Mn 740-840 wegens ontmenging.

Goed toepasbare soldeersoorten zijn:

- BAg 58 Cu Pd 824-855 tussen 830°C en 850°C;
- BCu 90 Ge 900-1000 tussen 1000°C en 1020°C;
- BAg 56 Cu Ni 771-893 tussen 885°C en 895°C.

Met deze drie soldeersoorten zijn de sterkteproeven uitgevoerd, zie 6.2.

Methode 2

Uit eerder onderzoek en ook nu weer blijkt dat soldeersoorten op zilver- en koperbasis makkelijker over het te solderen oppervlak uitvloeien (vernikkeld Vacon 70) dan dat ze met de toegepaste vulpoeders een gesloten mengsel vormen. Geen van de onderzochte combinaties heeft een bruikbaar resultaat opgeleverd.

Een tweede nadeel voor methode 2 is de kostprijs van poedervormige soldeersoorten op basis van zilver of koper die op fl.1,90 of meer per gram ligt. Deze hoge prijs vormt een praktische belemmering voor het toepassen van deze methode.

6.2 De sterkteproeven

In tabel 11 zijn de resultaten met de 0,5 mm brede soldeernaden en de drie "wide gap" soldeernaden samengevat. De resultaten voor de TiH_2 -methode zijn niet geoptimaliseerd wat betreft de hoeveelheid titaanhydride en de instooktemperatuur.

Voor BAg 58 Cu Pd 824-855 geldt dat:

- bij het toepassen van de TiH_2 -methode de aanbevolgen soldeertemperatuur op $875^{\circ}C$ ligt, waarbij een gemiddelde breukbelasting van 5800 N bereikt wordt;
- de Mo Mn-methode tot betere resultaten leidt. De aanbevolen soldeertemperatuur ligt boven $855^{\circ}C$. De reproduceerbaarheid is redelijk hoog. Belangrijk voor de sterkte van de verbindingen lijkt het goed aanvloeien van het soldeer op het keramiek. Kerfwerking bij slecht aangevloeide verbindingen verlaagt vermoedelijk de sterkte van de verbinding.

Voor BAg 56 Cu Ni 771-893 geldt dat:

- bij het toepassen van de TiH_2 -methode de soldeertemperatuur boven $900^\circ C$ moet liggen;
- bij het toepassen van de Mo Mn-methode de aanbevolen soldeertemperatuur op $900^\circ C$ ligt;
- het toepassen van folievormig soldeer geeft lagere sterkte-waarden dan het toepassen van soldeerdraad, zoals blijkt uit de vergelijkbare resultaten bij $925^\circ C$ voor de TiH_2 -methode. De gemiddelde sterkte van 5050 N bij de Mo Mn-methode gesoldeerd met folie ligt eveneens lager dan de vergelijkbare resultaten met draadsoldeer van respectievelijk 9670 N en 7830 N.

Voor BCu 90 Ge 900-1000 geldt dat:

- de resultaten duidelijk slechter zijn dan voor BAg 58,5 Cu Pd 824-855 of BAg 56 Cu Ni 771-893;
- bij het toepassen van de TiH_2 -methode de resultaten slecht zijn met een hoogst bereikte sterkte van 3200 N;
- bij het toepassen van de Mo Mn-methode de resultaten wel beter zijn, maar niet de sterkte bereiken die met beide andere soldeersoorten gehaald worden. Een oorzaak is niet aan te geven, maar de hoge soldeertemperatuur kan hier debet aan zijn.

Uit het onderzoek blijkt dat spleten van 0,5 mm breedte met de drie toegepaste soldeersoorten te solderen zijn.

De sterkteproeven met een roestvaststalen tussenring

Het vervaardigen van proefstukken met een tussenring van roestvaststaal AISI 316L leidt tot slechte resultaten.

Bij de volgens de TiH_2 -methode gesoldeerde proefstukken breekt het keramiek. De breuk treedt niet direct tijdens het afkoelen

op, maar pas na enige tijd. Een oorzaak voor de tijdsvertraging is niet aan te geven.

Bij de met Mo Mn-gemetalliseerde proefstukken treedt soms wel en soms geen breuk op. De sterkteresultaten zijn echter veel slechter dan met een Vacon 70 tussenring.

Het verschil in uitzettingscoëfficiënt tussen roestvaststaal AISI 316L en Vacon 70 beïnvloedt dus zeer sterk de sterkte van de gesoldeerde verbindingen.

Proeven volgens methode 2

Het uitvoeren van proeven met een mengsel van poedervormig soldeer en poedervormig vulpoeder op keramiek met een via de TiH_2 -methode aangebrachte metallisering, leidt bij de soldeersoorten op zilver- of koperbasis niet tot een succesvolle verbinding. De oorzaak ligt in de vulling van het soldeer in het vulpoeder. Over het algemeen blijkt er een poreus netwerk te ontstaan. Onderzoek in deze richting is daarom niet verder uitgevoerd.

7. CONCLUSIES

Uit het spreidproefonderzoek blijkt dat:

- het solderen in het smelttraject (methode 1) tot goede resultaten kan leiden met de soldeersoorten BAg 58 Cu Pd 824-855, BAg 56 Cu Ni 779-893 en BCu 90 Ge 900-1000. De overige onderzochte soldeersoorten lijken niet geschikt voor het wide gap solderen;
- het solderen met een mengsel van soldeer en vulpoeder (methode 2) geeft geen goede resultaten.

Uit het sterkteonderzoek met een spleetbreedte van 0,5 mm en een Vacon 70 tussenring blijkt dat methode 1 goede resultaten op kan leveren. Met methode 2 zijn geen goede proefstukken te vervaardigen door de vorming van een poreuze soldeernaad.

De metalliseringswijze beïnvloedt de sterkte van de verbindingen. Een Mo Mn-laag levert tot nog toe sterkere verbindingen op dan een met behulp van TiH_2 aangebrachte soldeerlaag.

Met de Mo Mn-laag zijn de beste resultaten bereikt met de soldeersoorten BAg 58 Cu Pd 824-855 en BAg 56 Cu Ni 779-893. Het soldeer BCu 90 Ge 900-1000 levert de slechtste resultaten op. Voor de resultaten met de TiH_2 -methode geldt hetzelfde.

