

Hoogtemperatuur Vacuum Solderen – Diffusiesolderen

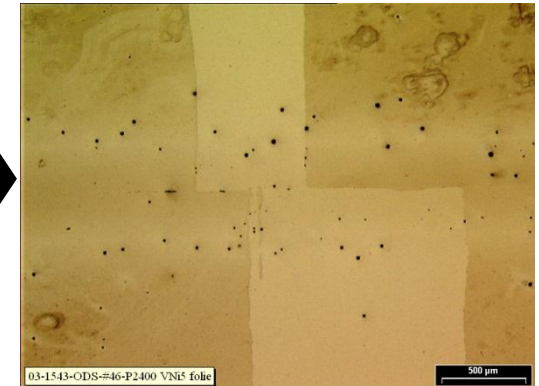
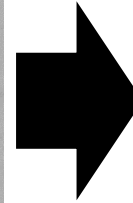
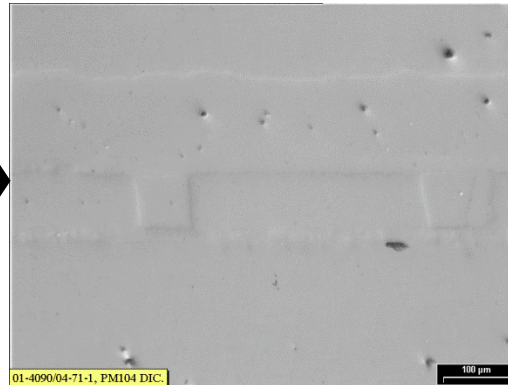
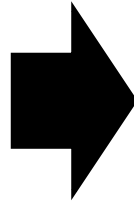
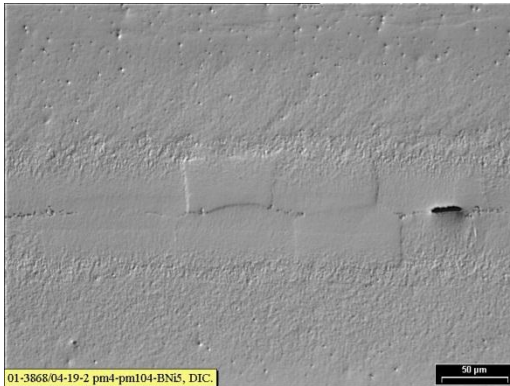
Een hoogwaardige verbindingstechniek

Erik Schuring-IWE
ECN-E&EE

Antwerpen
24-25 November 2015
ECN-L--15-077

Inhoud

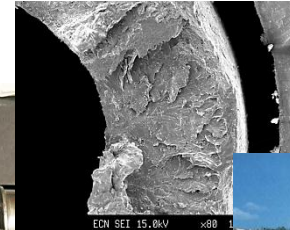
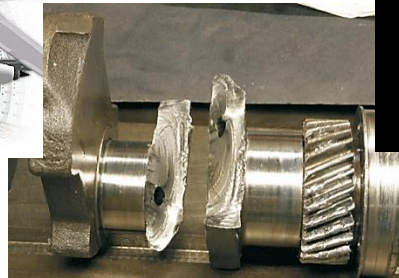
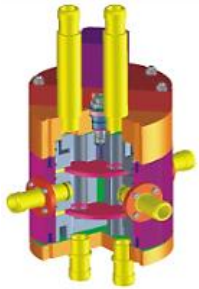
- Introductie ECN / TC1a / VeMet
- Introductie Hoogtemperatuur Vacuüm solderen
- Voorbeelden van hoogwaardige toepassingen in de industrie
- Project: Diffusiesolderen van ODS (Oxide Dispersion Strengthened) materiaal
- Conclusies



ECN- Environment & Energy Engineering: Expanding the envelope

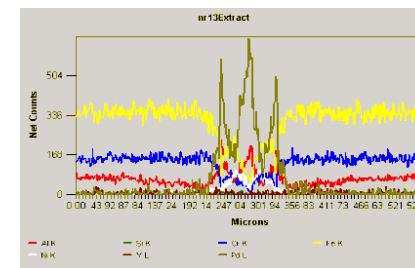
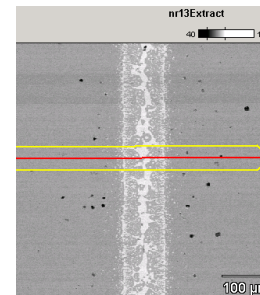


- Engineering & Realisation
 - Engineering
 - Realisation
 - Commissioning
 - HAZOP
- Materials
 - Characterisation
 - Failure analysis
 - Product optimisation
 - Production technology development
- Testing & Analysis
 - Corrosion testing
 - Lifetime prediction
 - Materials & Gas analysis
 - Pilot plant operation
- Environmental Assessment
 - Air quality measurements (PM, NO_x, CO, NH₃, BTX, C_xH_y, ...)
 - Emissions modelling
 - Leaching
 - Instrument development



TC-1-a / VeMet

- NIL-Technische Commissie 1-a
 - SHELL, FOM (AMOLF, DIFFER), Bodycote, ECN
- VeMet (Vereniging Metalen) Bond voor Materialenkennis
 - Kruipcommissie
 - Contactgroep Fractografie
 - Werkgroep Solderen: zachtsolderen & Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen
 - Uitvoering van onderzoeksprojecten
 - Kennisoverdracht via voordrachten en website: www.vemet.nl



Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen

Na deze presentatie:



- HT vacuüm solderen is een hoogwaardige verbindingstechniek
- HT vacuüm solderen is reproduceerbaar
- ODS materialen zijn goed te verbinden met behoud van eigenschappen



Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen

Introductie

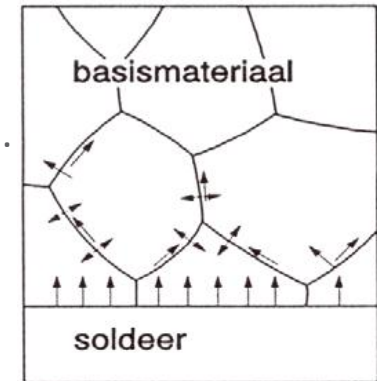
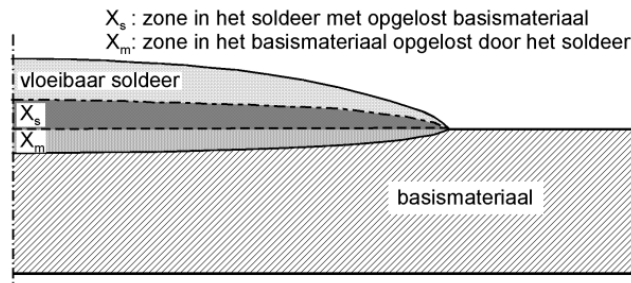


- Definitie:

- Verbinden van twee onderdelen waarbij een toevoegmateriaal tot smelten wordt gebracht in een gecontroleerde atmosfeer zonder vloeimiddel.

