

R1095

Onderzoeksprojecten

NIL project:  
HOOGTEMPERATUURSOLDEREN

PROCESBEHEERSING: BEÏNVLOEDING  
VAN HET BASISMATERIAAL DOOR DE  
SOLDEERCYCLUS (VERVOLG)



Nederlands Instituut  
voor Lastechniek

Krimkade 20  
2251 KA Voorschoten

Vestiging Apeldoorn (Onderzoek)  
Postbus 341 7300 AM Apeldoorn

Auteur: C.C.J. Kaasschieter - TNO-MI

doc.nr.: TC-I-A-542/94

Maart 1994

Rapport

TC-I-A-542/94

PROCESBEHEERSING: BEÏNVLOEDING VAN HET BASISMATERIAAL DOOR DE SOLDEERCYCLUS  
(VERVOLG)

Bestemd voor:

Nederlands Instituut voor Lastechniek

Krimkade 20

2251 KA VOORSCHOTEN

Ter attentie van de voorzitter en de leden van de NIL-Subcommissie TC-I-A  
"Hoogtemperatuursolderen"

Samengesteld door: ing. C.C.J. Kaasschieter

Namens de werkgroep "Procesbeheersing / Kwaliteitsborging" bestaande uit:

J.H.F.G. Lipperts	ABB
M.W. Brieko	ECN
C.C.J. Kaasschieter	TNO-MI
H.H. van der Sluis	TNO-MI
K.H. Kroon	KSLA
M de Wit	KSLA
P. Hanenburg	P.M.F.
R.J. Zaalberg	Thomassen
R. Peereboom	V.S.C.

Datum : Maart 1994

Opdrachtnummer : 33.2.1087

Oplaag : 45

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

## SAMENVATTING

Als vervolg op reeds uitgevoerd onderzoek naar de invloed van de soldeercyclus en een eventuele nagloeibehandeling, hetgeen gerapporteerd is in TC-I-A-504-92, zijn met drie (X20Cr13, 17-4-PH en AISI 316L) van de vier materialen aanvullende proeven uitgevoerd. Dit is voor de materialen X20Cr13 en 17-4-PH gedaan om de juiste nabehandelingstemperatuur (ontlaat- c.q. precipitatieteratuur) te bepalen voor het zoveel mogelijk herstellen van de uitgangsstructuur en de daarbij behorende mechanische eigenschappen. Voor het AISI 316L materiaal lag er nog een vraag over de toename van uitscheidingen langs de korrelgrenzen als gevolg van het doorlopen van de soldeercyclus.

## Samenvatting

	Inhoud	Pagina
1	INLEIDING	4
2	UITVOERING	5
3	RESULTATEN	6
3.1	Gloeiproeven en hardheidsmetingen	6
3.2	Kerfslagproeven	7
3.3	Metallografisch onderzoek	10
4	CONCLUSIE	15

## 1 INLEIDING

In het kader van het TC-I-A-programma 1991-1993 is reeds onderzoek uitgevoerd op vier materiaaltypen ter bepaling van de invloed van de soldeerbehandeling op de mechanische eigenschappen van het basismateriaal.

De betreffende vier materiaaltypen zijn:

- X20Cr13 staal (1.4021)
- 17-4 PH roestvast staal (1.4548)
- Ti6Al4V (AMS 4928)
- AISI 316L (1.4404)

Het onderzoek op deze vier materialen is gerapporteerd in rapport TC-I-A-504-92.

In dit onderzoek kwam naar voren, dat bij het X20Cr13 de ontlaattertemperatuur te laag en bij het 17-4-PH de precipitatietermperatuur te hoog was geweest. Deze verkeerde keuze is ontstaan, daar ten tijde van het maken van een keuze onvoldoende gegevens van de betreffende materialen aanwezig waren. Bovendien vertoonde het AISI 316L niet nader geïdentificeerde uitscheidingen na het doorlopen van de soldeercyclus.

Op twee van de vier materialen, namelijk X20Cr13 en 17-4-PH, is derhalve aanvullend onderzoek uitgevoerd ter bepaling van de juiste ontlaat- respectievelijk precipitatietermperatuur voor het verkrijgen van structuur- en mechanische eigenschappen die (nagenoeg) overeenkomen met die van het basismateriaal.