Bij het toepassen van een roestvaststalen tussenring in plaats van een Vacon 70 ring ontstaan spanningen in het proefstuk. Deze spanningen leiden bij het solderen met BAg 58 Cu Pd 824-855 volgens de titaanmethode tot breuk in het keramiek. Bij het toepassen van een Mo Mn-laag treedt soms scheurvorming in het

keramiek op. De proefstukken zonder scheurvorming blijken echter zwak met een gemiddelde sterkte van 3530 N. Bij het toepassen van een Vacon 70 ring bedraagt de gemiddelde sterkte 8440 N.

METAALINSTITUUT TNO

Afd. Las- en Materiaaltechnologie

Voor akkoord:

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'T. de Haan', written over a horizontal line.

T. de Haan

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'H.H. van der Sluis', written over a horizontal line.

H.H. van der Sluis

8. LITERATUUR

- 1] T. de Haan; H.H. van der Sluis
Soldeermaterialen onderzoek X
Wide gap solderen, vooronderzoek
TC-I-A-324-85

- 2] T. de Haan; H.H. van der Sluis
Soldeermaterialen onderzoek IX
Het metalliseren van diverse soorten keramiek
TC-I-A-325-85

9. TABELLEN EN FIGUREN

Tabel 1: De door de fabrikant verstrekte gegevens over Deranox 975.

Al ₂ O ₃ -gehalte	97,5%	(96%)
Dichtheid	3,79 g/cm ³	
Maximaal toelaatbare temperatuur	1700°C	
Uitzettingscoëfficiënt 20-600°C	7,66x10 ⁻⁶ mm/mm°C	
Treksterkte	365 MPa	

Tabel 2: De nominale samenstelling en de mechanische eigenschappen van Vacon 70 volgens Fimenschrift 1974, Einschmelzlegierungen Vacon van Vakuumschmelze GmbH Hanau (BRD).

Nominale analyse in gewichtprocenten			Uitzettingscoëfficiënt 20-800°C (mm/mm°C)	E (10 ³ MPa)	R _m (MPa)	R _{0,2} (MPa)	A (%)
Ni	Co	Fe					
28	23	rest	9x10 ⁻⁶	130	550	400	30

Tabel 3: De procesparameters voor het vernikkelen van de Vacon 70 onderdelen.

- 1) Reinigen in een zoutzuuroplossing (1:1) gedurende 10 seconden
- 2) Afspoelen in demiwater
- 3) Nikkelstrike 2 minuten anodisch, 6 minuten kathodisch bij een stroomsdichtheid van $2A/dm^2$
- 4) Afspoelen met demiwater
- 5) Vernikkelen (Watt's bad) gedurende 25 minuten bij een temperatuur van $56^{\circ}C$, een zuurgraad van 4,6 en een stroomdichtheid van $2A/dm^2$
- 6) Afspoelen met demiwater
- 7) Drogen met warme lucht
- 8) Laagdikte $10 \pm 2 \mu m$ op het plaatoppervlak

Tabel 4: De nominale samenstelling en de fysieke en mechanische eigenschappen van roestvaststaal AISI 316L.

Nominale analyse in gewichtprocenten

Ni	Cr	Mo	Mn	Si	C	P	S	Fe
10,00-14,00	16,00-18,00	2,00-3,00	≤2,0	≤1,0	≤0,03	≤0,045	≤0,030	rest

Uitzettingscoëfficiënt 0-500°C (in mm/mm°C)	E 10 ³ MPa	R _m MPa	R _{p0,2} MPa	A (%)
17,5x10 ⁻⁶	200	540	230	35

Tabel 5: De resultaten van de spreidproeven op vernikkeld Vacon 70 met de soldeersoorten in het smelttraject (methode 1). De soldeertijd bedraagt 15 minuten. Het soldeer is in draadvorm ϕ 1,0 mm. De helling van het spreidproefplaatje is 30°.

Proef- stuknr.	Soldeersoort	Soldeer- tempera- tuur (°C)	Resultaat	Opmerkingen
1	BAG72Cu780*	780	spreiding	Poeder
2	BAG72Cu780	770	geen spreiding	draad niet gesmolten
3	BAG72Cu780	775	geen spreiding	draad niet gesmolten ¹⁾
4	BAG72Cu780	780	spreiding	
5	BAG72Cu780	775	geen spreiding	draad niet gesmolten ¹⁾
6	BAG72CuNi779-795	775	geen spreiding	draad niet gesmolten
7	BAG72CuNi779-795	780	geringe spreid.	
8	BAG72CuNi779-795	785	sterkere spreid.	
9	BAG72CuNi779-795	795	sterke spreid.	
10	BAG72CuNi779-795	820	sterke spreid.	
11	BAG68CuPd807-810	775	geen spreiding	draad niet gesmolten
12	BAG68CuPd807-810	780	spreiding	
13	BAG68CuPd807-810	795	sterke spreid.	
14	BAG68CuPd807-810	800	sterke spreid.	
15	BAG68CuPd807-810	810	sterke spreid.	
16	BAG68CuPd807-810	835	sterke spreid.	
17	BAG58CuPd824-855	830	spreiding	draad gedeeltelijk gesmolten
18	BAG58CuPd824-855	840	spreiding	klein restant van de draad

