

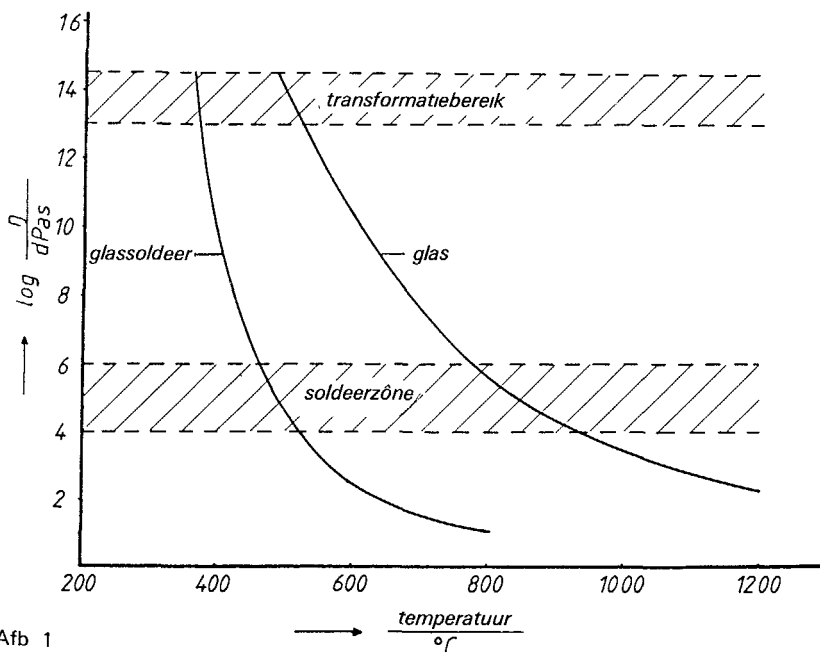
Eigenschappen en toepassing van glassolderen



Dr. H. Paschke Schott Glaswerke, Mainz

1. Inleiding

Glas is tengevolge van het feit, dat het bij hoge temperatuur zacht en vervormbaar is en bevochtigt, en bij lage temperatuur weer vaste vorm aanneemt, uitstekend geschikt als materiaal voor verbindingen. Reeds vroeg heeft men niet alleen glas met glas versmolten, maar ook andere materialen, in het bijzonder metalen, met glas verbonden. Vanuit de zeer kostbare glasblaastechnieken kwam men in toenemende mate ook tot rationelere verbindingmethoden, waarbij voor technische glazen temperaturen in het gebied van 1000°C of slechts weinig daar beneden noodzakelijk zijn. Daar, waar een grote temperatuurbelasting moet worden vermeden, hetzij wegens het gevaar van mechanische vervorming van het andere verbindingselement of ter bescherming van temperatuurgevoelige onderdelen, kan men alleen maar glazen met een uiterst lage verwekings-temperatuur toepassen, die men naar analogie van het spraakgebruik in de metaalbranche 'glassolderen' noemt. Ter karakterisering van een glassoldeer bekijken wij de afhankelijkheid van de viscositeit van de temperatuur voor een typisch technisch glas en voor een karakteristiek glassoldeer (afb. 1). De voor een soldeerproces noodzakelijke viscositeit van een glas ligt ongeveer tussen 10^6 en 10^4 d Pa s. Wij spreken van een glassoldeer, wanneer voor het bereiken van deze viscositeit een temperatuur vereist is, die het transformatiegebied van het te solderen technische glas niet te boven gaat. Bij toepassing van een dergelijk glassoldeer worden blijvende deformaties van het technische glas ook bij langere soldeertijden voorkomen.



