

Onderzoeksprojecten

NIL project:

**HOOGTEMPERATUURSOLDEREN  
HET DIFFUSIELASSEN VAN KERAMIEK AAN METAAL**



Auteur: Ir. H.H. van der Sluis

Nederlands Instituut  
voor Lastechniek

Krimkade 20  
2251 KA Voorschoten

Vestiging Apeldoorn (Onderzoek)  
Postbus 541 7300 AM Apeldoorn

doc.nr.: TC-I-A-541-94

Juli 1994

## **NIL PROJECT HOOGTEMPERATUURSOLDEREN**

### **HET DIFFUSIELASSEN VAN KERAMIEK AAN METAAL**

TC-I-A-541-94

**Bestemd voor:** Nederlands Instituut voor Lastechniek NIL  
Krimkade 20  
2251 KA Voorschoten  
t.a.v. de voorzitter en de leden van de NIL-commissie  
TC-I-A "Hoogtemperatuursolderen"

**samengesteld door:** ir. H.H. van der Sluis  
namens de werkgroep "Diffusielassen"  
bestaande uit:

A. Arun Junai	- TNO-MI	J.H.F.G. Lipperts	- ABB
K.M. Broek	- ECN	M. Oosterveld	- KSLA
W.H. Brouwer	- FOM Amolf	C.A.M. Siskens	- HIC
G.H.M. Gubbels	- CTK/TNO	P.Th.H. Steege	- VSC
S. van Heusden	- NPB	H.H. van der Sluis	- TNO-MI
C.C.J. Kaasschieter	- TNO-MI	Chr. van Stiphout	- HCH
J. Kamans	- Holec	F.M. Velterop	- Velterop
W. Kersbergen	- FOM-N	R.J. Zaalberg	- Thomassen Int.
G.A. Kool	- NLR		

Dit onderzoek is uitgevoerd in opdracht van het Nederlands Instituut voor Lastechniek

## SAMENVATTING

Onderzoek is uitgevoerd naar het diffusiëren van keramiek aan metaal. Als keramiek is toegepast  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en SiC HIP. Als metaal is hoofdzakelijk roestvaststaal AISI 316L gebruikt en incidenteel Vacon 12 en Haynes 230. Het tussenmateriaal is Cu (plaat, folie, galvanisch aangebrachte laag) en Cu Ni (plaat, folie, galvanisch aangebrachte laag).

Voor  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AISI 316L verbindingen is voor een Cu-tussenlaag bij één temperatuur gewerkt:  $1050^\circ\text{C}$ . Bij een druk van 5MPa en een diffusietijd van 60 min. werden verbindingen tussen keramiek en metaal verkregen; dit geldt tevens voor  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aan Haynes 230 met een Cu-tussenlaag.

Voor SiC-AISI 316L verbindingen werd bij een temperatuur van  $950^\circ\text{C}$ , een druk van 5MPa en een diffusietijd van 360 min een verbinding verkregen; echter de Cu-tussenlaag maakte een gesmolten indruk terwijl de verbinding scheuren bevatte. Metallografisch onderzoek leerde dat een sterke interactie tussen Cu en SiC en tussen Cu en AISI 316L heeft plaats gevonden tijdens het diffusiëren. Een lokaal hogere temperatuur ( $> 950^\circ\text{C}$ ) en/of een smeltpuntverlaging van het Cu door Si (t.g.v. ontleding van SiC ontstaan) kunnen hieraan debet zijn; in de gehele tussenlaag wordt n.l. Si aangetroffen.

Voor de SiC-AISI316L-combinatie met een CuNi-tussenlaag zijn geen verbindingen gerealiseerd.

## SAMENVATTING

## INHOUDSOPGAVE

	blz.
1. INLEIDING	3
2. DOELSTELLING	5
3. MATERIALEN	5
4. UITVOERING EN WERKWIJZE	7
5. RESULTATEN EN DISCUSSIE	8
6. CONCLUSIES	14
7. LITERATUUR	15
BIJLAGE (fig. 1 t/m 10)	

## 1 INLEIDING

Diffusielassen of diffusieverbinden is een vaste stof proces waarbij door middel van het uitoefenen van druk en onder toevoer van warmte twee daartoe voorbereide oppervlakken bij elkaar komen en een geheel vormen. Daarbij kunnen twee soorten interacties worden waargenomen. Bij het eerste type is de drijvende kracht die tot hechting leidt de afname van de oppervlakte-energie tengevolge van het vormen van een nieuw oppervlak uit de twee oorspronkelijke oppervlakken. Een dergelijke fysische interactie wordt gekenmerkt door een abrupte overgang in de microstructuur tussen metaal en keramiek zoals na het lassen voor het grensvlak is vast te stellen. Voorbeelden van een dergelijk bindingstype betreffen verbindingen tussen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -keramiek en metalen als Al, Cu, Ni, Pt en Nb.

Voor het tweede type verbinding is kenmerkend dat een chemische reactie tussen (elementen uit) het keramiek en het metaal de energie van het systeem verder doet verlagen en de sterkte van de hechting doet toenemen. Na het lassen kunnen dan ook reactielagen in de verbindingen worden waargenomen. Ofschoon dergelijke lagen de mate van hechting kunnen doen verbeteren, kunnen zij ook leiden tot een verzwakking van de verbinding als zij tijdens het lassen of in gebruik overmatig gaan aangroeien. Voorbeelden van materiaalcombinaties die dit type grensvlakreactieproduct geven zijn SiC met Nb, Ni of Zr en  $\text{Si}_3\text{N}_4$  met Hf en Ta of met Cr en Ni [1].

Weinig is bekend over de theoretische aspecten van het metaal-keramiek diffusielassen. Het mechanisme van het keramiek-metaal verbinden is meestal gebaseerd op het metaal-metaal verbindingsmodel of het sintermodel [2]. Bij het metaal-metaal diffusieverbinden zijn de diffusie geactiveerde processen van het plaatselijke massa transport aan het grensvlak de snelheidsbepalende, terwijl voor metaal-keramiek grensvlakken gevonden wordt dat er een minimale procestemperatuur nodig is om hechting te bereiken. I.h.a. kan het verbindingsproces in twee stadia verdeeld worden, aangenomen dat er geen (chemische) reacties plaatsvinden. In het eerste stadium treedt vervorming van het metaal op en gaat dit vergezeld met het platdrukken (afplatten) van de aanvankelijke ruwheden van het oppervlak. Hierbij wordt aangenomen dat ruwheden op het keramiek oppervlak rigide en onvervormbaar zijn. Plastische deformatie, kruip en diffusie zijn de vervolgens optredende mechanismen. Het tweede stadium (gedeeltelijk de eerste stap overlappend) omvat de hechting (adhesie). De drijvende kracht voor grensvlakhechting wordt gegeven door de Young-Dupré vergelijking:

$$W_a = \gamma_{mg} + \gamma_{cg} + \gamma_{cm}$$

$$W_a = \text{adhesie-arbeid}$$

$$\gamma_{mg} = \text{grensvlak-energie tussen metaal en gas}$$

$$\gamma_{cg} = \text{grensvlak-energie tussen keramiek en gas}$$

$$\gamma_{cm} = \text{grensvlak-energie tussen keramiek en metaal}$$

## 2 DOELSTELLING

1. Het opdoen van kennis/ervaring bij het diffusiëren van keramiek-metaalverbindingen
2. Het verkrijgen van betrouwbare verbindingen
3. Het vaststellen van de reproduceerbaarheid

## 3 MATERIALEN

De voor dit onderzoekonderdeel gebruikte materialen worden in onderstaande overzichtstabellen weergegeven.

### KERAMIEK

De bij het onderzoek gebruikte keramieksoorten worden gegeven in tabel 1a. Hierbij zijn dezelfde keramieksoorten gekozen, die in de voorgaande onderzoeken steeds zijn gebruikt, namelijk  $\text{Al}_2\text{O}_3(99,7)$  en SiC HIP.