¹⁾ Koppelcontrole

Tabel 5: vervolg

Proef- stuknr.	Soldeersoort	Soldeer- tempera- tuur (°C)	Resultaat	Opmerkingen
19	B _{Ag} 58CuPd824-855	850	sterke spreid.	draad geh. gesmolten
20	B _{Ag} 58CuPd824-855	855	sterke spreid.	draad geh. gesmolten
21	B _{Ag} 58CuPd824-855	880	sterke spreid.	draad geh. gesmolten
22	B _{Ag} 40CuMn740-840	840	geringe spreid.	draad ged. gesmolten
23	B _{Ag} 40CuMn740-840	845	geringe spreid.	draad ged. gesmolten
24	B _{Ag} 40CuMn740-840	850	geringe spreid.	draad ged. gesmolten
25	B _{Ag} 40CuMn740-840	860	geringe spreid.	draad ged. gesmolten
26	B _{Ag} 40CuMn740-840	900	geringe spreid.	draad ged. gesmolten
27	B _{Cu} 90Ge900-1000	995	geen spreiding	draad niet gesmolten
28	B _{Cu} 90Ge900-1000	1000	geen spreiding	draad geh. gesmolten
29	B _{Cu} 90Ge900-1000	1010	geringe spreid.	
30	B _{Cu} 90Ge900-1000	1015	geringe spreid.	
31	B _{Cu} 90Ge900-1000	1020	spreiding	draad ged. gesmolten
32	B _{Ag} 56CuNi771-893	875	spreiding	draad ged. gesmolten
33	B _{Ag} 56CuNi771-893	885	spreiding	draad ged. gesmolten
34	B _{Ag} 56CuNi771-893	890	spreiding	draad ged. gesmolten
35	B _{Ag} 56CuNi771-893	895	spreiding	draad geh. gesmolten

Tabel 6: De resultaten van de spreidproeven met een mengsel van soldeer- en vulpoeder, methode 2. De soldeertijd bedraagt 15 minuten. De hoeveelheid soldeerpoeder bedraagt driemaal de hoeveelheid vulpoeder. De helling van het spreidproefplaatje is 30°.

Proef- stuknr.	Soldeersoort	Vulpoeder (μm)	Soldeer- temp. ($^{\circ}\text{C}$)	Resultaat	Opmerkingen
36	B _{Ag} 72Cu780*	Cu 0-50	850	spreiding	poreus oppervlak
37	B _{Ag} 72Cu780*	Cu 0-50	850	spreiding	poreus oppervlak
38	B _{Ag} 72Cu780*	Cu 0-50	840	spreiding	poreus oppervlak
39	B _{Ag} 72Cu780*	Cu 0-50	830	spreiding	poreus oppervlak
40	B _{Ag} 72Cu780*	Cu 0-50	820	spreiding	poreus oppervlak
41	BCu87GeNi820-965	Cu 0-50	965	geen spreid.	ged. poreus oppervlak
42	BCu87GeNi820-965	Cu 0-50	975	geen spreid.	gesloten oppervlak
43	B _{Ag} 72Cu780*	Cu 0-50	830	spreiding	poreus oppervlak
44	BCu87GeNi820-965	-	965	geringe spreid.	poreus oppervlak
45	B _{Ag} 72Cu780	Cu 0-50	830	sterke spreid.	poreus oppervlak
46	BCu87GeNi820-965	Ni 0-50	975	geen spreid.	poreus oppervlak
47	BCu87GeNi820-965	Ni50-75	975	geen spreid.	poreus oppervlak
48	BCu87GeNi820-965	Ni75-100	975	geen spreid.	poreus oppervlak
49	BCu87GeNi820-965	Cu 0-50	975	geen spreid.	poreus oppervlak
50	BCu87GeNi820-965	Ni 0-50	1000	geen spreid.	poreus oppervlak
51	BCu87GeNi820-965	Ni50-75	1000	geen spreid.	poreus oppervlak
2	BCu87GeNi820-965	Ni75-100	1000	geen spreid.	poreus oppervlak
53	BCu87GeNi820-965	Ni 0-50	975	geen spreid.	poreus oppervlak
54	BCu87GeNi820-965	Ni50-75	975	geen spreid.	poreus oppervlak
55	BCu87GeNi820-965	Ni75-100	975	geen spreid.	poreus oppervlak
56	BCu87GeNi820-965	Cu 0-50	1000	geen spreid.	poreus oppervlak
57	BCu87GeNi820-965	Ni 0-50	1025	geen spreid.	poreus oppervlak
58	BCu87GeNi820-965	Ni50-75	1025	geen spreid.	poreus oppervlak
59	BCu87GeNi820-965	Ni75-100	1025	geen spreid.	poreus oppervlak
60	BCu87GeNi820-965	Cu 0-50	1025	spreiding	poreus oppervlak

Tabel 7: De resultaten van het sterkteonderzoek met BAg 58 Cu Pd 824-855; waarbij een spleetbreedte van 0,5 mm en tussenring Vacon 70 werden toegepast.

Proef- stuknr.	Type metal-TiH ₂ lise- ring	Gewicht (mg)	Metalli- serings- temp. (°C)	Soldeer- tempera- tuur (°C)	Scheef- stand (mm)	Lekdicht- heid Pa (mbar l/s)	Breuk- belasting (N)	Breukplaats	Opmerkingen
17	TiH ₂	4,4	910	850	0,48		nb ¹⁾		T _s te laag
18	TiH ₂	3,8	910	850	-	-	nb		blijven hangen
19	TiH ₂	4,8	910	850	0,32	-	nb		T _s te laag
83	TiH ₂	1,9	910	850	0,16	>10 ⁻³	2550	k ²⁾	-
84	TiH ₂	1,8	910	850	0,35	1x10 ⁻⁵	4150	k	1 soldeerfout
85	TiH ₂	2,3	910	850	0,49	<1x10 ⁻⁶	2650	k	-
10	TiH ₂	4,2	-	850	0,35	<1x10 ⁻⁶	2350	k	direct gesold.
23	TiH ₂	2,3	910	865	0,53	-	2000	k	-
24	TiH ₂	2,4	910	865	0,32	-	1850	k	-
25	TiH ₂	2,4	910	865	0,51	-	2450	K	-
32	TiH ₂	2,3	910	865	0,24	-	nb	-	slecht gevuld
33	TiH ₂	2,7	910	865	0,86	-	nb	-	slecht gevuld
34	TiH ₂	2,3	910	865	0,53	-	4750	k	randinkartel.
38	TiH ₂	3,2	910	875	0,69	>1x10 ⁻³	5400	k	kleine foutjes
39	TiH ₂	3,6	910	875	0,32	>1x10 ⁻³	5600	k	randfoutje
40	TiH ₂	3,6	910	875	0,06	>1x10 ⁻³	6400	k	randfoutje
55	MoMn	-	-	855	0,20	<1x10 ⁻⁶	5950	m/k	-
56	MoMn	-	-	855	0,22	<1x10 ⁻⁶	8450	m/k	-
57	MoMn	-	-	855	0,48	<1x10 ⁻⁶	8550	m/k	2 foutjes
35	MoMn	-	-	865	0,36	<1x10 ⁻⁶	7600	m	kleine foutjes
36	MoMn	-	-	865	0,07	<1x10 ⁻⁶	9500	m	klein foutje
37	MoMn	-	-	865	0,22	<1x10 ⁻⁶	9900	m	-
41	MoMn	-	-	875	0,02	<1x10 ⁻⁶	7800	k/m	
42	MoMn	-	-	875	0,34	>1x10 ⁻³	7700	m	enkele foutjes
43	MoMn	-	-	875	0,63	<1x10 ⁻⁶	10550	k/m	enkele foutjes