Afb 1

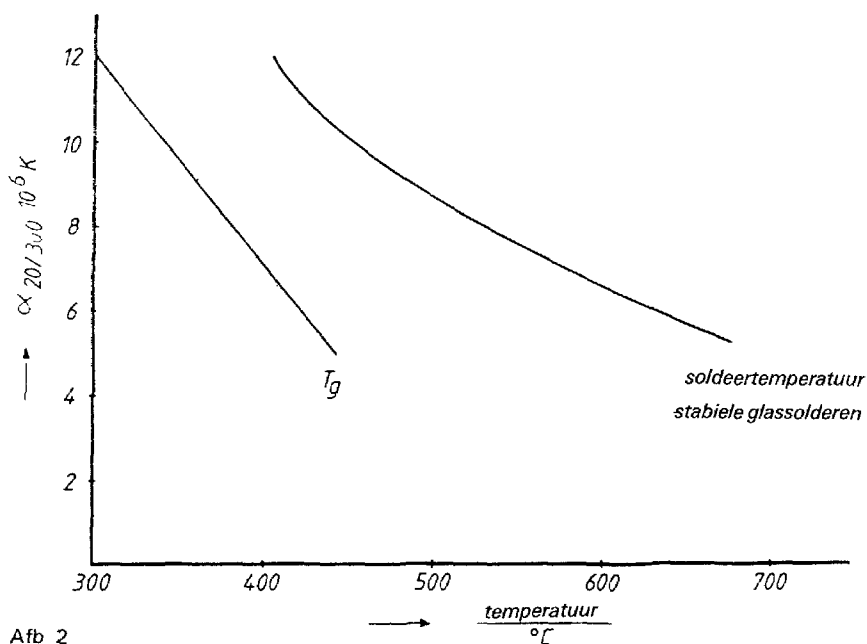
2. Stabiele glassolderen

Glazen, die met de gegeven definitie overeenkomen en zich verder als 'geheel normale glazen' gedragen, vormen de groep der zogenaamde stabiele glassolderen. Naast enige glazen van vreemde samenstelling zijn dit hoofdzakelijk loodboraatglazen met loodoxidegehalten tussen 10 en 80 gew.-%. De dichtheid van deze glazen is dienovereenkomstig hoog en ligt over het algemeen boven 5 g/cm^3 . Afbeelding 2 laat zien, dat er stabiele glassolderen met uitzettingscoëfficiënten tussen ca 6 en $12 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ en soldeertemperaturen tussen 400 en 700°C beschikbaar zijn. Daarbij geldt de voor glas zeer algemene regel, dat bij dalende uitzettingscoëfficiënt hogere temperaturen noodzakelijk worden. Indien wij 550°C als maximale, voor technische glazen onkritische temperatuur beschouwen, dan betekent dit, dat alleen glassolderen met uitzettingscoëfficiënten tot ca. $7,5 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ en daar beneden zonder problemen kunnen worden toegepast. Voor solderen met een geringere uitzetting nemen de vereiste soldeertemperaturen toe tot ca. 700°C , wat bij toepassing van technische glazen speciale beschermingsmaatregelen bij het solderen vereist.