- Omstandigheden:

- De verbinding komt (mede) tot stand door diffusie van (elementen uit het) soldeertoevoegmateriaal in de basismaterialen en vice versa.
- Er ontstaat een metallische (semi) continue verbinding.
- Proces temperatuur: nominaal boven 800°C (behalve bij Aluminium).
- Proces condities: hoog vacuüm (10^{-3} - 10^{-6} bar) of inert gas.
- Oxides worden gereduceerd tijdens het soldeerproces.

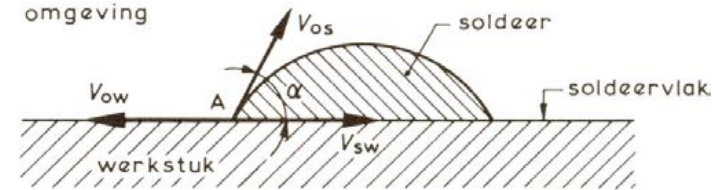


Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen

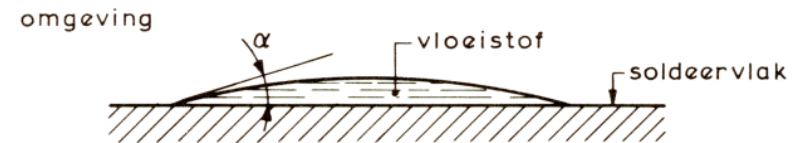
Principe



- Bevochtiging
 - Vraagt metallurgische compatibiliteit
 - Sommige oxiden (Al-ox) of fasen (bv TiN) beperken dit
 - Bepaald deels aanbreng wijze soldeer:
 - Pasta/draad → capillaire werking
 - Folie → in soldeerspleet aanbrengen
- Voor goede sterkte → kleine spleetbreedte
 - Typisch 0,05mm
 - Sterkte
 - Voorkomen ongewenste fase vorming
- Oppervlak moet schoon zijn
 - Vrij van oxiden, vet en vuil



V_{os} = oppervlakspanning omgeving/vloeibaar soldeer
 V_{ow} = oppervlakspanning omgeving/werkstuk
 V_{sw} = grensvlakspanning vloeibaar soldeer/werkstuk



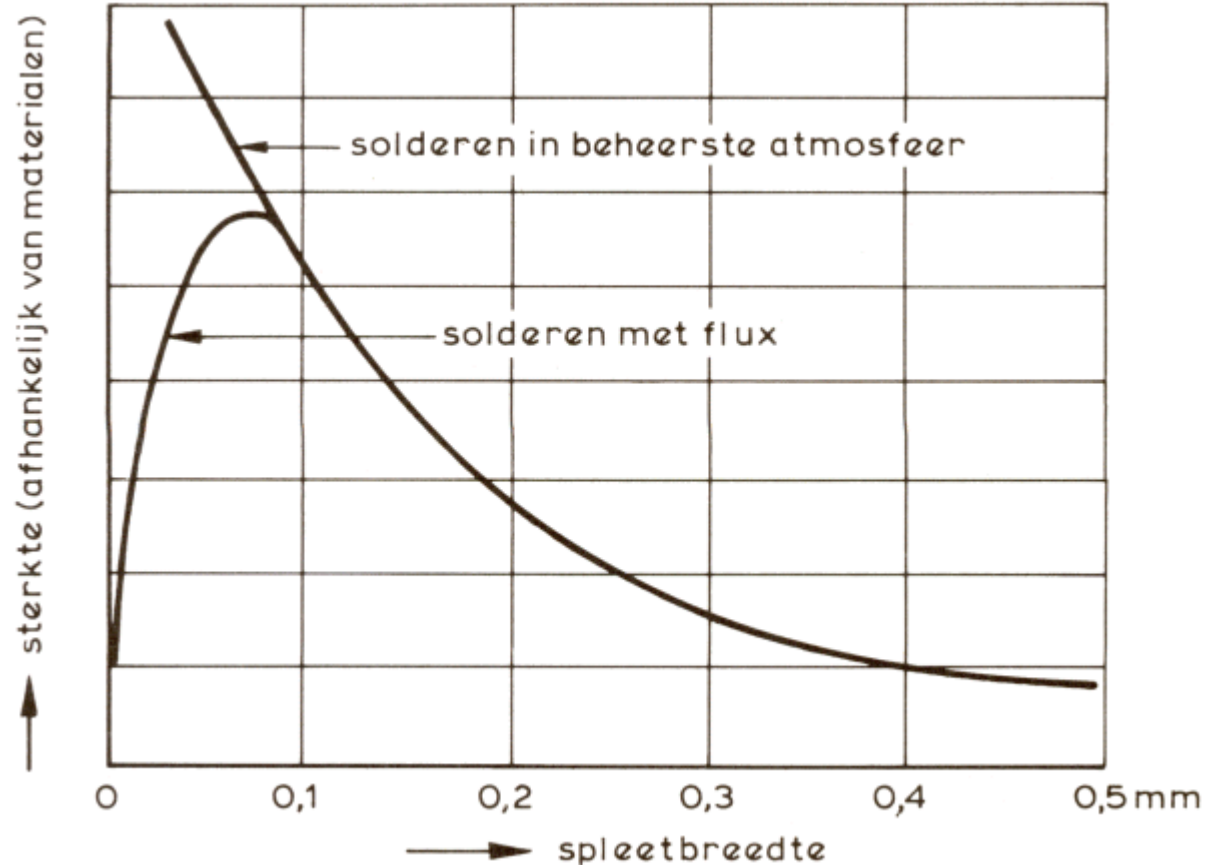
goed : druppel op een voorbehandeld oppervlak
kleinere hoek α betekent betere bevochtiging

Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen

Principe - Sterkte



Relatie tussen
sterkte en
spleetbreedte



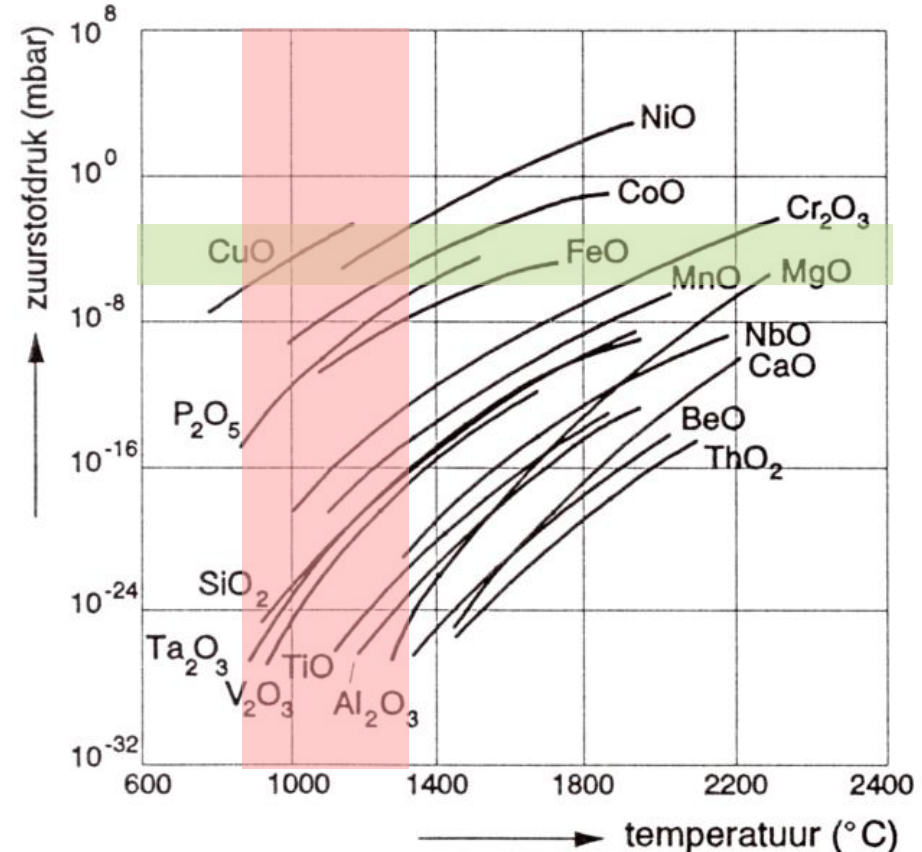
Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen

Principe – Verwijderen oxiden



Hoe Me-oxide reductie?

- Verdampen oxide huid $T_{s-ox} < T_{s-Me}$ (bv Mo-ox)
- Diffusie: zuurstof van Me-ox in metaal (bv Titaan, actief solderen Keramiek)
- Openspringen of afspringen → verschil in uitzettingscoëfficiënt
- Hoog C gehalte → reducerend
- Getterwerking: Aanwezige metalen met hoge affiniteit tot zuurstof
- Dissociatie: Cr-ox onder atm condities tot ca 1050°C
- Reductie: in waterstof- of CO-gas



Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen ECN vs lassen

<u>Ontwerpparameter</u>	<u>Lassen</u>	<u>HT-Vacuümsolderen</u>
• Materiaalkeuze/-combinaties • Structuurveranderingen • Naadvorm • Naadbreedte • Vervormingen • Dik/dun • Bereikbaarheid • Afmetingen product • Voorbewerkingen • Nabewerkingen • Locatie • Warmtebehandeling	‘Beperkt’ Lokaal Stomp/hoek Grote breedte Lokaal en hoog Moeilijk Toegankelijk voor toorts ‘onbeperkt’ Hoge eisen Veel aandacht Op locatie PWHT, beperking loc effecten	Breed, bv metaal-Keramiek,Cu-Grafiet Gelijkmatige, hele product, minder Overlap (afschuiving) Smal, 0,05mm Minimaal Eenvoudig (gelijkmatig verhit) ‘Blinde’ verbinding, meer tegelijk Afmeting oven: tot ca 2meter Zeer hoge eisen Weinig tot geen In een speciale oven Volledige behandeling mogelijk, combinatie met solderen (veredelen)

Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen ECN

vs lassen

	HT-solderen	Lassen
maatvastheid	+	-
schoon en blank uiterlijk	+	o
toepasbaarheid op dun materiaal	+	o
dik-dun-verbinding	+	-
meerdere verbindingen in één procesgang	+	-
verschillende metalen aan elkaar	+	-
metaal-keramiekverbinding	+	-
sterkte van de verbinding	+	+
sterkte van de verbinding $T > 400\text{ }^{\circ}\text{C}$	+	+
vacuïmdichtheid van verbinding	+	+
prijs van verbinding bij massaproductie	+	o
reproduceerbaarheid	+	o
invloed op basismateriaal	o	-
corrosievastheid van verbinding	o	+
inspecteerbaarheid van verbinding	o	+
mogelijkheid voor grote constructies	-	+
hoeveelheid voorbereiding	-	o
toepasbaarheid op kunststoffen	-	-
aanschafkosten apparatuur	-	o

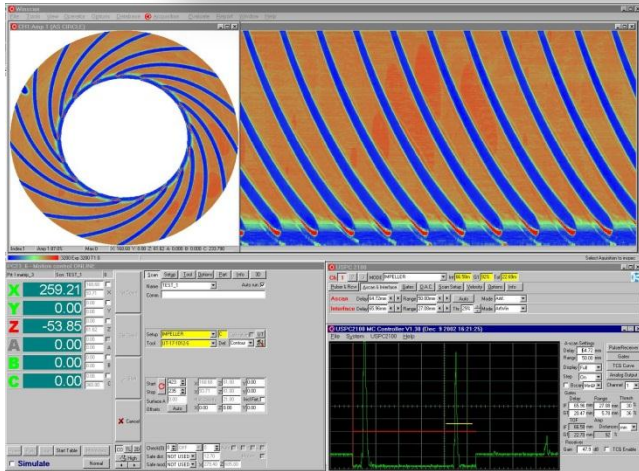
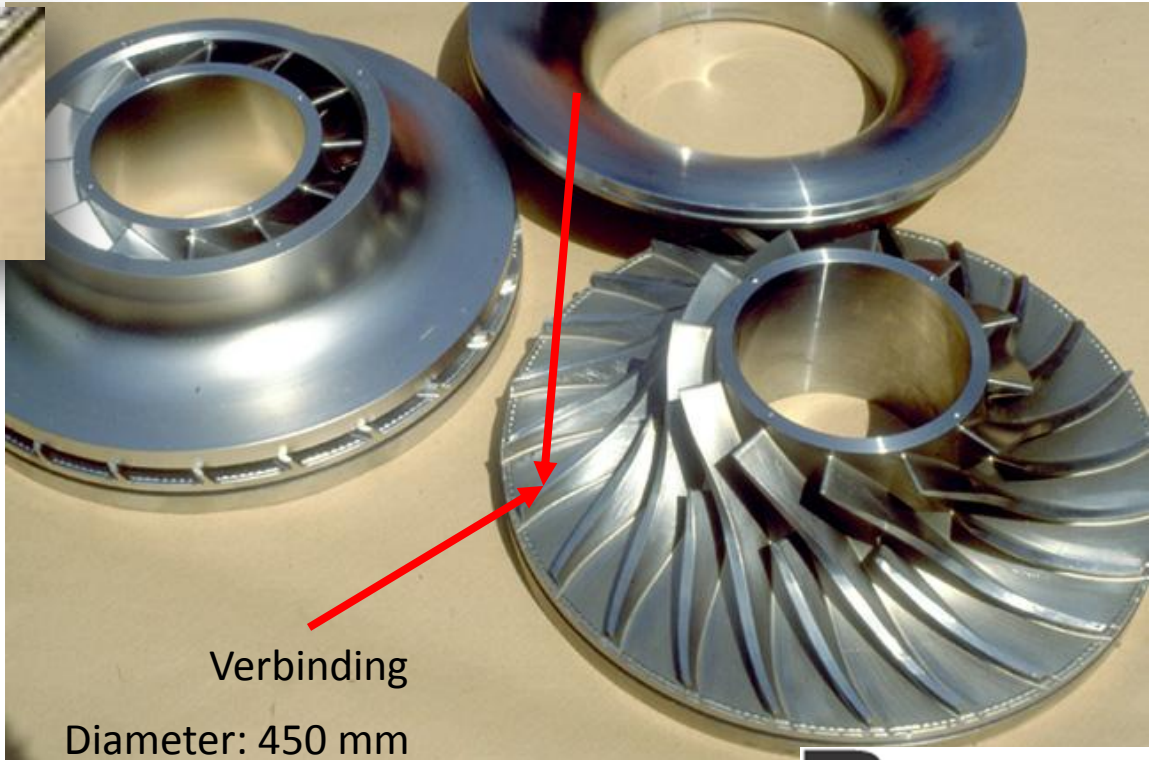
+ = goed; o = redelijk; - = slecht.