1) nb = niet beproefd

2) k = keramiek

m = metallisering

Tabel 8: De resultaten van het sterkteonderzoek met BAg 56 Cu Ni 771-893; waarbij een spleetbreedte van 0,5 mm en tussenring Vacon 70 werden toegepast.

Proef- stuknr.	Type metal- lise- ring	Gewicht -TiH ₂ (mg)	Metalli- serings- temp. (°C)	Soldeer- tempera- tuur (°C)	Scheef- stand (mm)	Lekdicht- heid Pa (mbar l/s)	Breuk- belasting (N)	Breukplaats	Opmerkingen
14	TiH ₂	5,8	960	900	0,52	>1x10 ⁻³	nb ¹⁾		slecht gevuld
15	TiH ₂	5,2	960	900	0,47	-	3350	k/m ²⁾	
16	TiH ₂	5,3	960	900	0,42	-	3150	k	matig gevuld
44	TiH ₂	2,7	960	925	0,32	>1x10 ⁻³	3150 ³⁾		randinkartel.
45	TiH ₂	3,2	960	925	0,69	<1x10 ⁻⁶	4100 ³⁾	k	
46	TiH ₂	3,5	960	925	0,22	<1x10 ⁻⁶	3450 ³⁾	k	
26	TiH ₂	1,9	960	925	0,26	<1x10 ⁻⁶	6450	k	
27	TiH ₂	1,8	960	925	0,26	>1x10 ⁻³	4150	k/m	soldeerfout 5%
28	TiH ₂	1,6	960	925	0,28	-	6050	k	
29	TiH ₂	2,4	960	950	0,39	-	nb	-	Slecht gevuld
30	TiH ₂	2,3	960	950	0,21	<1x10 ⁻⁶	6100	k/m	soldeerfout 5%
31	TiH ₂	2,1	960	950	0,54	-	nb	-	slecht gevuld
58	MoMn	-	-	900	0,20	<1x10 ⁻⁶	10300	m/k	1xsoldeerfout
59	MoMn	-	-	900	0,31	<1x10 ⁻⁶	11350	m/k	2xsoldeerfout
60	MoMn	-	-	900	0,15	<1x10 ⁻⁶	7350	m/k	2xsoldeerfout
47	MoMn	-	-	925	0,23	<1x10 ⁻⁶	4200 ³⁾	m/k	enkele foutjes
48	MoMn	-	-	925	0,32	<1x10 ⁻⁶	6200 ³⁾	m/k	enkele foutjes
49	MoMn	-	-	925	0,07	<1x10 ⁻⁶	4750 ³⁾	m/k	enkele foutjes
52	MoMn	-	-	950	0,02	<1x10 ⁻⁶	7400	m/k	inkart.foutjes
53	MoMn	-	-	950	-	-	-	-	centreerpen vast
54	MoMn	-	-	950	0,07	<1x10 ⁻⁶	8250	m/k	enkele foutjes

1) nb = niet beproefd

2) m = metallisering; k = keramiek

3) foliesoldeer

Tabel 9: De resultaten van het sterkteonderzoek met BCu 90 Ge 900-1000; waarbij een spleetbreedte van 0,5 mm en tussenring Vacon 70 werden toegepast.

Proef- stuknr.	Type metal-TiH ₂ lise- ring	Gewicht (mg)	Metalli- serings- temp. (°C)	Soldeer- tempera- tuur (°C)	Scheef- stand (mm)	Lekdicht- heid (Pa l/s)	Breuk- belasting (N)	Breukplaats	Opmerkingen
11	TiH ₂	0,7	-	1020	-	-	nb ¹⁾	-	blijven hangen
12	TiH ₂	0,6	-	1020	0,56	?	3200	k ²⁾	direct gesoldeerd
20	TiH ₂	5,1	1060	1020	0,32	<1x10 ⁻⁶	2300	k	matig gevuld
21	TiH ₂	4,5	1060	1020	0,34	<1x10 ⁻⁶	2250	k	
22	TiH ₂	4,5	1060	1020	0,56	<1x10 ⁻⁶	nb	-	slecht gevuld
61	TiH ₂	3,3	1060	1030	0,31	<1x10 ⁻⁶	700	k	een randfout
62	TiH ₂	3	1060	1030	0,66	<1x10 ⁻⁶	1700	k	2mm naast naad
63	TiH ₂	2,7	1060	1030	0,56	<1x10 ⁻⁶	2400	k	
67	TiH ₂	3,2	1060	1040	0,31	>1x10 ⁻³	1200	k/m	
68	TiH ₂	2,4	1060	1040	0,21	>1x10 ⁻³	3200	k	
69	TiH ₂	2,5	1060	1040	0,56	<1x10 ⁻⁶	2300	k	inkarteling
67A	TiH ₂	3,2	1060	1040	0,40	<1x10 ⁻⁶	1900	k	
68A	TiH ₂	2,6	1060	1040	0,15	<1x10 ⁻⁶	1650	k	beide zijden
73	MoMn	-	-	1020	0,15	<1x10 ⁻⁶	6500	m/k	
74	MoMn	-	-	1020	0,32	<1x10 ⁻⁶	3900	m/k	
75	MoMn	-	-	1020	0,22	<1x10 ⁻⁶	5800	m/k	
64	MoMn	-	-	1030	0,12	>1x10 ⁻⁴	3800	k	inkarteling
65	MoMn	-	-	1030	0,22	<1x10 ⁻⁶	5900	m/k	
66	MoMn	-	-	1030	0,03	>1x10 ⁻⁴	4500	k/m	inkarteling
70	MoMn	-	-	1040	0,17	<1x10 ⁻⁶	6400	m/k	
71	MoMn	-	-	1040	0,27	<1x10 ⁻⁶	6600	m/k	
72	MoMn	-	-	1040	0,05	>1x10 ⁻³	6100	m/k	