Tabel 1a

Soort	Afkorting	Vorm	Afmetingen (mm)	Fabrikant	Ruwheid $R_a$ -waarde ( $\mu\text{m}$ )	Vlakheid ( $\mu\text{m}$ )
$\text{Al}_2\text{O}_3 99,7$ geperst	$\text{Al}_2\text{O}_3$	schijf	10 x $\phi 30$	ECN	0,6	0,4
SiC HIP Al gedoteerd	SIC	schijf	10 x $\phi 25$	ESK	n.b.	n.b.

### Bewerkingseisen van het keramiek

De aan de fabrikant gestelde eisen van de onderzochte keramieksoorten zijn:

- voor alle keramieksoorten geldt dat het oppervlak vrij moet zijn van bewerkingsscheuren;
- $\text{Al}_2\text{O}_3$ : vlakheid < 10  $\mu\text{m}$ ; ruwheid  $R_a$  < 2  $\mu\text{m}$
- SiC: vlakheid < 20  $\mu\text{m}$ ; ruwheid  $R_a$  < 1  $\mu\text{m}$

Opmerking: De keramiekstukjes zijn vóór het diffusiëren uitgedroogd in lucht op 600°C/1 uur.

## METAAL

De toegepaste metalen komen overeen met die uit vorige onderzoeken. De bijzonderheden zijn vermeld in tabel 1b.

Tabel 1b:

Aanduiding	Materiaal en samenstelling	Afmetingen pijpmateriaal	Leverancier
AISI 316L 316L	AISI 316L316L	φ 20x2 mm; ook als staf φ3 mm toegepast	MCB
Fernico (VACON 12)	54Fe-29Ni-17Co	φ 20x1,5 mm	Vakuumschmelze (via FOM)
Haynes 230	53Ni22Cr-14W- 2Mo-3Fe-5Co (bevat o.a. 0,3Al)	φ 20x1,5 mm; ook als staf φ3 mm toegepast	Merrem & la Porte (via (KSLA))

## TUSSENLAGEN

Als tussenlagen voor de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-metaalcombinaties worden toegepast Cu in folievorm of als galvanisch aangebrachte laag en CuNi10 in plaatvorm.

Voor de SiC-metaalcombinaties worden Cu en CuNi10 (CuNi als Cunifer 10:9-11 Ni; 1-1,8 Fe, 0,5-1 Mn; ≤0,05 C; ≤ 0,05 S; rest Cu) toegepast in folie-resp. plaatvorm; ook worden een galvanisch aangebrachte Cu laag en een galvanisch aangebrachte CuNi5 laag toegepast.

#### 4 UITVOERING EN WERKWIJZE

Als verbindingsmethode wordt het uni-axiaal drukken toegepast bij verschillende temperaturen, drukken en tijden.

Als proefstaafvorm wordt aanvankelijk het plaat-pijptype toegepast (zie figuur 3). Hiermee kan zowel lektheidsonderzoek als mechanisch onderzoek (treksterkte bij kamertemperatuur en/of hoge temperatuur) worden uitgevoerd.

Het uni-axiaal drukken wordt eerst in een speciaal daartoe ontworpen diffusie-lasapparaat uitgevoerd. Wegens een onvoldoende reine atmosfeer in dit systeem zijn de werkzaamheden vervolgens uitgevoerd in de vacuümoven én in de HF inductief verhittingsinstallatie onder vacuüm. Als proefstaafvorm is daartoe toegepast een plaat-staf type (zie figuur 4)

In geval het plaat-pijp type wordt toegepast is als tussen laag een Cu-folie of Cu Ni-plaat toegepast voor  $Al_2O_3$  resp. SiC. Voor het diffusielassen van het plaat-staf type proefstuk is als tussenlaag of Cu-folie óf een galvanisch aangebrachte Cu laag gebruikt voor  $Al_2O_3$  en een tussenlaag van CuNi plaat of een galvanisch aangebrachte Cu en CuNi-laag voor SiC.



## 5 RESULTATEN EN DISCUSSIE

Zoals eerder gesteld zijn de diffusielas-experimenten uitgevoerd in verschillende installaties:

- A. Diffusielasapparaat werkend met een elektrisch verwarmingselement in een beschermende gas atmosfeer (argon)
- B. HF-inductief verhittingsinstallatie werkend met een HF-inductief veld in vacuüm
- C. Vacuümoven werkend met elektrische weerstandsverhitting in vacuüm

ad A.

Met het toegepaste diffusielasapparaat kan staploos de druk op het proefstuk worden gevarieerd. Echter, inlek veroorzaakte een verslechtering van de kwaliteit van de beschermende atmosfeer waardoor oxidatie van de tussenlaag optrad. Om die reden is het werken met dit systeem gestaakt. De resultaten met dit systeem worden weergegeven in tabel 2.

Bij de combinatie  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AISI 316L was de uitgeoefende druk (30MPa) te hoog; het keramiek is gescheurd en het metaal vervormd. Wel is er sprake van enige hechting tussen keramiek en het koper. De hechting tussen het AISI 316L en het koper is visueel gecontroleerd uitstekend. Ter vermindering van beschadiging van het keramiek is in het vervolg van het onderzoek de druk verlaagd en de tijd verlengd bij gelijkblijvende temperatuur (1020°C). Ook is er gevarieerd in plaatvormig en folie-vormig materiaal toegepast op  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -metaal combinaties. Echter het resultaat was dat slechts hechting tussen het tussenlaagmateriaal en het metaal werd verkregen.

Bij de combinatie SiC aan AISI 316L is met Cu en CuNi als tussenlaag gewerkt in plaat-en ringvorm. Als temperatuur is 950°C gekozen conform elders uitgevoerd onderzoek (1).

Het onderzoek op de SiC-metaalcombinatie resulteerde in verbindingen tussen metaal en tussenlaagmateriaal, maar geen verbinding tussen keramiek en tussenlaag ondanks variaties in de tijd bij gelijkblijvende temperatuur en druk.

Tabel 2 Resultaten diffusielassen met installatie beschreven onder A

Keramiek	Metaal	Tussen- laag met.; vorm; dikte (mm)	Temp (°C)	Tijd (min)	Druk (MPa)	Resul- taat
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AISI 316L	Cu;F;0,1	1020	10	30	ker.gescheurd met.vervormd geen verbinding
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Vacon12	CuNi10;P;3	1020	60	10	alleen met. vast
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Haynes230	CuNi10;P;3	1020	60	4	alleen met.vast
SiC	AISI 316L	CuNi10;P;3	950	27	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi10;R;3	950	27	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	Cu;R;F;0,5	950	90	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	Cu;R;0,1	950	27	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	Cu;R;0,1	950	240	5	alleen met. vast

F= folie

P= plaat

R= ringvormige plaat of folie

ad B.

Met de HF-inductief verhittingsinstallatie is onderzoek uitgevoerd naar het diffusielassen van SiC aan AISI 316L. Als tussenlagen zijn Cu en CuNi toegepast. De resultaten worden in tabel 3 gegeven.

Tabel 3 Resultaten diffusiëlassen met installatie beschreven onder B

Keramiek	Metaal	Tussen- laag met.; vorm; dikte (mm)	Temp (°C)	Tijd (min)	Druk (MPa)	Resultaat
SiC	AISI 316L	CuNi;P;1	925	90	5	ker. handvast met. vast
SiC	AISI 316L	Cu;F;0,1	950	120	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	Cu;F;0,1	950	360	5	ker. handvast met. vast
SiC	AISI 316L	Cu;F;0,1	950	360	5	ker. vast met. vast tussenlaag gesmolten

P= plaat      F= folie

Zowel met CuNi als met Cu als tussenlaag wordt een handvaste verbinding gerealiseerd met het keramiek. Herhaling van de proef met Cu als tussenlaag leidt tot een vaste keramiek-metaalverbinding; echter de tussenlaag heeft een gesmolten uiterlijk (zie ook het metallografisch onderzoek in dit rapport) hetgeen twijfels doet opkomen over de temperatuurbearbaarheid van de HF-inductief installatie. Reden waarom het diffusiëlassen in deze installatie is gestaakt.

ad C.

Het vervolg van de proeven met Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en Si C in combinatie met AISI 316L is uitgevoerd in de vacuümoven. In de combinatie Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - AISI 316L is qua tussenlaag gevarieerd in Cu-kwaliteit: (E)-Cu, OFHC-Cu en galvanisch opgebracht Cu zijn toegepast; in het laatste geval leidde dit tot een vaste keramiek-metaalverbinding (zie tabel 4 en figuur 5).