N.B.: kolom "lassen" betreft TIG en MIG/MAG.

Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen ECN

Voorbeelden

Turbine schoepen als gesoldeerd-Martensitisch 1.4313, na solderen juiste structuur

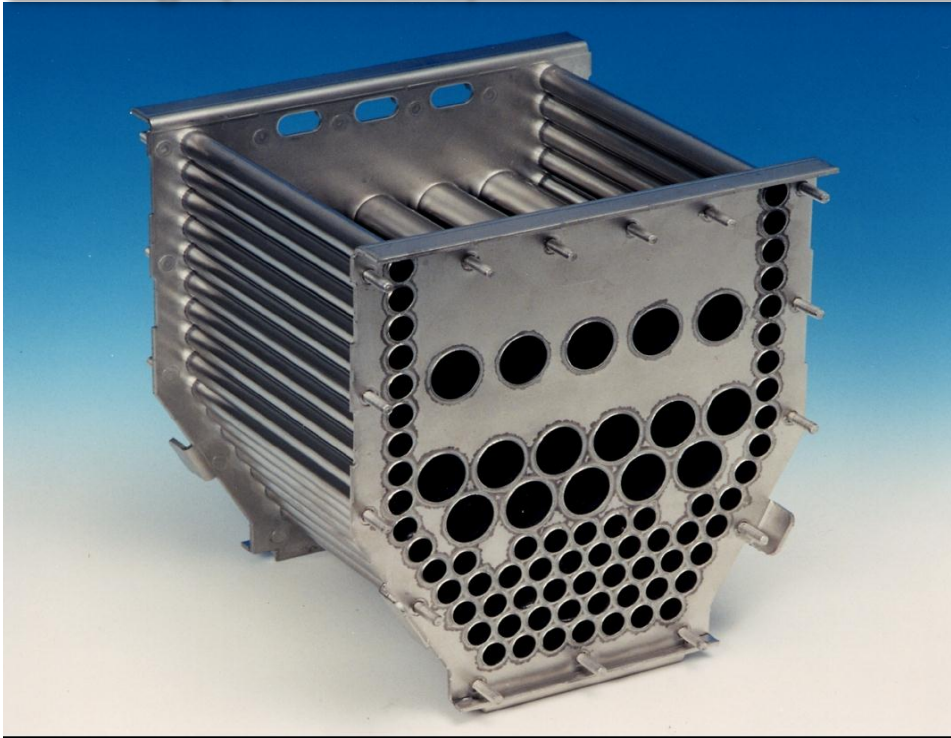


US-NDO

Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen ECN

Voorbeelden

304L/316L-WW, alle verbindingen in 1 keer:
Hoge (thermische) vermoeiings-sterkte

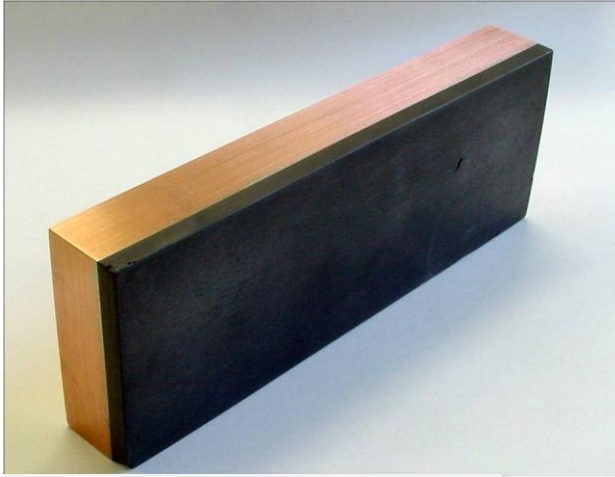


Flow sensor, OFHC-316L verbinden
Ni-basis soldeer



Hoogtemperatuur Vacuüm Solderen

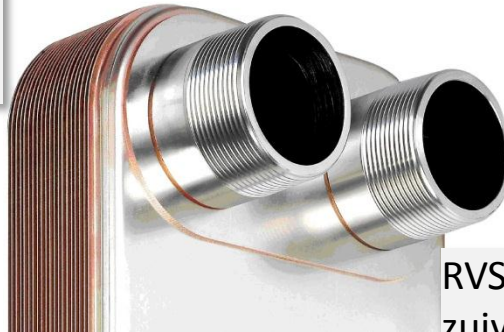
Voorbeelden –Materiaalcombinaties



Grafiet aan koper actief
gesoldeerd



Keramiek aan metaal actief
gesoldeerd (Ti-als zuurstof getter
toegevoegd aan soldeer)



RVS platen warmtewisselaar gesoldeerd met
zuiver koper

Diffusiesolderen van ODS materialen

Waarom?

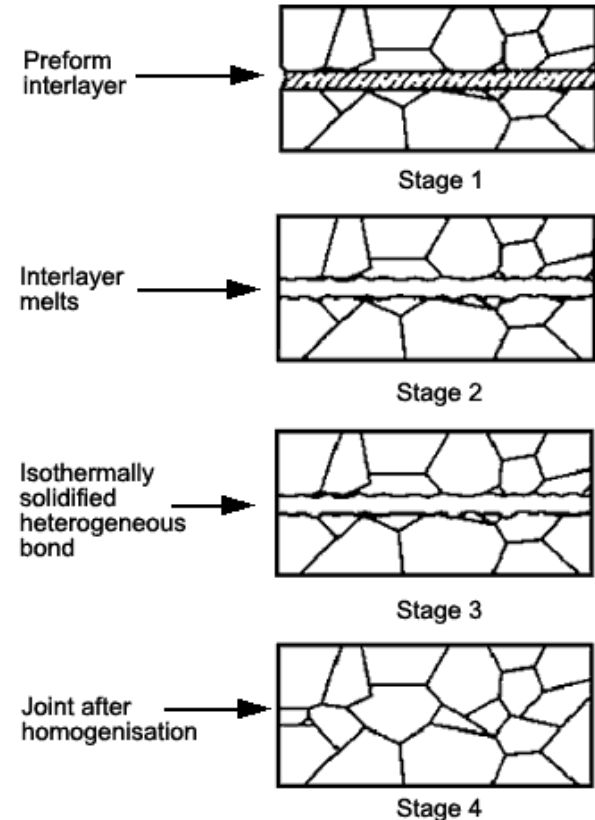
- ODS – Oxide Dispersion Strengthened materiaal (nm Yttria deeltjes)
- Toepassing voor hoog temperatuur en kruipvastheid
- Hoogtemperatuur oxidatie bestendig
- Lasprocessen & normale soldeerprocessen zorgen voor een discontinuïteit in de verbinding en verlagen daarmee de kruipeigenschappen
- Diffusieverbinden geeft een continue verbinding:
 - Diffusielassen vraagt hoge drukken
 - Diffusiesolderen vraagt slechts enkele kilo's belasting → minder vervorming en sneller! (12 uur)
- Arbo en milieu → steeds hogere eisen mbt emissies: Ni-ox, HEX-Cr → HT vacuümsolderen biedt een oplossing