1) nb = niet beproefd

2) m = metallisering; k = keramiek

Tabel 10: De resultaten van het sterkteonderzoek met een tussenring van roestvaststaal AISI 316L; een spleetbreedte 0,5 mm en soldeer BAg 58 Cu Pd 824-855 werden toegepast.

Proef- stuknr.	Type metal-TiH ₂ lise- ring	Gewicht (mg)	Metalli- serings- temp. (°C)	Soldeer- tempera- tuur (°C)	Scheef- stand (mm)	Lekdicht- heid (Pa l/s)	Breuk- belasting (N)	Breukplaats	Opmerkingen
89	TiH ₂	2,0	910	875	-	-	- ¹⁾	k ²⁾	beide zijden
90	TiH ₂	2,4	910	875	-	-	-	k	beide zijden
1	TiH ₂	2,6	910	875	-	-	-	k	één zijde
92	MoMn	-	-	875	0,13	<1x10 ⁻⁸	2600	k	één zijde
93	MoMn	-	-	875	0,25	<1x10 ⁻⁸	-	k	gescheurd
94	MoMn	-	-	875	0,14	<1x10 ⁻⁸	-	k	gescheurd
95	TiH ₂	1,9	910	875	-	-	- ³⁾	k	beide zijden
96	TiH ₂	2,0	910	875	-	-	- ³⁾	k	één zijde
97	TiH ₂	1,8	910	875	-	-	- ³⁾	k	één zijde
98	MoMn	-	-	875	0,18	<1x10 ⁻⁸	4100 ³⁾	k	-
99	MoMn	-	-	875	0,24	<1x10 ⁻⁸	3900 ³⁾	k	-
100	MoMn	-	-	875	0,12	<1x10 ⁻⁸	- ³⁾	k	gescheurd

1) - = bij kamertemperatuur gescheurd in het keramiek

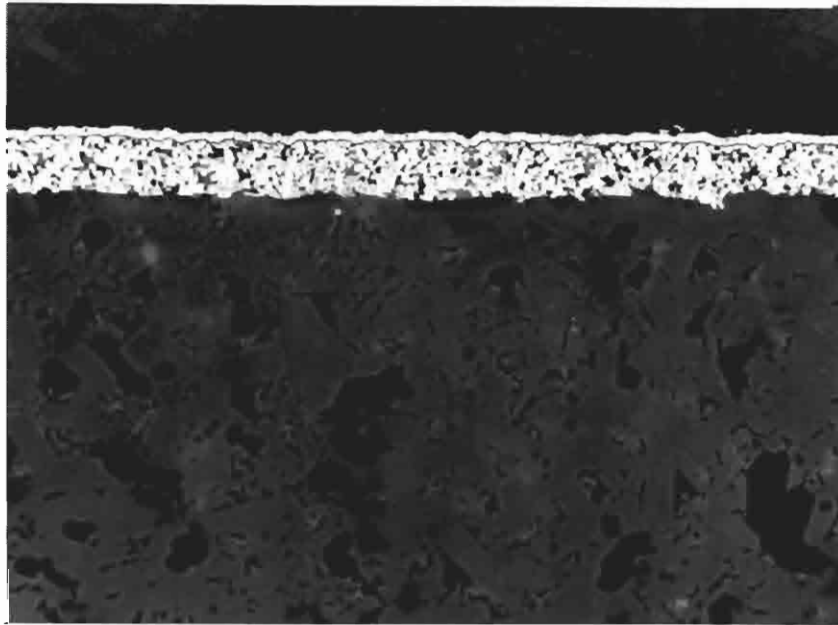
2) m = metallisering; k = keramiek

3) geheel in vacuüm afgekoeld

Tabel 11: Samenvatting van de verkregen sterkteresultaten met diverse soldeersoorten; waarbij een Vacon 70 tussenring en een spleetbreedte van 0,5 mm werden toegepast.

Soldeersoort	Metal- lise- ring	Soldeer- temp. (°C)	Breukbelastingen (N)	Gemiddelde breukbelasting (N)
B _{Ag} 58CuPd824-855	TiH ₂	850	2350/2250/4150/2650	2930
B _{Ag} 58CuPd824-855	TiH ₂	865	1850/2450/4700/2000	2760
B _{Ag} 58CuPd824-855	TiH ₂	875	5400/5600/6400	5800
B _{Ag} 58CuPd824-855	MoMn	855	5950/8450/8550	7650
B _{Ag} 58CuPd824-855	MoMn	865	7600/9500/9900	9000
B _{Ag} 58CuPd824-855	MoMn	875	7800/7700/10550	8680
B _{Ag} 56CuNi771-893	TiH ₂	900	3350/3150	3250
B _{Ag} 56CuNi771-893	TiH ₂	925	6450/4150/6050	5550
B _{Ag} 56CuNi771-893	TiH ₂	950	6100	6100
B _{Ag} 56CuNi771-893	MoMn	900	10300/11350/7350	9670
B _{Ag} 56CuNi771-893	MoMn	925	4200 ¹⁾ /6200 ¹⁾ /4750 ¹⁾	5050
B _{Ag} 56CuNi771-893	MoMn	950	7400/8250	7830
BCu90Ge900-1000	TiH ₂	1020	2300/2250	2275
BCu90Ge900-1000	TiH ₂	1030	700/1700/2400	1600
BCu90Ge900-1000	TiH ₂	1040	1200/3200/2300/1900/1650	2050
BCu90Ge900-1000	MoMn	1020	6500/3900/5800	5400
BCu90Ge900-1000	MoMn	1030	3800/5900/4500	4730
BCu90Ge900-1000	MoMn	1040	6400/6600/6100	6370
B _{Ag} 56CuNi771-893	TiH ₂	925	3150 ¹⁾ /4100 ¹⁾ /3450 ¹⁾	3570

