

R1074

Embargo tot  
1 januari 1992

TC-I-A-469-91

## Onderzoekprojecten

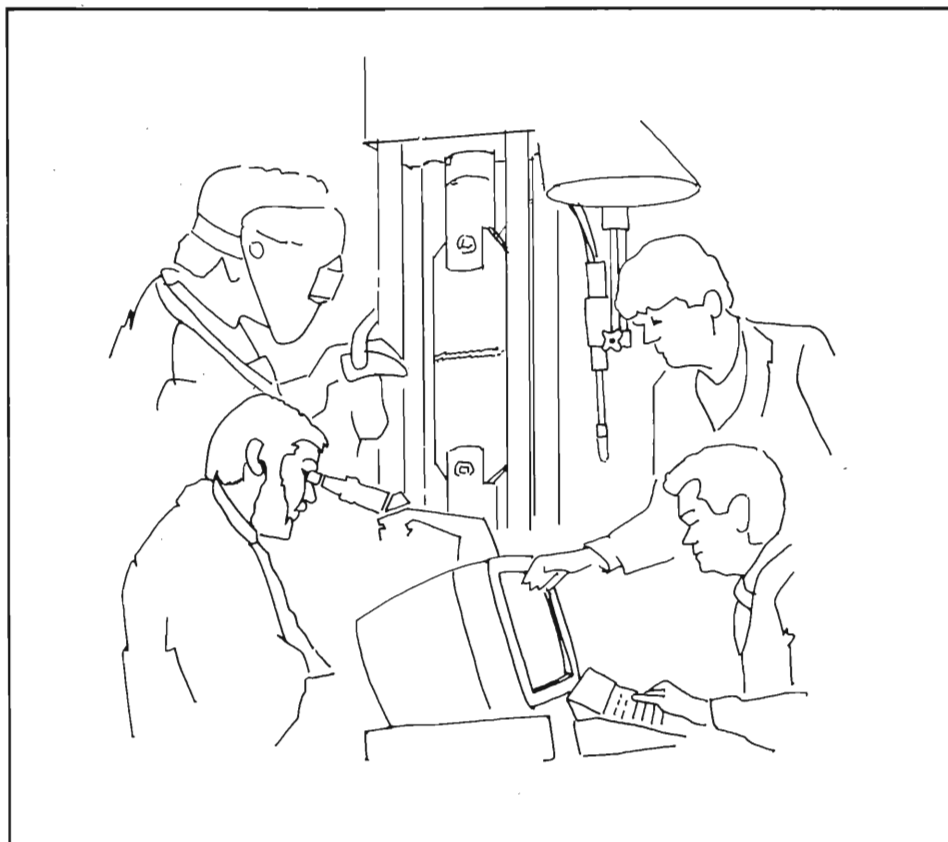
NIL PROJECT

HOOGTEMPERATUURSOLDEREN  
(3e fase)

EINDRAPPORT

Auteur: ir. H.H. van der Sluis - IPL-TNO

juni 1991



Nederlands  
Instituut voor  
Lastechniek



Embargo tot  
1 januari 1992

TC-I-A-469-91

**NIL PROJECT**

**HOOGTEMPERATUURSOLDEREN**  
**(3e fase)**

**EINDRAPPORT**

Auteur: ir. H.H. van der Sluis - IPL-TNO

juni 1991



In dit rapport worden de resultaten van het door de NIL Subcommissie van de TC-I-A "Hoogtemperatuursolderen" uitgevoerde onderzoek- en kennisoverdrachtproject samengevat en geëvalueerd. De activiteiten zijn uitgevoerd in het kader van het Expertimenteel Onderzoekprogramma Hoogtemperatuursolderen (3e fase) 1988-1990 (effectief vanaf 1e kwartaal 1988 t/m 4e kwartaal 1990), dat gefinancierd wordt door het NIL, TNO en de TC-I-A-leden. De in de loop van het onderzoek getrokken conclusies en opgestelde aanbevelingen hebben geleid tot het opzetten van het vervolgp programma "Hoogtemperatuursolderen (4e fase) Nieuwe en verbeterde verbindingstechnieken voor geavanceerde materialen en toepassingen" dat in de periode 1991-1993 wordt uitgevoerd. De navolgende bedrijven/instituten hebben zitting in de TC-I-A en hebben als zodanig bijgedragen in het programma:

AGA Gas BV	- A.J. Wiltenburg
AKZO Zoutchemie Ned. BV	- W.A. ter Schegget
ABB	- J.H.F.G. Lipperts
B.V. Delft	- M.P. van Straatum
Elephant Ceramics BV	- J.M. van der Zel
Energie Onderzoek Centrum Nederland	- M.W. Brieko, M. Goris, H.P. Leeflang
Europese Gemeenschap GCO	- D. Pithan
FOM Instituut Amolf	- A.F. Neuteboom, J.A. van Wel, M.W. Brouwer
Drukker Int.	- G.J. Witteveen, F. Berkhout
H. Drijfhout & Zn.	- W.B. Vervenne, G.W. Turk
Hardingscentrum LHP Hauzer BV	- Chr. van Stiphout
Holec BV	- J. Kamans, H. Schellekens
Inst. v. Plasma Fysica FOM Rijnhuizen	- W.J.J. Wolfis, A.M. van Ingen, W. Kersbergen
Ipsen Ind. Int. GmbH	- J.W. Bouwman, J.H. Valentijn
Kon. Shell Lab.	- W. Schouten, M. de Wit
Instituut voor Produktie en Logistiek TNO (IPL)	- H.H. van der Sluis, - K.M. Broek
NLR	- G.A. Kool
Philips Machinefabriek	- P. Hanenburg
Philips Nat. Lab.	- S. van Heusden

Thomassen International BV  
Universiteit Eindhoven/TNO-CTK

- R.J. Zaalberg  
- P.P.J. Ramaekers,  
F.J.J. van Loo,  
G.H.M. Gubbels

Vacuüm Soldeer Centrum vof

- R. Peereboom,  
P.Th.H. Steege,  
R. Bruggeman

Vliegbasis Woensdrecht/DMVS-Klu

- W. van Soelen,  
A.M.J.H.M. Goossens

Velterop BV

- F. Velterop

Het Ministerie van Economische Zaken heeft in belangrijke mate bijgedragen in de financiering van het programma.

	INHOUD	Pagina
1	INLEIDING	5
2	DOELSTELLING	8
3	ONDERZOEKRESULTATEN	9
3.1	Hoogtemperatuursolderen van technische keramiek	9
3.2	Hoogtemperatuursolderen van superlegeringen en roestvast staal	14
3.3	Hoogtemperatuursolderen van titaan en titaanlegeringen	17
3.4	Opstellen van richtlijnen, procedures, normen	22
3.4.1	Bestelspecificaties voor hoogtemperatuur- soldeermateriaal	22
3.4.2	Ovenspecificatie van een weerstandverhitte vacuümoven	22
3.4.3	Ovenkwalificatie van een weerstandverhitte vacuümoven	22
3.4.4	Kwaliteitsborgingssysteem	22
3.4.5	Mechanische beproeving van hoogtemperatuur- soldeerverbindingen	23
3.4.6	Niet-destructief onderzoek van soldeer- verbindingen	23
3.4.7	Afnameprocedure voor hoogtemperatuur- soldeerverbindingen (t.b.v. keuringsinstanties)	24
4	EVALUATIE	26
5	REFERENTIELIJST	28

BIJLAGEN





1 INLEIDING

Het hoogtemperatuursolderen van hoogwaardige materialen (technische keramiek, superlegeringen, roestvaststaal, titaan/titaanlegeringen) of beter gezegd van constructies die uit deze materialen vervaardigd zijn, speelt een rol van steeds groter belang voor de Nederlandse industrie.

In het uitgevoerde 3-jarenprogramma werden onderzoeken uitgevoerd m.b.t. het hoogtemperatuursolderen van deze materialen, bijvoorbeeld technische keramiek, terwijl ook de voorbereiding/voorbehandeling van superlegeringen, roestvaststaal en titaan/titaanlegeringen nader onderzocht werd ten einde deze materialen optimaal te kunnen verbinden. Voorts werden in dit programma de aanzetten op normeringsgebied verder uitgewerkt, zodat het kwaliteitsaspect in de vorm van richtlijnen, procedures en normen nader is ingevuld. Dit laatste is een noodzakelijke voorwaarde wil deze hoogwaardige verbindingstechniek ook een volwaardige worden.