Diffusiesolderen van ODS materialen ECN

Principe

Vorbewerkingen & Eisen

- Oppervlak zo vlak mogelijk:
 - US reinigen
 - Chemisch reinigen
 - Plasma reinigen
- Zo klein mogelijke spleet (minder materiaal te diffunderen) → 0,025mm spleet
- Hoge eisen plan-parralleliteit



Diffusiesolderen van ODS materialen

- PM2000
- Soldeertoevoegmaterialen
 - AWS-BNi5 - pasta
 - PdNi 60/40 (eutect) Ts 1237°C -sheet
 - AWS-BCo1 - pasta

Materiaal	Chemische samenstelling																
	Al	B	C	Cr	Co	Cu	Fe	Mn	Mo	Ni	Si	P	S	Ti	W	Pd	Y ₂ O ₃
Basismaterialen																	
PM2000	5,5			19			rest							0,5			0,5
Soldeermaterialen																	
PdNi-Sheet (spec)	0,002				0,009	0,006	0,003			40,37						59,63	
AWS BNi5		≤0,03	0,1	18,5-19,5						Rest	9,75-10,50	0,02					
AWS BCo1		0,7-0,9	0,35-0,45	18,0-20,0	Rest		1,0			16-18	7,5-8,5	0,02			3,5-4,5		

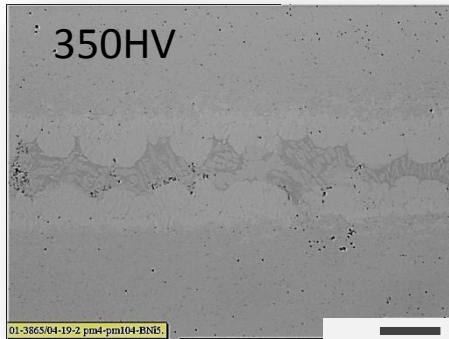
Diffusiesolderen van ODS materialen

Diffusiebehandeling

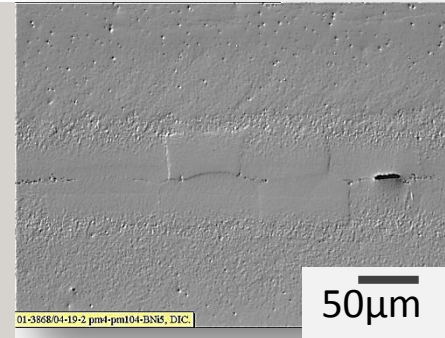
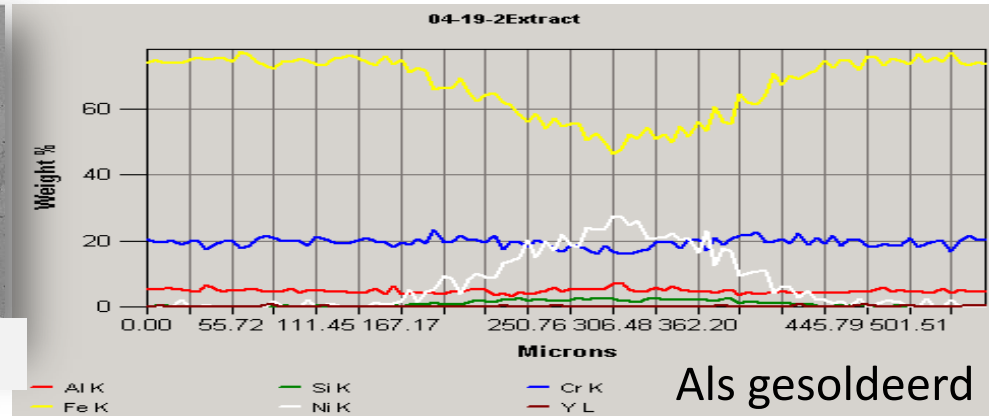
- vacuüm: 10^{-3} ,
- temperatuur: 1150°C ,
- tijd: 12h,
- Resultaat:
 - PdNi60/40 dubbele folie → vormt intermetallische verbinding. Diffundeert slecht, bevochtigd slecht
 - BNi5 soldeer pasta → bevochtigd goed, diffundeert redelijk
 - BCo1 soldeer pasta → bevochtigd matig, goede diffusie
 - Yttria verdeling blijft ongewijzigd

Diffusiesolderen van ODS materialen ECN

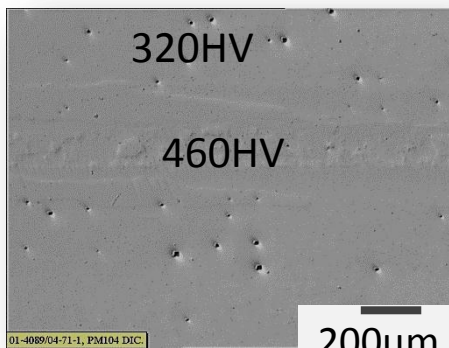
Diffusieproeven PM2000-BNi5



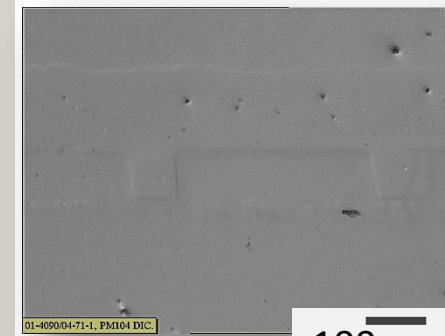
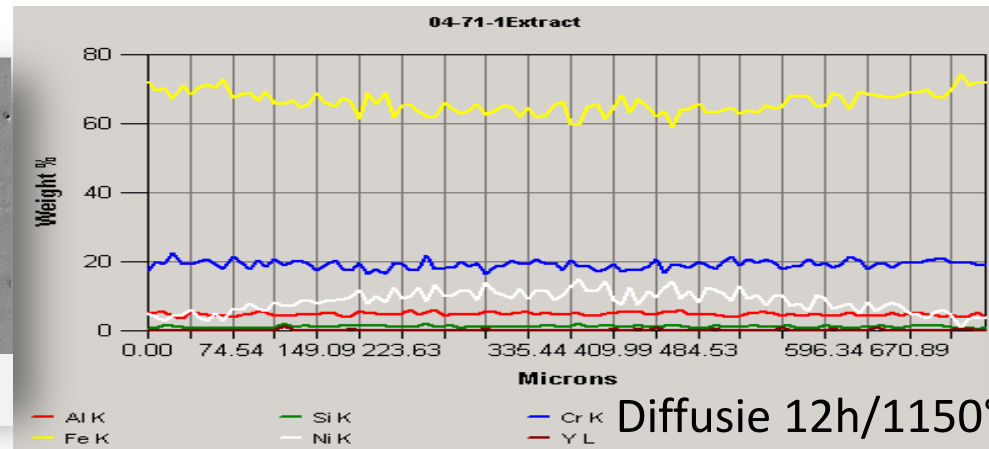
50µm