Voor de combinatie Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Haynes 230 wordt met Cu-folie aan de keramische zijde een handvaste verbinding verkregen. Als lasttemperatuur is 1050°C toegepast [3].

Opvallend is dat van de onderzochte combinatie SiC- AISI 316L met CuNi 10 of CuNi 5 als tussenlaag aan de keramiekzijde geen enkele geslaagde hechting werd bereikt, ondanks dat de toegepaste temperatuur ruim 0,8 à 0,9 x de (absolute) smelttemperatuur van de CuNi legeringen

bedraagt (zie figuur 6). Uit de literatuur [2] blijkt dat er twee onderscheidende temperatuurcombinaties zijn die tot eenduidige, geslaagde verbindingen leiden: vergelijk hiertoe figuur 7 met figuur 8 (toegepaste druk 7,5 MPa resp. 5 MPa)

Vergelijken wij het temperatuur-tijd gebied bij 5MPa resp. 7,5 MPa toegepaste druk dan blijken slechts drie temperatuur-tijd combinaties ongevoelig voor de toegepaste

drukken: 950°C - 90 min  
950°C - 360 min  
925°C - 360 min

De door ons toegepaste temperatuur-tijd combinatie 950°C-360 min bij een druk van respectievelijk 5MPa en 7,5MPa had geen verbinding aan de keramische zijde tot gevolg. Opgemerkt dient te worden dat in ons onderzoek gewerkt werd met een "dood gewicht", dat vooraf werd aan gebracht. In het gerefereerde onderzoek wordt pas tijdens het opwarmproces druk toegepast: een aangegroeide oxydelaag op het metaal, de tussenlaag of het keramiek kan op deze wijze doorbroken worden en tot gevolg hebben dat een verbinding tot stand kan komen. In vervolgonderzoek zal dit effect verder bestudeerd worden.

Tabel 4 Resultaten diffusiëlassen met installatie beschreven onder C

Keramiek	Metaal	Tussenlaag met.;vorm; dikte (mm)	Temp. (°C)	Tijd (min)	Druk (MPa)	Resultaat
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AISI 316L	Cu;F;0,5	1050	15	5	alleen met. vast
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AISI 316L	Cu(OFFHC); F;0,5	1050	60	5	alleen met. vast
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AISI 316L	Cu;G;0,5	1050	60	5	ker. vast met.vast
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Haynes230	Cu;F;0,5	1050	15+45	5	ker. handvast met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi10;P;1	925	90	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi10;F; 0,5	925	90	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi10;P;1	975	180	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi10;F; 0,5	975	180	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi10;F; 0,5	975	360	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi5;G; 0,5	975	360	<5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi5;G; 0,5	975	360	5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi5;G; 0,5	975	360	7,5	alleen met. vast
SiC	AISI 316L	CuNi5;G; 0,5	968	360	7,5	alleen met. vast

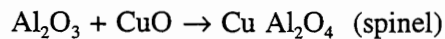
F= folie

P= plaat

G= galvanisch aangebrachte laag

## Metallografisch onderzoek

Visueel onderzoek leerde dat voor de combinaties  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -metaal voor geslaagde verbindingen bij het verbreken van deze verbindingen geen of nauwelijks een interactie tussen keramiek en tussenlaag materiaal werd geconstateerd. Toch is het mogelijk dat een zeer dunne reactielaag tussen keramiek en tussenlaag aanwezig is. Ten gevolge van aanwezige zuurstof in het restgas van de vacuümoven kan tussen keramiek en tussenlaag een dubbeloxyde gevormd worden volgens:



Deze spinel verzorgt de hechting tussen keramiek en tussenlaag.

Een sterke reactie tussen keramiek en tussenlaag wordt waargenomen voor de combinatie SiC-Cu-AISI 316L. De Cu-tussenlaag reageert zowel naar het SiC als naar het AISI 316L toe (figuur 9). Een complexe structuur ontstaat in en aan beide zijden van de Cu-laag. In het SiC ontstaat (zie figuur 10) een Cu, Ni-rijke zone; hieraan grenst een Mo, Si en Cr verrijkt zone (vermoedelijk als carbiden) die bij afkoeling te weinig vermogen heeft om het verschil in uitzetting op te vangen en scheurt. Aan de AISI 316L-zijde ontstaan Cr, Mo verarmde en Si-verrijkte zones in het RVS die ook aanleiding tot scheuren geven. In de literatuur [1] wordt een lage afschuifsterkte (0,5 MPa) waargenomen.

## 6 CONCLUSIES

Het onderzoek heeft geleerd dat voor het diffusiëren van keramiek aan metaal de vaststelling van de juiste parameters tijd-temperatuur en druk zeer belangrijk is.

### Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - AISI 316L met Cu-tussenlaag

Een te hoge druk tijdens het diffusiëren bij 1020°C doet scheuren ontstaan in het keramiek; verlaging van de druk en verlenging van de tijd resulteerde niet in geslaagde verbindingen. Een hogere temperatuur (1050°C) en een diffusietijd van 60 min. bij een druk van 5MPa leverde een goede verbinding tussen keramiek en metaal op.

### SiC - AISI 316L met Cu-tussenlaag

Bij een druk van 5MPa, een lastemperatuur van 950°C en lastijd van 360 min. werden (handvaste) verbindingen tussen keramiek en metaal verkregen, echter de tussenlagen maken een gesmolten indruk.

### SiC - AISI 316L met CuNi-tussenlaag

Variatie in lastemperatuur (tussen 925 en 975°C), in diffusietijd (tussen 27 en 360 min) bij een lasdruk van 5MPa heeft voor de CuNi10-tussenlaag niet geleid tot geslaagde metaal keramiekverbindingen. Voor een tussenlaag van CuNi5 is bij één lastijd (360 min) gevarieerd in lastemperatuur (968-975°C) en lasdruk (5-7,5 MPa); in geen van de gevallen is een vaste verbinding tussen keramiek en metaal ontstaan.

TNO Metaalinstituut



ir. H.H. van der Sluis

## 7 LITERATUUR

1. A.J. Moorhead, Hyoun-Ee Kim  
Review of the State of the Technology for joining Ceramics for high-temperature structural applications IIW doc.  
nr. I-944-91/oe; IA-397-91/oe
2. J.P. Krugers Joining Silicon carbide to austenite stainless steel through diffusion welding  
Proefschrift januari 1993 TU Delft
3. J.T. Klomp Solid-State Bonding of Metals to Ceramics



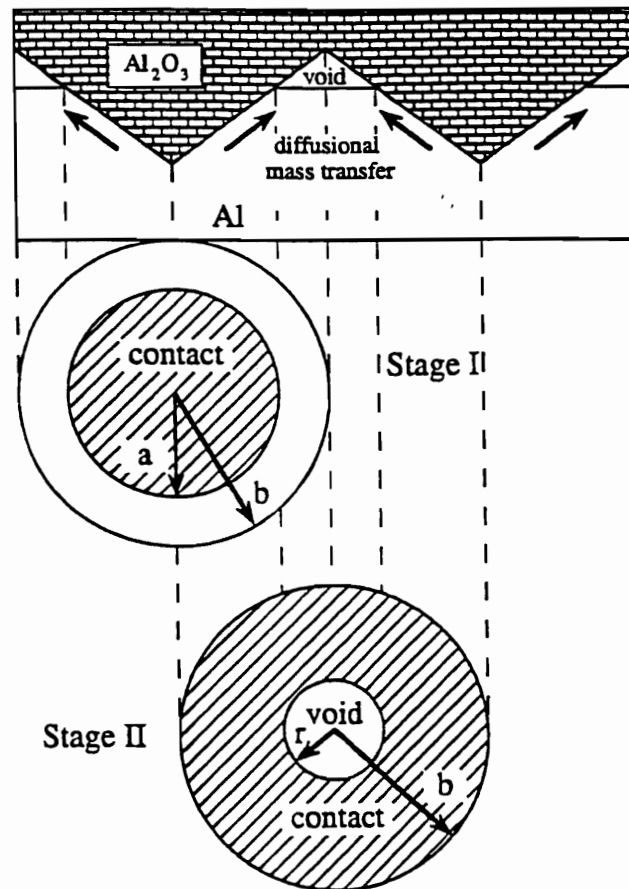


Fig. 1. Het model van een metaal-keramiek verbinding (Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) waarin de voortgang in twee stappen wordt aangegeven [2].