## 2 UITVOERING

In dit aanvullende onderzoek zijn alleen kerfslagproeven in drievoud en hardheidsmetingen uitgevoerd op twee warmtebehandelde materialen, namelijk X20Cr13 en 17-4-PH. Voor het 17-4-PH is dit eveneens nog voor het uitgangsmateriaal gedaan, daar voor dit onderzoek materiaal uit een andere charge is gebruikt. De kerfslagstaven zijn op dezelfde manier uit het materiaal X20Cr13 genomen als bij het vorige onderzoek; dit geldt niet voor het 17-4-PH, waar een nieuw stuk materiaal is onderzocht. Het materiaal 17-4-PH is als een schijf van  $\varnothing$  300 mm met een dikte van 34 mm geleverd. De wijze van uitnemen van de kerfslagstaven wordt gegeven in figuur 1, waarbij twee serie proefstukken (één voor de uitgangstoestand en één voor de gegloeide toestand) boven elkaar uit het materiaal zijn uitgenomen.

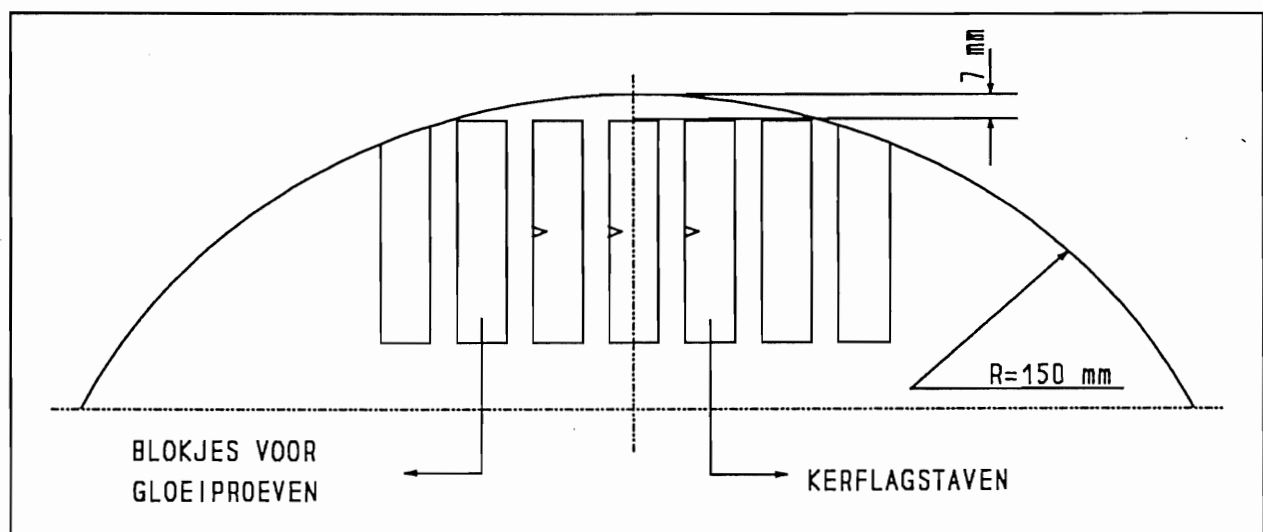
Voor het bepalen van de optimale ontlaat- en precipitatietermperatuur zijn bij verschillende temperaturen warmtebehandelingen uitgevoerd, waarna in eerste instantie alleen de hardheid is gemeten.

Aan de hand van de hardheidswaarde die het dichtst bij die van het materiaal in uitgangstoestand ligt, is een keuze gemaakt voor de meest geschikte warmtebehandelingstemperatuur.

De uitgevoerde warmtebehandelingen in het vooronderzoek zijn voor:

- X20Cr13
  - soldeerbehandeling op 1150°C (ongewijzigd);
  - ontlaatbehandeling op 700°C, 740°C en 760°C;
- 17-4-PH
  - soldeerbehandeling op 1040 °C (ongewijzigd);
  - precipitatiëbehandeling op 550°C en 530°C;

Aanvullend is er eveneens metallografisch onderzoek uitgevoerd, zowel op het X20Cr13 als op het 17-4-PH en (na-onderzoek) op het AISI 316L.



**Figuur 1** Wijze waarop de proefstukken uit de 17-4-PH-schijf zijn genomen

## 3 RESULTATEN

Alle warmte-en gesimuleerde soldeerbehandelingen zijn in een vacuümoven uitgevoerd.