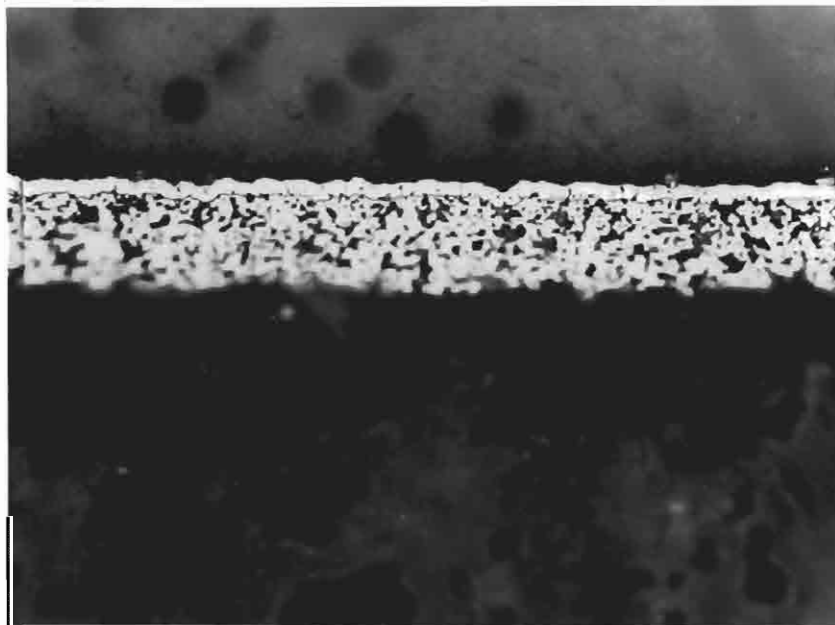
1) Soldeerfolie



V=300x

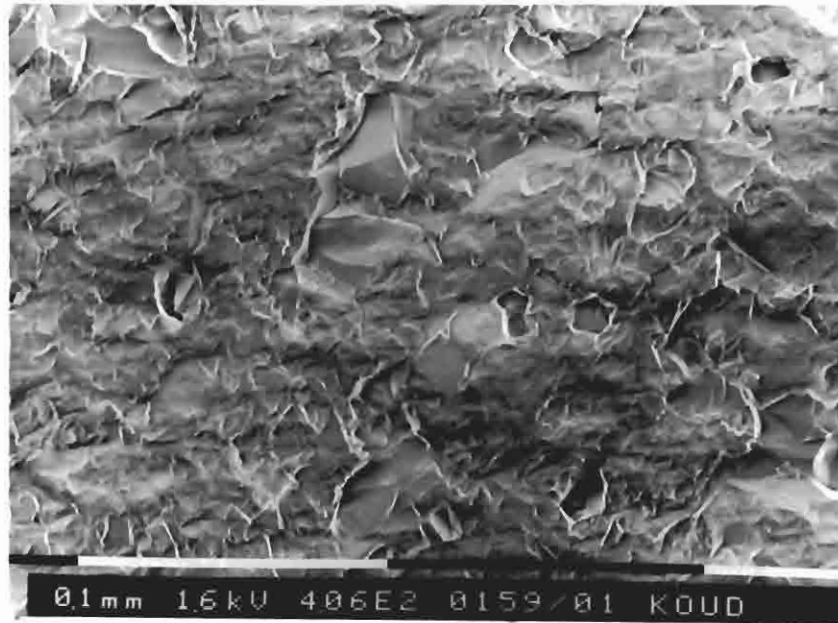
M2004

Figuur 1: Doorsnede van de door de leverancier aangebrachte metalliseringslaag. De molybdeen-mangaanlaag en de nikkellaag zijn beide niet poreus.



M2003

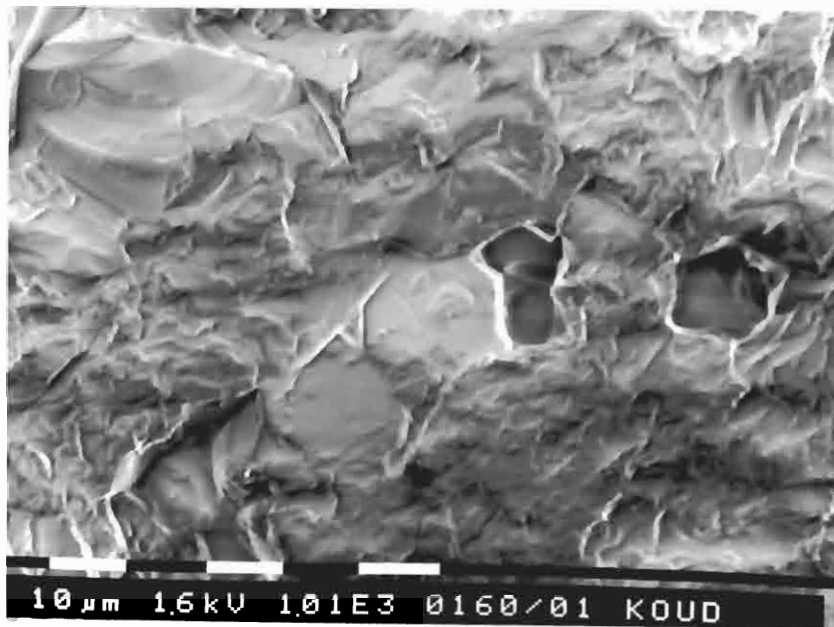
Figuur 2: Detail van figuur 1. De nikkellaag is over het gehele vlak van gelijke dikte: circa 4 μm .