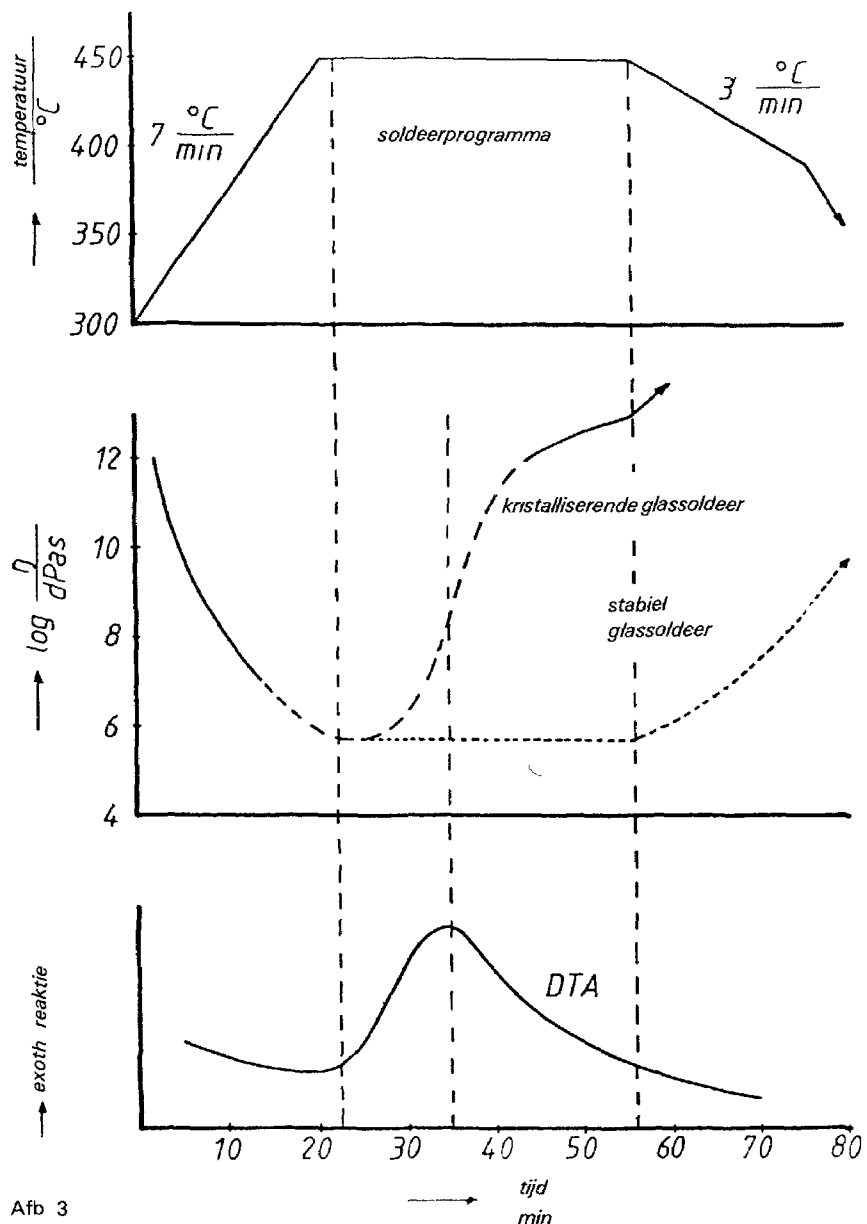
De viscositeitskromme van stabiele glassolderen zal bij dalende en stijgende temperatuur omkeerbaar verlopen. Dit betekent, dat soldeerverbindingen door inwerking van temperaturen gewijzigd en ook weer gescheiden kunnen worden. Dit betekent evenwel ook, dat daardoor de maximaal toelaatbare gebruikstemperatuur begrensd wordt. In afb. 2 zijn ook de transformatietemperaturen (T_g) van de stabiele glassolderen ingetekend. Aangezien de eigenschappen van de solderen boven T_g , vooral bij langer inwerkende temperaturen, zich in toenemende mate wijzigen, geeft de T_g -kromme met ca. 300 tot 450°C de bovenste grens van de gebruikstemperaturen voor stabiele glassolderen aan.

3. Kristalliserende glassolderen

Naast de stabiele glassolderen, waarvoor de omkeerbaarheid van de viscositeitskromme kenmerkend is, is er een tweede groep glassolderen, die bij het



Afb 2



Afb 3

soldeerproces tenminste gedeeltelijk uitkristalliseren en tengevolge daarvan duidelijk andere eigenschappen krijgen. Daar de kennis van deze speciale eigenschappen voor de toepassing van de kristalliserende glassolderen van bijzondere betekenis kan zijn, dienen zij hier uitvoeriger te worden beschreven.