1e stap: het ontstaan van een kegelvormige indrukking in het metaal

2e stap: het dichtgroeien van een symmetrisch gat in het metaal t.g.v. grensvlak-diffusie

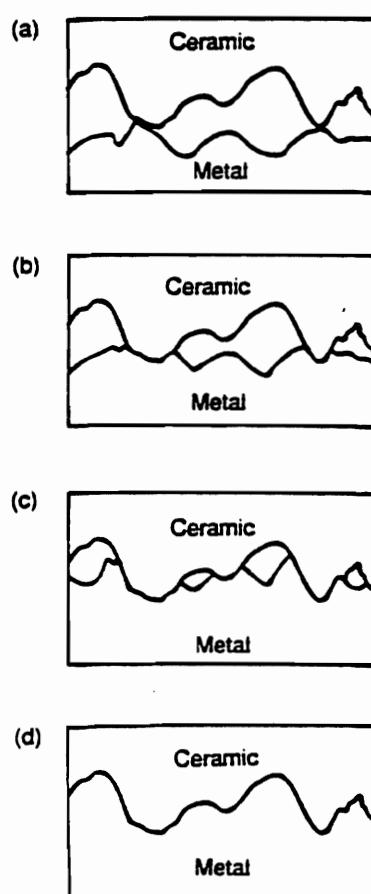


Fig. 2. Het diffusielassen van metaal-keramiek-verbindingen in verschillende stadia van het proces weergegeven [2]

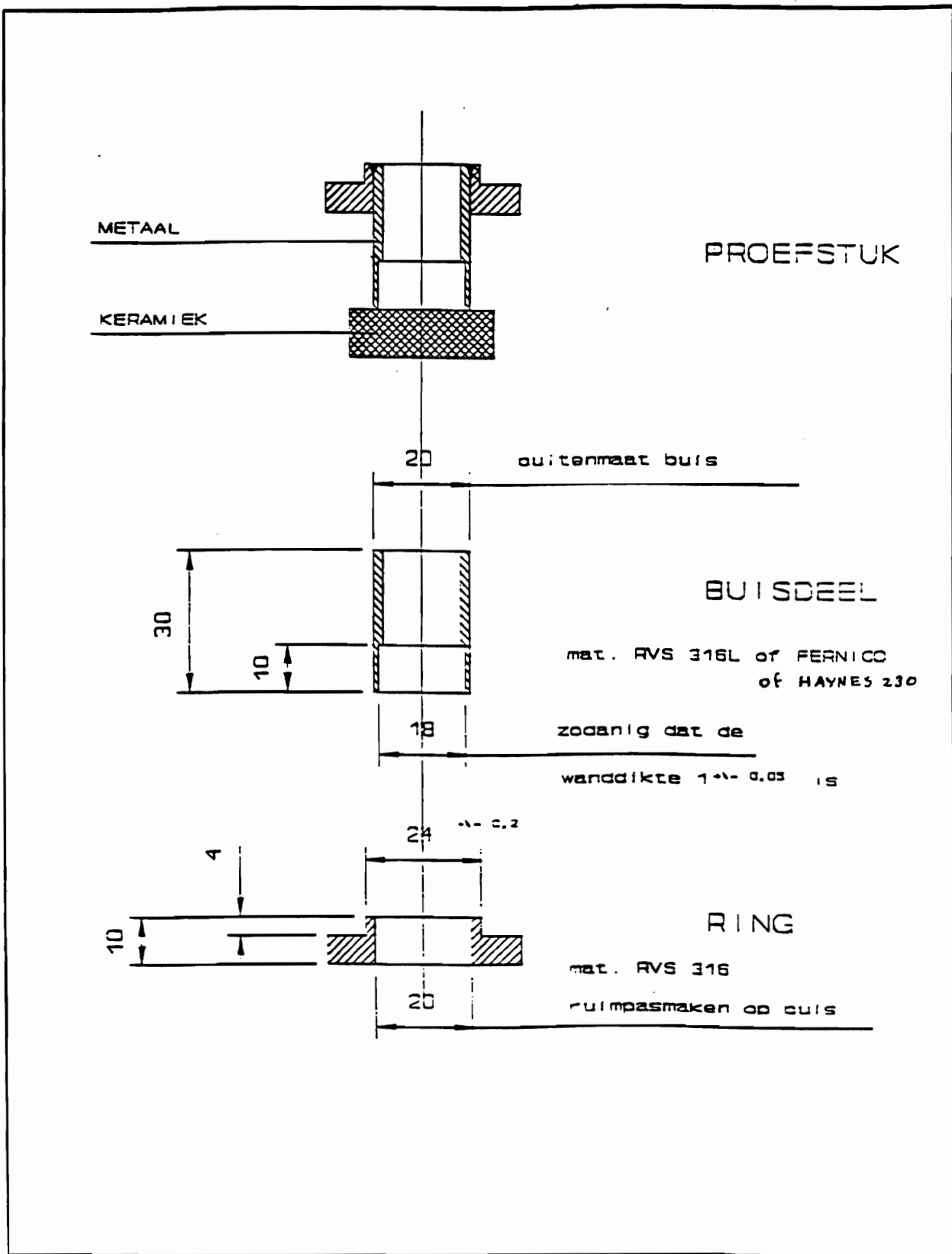


Fig. 3. Proefstukvorm voor diffusielasproeven

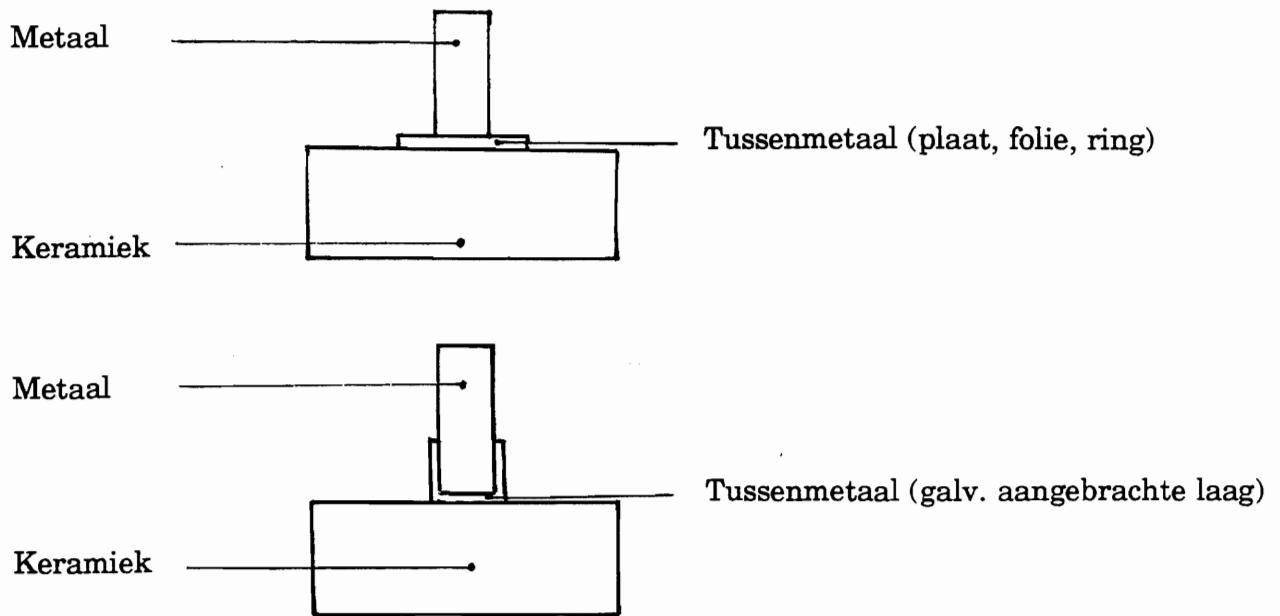


Fig. 4 Proefstukvorm voor het diffusielasan (toegepast in de HF inductief verhittings-installatie onder vacuüm en in de vacuümoven)