50µm



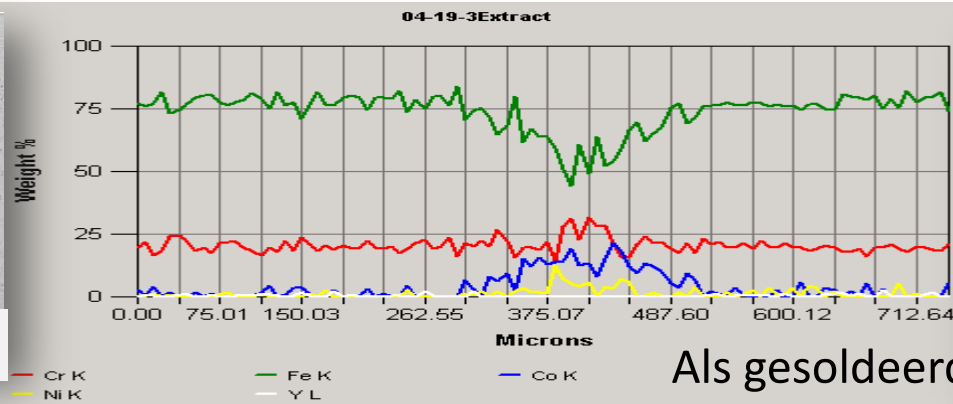
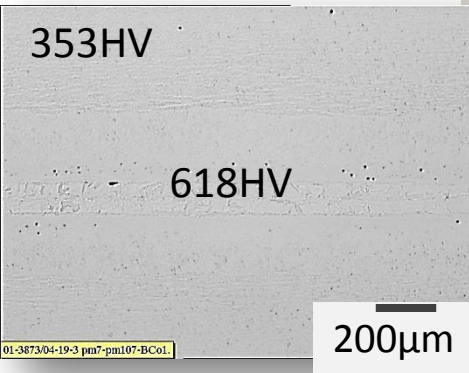
200µm



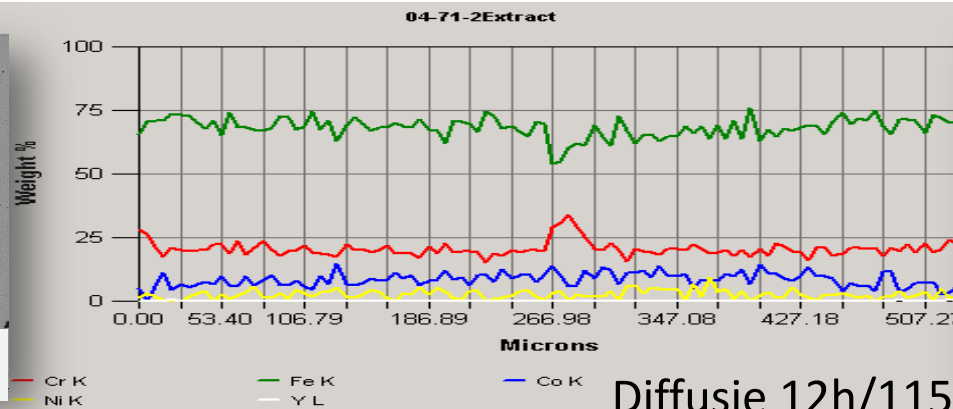
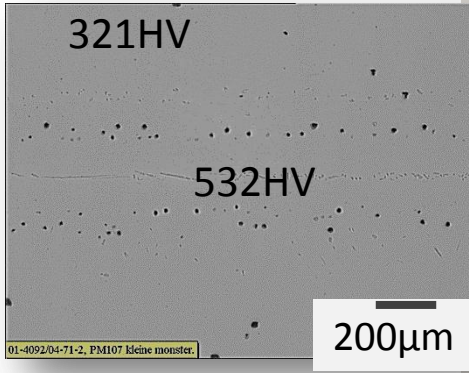
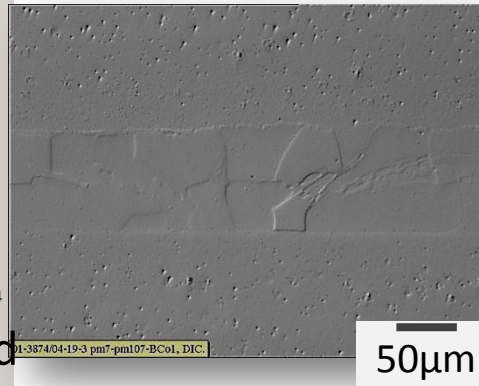
100µm

Diffusiesolderen van ODS materialen ECN

Diffusieproeven PM2000-BCo1

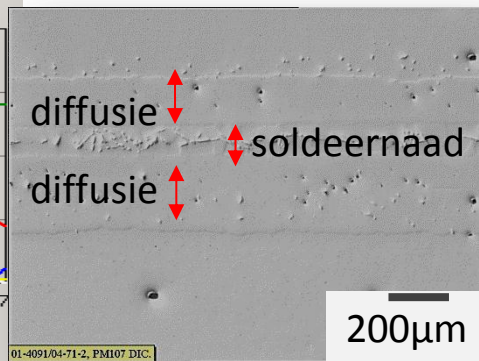


Als gesoldeerd



Yttria ongewijzigd

Diffusie 12h/1150°C



Diffusiesolderen van ODS materialen ECN

Diffusieproeven Optimalisatie

Voorbehandelingen

- Mechanisch:
 - Schuren (P500 voldoende)
 - Gritten → betere diffusie tgv plastische deformatie
- chemische methoden:
 - Beitsen → goede diffusie soldeerverbinding
 - Fluor ion cleaning (FIC) → aanetsing Ytria → poreus = ongewenst
- Vernikkelen → goede diffusie soldeerverbinding