3.1 Principeel gedrag van kristalliserende glassolderen

Ook kristalliserende glassolderen worden verkregen door het smelten van zuiver glas en de kristallisatie wordt door snelle afkoeling uit de smeltoven onderdrukt. Bij temperatuurstijging vertonen zij aanvankelijk het voor glazen typische goede vloeien. Bij voldoende hoge temperaturen vormen zich dan kristalfasen. Aan de hand van afb. 3 dienen de processen bij de kristallisatie in beginsel te worden beschreven. Uitgegaan wordt van een typisch temperatuurprogramma met een warmtetoename van $7^\circ\text{C}/\text{min.}$, een verhittingstijd van 50 minuten op 450°C en een afkoeling van $3^\circ\text{C}/\text{min.}$ in het kritische gebied. De viscositeit van het nog glazige soldeer neemt af met toenemende temperatuur in de voor glazen typische logaritmische temperatuurafhankelijkheid. Het soldeer begint beneden 10^6 dPa s te vloeien, totdat ongeveer bij het bereiken van de maximale temperatuur van het soldeerprogramma de uitscheiding van kristallen begint. De toenemende kristallisatie leidt in het verdere verloop van de tempering tot een snelle toename van de viscositeit, die het vloeiproces van het soldeer afremt en tenslotte volledig tot stilstand brengt. Aan het einde van de verhittingstijd gedraagt zich het soldeer zo visceus als ongeveer in het transformatiegebied van de voorheen glazige toestand; voor het merendeel van de technologische eisen kan het als vast gelden.

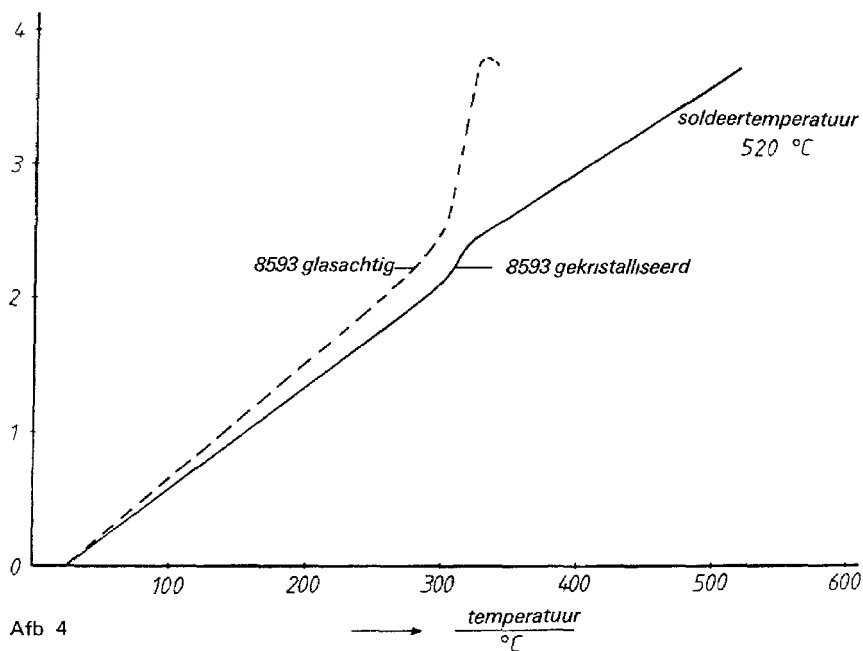
Het getoonde viscositeitsverloop van het kristalliserende soldeer is slechts ten dele meetbaar, in het gearceerde gedeelte is het geschat. Aan de schatting liggen DTA-metingen ten grondslag, die de bij de kristallisatie vrijgekomen warmte registreren. De viscositeitstoename valt daarna samen met het begin van het uitscheiden van kristallen. De steilste viscositeitsstijging wordt aangegeven door de fase van grootste kristalgroeisnelheid in de DTA-kromme, daarna komen de afname van de kristalgroeisnelheid en de wederom langzamere toename van de viscositeit met elkaar overeen.