Het project is (grotendeels) een voortzetting van het programma, uitgevoerd in de periode medio 1984 - medio 1987. In het 1988-1990 programma is experimenteel onderzoek uitgevoerd op de hieronder beschreven onderwerpen.

Nagegaan werd welke mogelijkheden tot metallisering van niet-oxydisch keramiek zijn aan te wenden, hetgeen van belang is voor de soldeermogelijkheden van deze technische keramieksoorten. De technische keramieksoorten in het uitgevoerde onderzoek zijn op nitride en nitride/oxydebasis (respectievelijk Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> en Sialon) in diverse fabricagevormen. Het kunnen beschikken over keramiek-metaalverbindingen toegepast in bijvoorbeeld energieopwekkings-/overdrachtsystemen voor de luchtvaart- en automobielinindustrie wordt van groot technisch en economisch belang geacht. Ditzelfde geldt voor toepassingen in de electrotechnische industrie én voor de vervaardiging van slijtbestendige gereedschappen.

Het HT-solderen van superlegeringen, roestvaststaal en dergelijke; bedoeld wordt de groep van hoogsterke, hitte- en oxydatiebestendige materialen op nikkel- of ijzerbasis die gezien hun samenstelling (o.a. met elementen die moeilijk te reduceren oxyden vormen) zich moeilijk laten bevochtigen, zodat ook spleetvulling en hechting bemoeilijkt worden.

Diverse parameters zijn van belang zoals:

- vacuümqualiteit (druk en inlek);
- voorbereiding/voorbehandeling van de materialen.

Uit eerder uitgevoerd onderzoek komt naar voren dat onder zeer beheerste omstandigheden (ovens vooraf schoonstoken, gecontroleerd opwarmen, geen andere materialen in dezelfde ovenlading etc.) en bij een goed vacuümdruk en lage inleksnelheid toch sprake was van niet-bevochtigde materiaaloppervlakken (dus geen verbinding als resultaat).

Zelfs onder extreme condities wordt niet altijd een optimaal resultaat behaald. Een belangrijke verbetering hierin kan zijn een adequate, goed te beheersen reinigingsmethode voor de te solderen oppervlakken. Dat is in dit project nader onderzocht. Diverse methoden werden daarbij op hun bruikbaarheid/toepasbaarheid geëvalueerd. Het kunnen beschikken over een betrouwbare, reproduceerbare reinigingsmethode teneinde van de soldeerbaarheid van deze materialen verzekerd te zijn, was dan ook een belangrijk punt van onderzoek. Voor de toepassing van het hoogtemperatuur-solderen in bijvoorbeeld gasturbine- en compressorenonderdelen is kennis van de reinigingsmethodieken onontbeerlijk.

HT-solderen van titaan en titaanlegeringen. Dit onderwerp is als nieuw onderwerp in het project opgenomen. Kennis van de soldeerbaarheid van titaan en titaanlegeringen en van de eigenschappen van deze verbindingen (sterkte, corrosie) is voor de toepassing ervan in de (petro)chemische industrie, de medische industrie en voor de bouwers en reparateurs van vliegtuigmotoren een noodzaak, terwijl het ook voor de elektrotechnische industrie van belang is gebruik te maken van keramiek-titaanverbindingen (vanwege het gunstiger uitzettingsgedrag).

Richtlijnen, procedures, normen bedoeld voor het HT-solderen.

Om het kwaliteitsniveau van het HT-solderen te kunnen handhaven c.q. te verhogen, zijn niet alleen fundamenteel en fenomenologisch onderzoek noodzakelijk maar dient ook een aantal maatregelen ten aanzien van de kwalificatie van de soldeerprocedure, controle-mogelijkheid op de naleving ervan en keuring van gesoldeerde verbindingen getroffen te kunnen worden. In dat kader is in 1984 een basisplan opgezet om te komen tot een kwaliteitsborgingssysteem. In dit kwaliteitssysteem dat algemeen van karakter zal zijn, worden

procedures en voorschriften (richtlijnen) opgesteld ten behoeve van HT-solderen.

Om het aspect "kwalificatie" inhoud te kunnen geven is in dit programma verder gewerkt aan de soldeerbestelspecificatie, ovenspecificatie en ovenkwalificatie. Bij het aspect "keuring" wordt gedacht aan niet-destructief en destructief onderzoek. Ten aanzien van het laatste is in een eerder uitgevoerd programma een zogenaamde soldeeratlas met mechanische waarden opgezet bedoeld om te kunnen beschikken over referentiewaarden, terwijl een dergelijk rapport thans is opgesteld voor niet-destructief onderzoek aan soldeerverbindingen.

Voor het destructief onderzoek van HT-soldeerverbindingen is verder voor afschuif- en kerfslagproeven de geëigende beproevingsmethode geëvalueerd.

Teneinde afnameprocedures voor soldeerverbindingen bij keuringsinstanties geaccepteerd te krijgen zal ook verder overleg volgen (bijvoorbeeld met Dienst voor het Stoomwezen).

Ter verbreiding van de kennis over het HT-solderen werden de volgende activiteiten gepleegd in het voorlichtingsprogramma:

- het organiseren van een voorlichtingsdag voor het bedrijfsleven (bijlage 1);
- het uitvoeren van een inventarisatiestudie (bijlage 2).

Aan beide onderwerpen is een duidelijke behoefte, zoals gebleken is. De inventarisatiestudie houdt onder meer de volgende onderwerpen in: inleiding HT-solderen, beschermde atmosfeer/vacuüm, soldeermethoden, soldeersoorten, basismaterialen, soldeerconstructies, spleetafmetingen, oppervlaktevoorbehandelingen, kwaliteitsbeheersing (waaronder beproevingsmethoden) en literatuurreferenties.

Op de voorlichtingsdag kwamen onderwerpen aan de orde van het afgelopen 3-jaren programma, terwijl ook aandacht werd besteed aan onderwerpen die in het nieuwe projectvoorstel worden vermeld.

In het volgende wordt het een en ander in samengevatte vorm toegelicht.



2 DOELSTELLING

Het uitgevoerde onderzoek- en kennisoverdrachtprogramma kende drie doelstellingen:

- 1) kennis en ervaring verkrijgen c.q. uitbreiden van het HT-solderen van materialen zoals:
  - \* technische keramiek
  - \* superlegeringen/roestvaststaaltypen
  - \* titaan/titaanlegeringen
- 2) opzetten en uitwerken van richtlijnen, procedures en normen;
- 3) een inventarisatiestudie uitvoeren en een voorlichtingsdag organiseren.



### 3 ONDERZOEKRESULTATEN

In het kader van de eindrapportage worden slechts de belangrijkste resultaten van de verschillende deelonderwerpen zoals aangegeven in de Inleiding besproken. Voor meer gedetailleerde informatie wordt verwezen naar de diverse rapporten zoals aangegeven in de Referentielijst.

#### 3.1 HT-solderen van technische keramiek (rapportnrs. TC-I-A-399-89, TC-I-A-416-89, TC-I-A-437-90, TC-I-A-466-91)

Voor de drie in het onderzoek toegepaste keramieksoorten  $Al_2O_3$ ,  $Si_3N_4$  en Sialon werd een literatuuronderzoek uitgevoerd. Het onderzoek was gericht op de invloeden van voorbereiden (reinigen, uitstoken), metalliseren (aanbrengen, instoken) en solderen (direct, actief of via metallisering) op de eigenschappen van de verbinding. Deze eigenschappen zijn met name: bevochtiging en sterkte.

Enige conclusies van het literatuuronderzoek luiden:  
Vorbewerking, uitstoken en reinigen beïnvloeden de uiteindelijke sterkte van de verbinding

Het solderen van aluminiumoxyde, siliciumnitride en sialon kan zowel met behulp van metalliseringslagen als door middel van actief soldeer worden uitgevoerd.