V=400x

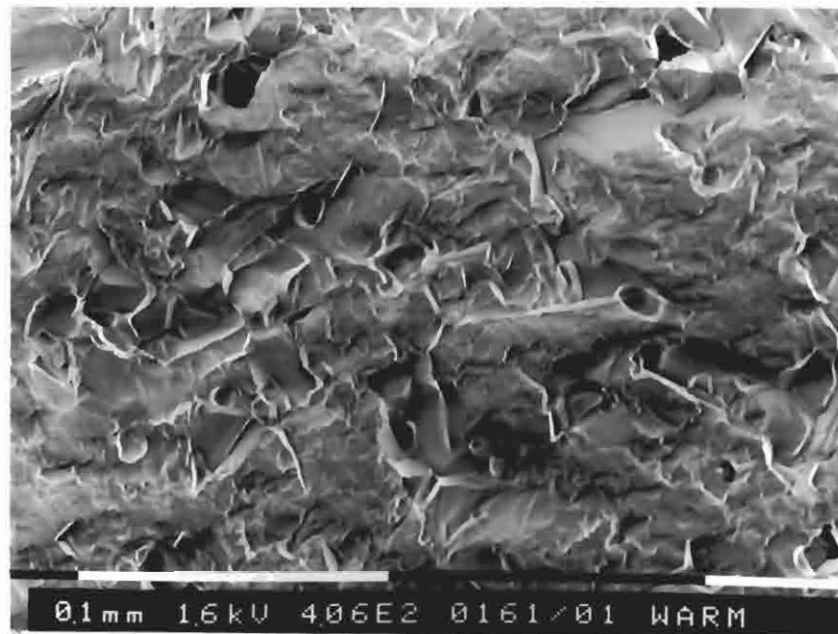
0159/01

Figuur 3: REM-opname van het keramiek ter plaatse van het te solderen oppervlak.



0160/01

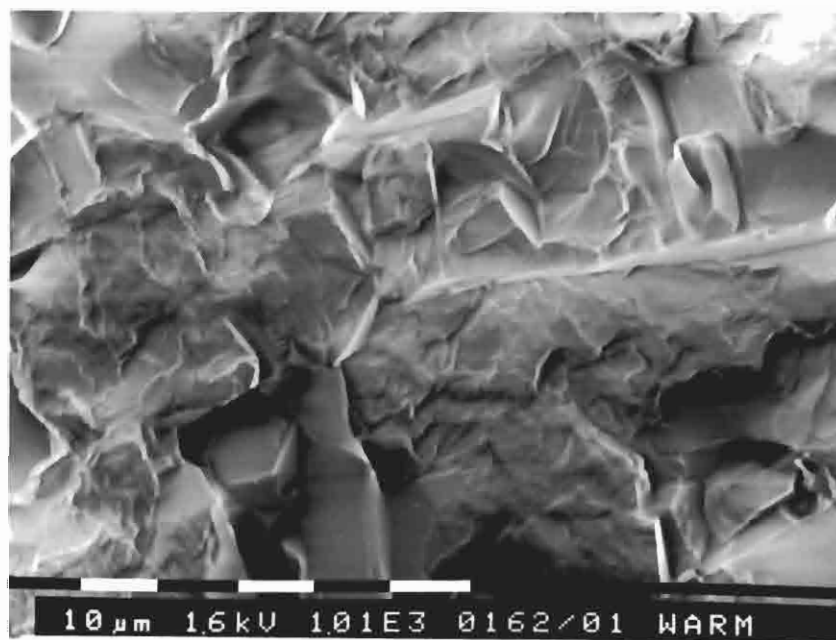
Figuur 4: Detailvergroting van figuur 3.



V=400x

0161/01

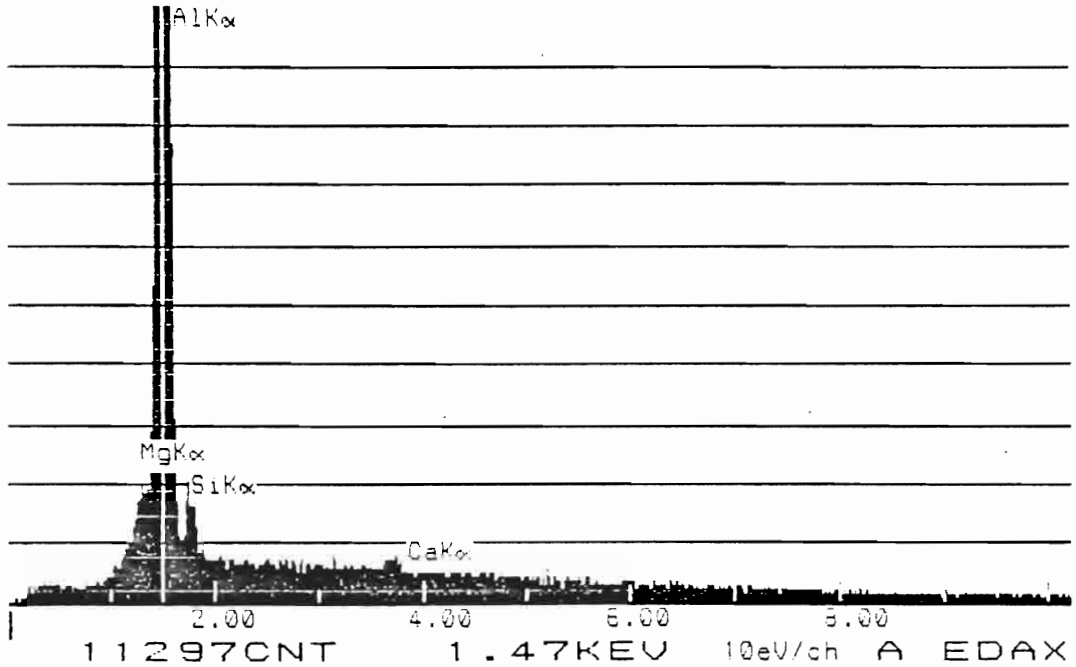
Figuur 5: REM-opname van het keramiek na gloeien in lucht op 1300°C gedurende 1 uur. Structuurveranderingen ten gevolge van het gloeien zijn niet waarneembaar.