Terwijl men bij de stabiele glassolderen de totaalijd bij hoge temperatuur voor het vloeien van het glas kan benutten, staan bij de kristalliserende solderen

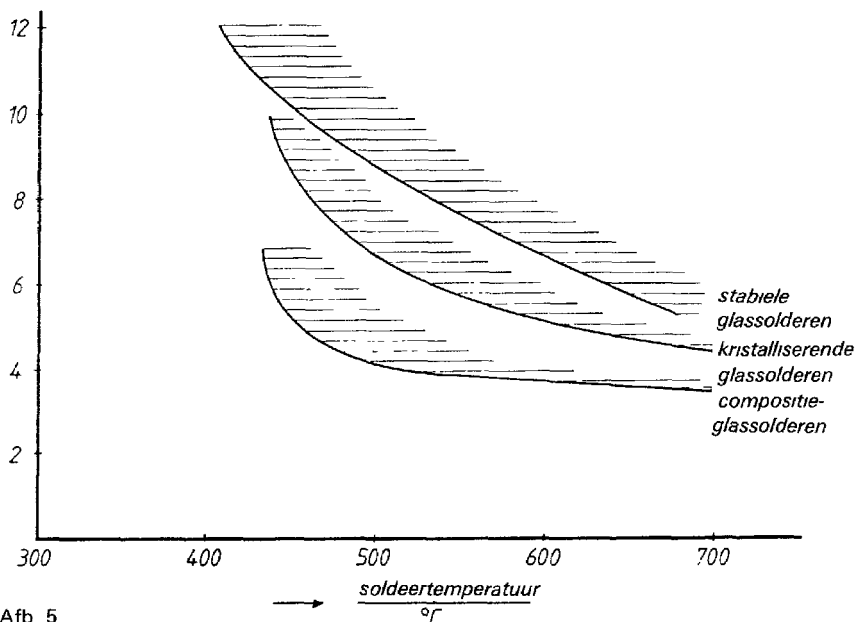
slechts een korte tijd resp. een relatief klein temperatuurgebied ter beschikking. Hoe de kristallisatie verloopt, hangt behalve van het toegepaste temperatuurprogramma tevens in belangrijke mate af van het gebruikte glas en van de kristalfasen, die hieruit kunnen ontstaan. Kristalliserende glassolderen zijn wat type betreft over het algemeen lood-zink-boraten met geringe additieven, zoals b.v. SiO_2 , BaO en Al_2O_3 . Voor hogere soldeertemperaturen van rond ca. 700°C worden glazen van het systeem zink-borium-silicaat toegepast. Bij de zich vormende kristalfasen gaat het om verschillende ternaire systemen van lood-zink-boraten of -silicaten. Daarbij zijn soort en hoeveelheid van de kristalfasen dikwijls slechts bij benadering bekend; de vorming ervan hangt o.a. ook af van het speciaal toegepaste temperatuurprogramma. Men kan ervan uitgaan, dat in het uitgekristalliseerde glassoldeer 50-80% kristalfasen aanwezig zijn

3.2 Wijziging van de warmte-uitzetting

Naast de beschreven niet omkeerbare wijziging van het viscositeitsgedrag doen zich bij de kristallisatie ook veranderingen in de overige fysische eigenschappen voor, die als superpositie van de eigenschappen van de nieuw gevormde kristalfasen en van de restantglasfase kunnen worden opgevat. Voor de toepassing als glassoldeer uiterst belangrijk is de wijziging van de warmteuitzetting, die bij de gebruikelijke gekristalliseerde glassolderen meestal met 5-20% daalt ten opzichte van de uitzetting van de basisglazen. Een typische uitzettingskromme voor een kristalliserend glassoldeer vóór en na de kristallisatie toont afb. 4. Terwijl de uitzetting van glazen in het transformatiegebied sterk toeneemt en daarna in het verwekingsgebied niet meer relevant is, kan de uitzettingskromme voor het gekristalliseerde soldeer tot aan de soldeertemperatuur worden aangegeven. In het getoonde voorbeeld draagt de uitzettingscoëfficiënt vóór de kristallisatie $8,8 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ in het gebied tot 300°C , daarentegen is hij tot aan de invriestemperatuur van de gekristalliseerde toestand slechts $7,5 \cdot 10^{-6}/\text{K}$. Dat er ook in de gekristalliseerde toestand een restantglasfase aanwezig is, blijkt uit de inzinking van de uitzettingskromme, die ongeveer in het gebied van de transformatietemperatuur van het basisglas ligt. Door de daling van de thermische uitzetting tengevolge van kristallisatie, krijgen wij met de gekristalliseerde glassolderen een uitbreiding van het algemene toe-