De veranderingen van de eigenschappen van de te solderen metalen als gevolg van de soldeercyclus zijn bepaald door middel van:

- hardheidsmetingen;
- kerfslagproeven;
- structuuronderzoek.

## 3.1 Gloeiproeven en hardheidsmetingen

De resultaten van de gloeiproeven voor het bepalen van de meest geschikte warmtebehandelings-temperatuur na het solderen, zijn weergegeven in tabel 1.

Tabel 1: Resultaten vooronderzoek

<b>X20Cr13</b>				
Warmtebehandeling		Hardheid		Opmerkingen
Sold.cyclus	Ontl./Prec.temp. °C	HV20	HV5	
-	-	251		uitgangstoestand
X	-	523 <sup>1)</sup>	525 <sup>1)</sup>	1) uit eerder onderzoek
X	650 (2 uur)	307 <sup>1)</sup>		1) uit eerder onderzoek
X	700 (2 uur)		279	
X	740 (2 uur)		263	
X	760 (2 uur)		255	meest geschikte ontlaattertemperatuur
<b>17-4-PH</b>				
-	-	383	366*	uitgangsmateriaal
X	-	345 <sup>1)</sup>	326*	1) uit eerder onderzoek
X	640 (6 uur)	319 <sup>1)</sup>		1) uit eerder onderzoek
X	550 (6 uur)		368*	meest geschikte precipitatiertemp.
X	530 (6 uur)		379*	

\* - materiaal van een andere charge

Het resultaat van deze gloeiproeven is dat voor:

- het X20Cr13 een ontlaattemperatuur van **760°C** een hardheidswaarde oplevert, die overeenkomt met die van het materiaal in uitgangstoestand;
- het 17-4-PH een precipitatieterperatuur van **550°C** een hardheidswaarde oplevert, die overeenkomt met die van het materiaal in uitgangstoestand.

### 3.2 Kerfslagproeven

In de uitgangstoestand en na een aantal warmtebehandelingen, inclusief de soldeercyclus, zijn kerfslagproeven uitgevoerd om verschillen in mechanische eigenschappen te bepalen.

De resultaten van de aanvullende proeven zijn toegevoegd aan de reeds gerapporteerde gegevens (rapport TC-I-A-504-92) en weergegeven in de tabellen 2 en 3.

Over de kerfslagproefresultaten kan het volgende worden opgemerkt voor:

- X20Cr13 de kerfslagwaarde na het ontlaten op 760°C is aanzienlijk gedaald van 69 J tot 34 J hetgeen nog wel boven de grenswaarde van 20 J ligt;
- 17-4 PH de kerfslagwaarde na de precipitatie-behandeling op 550°C is nagenoeg gelijk gebleven aan die van het materiaal in uitgangstoestand, alleen dient wel gesteld worden dat de gevonden kerfslagwaarden laag zijn en onder de grens van 20 J liggen.

Samengevat kan worden dat voor het:

- X20Cr13 de materiaaleigenschappen door de soldeerbehandeling gevolgd door de ontlaat-behandeling enigszins zijn benadeeld, vermoedelijk ten gevolge van de korrelgroei, hetgeen afgeleid wordt aan de daling van de kerfslagwaarde van 50%;
- 17-4-PH de materiaaleigenschappen door de soldeerbehandeling gevolgd door de precipitatie-behandeling nauwelijks zijn benadeeld, hetgeen afgeleid wordt uit het gelijkblijven van de kerfslagwaarde.





Tabel 3 : Materiaalgegevens voor 17-4 PH (1.4548)

Conditie	Bron gegevens	Ontlaat/ prec.temp. °C	Ontlaat/ prec.tijd uren	R <sub>0,2</sub> MPa	R <sub>m</sub> MPa	A %	Z %	Charpy-V J	Hardheid	
									HV	HB
Volgens opgave leverancier										
Lever.toest. min.eisen	Cert. Böhler (1ste) (2de)			>1000 >1000	>1070 >1070	11 >10	40	>30		332-352
Leveringsstoestand (1ste)	" "			1070	1098	16	60			332-352
Leveringsstoestand (2de)	" "			1144 (R) 1138 (T)	1197 1178	10,4 10,6	50 45	31 32		- 36,5H <sub>RC</sub>
Volgens onderzoek-resultaten										
Uitgangstoestand (1ste)	TNO-MI			1115	1140	11	45	17		383
Na sold.cyclus + prec.beh.	"	640	6	598	943	16	68	112		319
Uitgangstoestand (2de)	TNO-MI			-	-	-	-	13		366
Na sold.cyclus + prec.beh.	"	550	-	-	-	-	-	14		368
Volgens literatuur / handboeken										
Min. eisen H1025	Prod.data Armco	552	4	1000	1069	12	45			331-401
Min. eisen H1075	" "	579	4	862	1000	19	45			302-375
Min. eisen H1150	" "	621	4	724	931	18	50			277-362
H1075 (langricht.)	" "	552-579	4	1034	1138	16	58			332-352
H1150 (langricht.)	" "	621	4	862	1000	19	60			311