Bij het toepassen van metalliseringslagen is het van belang om:

- minimaal 50  $\mu m$  laagdikte aan te brengen (laagdikte afmeting in gedroogde vorm vóór het instoken);
- de laag gelijkmatig aan te brengen; indien dit niet mogelijk is dan kan de laagdikte groter genomen worden om ook op dunne plekken boven de uiteindelijke 30  $\mu m$  laagdikte te blijven;
- bij siliciumnitride en sialon de reactietemperatuur laag houden om de vorming van intermetallische fasen in de vorm van siliciden te beperken en de uitdamping/ontleding van deze keramiektypen zo gering mogelijk te houden.

Bij het toepassen van actieve soldeersoorten is het van belang om:

- het gehalte aan actieve elementen zo laag mogelijk te houden om de vorming van intermetallische fasen te beperken;
- de voorbereiding aan te passen aan het keramiektype en de samenstelling ervan; een vooronderzoek kan noodzakelijk zijn;
- de actieve soldeersoorten te kiezen op basis van titaan in plaats van zirkoon vanwege de grotere reactiviteit van titaan ten opzichte van zirkoon;
- een zo laag mogelijke soldeertemperatuur te kiezen om de vorming van intermetallische fasen zoveel mogelijk te beperken.

Voor het vervaardigen van gesoldeerde verbindingen is de actieve soldeermethode eenvoudiger uit te voeren dan het werken met metalliseringslagen. Om betrouwbare resultaten te verkrijgen, gaat echter de voorkeur uit naar metalliseringslagen waarbij de uiteindelijke laagdikte voldoende groot (ca. 10-30  $\mu\text{m}$  afhankelijk van de pasta) gekozen moet worden.

Iedere stap t.b.v. het vervaardigen van een gesoldeerde keramiek- of metaal-keramiekverbinding heeft invloed op de uiteindelijke sterkte van de verbinding.

Over poreus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  is geen informatie aangetroffen in de literatuur.

Het experimentele onderzoek is gericht op:

- de gevolgen van de uitstookcyclus op de samenstelling en de ruwheid van het oppervlak van het keramiek;
- de invloed van de wijze van aanbrengen van de metalliseringslaag op de dikte én de gelijkmatigheid van de na instoken verkregen laag;
- het toepassen van actief soldeer als aanbrengwijze.

Het actief soldeer, met als actief element titaan, is zowel in folie- als in pastavorm toegepast. Tevens werd soldeer met  $\text{TiH}_2$  in poedervorm toegepast. Deze wijze van solderen bestaat, ten opzichte van de metalliseringswijze met MoMn- en W-bevattende pasta's gevolgd door vernikkelen van deze lagen, uit een zeer gering aantal stappen.



Het experimenteel onderzoek is uitgevoerd op de keramische materialen:

- aluminiumoxyde met een zuiverheid van 99,7% ( $Al_2O_3,99$ );
- poreus aluminiumoxyde met een poriegrootte van 2  $\mu m$  ( $Al_2O_3,P$ );
- heet geperst siliciumnitride (HPSN);
- reactiegebonden siliciumnitride (SSN);
- silicium-aluminium-oxy-nitride (Sialon 201).

De onderzochte actieve soldeermaterialen zijn:

- koperzilvertitaan soldeerfolie (Vitrovac 70; Vitrovac 55);
- zilverkopertitaan soldeerfolie (SFS 90; CuSil ABA);
- zilverkopertitaan soldeerpasta (LXB 721);
- zilverkopersoldeerfolie/draad in combinatie met de  $TiH_2$ -methode (EL 101)

Uit het onderzoek naar uitstookgloeien is gebleken dat:

- gloeien boven  $600^\circ C$  tot veranderingen zowel in de chemische samenstelling als in de oppervlaktestructuur kan leiden. Bij  $Al_2O_3,99$  en  $Al_2O_3,P$  treedt boven  $600^\circ C$  respectievelijk een toename c.q. een afname van de ruwheid op. Bij SSN, HPSN en Sialon 201 is geen verandering van de ruwheid meetbaar. Voor alle temperaturen geldt dat de samenstelling aan het oppervlak van de vijf keramiektypen verandert ten gevolge van het gloeien. Gloeien in de  $H_2/N_2$ -atmosfeer leidt tot de grootste veranderingen in de samenstelling aan het oppervlak. Op grond van de veranderde chemische samenstelling is voor de vijf keramiektypen geen aan te bevelen uitstooktemperatuur te geven. De invloed van de verandering in de samenstelling op de sterkte is niet onderzocht.

Uit het onderzoek naar metalliseren volgt dat:

- het metalliseren het beste kan worden uitgevoerd met een brede penseel in één streek. Voor dichte keramiektypen is narollen in halfharde toestand van de pasta aan te bevelen; bij poreus keramiek niet vanwege het in de poriën drukken van de pasta;
- zeefdrukken uitvoerbaar is met de hier toegepaste metalliseringspasta's, op voorwaarde dat de maaswijdte van de zeef overeen komt met de korrelgrootte van de pasta; zo leidde het zeefdrukken met de actieve soldeerpasta LXB 721 tot slechte

resultaten daar maaswijdte en korrelgrootte niet op elkaar waren aangepast;

- de W-houdende pasta (LT-1-W) een geschikte metalliseringspasta voor  $Al_2O_3$ ,99 is. De Mo-houdende pasta (LT-I-MH) is een geschikte pasta voor  $Al_2O_3$ ,P. De eveneens Mo-houdende pasta (LT-4MX-2) is geen geschikte pasta voor siliciumnitride SSN of Sialon 201; de W-houdende pasta (LT-1-W) is vermoedelijk een betere keuze. Voor HPSN is de Mo-houdende pasta (LT-4MX-2) wel geschikt.

Uit het soldeeronderzoek blijkt dat:

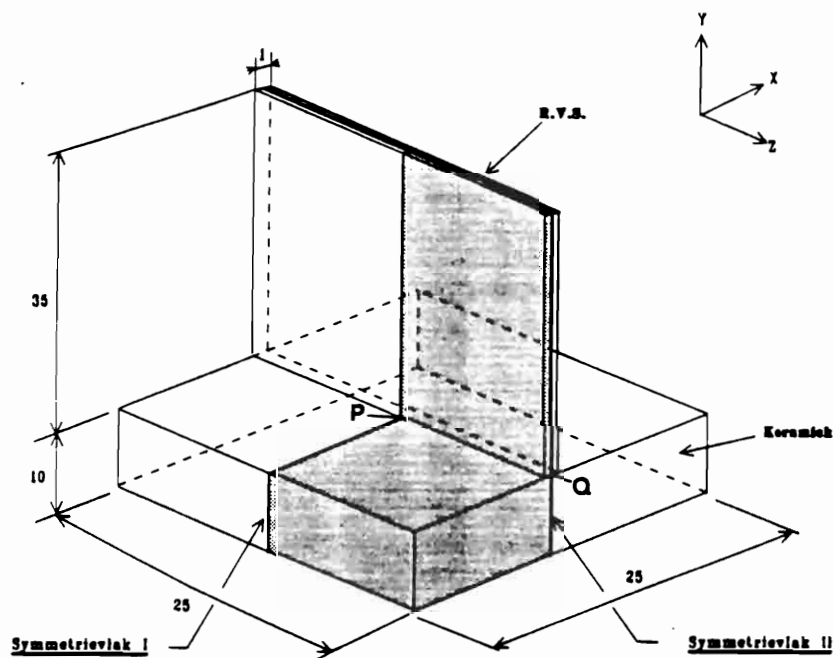
- het actief solderen van dicht  $Al_2O_3$ ,99 weinig problemen oplevert; een te dikke laag LXB 721 geeft echter scheurvorming;
- het actief solderen van  $Al_2O_3$ ,P niet uitvoerbaar is met soldeerfolies, maar wel met soldeer LXB 721 en volgens de  $TiH_2$ -methode met EL101;
- SSN slecht te solderen is met de toegepaste soldeersoorten Vitrovac 70 en 55. LXB 721 en SFS 920 veroorzaken beide scheurtjes in het SSN onder het gesoldeerde oppervlak. Zowel Cusil ABA als EL101 zijn toepasbaar; de laatste uiteraard in combinatie met de  $TiH_2$ -methode;
- HPSN slecht te solderen is met de soldeersoorten Vitrovac 70 en 55. LXB 721 veroorzaakt scheurtjes in het HPSN. Zowel soldeer SFS 920, Cusil ABA als de  $TiH_2$ -methode + EL 101 zijn toepasbaar.
- Sialon 201 enkel goed te solderen is met EL101+ $TiH_2$  methode. De overige soldeersoorten veroorzaken scheuren onder het gesoldeerde oppervlak van het Sialon.