Afb 4



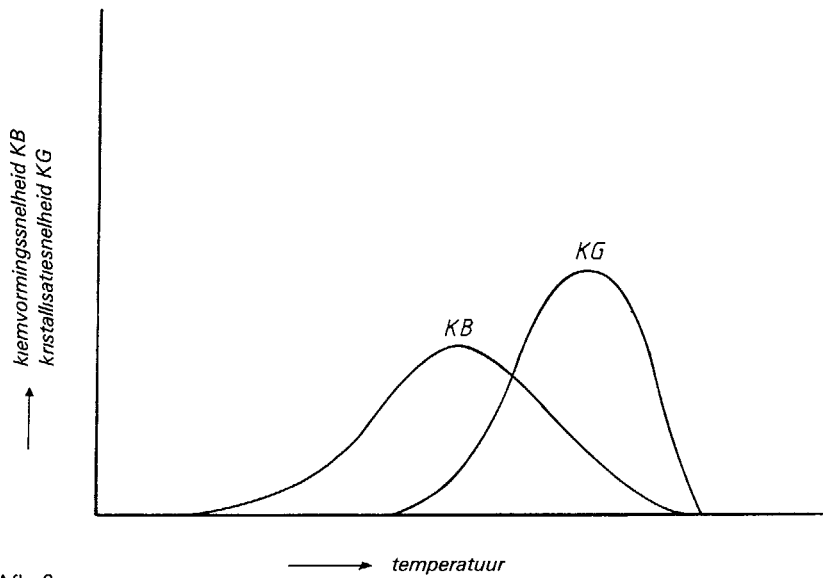
Afb 5

passingsgebied voor glassolderen. Afb. 5 toont naast het van afb. 2 bekende toepassingsveld voor glasachtige solderen het overeenkomstige veld voor kristalliserende glassolderen (bespreking van de samengestelde glassolderen onder 4). Wij beseffen, dat met gekristalliseerd glassoldeer voor een gegeven soldeertemperatuur ten opzichte van stabiele glassolderen ook het solderen met materialen met een geringere uitzetting mogelijk is, resp. bij materialen met gegeven uitzetting lagere soldeertemperaturen voldoende kunnen zijn.