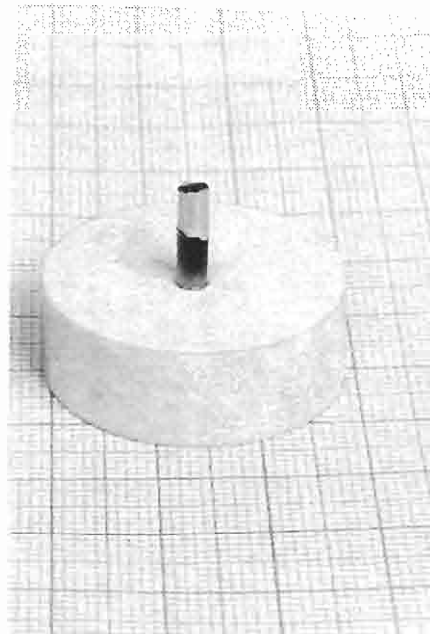


Fig. 5. Diffusielasverbinding tussen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -AISI 316L; als tussenlaag is een galvanisch aangebrachte Cu laag op het RVS toegepast. Procesparameters:  $1050^\circ\text{C}$ -60 min-5MPa

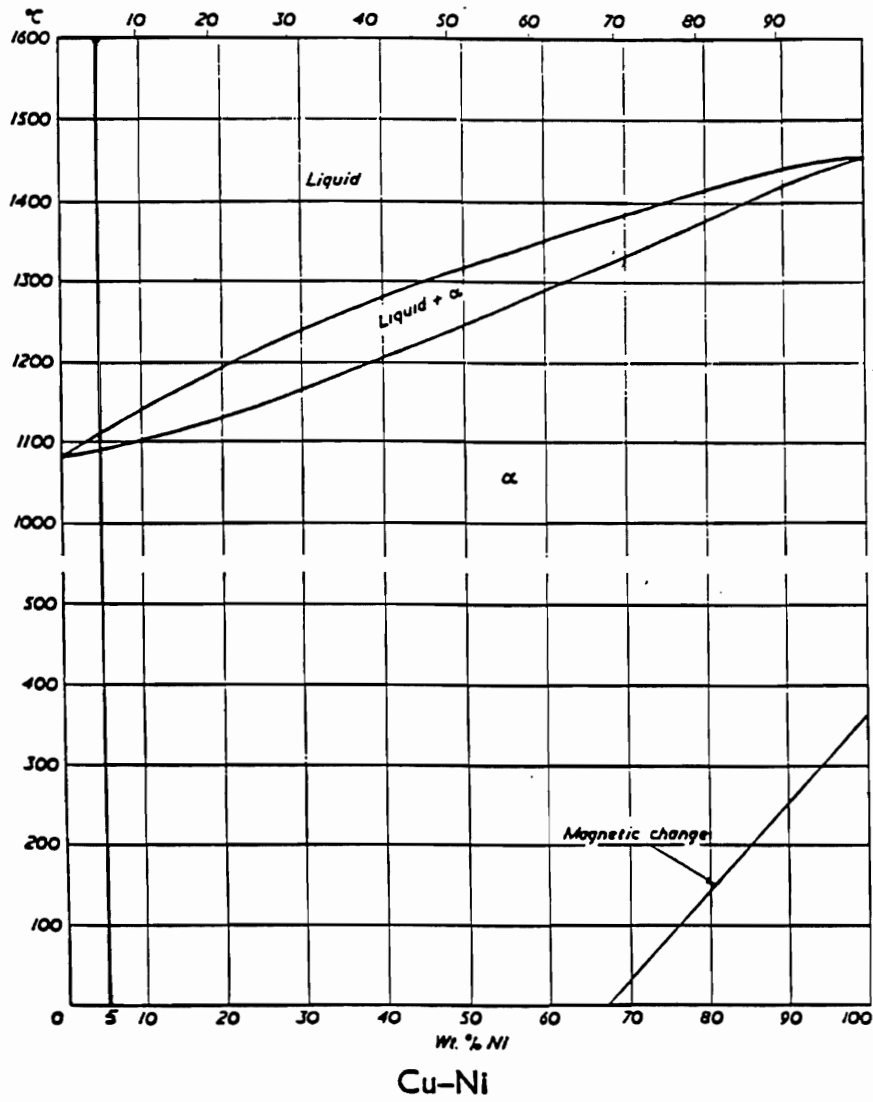


Fig. 6. Fasediagram CuNi  
 Smelttraject CuNi5: ca. 1090-1110°C  
 Smelttraject CuNi10: ca 1100-1130°C

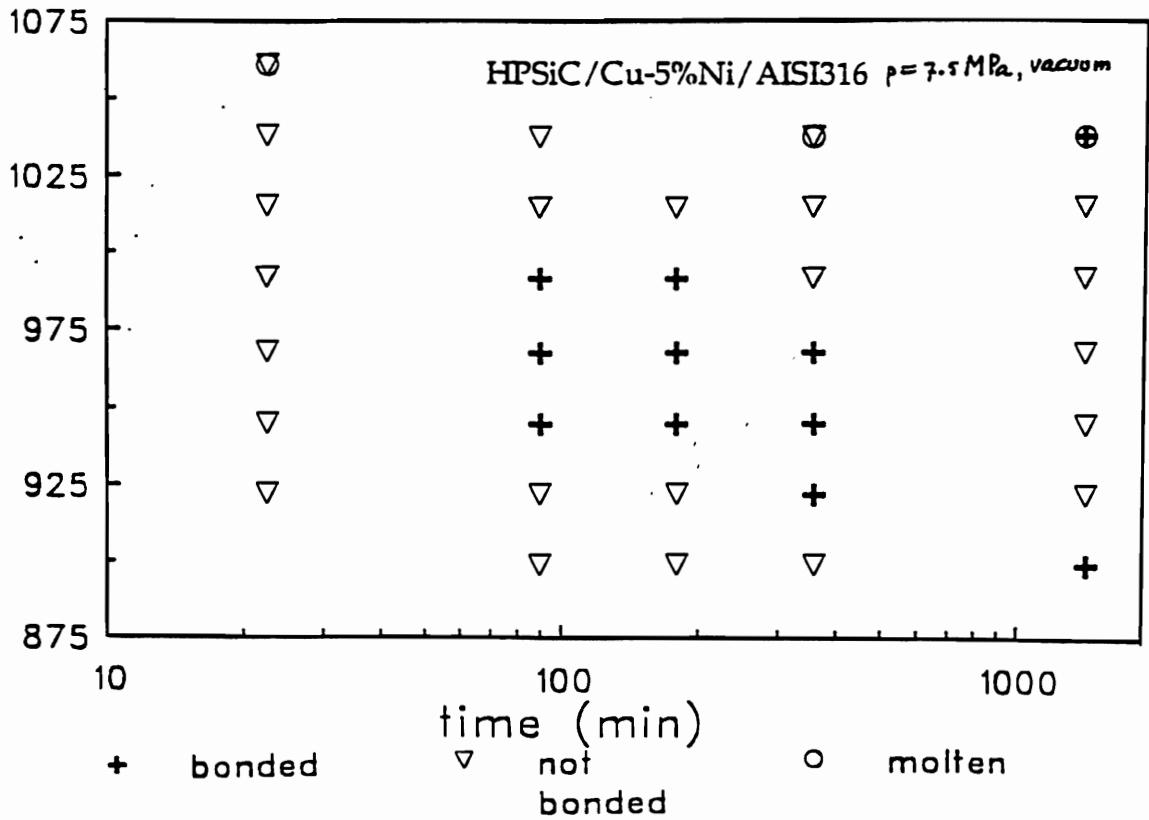


Fig. 7 Temperatuur-tijd gebied (aangegeven met + tekens) waarbinnen verbindingen werden verkregen bij  $p=7,5 \text{ MPa}$  [2]