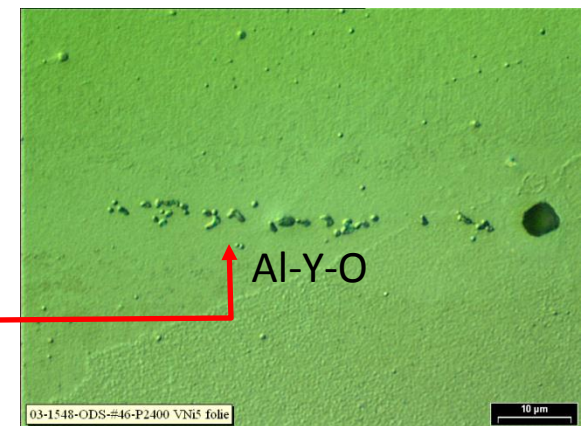
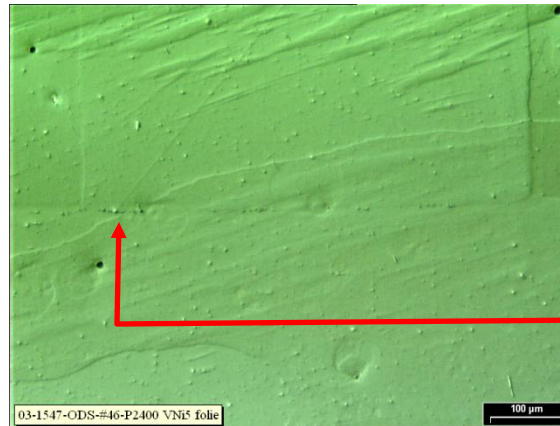
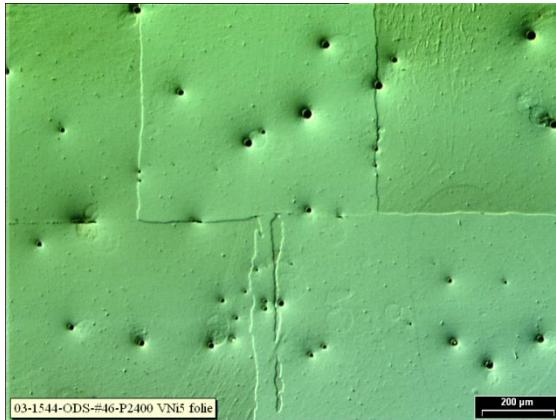
Diffusiegloeien:

- Verhoging diffusiegloeitemperatuur naar 1350°C (80-90% T_{smelt}), 1 uur voldoende:
 - BNi5: soldeernaad beperkt tot een korrelgrens
 - BCo1: nog zeer smalle soldeernaad

Diffusiesolderen van ODS materialen ECN

Diffusieproeven optimalisatie PM2000-BNi5

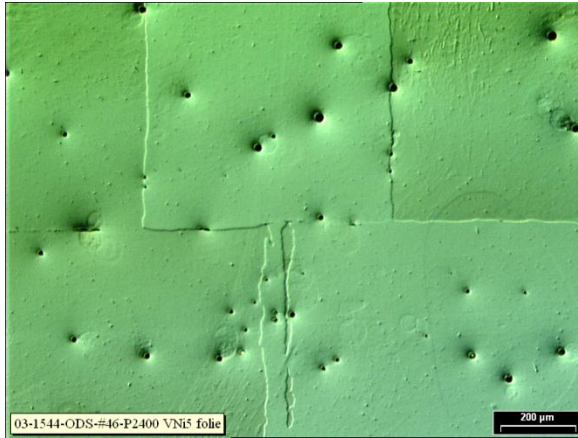
- Voorbewerking: schuren (P500 en P2400): na diffusiesolderen soldeernaad teruggebracht tot een korrelgrens.
- Soldeernaad grove Al-Y-O-rijke fasen precipitaten ontstaan. Met een precipitaat vrije zone. → lager rek bij Tk
- Verhoogde hardheid soldeernaad: 425HV vs 300HV (BM)



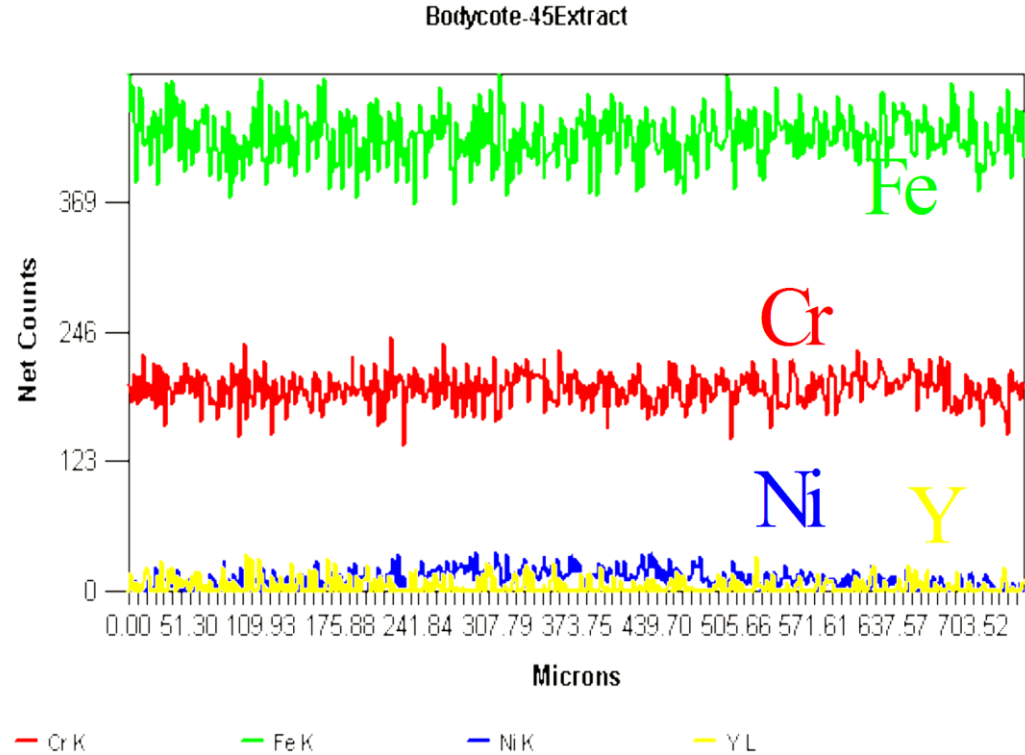
Voorbehandeling:
Schuren P2400

Diffusiesolderen van ODS materialen ECN

Diffusieproeven optimalisatie PM2000-BNi5



Verloop elementen over de
soldeernaad na diffusiegloeien
(1uur 1350°C)