Bij de voortzetting van het onderzoek is de sterkte van actief gesoldeerde keramiek-metaalverbindingen vastgesteld. Als beproevingsvorm is gekozen voor een keramiek plaatje ( $\varnothing$  25 mm) waarop haaks een metalen plaatje is gesoldeerd. Van deze verbindingen werd de treksterkte bij kamertemperatuur bepaald. Ook is de invloed van thermisch cycleren (temperatuurwisselingen: 10x60-300 C; 10x60-500 C) op de (rest)sterkte van dergelijke verbindingen onderzocht. Om meer inzicht te krijgen in optredende restspanningen in een dergelijk proefstuk zijn eindige elementen analyses uitgevoerd (In deze analyses is het keramisch plaatje vierkant 25x25 mm van vorm genomen: zie figuur 1.).

Om na te gaan of het spanningsveld in het proefstuk beschreven kan worden door een 2-D analyse in plaats van een veel duurdere 3-D analyse zijn voor de twee in figuur 1 aangegeven symmetrievlakken 2-D analyses uitgevoerd. Deze resultaten zijn vergeleken met een 3-D berekening. Het blijkt dat de 2-D analyses een redelijke beschrijving geven van het spanningsverloop in de keramiek ter plaatse van de verbindingzone. Echter het niveau van de spanningen wijkt sterk af. Voor een goede beschrijving van de spanningsverdeling in het proefstuk is dus een 3-D analyse noodzakelijk.

De 3-D analyse laat zien dat de spanningen in de verbindingzone langs de breedte van de metalen plaat een sterk verloop hebben. Door dit 3-D spanningsveld is een eenvoudige interpretatie van de experimentele resultaten erg moeilijk.

Uit de 3-D analyses blijkt ook dat de singulariteit in de spanningen in de verbindingzone langs de dikte van de metalen plaat sterker is en in de keramiek over een groter gebied in trek verkeert dan in de verbindingzone langs de breedte van de metalen plaat. Dat kan betekenen dat scheurinitiatie eerder aan het vrije oppervlak zal optreden dan langs de breedte van de plaat.



**Figuur 1:** Geometrie van het proefstuk

Ondanks het ongunstig spanningsverloop volgend uit FEM-berekeningen op de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-AISI 316L combinatie blijkt toch dat Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,99-AISI 316L gesoldeerd met actieve folie tot redelijke/goede sterktewaarden leidt. Hetzelfde geldt voor Sialon-AISI 316L met foliesoldeer, en HPSN-AISI 316L en Sialon-AISI 316L met pasta-soldeer. Pastasoldeer geeft in de combinaties Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,99-Fernico en SSN-Fernico eveneens redelijke/goede sterkte-waarden.

Het thermisch cycleren van keramiek-AISI 316L verbindingen leverde lagere gemiddelde sterkte-waarden op ten opzichte van niet-thermisch behandelde verbindingen. Dit ligt minder uitgesproken voor thermisch gecycleerde keramiek-Fernicoverbindingen. Achteruitgang in gemiddelde sterkte-waarden werden geconstateerd voor SSN-Fernico verbindingen gesoldeerd met actieve soldeer pasta. Hetzelfde geldt voor Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,99-Fernico- en HPSN-Fernicoverbindingen gesoldeerd met actief folie soldeer. Scheurvorming in het keramiek optredend tijdens/na het solderen c.q. tijdens/na het thermisch cycleren kan als belangrijkste oorzaak voor de teruggang in sterkte worden genoemd.

### 3.2 HT-solderen van superlegeringen en roestvast staal (rapportnrs. TC-I-A-412-89, TC-I-A-436-90, TC-I-A-468-91)

In de literatuur werd een onderzoek gedaan naar de beschikbare reinigingsmethoden voor superlegeringen en roestvaststaal ten behoeve van het hoogtemperatuursolderen. Aan de orde komen ondermeer conventionele methoden om oxydehuiden te verwijderen (mechanisch en chemisch). Daarnaast zijn er ook processen gevonden die de oorzaak van de slechte bevochtiging wegnemen. Dit gebeurt door het al dan niet selectief verwijderen van legeringselementen als aluminium en titaan uit het oppervlak. Hierdoor wordt voorkomen dat tijdens de soldeercyclus moeilijk te verwijderen oxyden aan het oppervlak ontstaan.

Als conclusies van het literatuuronderzoek gelden:

Het mechanisch en chemisch reinigen van werkstukken richt zich voornamelijk op het verwijderen van de dikke oxydehuid die ontstaat bij gloeibehandelingen. Vóór het HT-solderen zullen de soldeervlakken vaak een mechanische bewerking ondergaan, zodat er dan geen sprake is van dikke oxydehuiden.

Het HT-solderen van roestvast staal lijkt bij een temperatuur boven 950 à 1000°C en een vacuum van de orde  $10^{-5}$  mbar weinig problemen op te leveren: ontvetten zal voldoende zijn. Dit geldt zelfs voor een met titaan gestabiliseerde RVS-soort. Hierbij moet aangetekend worden dat er wel kleurverschillen in het RVS kunnen optreden, zelfs binnen één ovencharge. Ook op andere punten kunnen in de praktijk problemen ontstaan.

Voor het solderen van aluminium- en titaanhoudende superlegeringen zijn meer maatregelen nodig. Twee fluorreinigingsprocessen lijken afdoende resultaat te boeken; ze zijn overigens ook geschikt voor RVS. Deze behandelingen vragen echter om een speciale reinigingsinstallatie.

De pre-oxydatie-methode in lucht lijkt ook redelijke resultaten op te leveren; oxyderen in vacuüm gevolgd door beitsen zal mogelijk alleen voor ijzerbasislegeringen een verbetering zijn.

Ook het solderen in stromend argon of het aanbrengen van een zirkoongetter (om het werkstuk) lijkt een goed soldeerresultaat op te leveren, althans volgens enkele literatuurartikelen.

Uit het literatuuronderzoek komen geen eenvoudig toepasbare reinigingsprocedures naar voren, die een gegarandeerd goed resultaat opleveren bij het solderen van superlegeringen. Er zijn wel een paar interessante methoden gevonden, maar er is weinig vergelijkingsmateriaal voorhanden.

Er werd experimenteel onderzoek verricht naar het vloeigedrag van B Ni-5 en B Au-4 soldeer op moeilijk te bevochtigen metalen. Dit zijn vier superlegeringen (In 100, In 713 C, In 738 LC en In 718) en twee roestvast stalen (AISI 321 en AISI 347). Er wordt uitgegaan van geslepen soldeervlakken die volgens één van de beschikbare methoden worden gereinigd. Tot deze methoden behoren beitsen, stralen met nikkel en fluorreinigen (FCC methode).

De vloeiproeven werden uitgevoerd met T-verbindingen van nominaal 100 mm lengte; indien er onvoldoende materiaal voorhanden is, wordt volstaan met een kortere lengte. Aan de hand van de langste doorvloeilengte, gekenmerkt door de meniscus, worden de effecten van de reinigingsmethoden vergeleken. De als goed beoordeelde proefstukken worden microscopisch onderzocht.

Concluderend kan het volgende worden gesteld:

De soldeerbaarheid van de gietlegeringen In 100 en In 738 LC is in het algemeen slecht; met In 713 C zijn soms betere resultaten te verkrijgen. Het plaatmateriaal In 718 is slecht soldeerbaar met BAu-4 en goed met BNi-5. De plaatmaterialen AISI 321 en 347 zijn redelijk tot goed soldeerbaar met beide soldeermaterialen.

Bij het onderzoek naar reinigingsmethoden wordt uitgegaan van geslepen en ontvette oppervlakken ("standaardbehandeling"). In het relatief goede vacuüm van de gebruikte soldeeroven levert dit een aantal "goede" resultaten op.