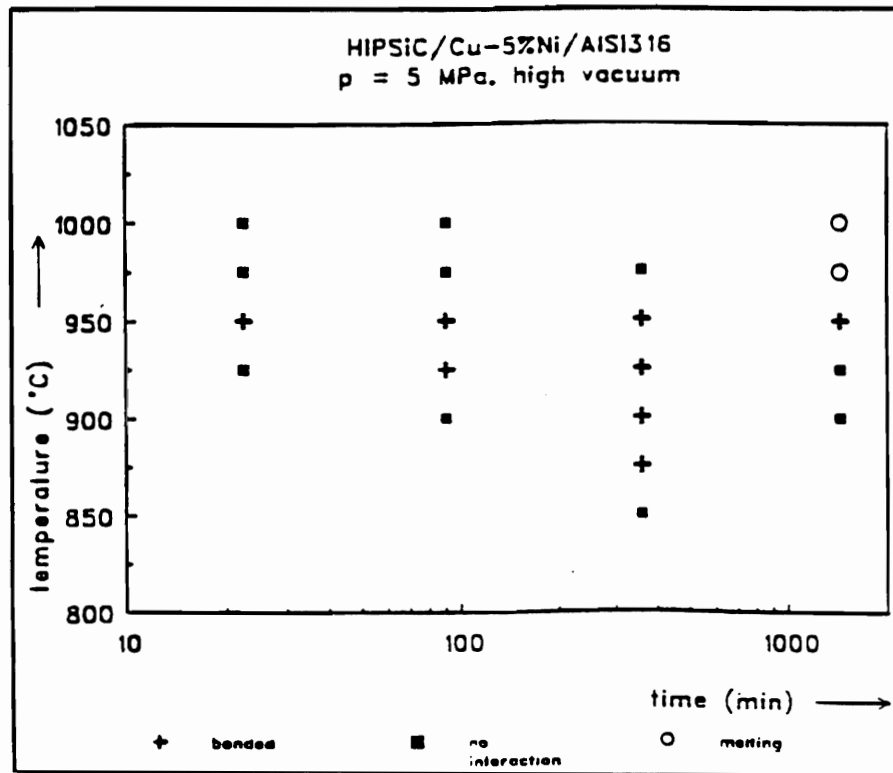


Fig. 8 Temperatuur-tijd gebied (aangegeven met + tekens) waarbinnen verbindingen werden verkregen bij  $p=5 \text{ MPa}$  [2]

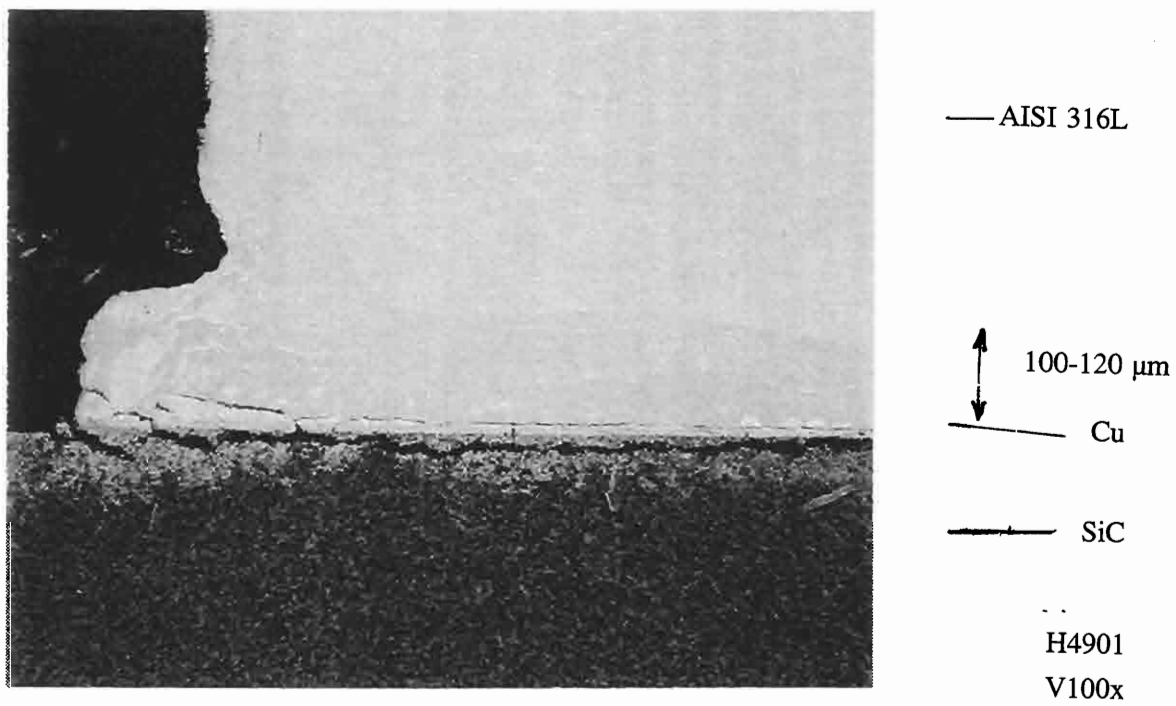


Fig. 9a Doorsnede SiC-Cu-AISI 316L

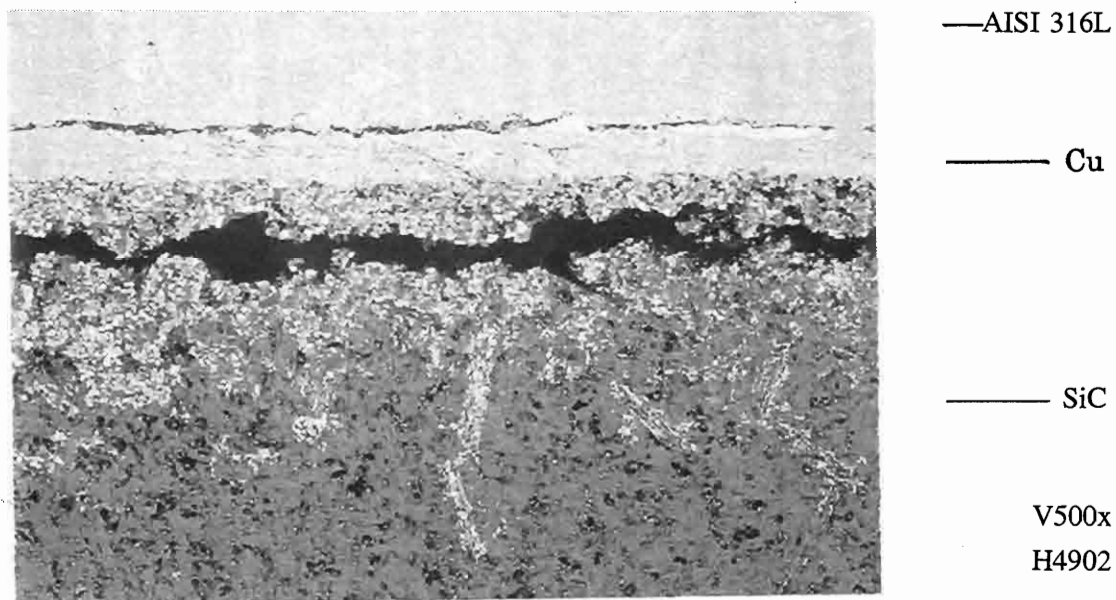


Fig. 9b Detail van fig. 9a

Fig. 9 HIP Si C-Cu-AISI 316L; 950°C-6h-5MPa

Voor de combinatie Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> geldt het volgende model; tijdens het diffusiëren komt alleen plastische deformatie voor in het metaal. Het Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> heeft een oppervlak bestaand uit scherpe, gladde ruwheden - in de ideale vorm - met een conische symmetrie. Hierdoor kan het verbindingsproces in twee stappen worden verdeeld:

1e stap: het ontstaan van een kegelvormige indrukking ("deuk") ("conical punch") in het metaal

2e stap: het dichtgroeien van een symmetrisch gevormd gat ("void") aanwezig in het metaal t.g.v. diffusie aan het grensvlak.

Het model van een metaal/keramiek diffusie-verbinding (Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) wordt weergegeven in figuur 1 (zie bijlage).

Dit is een vereenvoudigd model; voor het diffusiëren van SiC met bijv Ni is de situatie ingewikkelder daar diffusie optreedt tussen SiC en Ni en chemische verbindingen (reactielagen) kunnen worden gevormd.