### 3.3 Metallografisch onderzoek

#### *CHEMISCHE ANALYSE*

Daar het onderzochte materiaal 17-4-PH uit een andere charge afkomstig was, dan het materiaal uit het voorgaande onderzoek, is voor de zekerheid eveneens de chemische samenstelling bepaald. Deze luidt als volgt, uitgedrukt in gewichtsprocenten: 0,036 C, 0,31 Si, 0,003 S, 0,027 P, 0,76 Mn, 4,19 Ni, 16,01 Cr, 0,26 Mo, 0,114 V, 2,92 Cu, 0,055 W, 0,006 Ti, 0,073 Co, 0,02 Al, 0,23 Nb.

Deze samenstelling komt nagenoeg overeen met die van het materiaal van het vorige onderzoek, met kleine afwijkingen Ni 0,12% hoger, Cr 0,6% hoger, Si 0,07% hoger, P 0,015% hoger, Cu 0,25% lager, Nb 0,06% lager.

#### *STRUCTUUR-ONDERZOEK*

Van preparaten van het materialen 17-4-PH in uitgangstoestand (van X20Cr13 was dit reeds uitgevoerd) en na een gesimuleerde soldeercyclus op beide materialen inclusief een ontlaat- of precipitatiégloeibehandeling, zijn structuuroptnamen gemaakt.

De resultaten zijn weergegeven in figuren 2 t/m 5.

Over de resultaten van het structuuronderzoek kan het volgende worden opgemerkt voor:

- X20Cr13 de uitgangstoestand (fig.2a en b) vertoont een ontlaatstructuur; de toestand na het warmtebehandelen (fig.3a en b) vertoont een duidelijke korrelgroei, hetgeen tot gevolg heeft gehad dat de kerfslagwaarde met 50% is gedaald ten opzichte van de waarde van het materiaal in uitgangstoestand;
- 17-4 PH de uitgangstoestand (fig.4a en b) vertoont een normale martensitische precipitatiestructuur met weinig precipitaten; de lichte veldjes zijn rest ferriet; de toestand na het warmtebehandelen (fig.5a en b) vertoont nagenoeg dezelfde structuur, hetgeen zich ook laat vertalen in een nagenoeg dezelfde kerfslagwaarde.

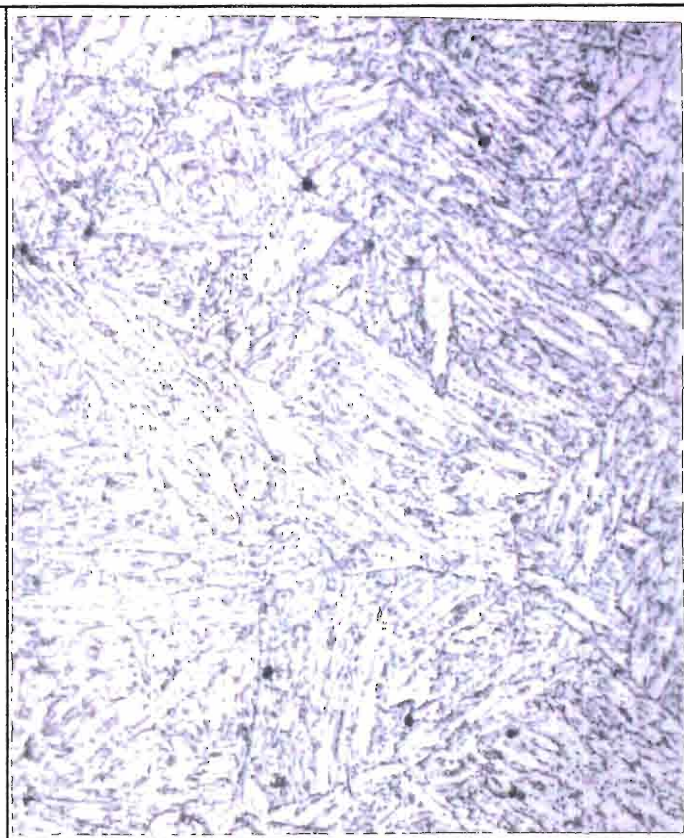
Samengevat kan worden dat wat de structuur van de materialen betreft in uitgangstoestand én na een gesimuleerde soldeercyclus gevolgd door een ontlaat- of precipitatiégloeibehandeling voor de onderzochte materialen geldt, dat voor:

- X20Cr13 de opgetreden korrelgroei, na de gesimuleerde soldeerbehandeling gevolgd door een ontlaat-gloeibehandeling, verantwoordelijk is voor het afnemen van de kerfslagwaarde, die is echter met een gloeibehandeling niet meer te herstellen;
- 17-4-PH de structuur, na de gesimuleerde soldeerbehandeling gevolgd door een precipitatiégloeibehandeling, nagenoeg weer overeenkomt met die van het materiaal in uitgangstoestand, hetgeen zich ook uit in het gelijkblijven van de kerfslagwaarde.



H1626	uitg.toestand	V=200x
-------	---------------	--------

Figuur 2a Materiaal X20Cr13



H1627	uitg.toestand	V=1000x
-------	---------------	---------

Figuur 2b Materiaal X20Cr13



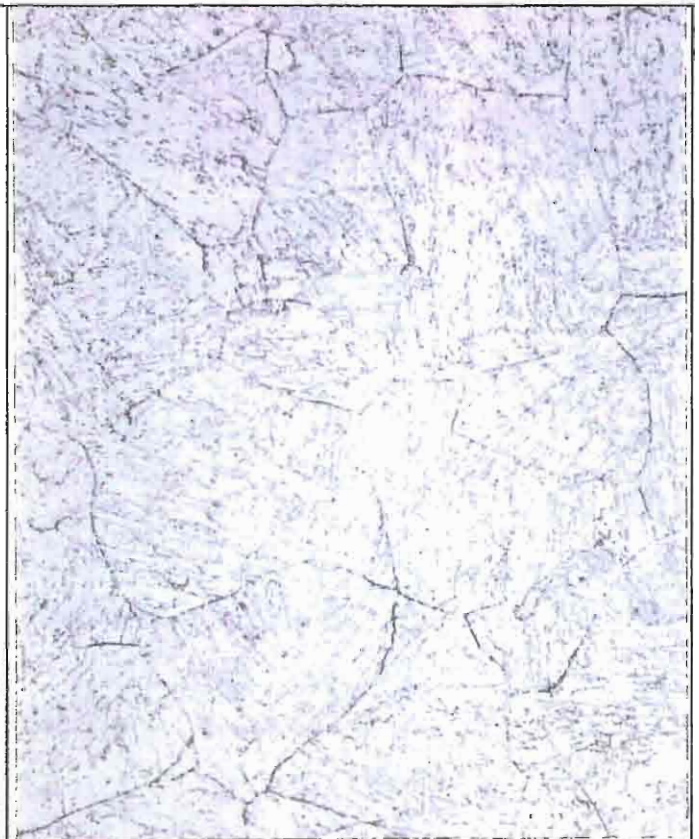
H6540	gegloeide toestand	V=200x
-------	--------------------	--------