Er wordt een lichte verbetering geconstateerd als het oppervlak vervolgens wordt gestraald met nikkel of met BNi-5 bij het gebruik van BNi-5 als soldeermateriaal.

Het beitsen van de oppervlakken met verschillende oplossingen geeft wisselende resultaten. Deze zijn gemiddeld slechter dan de "standaardbehandeling" of "stralen".

De FCC-methode levert bruikbare resultaten op voor de materialen In 713 C en In 738 LC. Geen eenduidige en daardoor minder bruikbare resultaten werden gevonden met de FCC-methode toegepast op de materialen In 718, AISI 321 en AISI 347. Ook de hoge temperatuur (1200°C in vacuüm) bij de nagloeibehandeling maakt - vanwege optredende korrelgroei - de FCC-methode minder geschikt voor deze materialen.

Stralen met  $Al_2O_3$  wordt in de praktijk veel toegepast. Het effect van de toegepaste straalbehandeling op het bevochtigingsgedrag is desastreus. Pogingen om de negatieve effecten van het stralen op te heffen d.m.v. stalen met nikkel c.q. BNi-5 of door middel van beitsen, leveren geen positief resultaat op. Alleen na de FCC-behandeling op de materialen In 713 C, In 738 LC en in combinatie met soldeer BAu-4 ontstaan er "goede" resultaten.

Stralen met  $Al_2O_3$  onder een hoek van 20° met een oppervlak geeft een verbetering te zien van de bevochtiging. Naar verwachting zal het reinigend vermogen van het stralen op deze manier achteruit gaan.

Uitgaande van de resultaten van het bevochtigingsonderzoek is voor de materialen In 713 C, In 738 LC en In 718 de sterkte van

gesoldeerde verbindingen ervan onderzocht in relatie tot de gevolgde reinigingsmethoden. Als soldeer werden BAu-4 ( $T_{\text{sold}} = 1040^{\circ}\text{C}$ ) en BNi-5 ( $T_{\text{sold}} = 1150^{\circ}\text{C}$ ) toegepast. De FCC-methode werd toegepast voor In 713 C en In 738 LC, terwijl de Ni-straalmethode werd uitgevoerd op In 713 C en In 718. Op alle drie materialen werd de standaard reinigingmethode (= slijpen + ontvetten) toegepast.

Enige conclusies uit dit onderzoek zijn:

- de FCC-methode biedt uit oogpunt van sterkte nauwelijks hogere afschuifwaarden ten opzichte van de standaardmethode voor gesoldeerd In 738 LC noch met BAu-4 noch met BNi-5-soldeer; voor In 713 C is het beeld niet eenduidig: hier geeft de afschuifsterkte voor BNi-5 een verslechtering te zien (~ 13%) terwijl voor BAu-4 een aanzienlijke verbetering bereikt wordt (factor 2). Opgemerkt moet worden dat in het laatste geval de afschuifsterkte-waarden nog hoger hadden kunnen zijn, daar er breuk in het basismetaal is opgetreden.
- de methode "Ni-stralen" levert voor In 718 gesoldeerd met BAu-4 geen betere sterkte-waarden op ten opzichte van de standaardmethode en voor BNi-5 zelfs lagere sterkte-waarden (~ 15%). Het omgekeerde is het geval voor In 713 C. Voor BNi-5 blijven de sterkte-waarden gelijk terwijl voor BAu-4 het beeld minder eenduidig is omdat dit wordt verstoord door sterke spreiding in de sterkte-waarden van de verbindingen die volgens de standaardmethode zijn behandeld;
- stralen met  $\text{Al}_2\text{O}_3$  gevolgd door een FCC-behandeling geeft voor In 738 LC, gesoldeerd met BAu-4, een positief effect te zien op de sterkte, zij het van geringe omvang ten opzichte van de sterkte-waarden van de verbindingen behandeld met de standaardmethode.

### 3.3 HT-solderen van titaan en titaanlegeringen (rapportnr. TC-I-A-392-88, TC-I-A-435-90, TC-I-A-459-91, TC-I-A-460-91)

In het driejarenprogramma 1988-1990 was één van de aandachtspunten het HT-solderen van titaan en titaanlegeringen. Hierbij werd ook aandacht geschonken aan de voorbereiding en reiniging van de te solderen delen. Het leek daarom wenselijk een literatuurstudie aan dit onderwerp te wijden, om zodoende een basis te leggen voor het experimentele onderzoek. De experimenten zouden aanvankelijk op titaan, Ti-0,2Pd, Ti-6Al-4V en Ti-8Al-1Mo-1V uitgevoerd worden,

zodat aan deze materialen in elk geval aandacht besteed moest worden. Op voorstel van de werkgroep "Titaan en titaanlegeringen" werden twee sub-onderwerpen toegevoegd, te weten "De eigenschappen van titaan" en "Het solderen van titaan". Voor de invulling van deze onderwerpen werd gebruik gemaakt van de reeds in bezit zijnde literatuur, die verzameld was ten behoeve van het hoofdonderwerp.

Het literatuuronderzoek naar de reiniging van titaan leverde op dat alleen bij een zware oxydehuid, gevormd boven 540 à 600°C, mechanische verwijdering ervan moet plaatsvinden. Het soldeeroppervlak kan desgewenst vlakgeschuurd worden om de oppervlakteruwheid een bepaalde waarde te geven. Na de eventuele schuurbehandeling zal ontvet moeten worden, hetgeen op verschillende manieren kan gebeuren. Het gebruik van chloorhoudende reinigingsmiddelen en van methylalcohol wordt afgeraden. Na spoelen met water kan gebeitst worden in 2% HF, 30% HNO<sub>3</sub> en 68% H<sub>2</sub>O bij kamertemperatuur. Dit beitsbad bevat géén door grondig onderzoek vastgestelde optimale mengverhouding: het is meer een compromis tussen de in verschillende handboeken aangeraden beitsbadsamenstellingen. Er moet grondig nagespoeld worden om alle reinigings- en beitsbadresten te verwijderen; er wordt meestal afgeraden om van leidingwater gebruik te maken. De laatste spoeling(en) moet(en) in ieder geval met een zuivere stof als gedestilleerd water plaatsvinden.

Het subonderwerp "Titaan en zijn legeringen" leverde in het kort een overzichtelijke beeld op van eigenschappen, toepassingen en behandeling van titaan.

Een tweede subonderwerp "Het solderen van titaan(legeringen)" gaf algemene informatie over het solderen, alsmede een incompleet overzicht van toegepaste of mogelijk toepasbare soldeermaterialen voor titaan en zijn legeringen.

De invloed van het reinigen van enkele titaansoorten: Ti, Ti-0,2Pd en Ti-6Al-4V op het gedrag bij het vacuümsolderen van deze materialen is experimenteel onderzocht.

Eerst werd het spreidgedrag van een achttal soldeermaterialen onderzocht; het zwaartepunt van dit onderzoek lag bij de reiniging van het basismateriaal. De variabelen bij het onderzoek waren de slijpbewerking, de ontvettingsmethode en het beitsen. Uit de



experimenten blijkt dat de voorbehandeling minder kritisch is dan op voorhand is aangenomen.

Er werd met een aantal soldeermaterialen in draad-, plaat- en folievorm vloeiproeven uitgevoerd om na te gaan of ze niet alleen spreiden, maar ook capillair vloeien. Dit blijkt bij de soldeermaterialen in draad- en plaatvorm telkens het geval te zijn. Met het foliesoldeer kan alleen een verbinding worden gemaakt als het vóór het solderen in de spleet wordt aangebracht.

Het reinigingsonderzoek met behulp van spreidproeven leverde op dat:

- slijpen de bevochtiging van het basismateriaal niet positief beïnvloedt en soms zelfs verslechterd (n.b.: slijpen is vaak een noodzakelijke bewerking i.v.m. eisen aan de ruwheid, de vlakheid of de dikte van de oxydehuid);
- ontvetten kan gebeuren met elk van de vier onderzochte methoden. Hiervan kan ultrasoon reinigen in aceton (bij 25°C) vanwege de eenvoud van de methode om praktische redenen de voorkeur genieten;
- beitsen van geslepen oppervlakken na ontvetten meestal geen positieve invloed heeft op het spreidgedrag (n.b.: beitsen zal veelal op ongeslepen oppervlakken worden toegepast; voor die situatie kan geen uitspraak gedaan worden).