Op meer aanschouwelijke wijze worden de verschillende stadia bij het vormen een keramiek-metaal verbinding in figuur 2 weergegeven.

Naast de temperatuur, de toegepaste tijd en de druk speelt de oppervlakteruwheden van het keramiek een belangrijke rol; tevens is het belangrijk in een beheerste atmosfeer te werken ter voorkoming van diffusiebelemmerende oxyde aan het oppervlak (diffusiebarrières). Met opzet worden enkele keramiek-metaalcombinaties gekozen waarmee het bovengenoemde is te demonstreren.

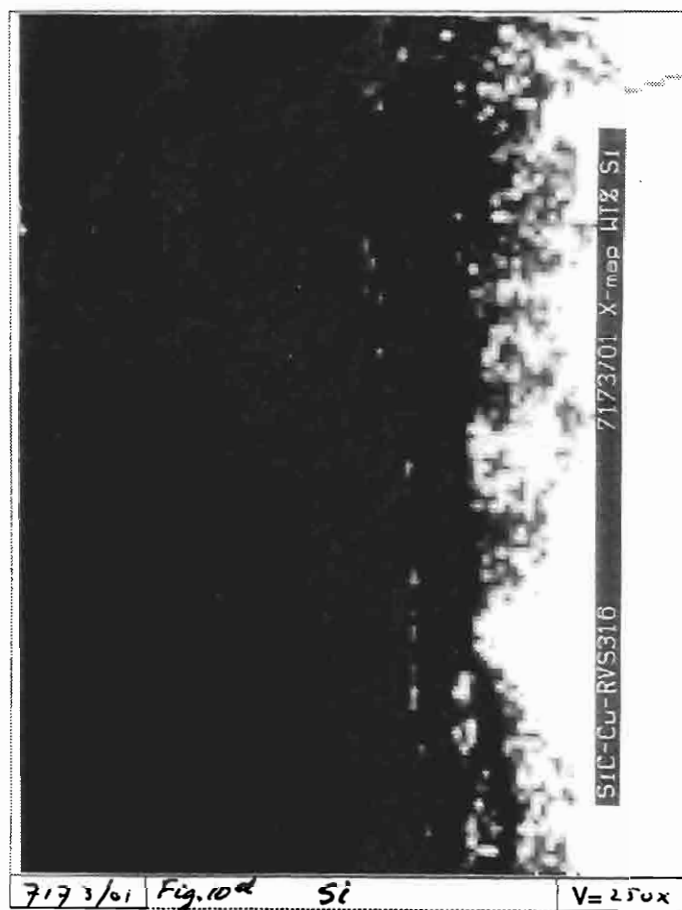
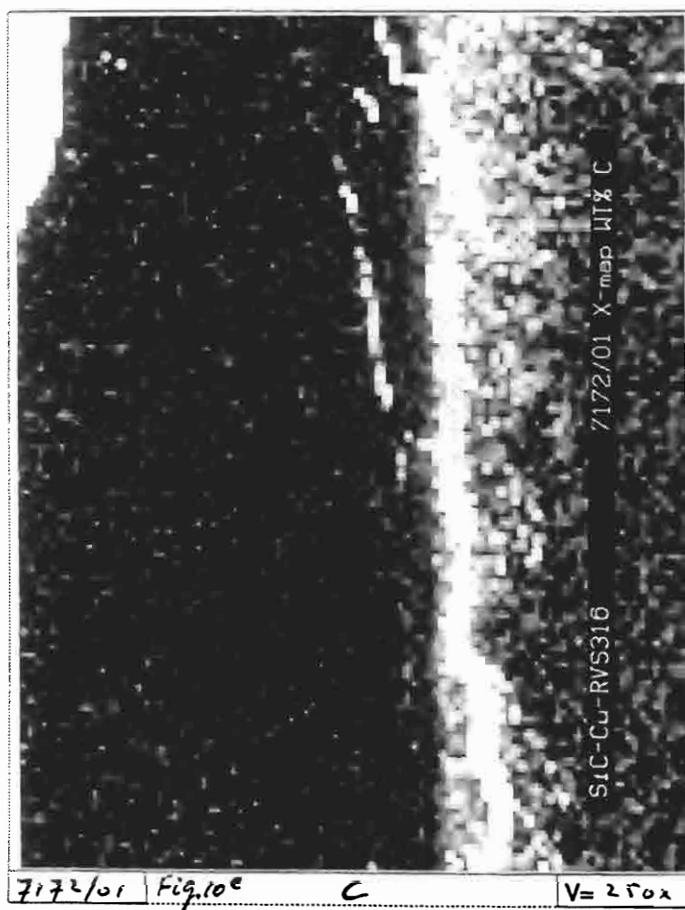
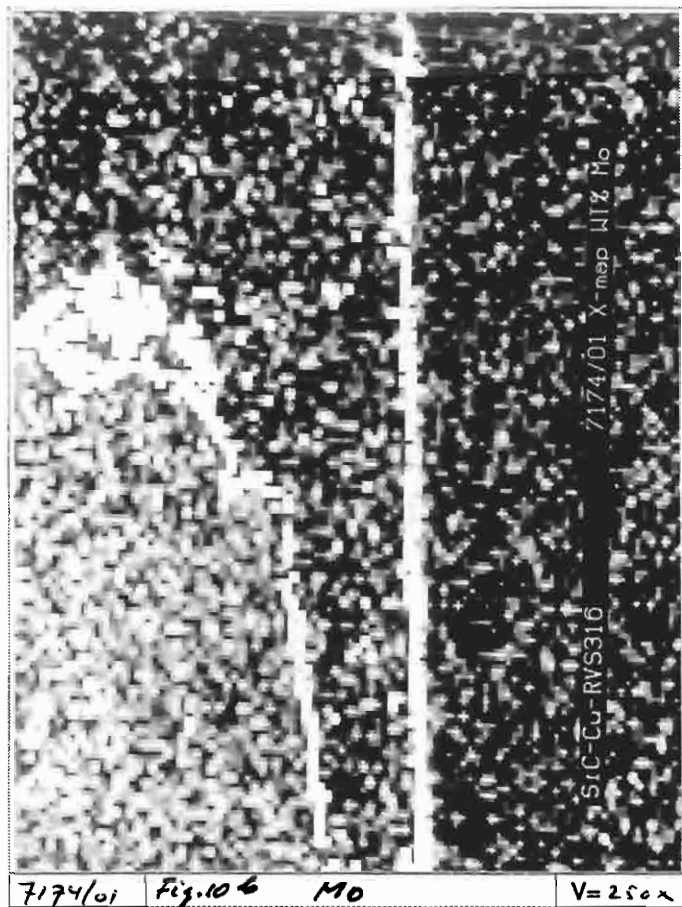
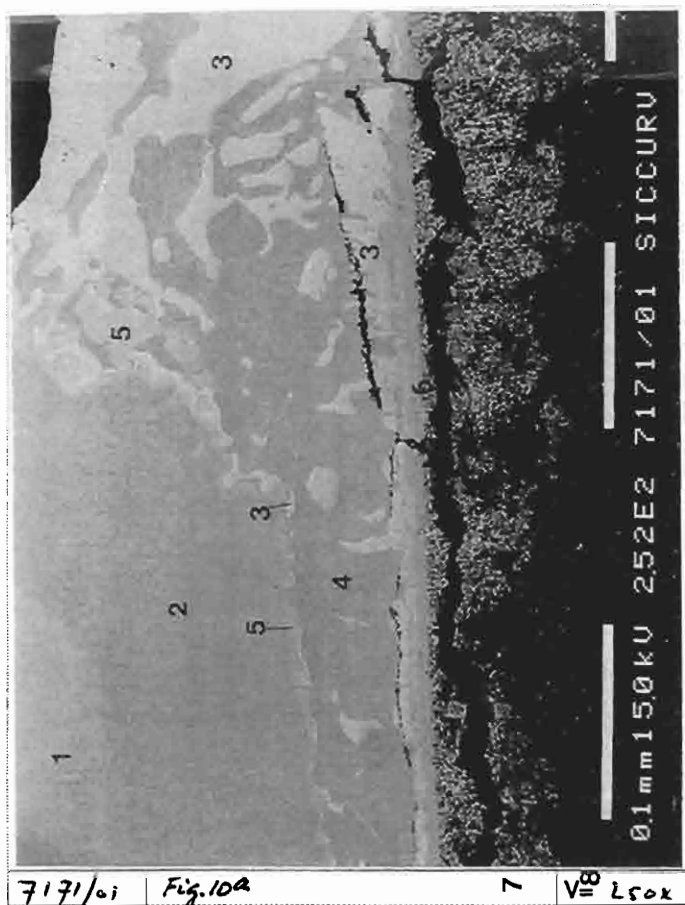
Als "rode draad" worden er enkele materialen toegepast die ook in het programma "Thermocompressieverbinden" en in het programma "Actief vacuüm solderen van technische keramiek" worden gebruikt.