Figuur 3a Materiaal X20Cr13



H6541	gegloeide toestand	V=1000x
-------	--------------------	---------

Figuur 3b Materiaal X20Cr13



H6542

uitg.toestand

V=200x

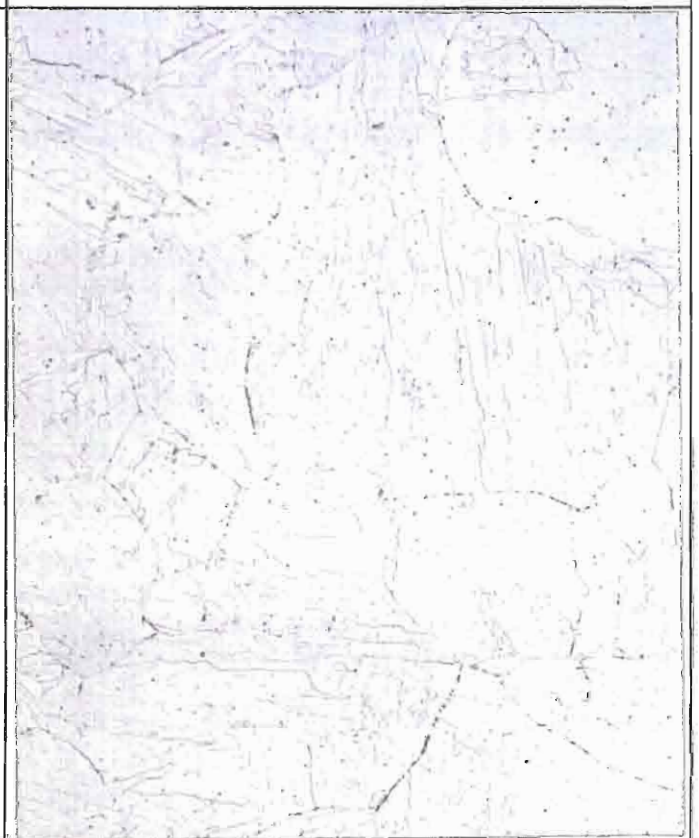
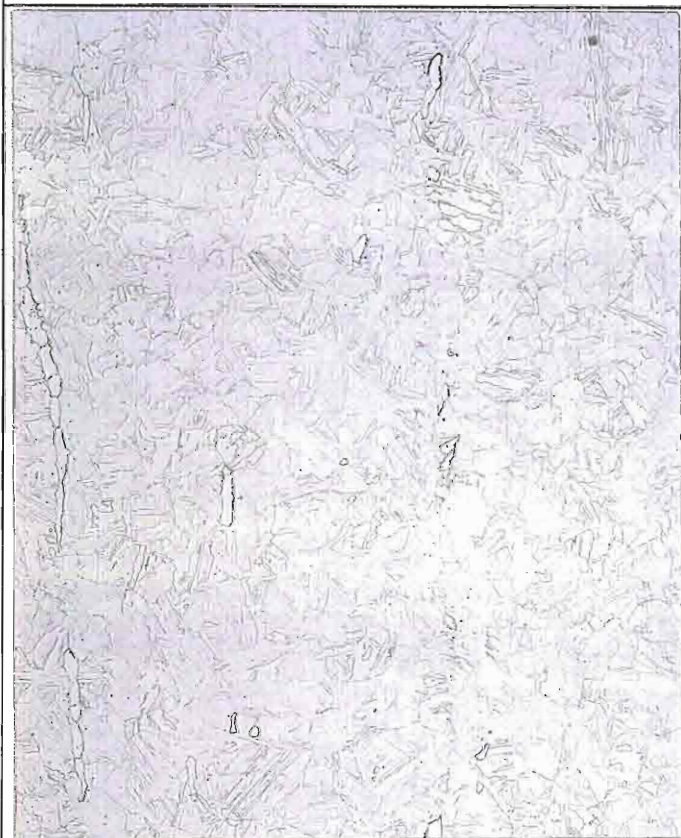
H6543