De bij de vloeiproeven toegepaste soldeermaterialen in draad- en plaatvorm kunnen alle voor capillair solderen toegepast worden. Het foliesoldeer BTi70CuNi dient vooraf in de soldeerspleet aangebracht te worden.

Uit de resultaten van de spreid- en vloeiproeven kan nuttige informatie gedestilleerd worden over het soldeergedrag van de gebruikte soldeermaterialen. Hierbij dient men zich ervan bewust te zijn dat in het algemeen niet de optimale soldeertemperatuur gebruikt is.

De mechanische eigenschappen van gesoldeerde verbindingen van titaan (grade 2) en Ti-6Al-4V werden vervolgens onderzocht. De soldeermaterialen zijn AA3003 (BA197Mn), eutectisch zilver-koper (BAg82GaPd) Gaspasil 9 (BAg82GaPd) en (BTi70CuNi). Het onderzoek omvat afschuifproeven en buigproeven; in beide gevallen worden de

soldeervlakken vóór het solderen geslepen, ontvet met aceton en niet gebeitst.

De **afschuifproeven** leveren niet altijd een eenduidig resultaat op. Dit komt enerzijds door het voortijdig kapot gaan tijdens de bewerking van vier van tien series. Anderzijds blijkt dat de overlapverhouding voor vier van de overgebleven zes combinaties te groot is gekozen. Hier treedt dan ook telkens breuk op in het sterk vervormde basismetaal. Als gemiddelde afschuifsterktes kunnen worden genoemd:

- BAg72Cu op titaan : 63 MPa (23% van  $\sigma_{0,2}$  van titaan);
- BAg82GaPd op titaan : 89 MPa (32% van  $\sigma_{0,2}$  van titaan);
- BTi70CuNi op titaan : >159 MPa (staaf kapot bij 331 MPa);
- BTi70CuNi op Ti-6Al-4V: >269 MPa (staaf kapot bij 638 MPa);

De afschuifstaven met BTi70CuNi breken in het basismetaal. De gemeten treksterkte bij titaan ligt iets onder de basissterkte en die van Ti-6Al-4V ligt er ver onder; bedacht moet worden dat de proefresultaten niet verkregen zijn met genormeerde trekstaven.

Bij de **buigproeven** valt een aantal series uit doordat er geen of slechts één buigstaaf gebruikt kan worden ten gevolge van voortijdig kapot gaan bij het bewerken. Bij de proeven waarin het basismateriaal niet of nauwelijks vervormt, heeft BAg82GaPd de beste waarde voor de buigspanning op titaan:  $RB_{gem} = 330$  MPa. Betere resultaten geeft BTi70CuNi, zowel op titaan als op Ti-6Al-4V; een zeer goed resultaat wordt bereikt na een diffusiegloeijing (4 uur op 920°C) van de Ti-6Al-4V-verbinding:  $RB_{gem} = 1920$  MPa.

Als onderdeel van een onderzoek naar het "hoogtemperatuursolderen van titaan en titaanlegeringen" werd van een aantal soldeerbasismateriaalcombinaties de **corrosie-eigenschappen** beproefd. Dit gebeurde in twee separate onderzoeken bij respectievelijk TNO en AKZO, waarbij dezelfde soort verbindingen onderzocht werden door middel van discontinue expositieproeven in diverse media. Het onderzoek van TNO richtte zich op een neutrale en een aangezuurde keukenzoutoplossing, het onderzoek van AKZO bevatte vijf andere media.

De basismaterialen zijn titaan (grade 2), Ti-0,2Pd en Ti-6Al-4V. Er werden twee soldeermaterialen gebruikt, namelijk Ticuni (BTi70CuNi)

en Gapasil-9 (BAG82GaPd). De eerstgenoemde werd ook beproefd in diffusiegegloeide toestand.

Uit het corrosieonderzoek aan hoogtemperatuurgesoldeerde verbindingen van Ti (grade 2), Ti-0,2Pd en Ti-6Al-4V kunnen de volgende conclusies worden getrokken:

Het gebruikte basismateriaal heeft geen of een verwaarloosbare invloed op de corrosiesnelheid van de gesoldeerde verbinding. De met BAG82GaPd gesoldeerde proefstukken van Ti en Ti-0,2Pd en blootgesteld aan de keukenzoutoplossingen bezwijken na het aanbrengen van een kleine belasting; de proefstukken van Ti-6Al-4V blijven hierbij heel.

Een diffusiegloeijing van BTi70CuNi geeft ter plaatse van de verbinding een regelmatige naaldstructuur; de naad is niet meer als zodanig herkenbaar. In de meniscus ontstaan aan het vrije oppervlak extra poriën ten gevolge van de diffusie van nikkel en koper naar de bulk. In de meeste gevallen is het corrosiegedrag van een niet-diffusiegegloeide verbinding vergelijkbaar met een wel-diffusiegegloeide.

Het soldeer BTi70CuNi is in de regel minder gevoelig voor corrosieve aantasting dan BAG82GaPd.

Uit het uitgevoerde corrosie-onderzoek blijkt dat:

Verbindingen met BTi70CuNi resistent zijn in de volgende milieu's \*):

. X	-	5 gew% NaCl	pH=6,5 à 7,2	T= 35°C
. Y	-	5 gew% NaCl met azijnzuur	pH=3,1 à 3,3	T= 35°C
. 1	-	23 gew% NaCl met lucht	pH=6 à 7	T= 100°C
. 3	-	Water met Cl <sub>2</sub> -gas	pH=3	T= 20°C

Verbindingen met BTi70CuNi niet resistent zijn in de volgende milieu's \*):

. 2	-	Verz. NaCl met Cl <sub>2</sub> -gas	pH=2	T= 80°C
. 4	-	5 gew% HCl met lucht	pH<0	T= 20°C
. 5	-	1 gew% HCl met 60 ppm Fe <sup>3+</sup> , belucht	pH= 0,5	T= 80°C

Verbindingen met BAG82GaPd zijn niet resistent in de milieu's X, Y, 1, 2, 3 en 4; milieu 5 is niet onderzocht voor BAG82GaPd omdat verwacht wordt dat de verbinding ook hiertegen niet resistent is.

\*) X en Y milieu's in het TNO-onderzoek; 1, 2, 3, 4 en 5 milieu's in het AKZO-onderzoek

3.4 Opstellen van richtlijnen, procedures, normen (rapportnrs. TC-I-A-408-89, TC-I-A-393-88, TC-I-A-394-88, TC-I-A-430-90, TC-I-A-429-90, TC-I-A-461-91, TC-I-A-467-91)

3.4.1 Bestelspecificaties voor hoogtemperatuursoldeermateriaal

Tot doel is gesteld een kwaliteitsborgingssysteem voor het hoogtemperatuursolderen te ontwerpen. Deze soldeerbestel-specificatie vormt daarvan een onderdeel.

De bestelspecificatie bestaat uit een "checklist" met punten waaraan bij het bestellen van soldeermateriaal gedacht moet worden. Een belangrijk onderdeel vormt de toelichting waarin puntsgewijs aanvullende informatie gegeven wordt, of waarin naar bepaalde normen verwezen wordt. Deze toelichting is als een eerste aanzet te beschouwen. In de loop der jaren zal deze uitgebreid worden met meer aanbevelingen voor het gebruik van bepaalde procedures en normen, alsmede met meer verwijzigingen naar relevante normen. De vermelding van een norm houdt overigens geen aanbeveling in voor het gebruik van de norm. Het zal door de gebruiker zelf moeten worden vastgesteld of het deel waarnaar verwezen wordt voor hem van belang is.

3.4.2 Ovenspecificatie van een weerstandverhitte vacuümoven

Deze ovenspecificatie is een belangrijk hulpmiddel bij het aanschaffen van een vacuümoven; de gelegenheid om wensen en aandachtspunten bij een dergelijke aanschaf vast te leggen, wordt door deze ovenspecificatie geboden.