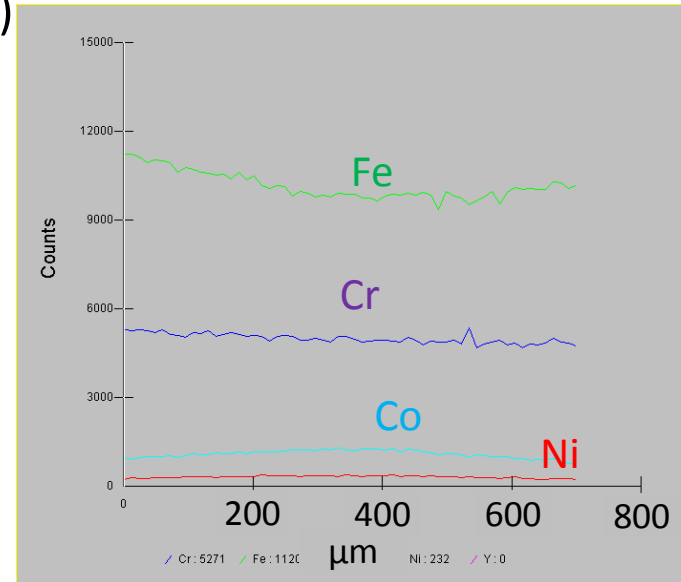
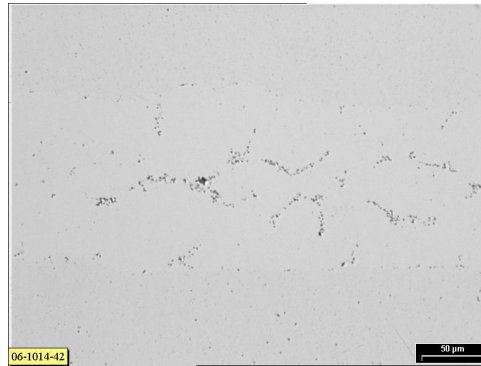
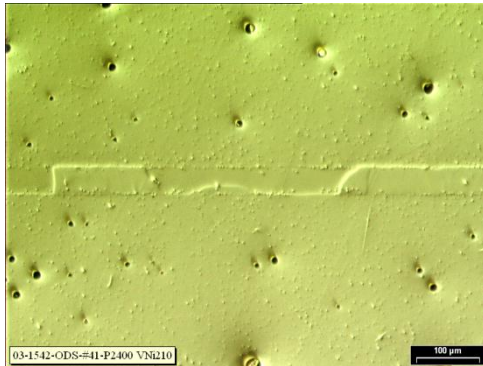


Diffusiesolderen van ODS materialen ECN

Diffusieproeven optimalisatie PM2000-BCo1

- Voorbehandeling: Gritten
 - Y, Al en Ti gemeten.
 - grovere uitscheidingen in de soldeernaad Al-Y-Ti-oxiden zijn. → deel Ytria omgezet in Al-Y-Ti-ox → ongunstig → lage rek bij Tk
- Gritten niet optimaal → Schuren beste met minimaal restant soldeernaad
- Soldeernaad hogere hardheid (450HV vs 320HV)

Voorbehandeling:
Schuren P2400



Diffusiesolderen van ODS materialen ECN

Mechanische beproeving PM2000-BNi5

REFERENTIES

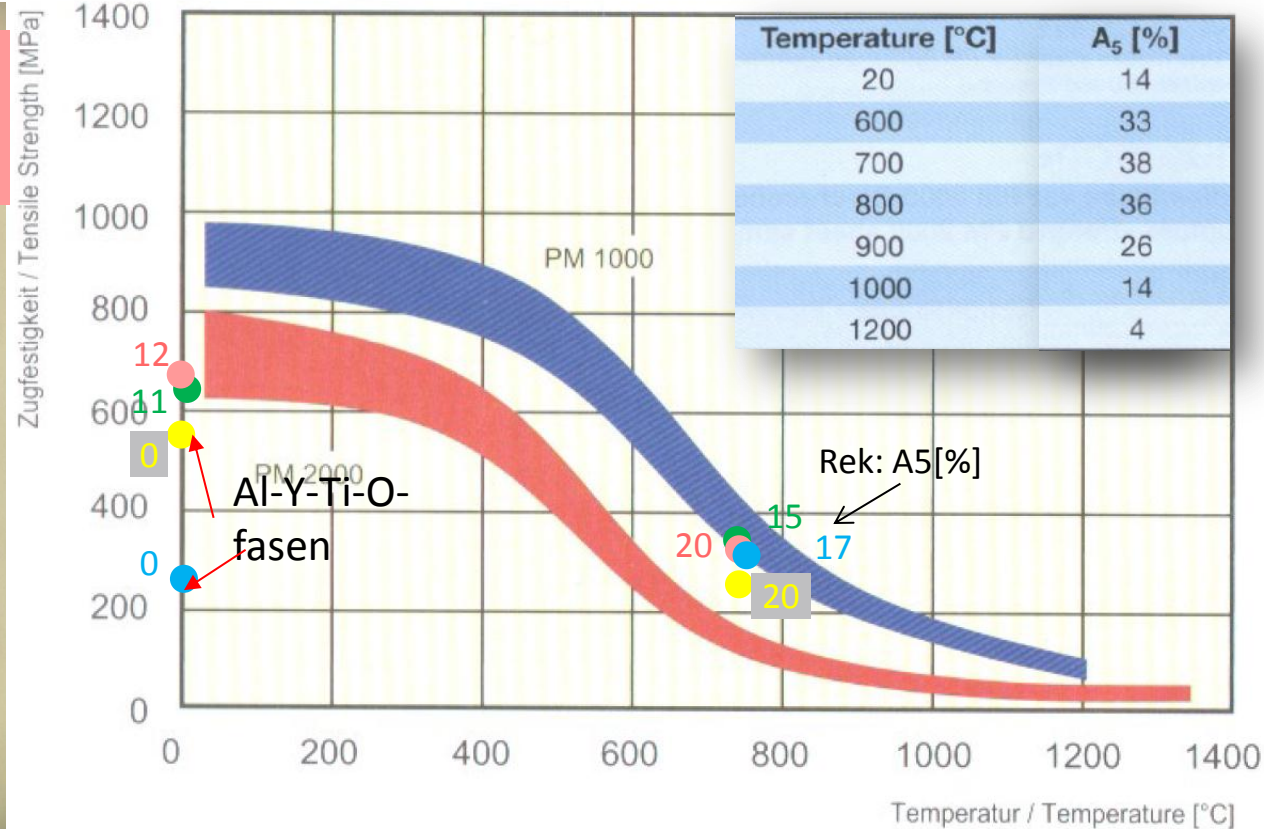


BM-S-
cyclus

BM-AD

Gesoldeerd
P500

Gesoldeerd
Grit G07



Zugfestigkeit von Eisen- und Nickelbasis-ODS-Werkstoffen

Diffusiesolderen van ODS materialen ECN

Conclusies

- HT-Vacuümsolderen is een veelzijdige verbindingstechniek
- Sterkten vergelijkbaar met basismaterialen zijn mogelijk

Diffusie solderen ODS materiaal:

- PM2000 ODS is goed diffusie te solderen met BNi5 en BCo1
- Verbinding is snel te maken: 1uur op 1350°C
- Voorbewerking is cruciaal:
 - Verwijderen Al-ox op het oppervlak
 - Schuren P500 voldoende
- Sterkten zijn vergelijkbaar met basismateriaal op temperatuur
- Bij Tk lage rek en breuk in soldeer tgv uitscheidingen (Al-Y-Ox)
- Er is nog verdere optimalisatie nodig in relatie tot specifieke toepassingen