uitg.toestand

V=1000x

Figuur 4a Materiaal 17-4-PH

Figuur 4b Materiaal 17-4-PH



H6546

gegloeide toestand

V=200x

H6547

gegloeide toestand

V=1000x

Figuur 5a Materiaal 17-4-PH

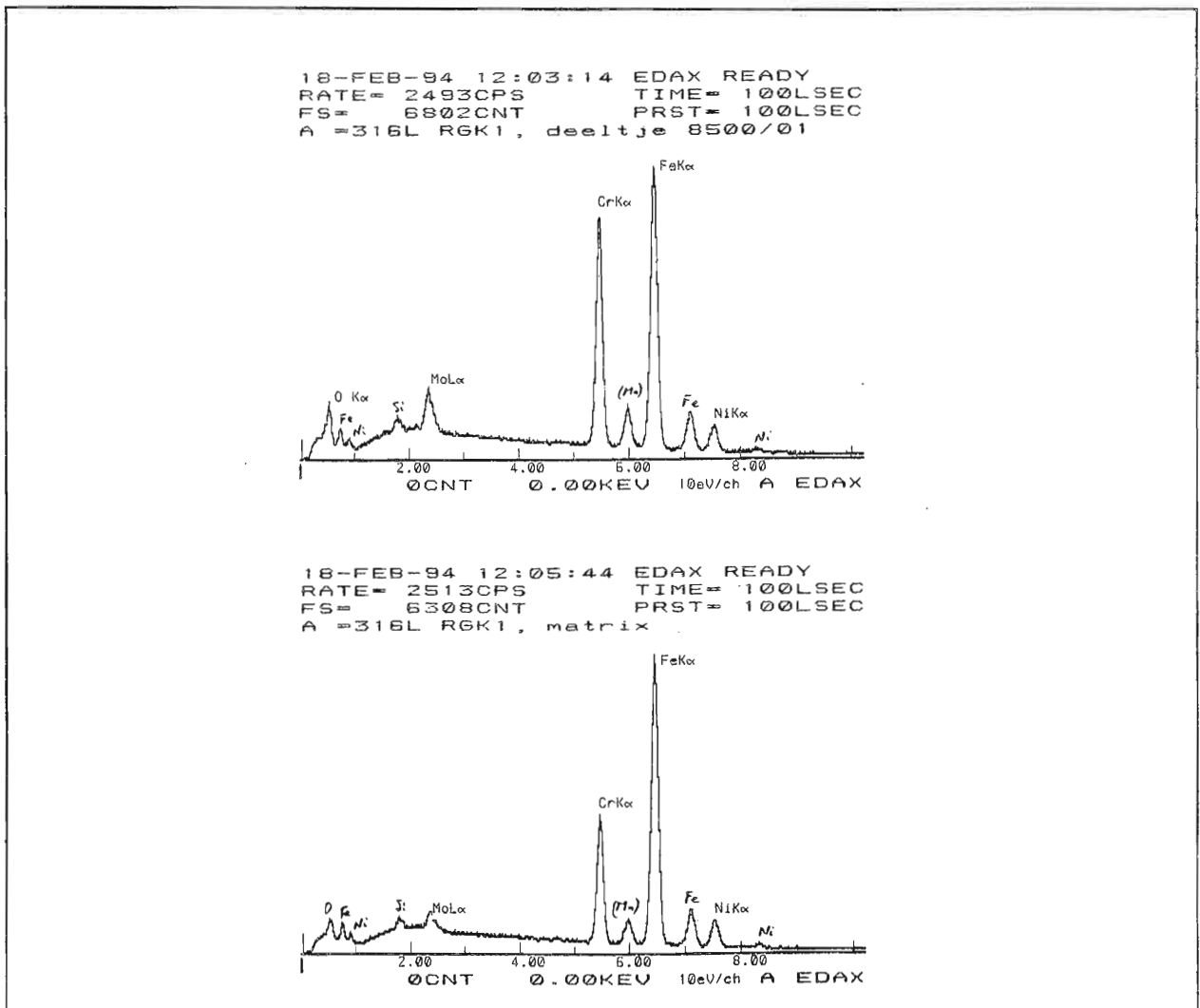
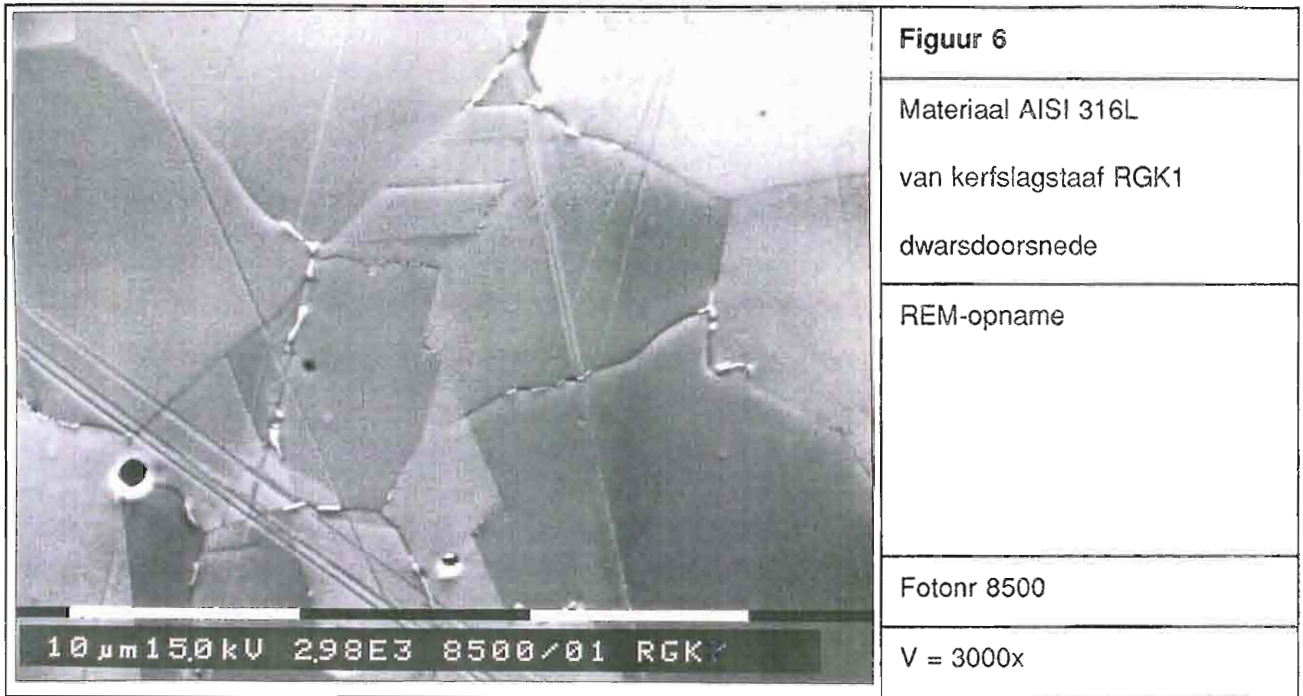
Figuur 5b Materiaal 17-4-PH