3.4.3 Ovenkwalificatie van een weerstandverhitte vacuümoven

De ovenkwalificatie biedt de gebruiker van de vacuümoven de mogelijkheid om op systematische wijze na te gaan of de vacuümoven (nog) aan de specificatie voldoet.

3.4.4 Kwaliteitsborgingssysteem

Het concept "Kwaliteitsborging II" is een (gedeeltelijk) ingevuld raamwerk voor een kwaliteitsborgingssysteem bij het HT-solderen. Het

doel ervan is om als "discussiestof" te dienen binnen de TC-I-A. Uit de op gang te brengen discussie zal naar voren moeten komen of men op de juiste weg zit. Als dat het geval is dan dient het raamwerk verder ingevuld te worden, waarbij de inbreng van de TC-I-A-leden en van derden onontbeerlijk is. Bij derden wordt ondermeer gedacht aan een keuringsinstantie bv. de Dienst voor het Stoomwezen. Het einddoel is om een redelijk ingevuld systeem te realiseren. Volledigheid wordt evenwel niet nagestreefd, omdat dat alleen mogelijk is voor een specifieke bedrijfssituatie. Het rapport zal niet meer kunnen zijn dan een hulpmiddel bij het opzetten van een kwaliteitsplan voor een bedrijf of instelling.

#### 3.4.5 Mechanische beproeving van HT-soldeerverbindingen

De werkgroep "Normen" doet o.m. onderzoek naar beproevingsmethoden van HT-soldeerverbindingen. Uit een literatuuronderzoek is een overzicht samengesteld van bestaande afschuif- en kerfslagproeven. De afschuifproef geeft een maat voor de sterkte van een overlapverbinding. Het rapport doet een aanbeveling om de AWS-enkele overlap afschuifproef of de IIW-pen-ring afschuifproef te gebruiken. Nader onderzoek zal moeten uitwijzen welke van de twee methoden de voorkeur verdient. Aanbevelingswaardig is voorlopig geen andere methode toe te passen.

De kerfslagproef kan worden toegepast om de ductiliteit van de verbinding te bepalen. Een drietal typen wordt veel gebruikt voor het beproeven van gesoldeerde verbindingen: de ongekerfde, de ISO-V en de DVM-proefstaaf. Voor kerfslagproeven kan het best een DVM-proefstaaf gebruikt worden. Het lijkt interessant om de kerfslagproef geïnstrumenteerd uit te voeren, vooral als er sprake is van lage kerfslagwaarden.

#### 3.4.6 Niet-destructief onderzoek van soldeerverbindingen

Het hoogtemperatuursolderen is in toenemende mate een verbindings-techniek voor "High Tech" toepassingen, hetgeen zich laat verklaren door het leveren van verbindingen die van hoge en constante kwaliteit zijn en van betrouwbare onderdelen. Goede kennis van het soldeerproces en het materiaalgedrag is, zoals bij vele

verbindingstechnieken, vaak de voornaamste basis voor het verkrijgen van het gewenste kwaliteitsniveau. Echter hoog gekwalificeerde toepassingen eisen "harde garanties"; met enkel een verwijzing naar bestaande proces- of materialenkennis kan niet worden volstaan. Naast het hebben van die kennis zal moeten worden voldaan aan een goede produktie- en eindcontrole van de geleverde werkstukken. Niet-destructieve testmethoden bieden hiervoor een breed scala aan mogelijkheden. Van alle genoemde testmethoden moeten de volgende twee aspecten altijd overwogen worden namelijk:

- de minimum foutgrootte die met de beschouwde techniek onder optimale condities kan worden waargenomen;
- de foutgrootte die onder praktische omstandigheden nog betrouwbaar kan worden vastgesteld.

Een overzicht wordt gegeven van relevante testmethoden en, waar bekend, praktische NDO-ervaringen per testmethode.

Geregistreeerde ervaringen over niet-destructief onderzoek naar de kwaliteit van **soldeerverbindingen** zijn overwegend afkomstig van toepassingen met ultrasoon geluid. De weergegeven ervaringen met de ultrasone technieken zijn in redelijke mate voorzien van werkfrequenties maar zeer beperkt voorzien van tastertypen en ijkgegevens. Resultaten verkregen via de radiografie of neutrografie zijn voornamelijk betrokken uit eerder onderzoek verricht door de TC-I-A. Bevredigende ervaringen worden gemeld aan de hand van een aantal praktijkgevallen; echter enige toetsing van gevonden resultaten aan de DIN-norm 32515 kon door de beperkte detail-informatie aanwezig in het onderzochte bestand, niet worden gepleegd.

Een aantal NDO-methoden wordt getoetst op hun mogelijkheid om te kunnen discrimineren naar de kwaliteitsklassen zoals aangegeven in het DIN-blad 32515.

#### 3.4.7 Afnameprocedure voor HT-soldeerverbindingen (t.b.v. keuringsinstanties)

De afname van HT-gesoldeerde produkten kan geschieden onder toezicht van een keuringsinstantie of onder toezicht van de opdrachtgever zelf. In beide situaties zijn richtlijnen noodzakelijk die voor de betrokken partijen namelijk de producent en de afnemer, **acceptabel en uitvoerbaar** zijn.

Juist door het ontbreken van deze richtlijnen en de benodigde kwaliteitsnormen is het zeer moeilijk voor keuringsinstanties en de producent om tot een eenduidige overeenstemming te komen over de geleverde kwaliteit. In dit stuk zullen factoren en aspecten over dit onderwerp worden verzameld en belicht waarna een aanzet wordt gegeven voor de opstelling van een concept-afnameprocedure die ter beoordeling aan betrokken keuringsinstanties zal worden toegezonden. Bij het opstellen van een afnameprocedure zal te allen tijde een aantal hierna te noemen en uit te werken aspecten en/of factoren een rol spelen.

Deze aspecten/factoren zijn:

1. **WAAROM** moet een afnameprocedure worden toegepast ?
2. **WAT** moet worden afgenomen ?
3. **WANNEER** moet een produkt worden afgenomen ?
4. **WELKE NORM** moet worden gebruikt ?
5. Zijn **REPARATIES** toegestaan ?
6. **TRANSPORT/OPSLAG** condities.

Deze 6 aspecten zullen dan dienen om te bepalen

7. **HOE** moet de afnameprocedure worden uitgevoerd ?

In de hiertoe opgestelde handleiding wordt in detail op de bovengenoemde punten ingegaan.





4 EVALUATIE

Het uitgevoerde onderzoek op de technische keramieksoorten heeft het inzicht aanzienlijk verruimd op de wijze van voorbehandelen, metalliseren en solderen, c.q. actief solderen van deze materialen. Dit komt tot uitdrukking in het bevochtigings- en sterktegedrag. Met name de methode van het actief solderen met folies en pasta's biedt goede mogelijkheden voor het toepassen van technische keramiek in verbindingen. Dit wordt dan ook nader onderzocht in een vervolgprogramma.

Het voorbehandelen van moeilijk soldeerbare materialen als roestvast staal en superlegeringen leverde vanuit het literatuuronderzoek op dat roestvast staal na ontvetting goed soldeerbaar is boven 950-1000°C bij  $10^{-5}$  mbar terwijl dit voor superlegeringen minder eenduidig vast. De aanbevolen fluorreinigingsprocessen zijn in het onderzoek geëvalueerd voor de superlegeringen. De mogelijkheden van deze reinigingsprocessen voor superlegeringen zijn in bevochtigings- en sterkte-onderzoek vastgesteld. Aangetoond is dat voorbehandelde oppervlakken beter reproducerende bevochtigings- en sterkte-resultaten geven dan onbehandelde.

Het onderzoek naar de soldeerbaarheid van titaan en titaanlegeringen heeft geleerd dat indien oude dikke oxydehuiden vooraf voldoende verwijderd zijn, ontvetten veelal voldoende is als voorbehandeling. Een beperkt aantal soldeersoorten is bruikbaar op deze materialen zowel uit oogpunt van vloei-, sterkte- als corrosiegedrag. Vooral het corrosieonderzoek toonde aan dat slechts weinig commercieel verkrijgbare soldeermaterialen bruikbaar zijn. In een onderzoek naar verbindingen tussen ongelijksoortige materialen worden in een vervolgprogramma de mogelijkheden om titaan/titaanlegeringen met roestvast staal te verbinden onderzocht.