Fig. 10a t/m 10d HIP SiC-Cu-AISI 316L verbinding

Fig. 10a toont de in de grenslaag aanwezige fasen; voor de beschrijving van de diverse fasen zie blz. 24

Fig. 10b t/m 10d tonen resp. de Mo-, C- en Si-verdeling in de grenslaag



Fasenbeschrijving bij de nummers op fig. 10a:

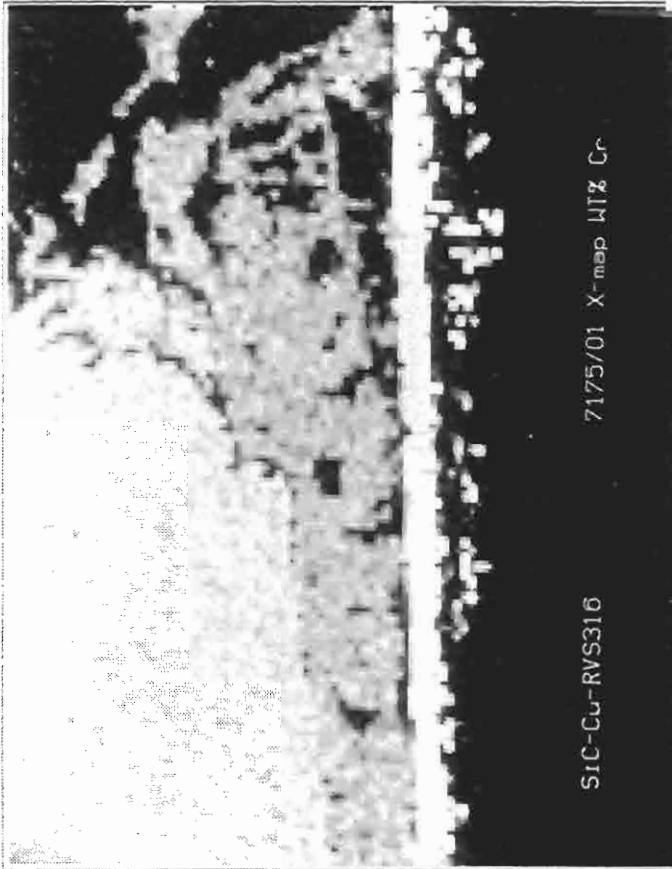
- 1) Oorspronkelijke AISI 316L
- 2) Ni, Cr-verarmde en Si-verrijkte zône v/h staal
- 3) Cu met Ni verrijkt
- 4) Cr, Mo-verarmde en Si-verrijkte zône v/h staal met veel Cr, Si, Mo- houdende uitscheidingen (vermoedelijk carbiden)
- 5) Mo-verrijkte zône tussen 2) en 4)
- 6) Mo, Cr, Si-verrijkte en Fe, Ni-verarmde zône (vermoedelijk carbiden)
- 7) Cu, Ni (+wat Cr, Fe) verrijkte zône in het SiC
- 8) oorspronkelijke SiC

Scheuren zijn aanwezig in zône 7 en tussen 3 en 4

Fig. 10e t/m 10h HIP SiC-Cu-AISI 316L verbinding

Scheuren zijn aanwezig in zône 7 en tussen 3 en 4

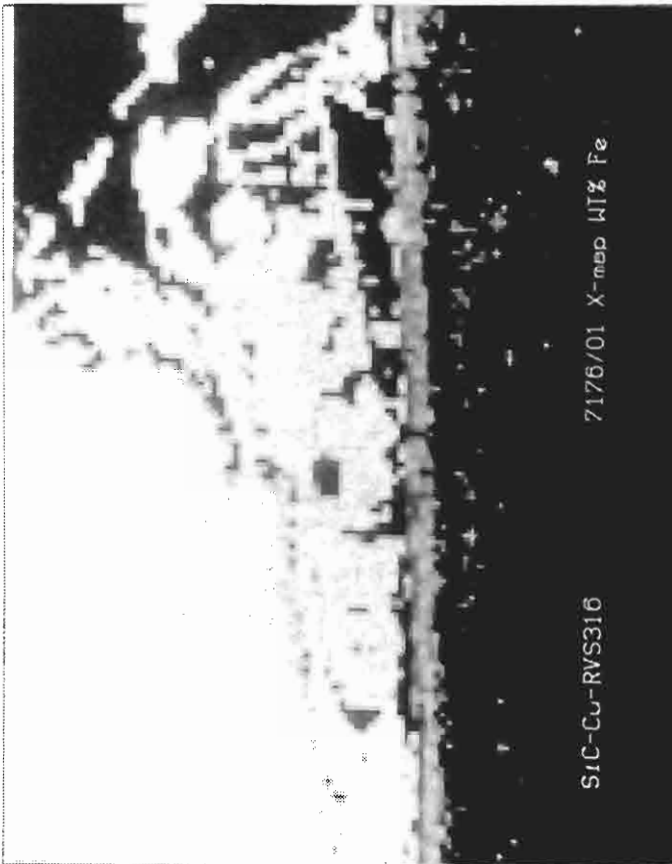
Fig. 10e t/m 10h tonen resp. de Cr-, Cu-, Fe- en Ni-verdeling in de grenslaag



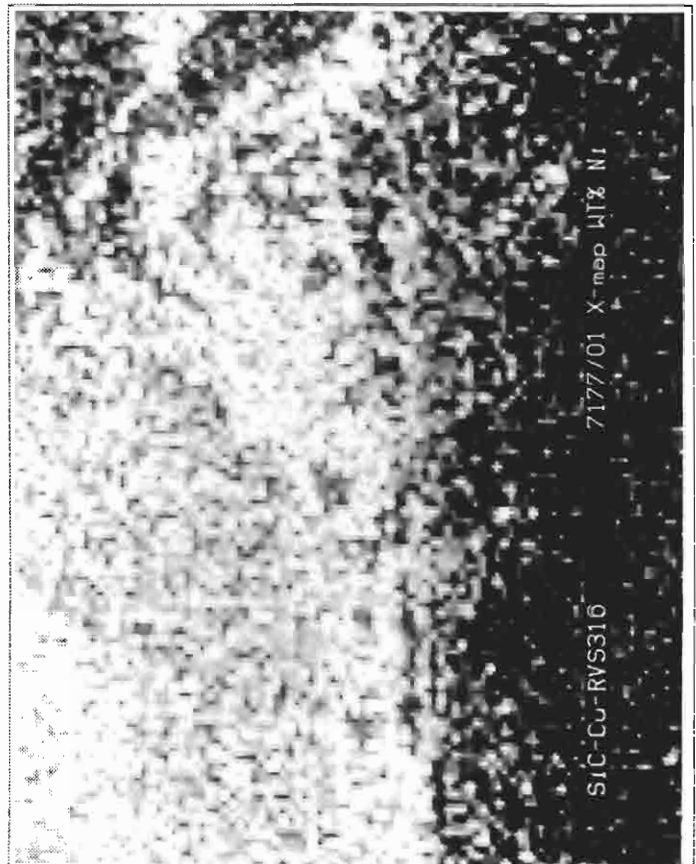
7175/01 Fig. 10e Cr V=250x



7178/01 Fig. 10f Cu V=250x



7176/01 Fig. 10g Fe V=250x



7177/01 Fig. 10h Ni V=250x