Aanvullend is er op het AISI 316L REM-onderzoek en een EDAX-analyse uitgevoerd naar samenstelling van de uitscheidingen langs de korrelgrenzen na de vacuümgloeijing (1050°C-60 min) en de daarop volgende soldeerbehandeling (750°C-210 min / 880°C-10 min / 660°C-snelkoelen).

De resultaten zijn weergegeven in de figuren 6 en 7.

Aan de hand van het onderzoek aan AISI 316L kan worden vastgesteld dat:

- de uitscheidingen langs de korrelgrenzen een verhoogd Cr-percentages bezitten, hetgeen zou kunnen duiden op de aanwezigheid van Cr-carbiden;
- er Cr aan de matrix wordt onttrokken, waardoor het Cr-gehalte plaatselijk zal verminderen met eventuele gevolgen voor de corrosiebestendigheid van het materiaal; of dit bij dit materiaal het geval is, kon niet worden vastgesteld; in de praktijk dient men wel met dit verschijnsel rekening te houden.



**Figuur 7** EDAX-analyse van AISI 316L in vacuümgegloeide- en als gesoldeerde toestand

## 4 CONCLUSIE

Over het aanvullende onderzoek op de materialen X20Cr13 (1.4021), 17-4-PH (1.4548) en AISI 316L na een gesimuleerde soldeerbehandeling eventueel gevolgd door ontlaat-gloeibehandeling voor X20Cr13 of een precipitatie-gloeibehandeling voor 17-4-PH, kan het volgende worden geconcludeerd:

**X20Cr13 (1.4021)**

De opgetreden korrelgroei, na de gesimuleerde soldeerbehandeling gevolgd door een ontlaat-gloeibehandeling op 760°C - 2 uur, is verantwoordelijk voor het afnemen van de kerfslagwaarde, die echter met een gloeibehandeling niet meer is te herstellen.

**17-4-PH (1.4548)**

De structuur, na de gesimuleerde soldeerbehandeling gevolgd door een precipitatie-gloeibehandeling op 550°C - 6 uur, nagenoeg weer overeenkomt met die van het materiaal in uitgangstoestand, hetgeen zich ook uit in het gelijkblijven van de kerfslagwaarde.

**AISI 316L (1.4404)**

Het materiaal vertoont na de gesimuleerde soldeerbehandeling een toename van uitscheidingen langs de korrelgrenzen, die een verhoogd Cr-percentages bezitten, hetgeen zou kunnen duiden op de aanwezigheid van Cr-carbiden;

Als er Cr aan de matrix wordt onttrokken, zal plaatselijk het Cr-gehalte verminderen met eventuele gevolgen voor de corrosiebestendigheid van het materiaal. Of dit bij dit materiaal het geval is, kon niet worden vastgesteld. In de praktijk dient men wel met dit verschijnsel rekening te houden.

TNO Metaalinstituut



ing. C.C.J. Kaasschieter

voor accoord:



ir. H.H. van der Sluis