In het kwaliteitsdeel van het onderzoekprogramma zijn een bestelspecificatie voor soldeermaterialen, een ovenspecificatie/kwalificatie voor vacuümvovens en een afnameprocedure voor HT-gesoldeerde verbindingen/produkten opgesteld. Tevens is de opzet van het kwaliteitsborgingsysteem verder vervolmaakt. Naast de eerder opgestelde zogenaamde sterkte-atlas (met sterktewaarden van veel toegepaste HT-soldeerverbindingen) is een overzicht opgesteld van veel toegepaste c.q. toepasbare DO- en NDO-methode voor HT-soldeerverbindingen. Met de uit eerdere programma's verkregen

gegevens is thans een uitgebreide documentatie. Aan richtlijnen en procedures ten behoeve van het hoogtemperatuur-solderen beschikbaar, van belang voor (potentiële) toepassers en keuringsinstanties. Kennisoverdracht heeft plaatsgevonden door publicaties, een voorlichtingsdag en een inventarisatiestudie op het gebied van hoogtemperatuursolderen.

5 REFERENTIELIJST

- TC-I-A-399-89 Literatuurstudie over het metalliseren en solderen van aluminiumoxide-, siliciumnitride- en sialon-keramiek
- TC-I-A-416-89 Onderzoek naar de invloed van voorbereidingen op de resultaten bij het solderen van technische keramiek
- TC-I-A-437-90 Analyse van de restspanningen in een gesoldeerd trekproefstuk
- TC-I-A-466-91 Mechanisch onderzoek aan gesoldeerde verbindingen van metaal aan keramiek
- TC-I-A-412-89 Literatuurstudie naar de reiniging van roestvaststaal en superlegering ten behoeve van het hoogtemperatuursolderen
- TC-I-A-436-90 Reinigen en hoogtemperatuursolderen van superlegeringen en roestvast staal
- TC-I-A-468-91 Mechanisch onderzoek aan gesoldeerde verbindingen van superlegeringen
- TC-I-A-392-88 Een literatuurstudie over de eigenschappen, het reinigen en het hoogtemperatuursolderen van titaan en enkele titaanlegeringen
- TC-I-A-435-90 Reinigen en vacuümsolderen van titaan en titaanlegeringen
- TC-I-A-459-91 Mechanisch onderzoek aan gesoldeerde verbindingen van titaan en Ti-6Al-4V
- TC-I-A-460-91 Corrosieproeven op HT-gesoldeerde titaanverbindingen
- TC-I-A-408-89 Bestelspecificatie voor hoogtemperatuursoldeermateriaal
- TC-I-A-393-88 Ovenspecificatie van een weerstandverhitte vacuümoven
- TC-I-A-394-88 Ovenkwalificatie van een weerstandverhitte vacuümoven
- TC-I-A-430-90 Kwaliteitsborging II
- TC-I-A-429-90 Literatuurstudie naar afschuifproeven en kerfslagproeven van gesoldeerde verbindingen
- TC-I-A-461-91 NDO van soldeerverbindingen
- TC-I-A-467-91 Een 'Afnameprocedure' voor HT-soldeerprodukten (ten behoeve van Keuringsinstanties)



**ONTWIKKELINGEN  
IN HET  
HOOGTEMPERATUURSOLDEREN**

**VOORLICHTINGSDAG**

DINSDAG 28 NOVEMBER 1989

DEN HAAG

## INHOUD

	pag.
Introductie .....	3
Onderzoekprogramma's Hoogtemperatuursolderen in Nederland .....	5
<i>A.F. Neuteboom en J.A. v.d. Wel</i>	
'Wide gap' solderen van metaal/keramiek toegepast in vacuümschakelaars .....	9
<i>Dr. Ir. H. Schellekens</i>	
Het vernikkelen en H.T.-solderen van Gasturbine-materialen.....	17
<i>Ing. G.A. Kool</i>	
Praktijkervaringen met HT soldeerverbindingen van metaal/keramiek en superlegeringen .....	25
<i>G.M. van Gulik</i>	
'Wide gap' solderen van metalen; onderzoek en toepassing .....	28
<i>Ir. H.H. van der Sluis en Ing. Th. de Haan LPI</i>	
Kwaliteitsbeoordeling van Industrieel vervaardigde hoogtemperatuur soldeerverbindingen.....	37
<i>Ing. R. Peereboom</i>	

# HOOGTEMPERATUURSOLDEREN

## INHOUD

Hoofdstuk	1	<b>Inleiding</b>
Hoofdstuk	2	<b>Principe en achtergrond</b>
	2.1	Definitie
	2.2	Soldeermechanismen
	2.3	Materiaalkundige aspecten
	2.4	Voorwaarden voor bevochtiging
Hoofdstuk	3	<b>Atmosfeer</b>
	3.1	Werking van beheerste atmosferen
	3.2	Reducerende atmosfeer
	3.3	Beschermende atmosfeer
	3.4	Vacuüm
Hoofdstuk	4	<b>Apparatuur</b>
	4.1	Indeling
	4.2	De retortoven
	4.3	De vacuümoven
	4.4	De transportbandoven
	4.5	Installaties voor inductiefsolderen
Hoofdstuk	5	<b>Constructieve aspecten</b>
	5.1	Naadvorm
	5.2	Oppervlaktegesteldheid
	5.3	Spleetbreedte
	5.4	Thermische uitzetting
	5.5	Spleetinstelling bij ongelijksoortige materialen
	5.6	Monteren en fixeren
	5.7	Doseervormen
	5.8	Materiaalbeïnvloeding
Hoofdstuk	6	<b>Werkplaatstechnische aspecten</b>
	6.1	Vorbewerken
	6.2	Reinigen
	6.3	Monteren
	6.4	Solderen in ovens
	6.5	Nabewerken
Hoofdstuk	7	<b>Kwaliteitsbeheersing</b>
	7.1	Inleiding
	7.2	Soldeerprocedure
	7.3	Controle
	7.4	Normen soldeermateriaal
	7.5	Keuren van verbindingen
Hoofdstuk	8	<b>Economische aspecten</b>
	8.1	Overzicht
	8.2	Opbouw produktkosten
	8.3	Opbouw soldeerkosten
Hoofdstuk	9	<b>Veiligheid en gezondheid</b>
	9.1	Schadelijke stoffen
	9.2	Afvalverwerking
Hoofdstuk	10	<b>Soldeermaterialen</b>
	10.1	Inleiding
	10.2	Zilverbasis-soldeersoorten
	10.3	Palladiumhoudende-soldeersoorten
	10.4	Goudbasis-soldeersoorten
	10.5	Nikkelbasis-soldeersoorten
	10.6	Koperbasis-soldeersoorten
	10.7	Aluminiumbasis-soldeersoorten

## **BASISMATERIALEN<sup>1)</sup>**

Hoofdstuk 11	<b>Aluminium</b>
Hoofdstuk 12	<b>Koper</b>
Hoofdstuk 13	<b>Koolstofstaal</b>
Hoofdstuk 14	<b>Gietijzer</b>
Hoofdstuk 15	<b>Roestvast staal</b>
Hoofdstuk 16	<b>Nikkel-en superlegeringen</b>
Hoofdstuk 17	<b>Titaan</b>
Hoofdstuk 18	<b>Hoogsmeltende metalen</b>
Hoofdstuk 19	<b>Hardmetaal</b>
Hoofdstuk 20	<b>Keramiek</b>
Hoofdstuk 21	<b>Grafiet</b>

**Literatuur**

**Index**

<sup>1)</sup> *Inhoud van de hoofdstukken over basismaterialen:*

.1	<i>Inleiding</i>
.2	<i>Materiaalcombinaties</i>
.3	<i>Eigenschappen</i>
.4	<i>Voorbehandeling</i>
.5	<i>Soldeermethode</i>
.6	<i>Soldeermateriaal</i>
.7	<i>Controle en nabehandeling</i>
.8	<i>Toepassingen</i>