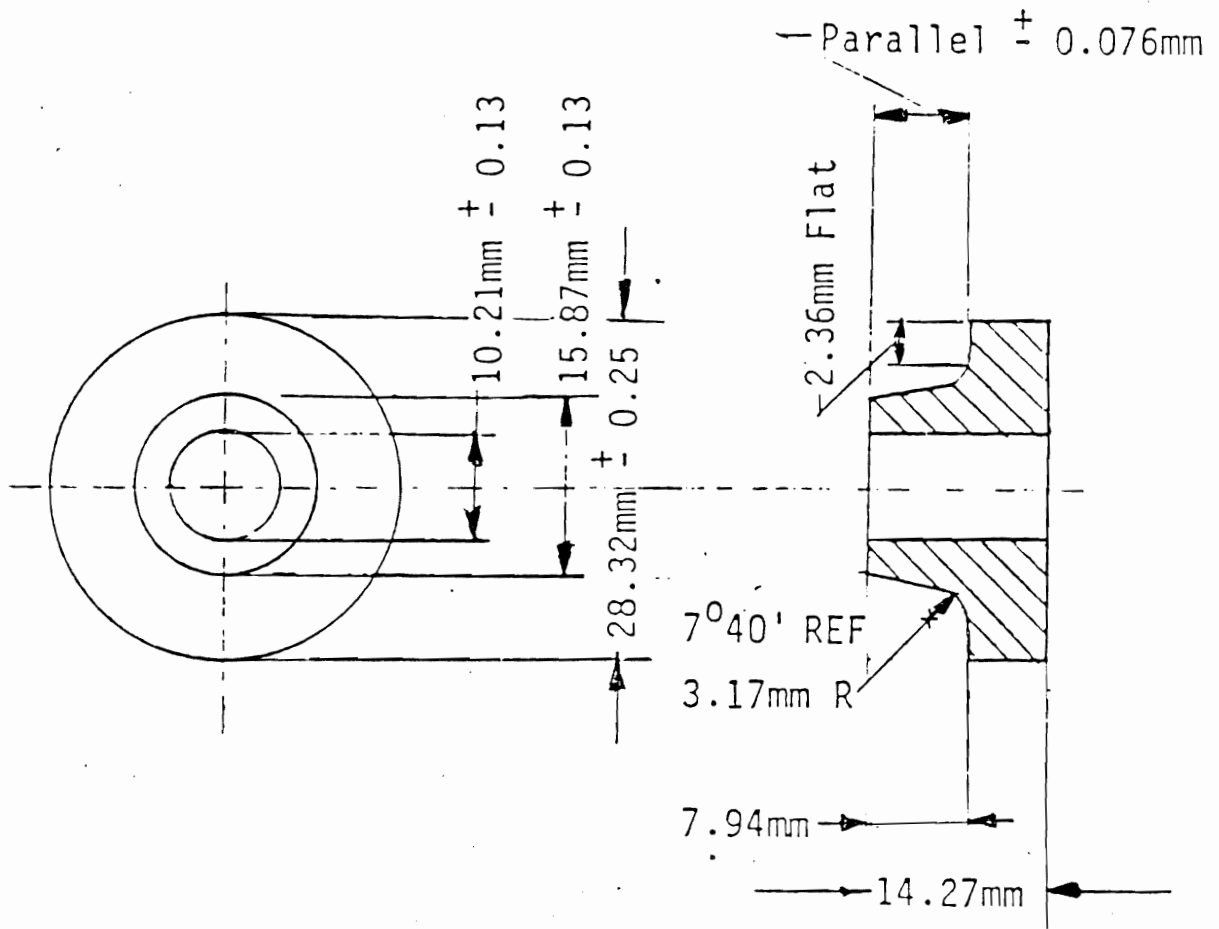
0162/01

Figuur 6: Detailvergroting van figuur 5.

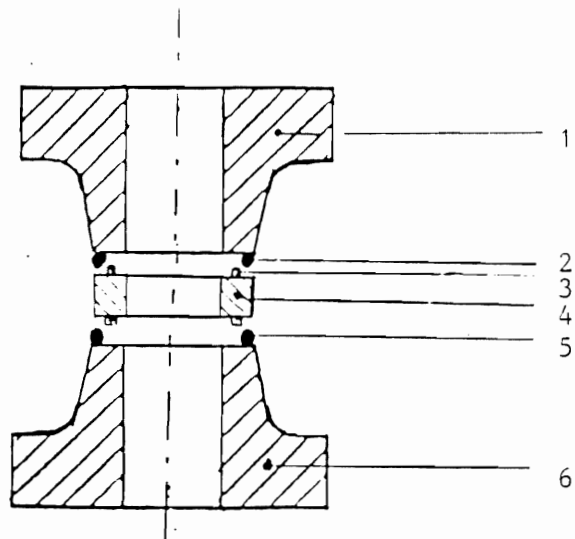
02-APR-87 11:07:50 EDAX READY
RATE= 1736CPS TIME= 100LSEC
FS= 1500CNT PRST= 100LSEC
A =SCHOON KERAM. OPPERVLAK



Figuur 7: EDAX-analyse van het te solderen keramiekoppervlak van Deranox 975. Naast Al wordt Mg, Si en Ca aangetoond.



Figuur 8: Proefstukhelft volgens ASTM F19-61 CLM-15.



Figuur 9: De opbouw van het toegepaste proefstuk, doorsnede

1. Keramiekdeel volgens figuur 8, voorzien van een metalliseringslaag op de kleinste kops kant
2. Eerste soldeerdraad (bij enkele proeven folie of poeder)
3. Vacon 70 afstandhouders
4. Metalen tussenring voorzien van een nikkellaag
5. Tweede soldeerdraad (bij enkele proeven folie of poeder)
6. Keramiekdeel volgens figuur 8, voorzien van een metalliseringslaag op de kleinste kops kant.



870191

Figuur 10: De fixatiemal, v.l.n.r. het aandrukgewicht, de buitenhuls, de proefstukonderdelen, de keramische centreerpen met bodemplaat, een gesoldeerd proefstuk en de gemonteerde mal met proefstuk. De fixatiemal is vervaardigd van roestvaststaal AISI 316.