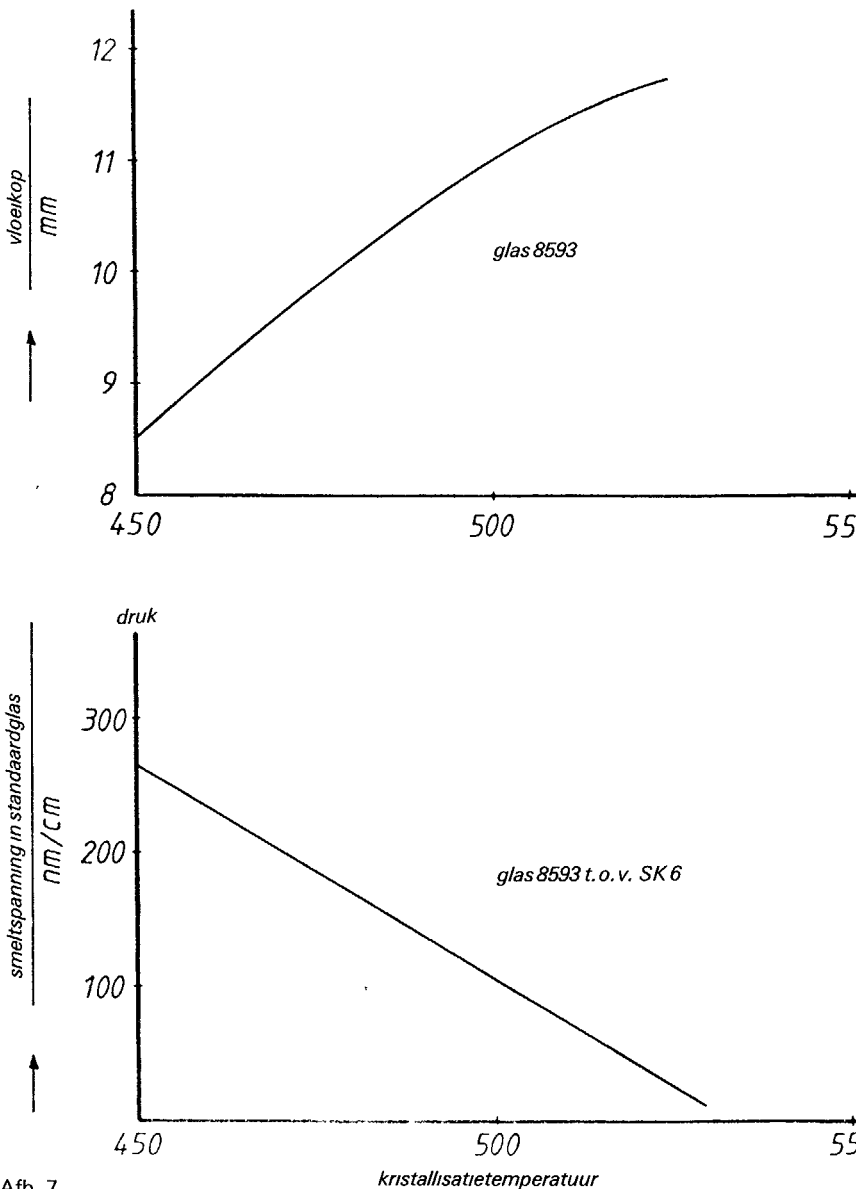
3.3 Invloed van het temperatuurprogramma op de kristallisatie

Voor optimaal werken met kristalliseren-

de glassolderen is het belangrijk te weten, dat de essentiële eigenschappen van de gekristalliseerde toestand niet alleen met de basisglassamenstelling worden gegeven, maar deze in niet onbelangrijke mate mede worden bepaald door het temperatuur-tijd-programma bij het soldeerproces. Om de samenhang te begrijpen, bekijken wij de temperatuurafhankelijkheid van het kernvormend vermogen en die van de snelheid van de uit deze kernen groeiende kristallen (afb. 6). Beide krommen doorlopen een scherp afgetekend maximum, dat voor de kernvorming steeds bij lagere temperaturen ligt. Het temperatuurprogramma tot ongeveer aan het transformatiegebied van het glas heeft praktisch



Afb 6



Afb 7

geen invloed op de kristallisatie. Bij een verdere temperatuurstijging is het van belang, hoe snel men in een gebied met een hoge kristalgroei-snelheid komt en hoe groot deze snelheid bij de gekozen soldeertemperatuur in werkelijkheid is. Bij het solderen speelt de kernvorming praktisch geen rol meer. Ten aanzien van kristalliserende glassolderen kan over het algemeen worden gesteld, dat een snelle verhitting en een hoge soldeertemperatuur reeds bij een naar verhouding korte duur tot een groot aantal kristallijne fasen en daarmee tot een bijzonder duidelijke daling van de uitzettingscoëfficiënt leidt. Tegelijkertijd wordt dan door de eerst bij relatief lage viscositeit merkbaar beginnende kristallisatie een goede vloeï mogelijk gemaakt. Langzame verhitting leidt daarentegen tot een slechtere vloeïbaarheid en een zwakkere α -daling. Zijn meerdere temperproce-sen noodzakelijk, dan dient door het herhaaldelijk doorlopen van de kernvormingszone rekening te worden gehouden met een gemodificeerde vorming van de kristalfasen en met een hoog resulterend kristalaandeel.

De beschreven afhankelijkheden en het praktische effect ervan dienen aan de hand van de volgende afbeeldingen te worden toegelicht. Afb. 7a toont de verandering van het vloeïgedrag van een glassoldeer in afhankelijkheid van de kristallisatietemperatuur bij een constante verhittingssnelheid. Als maatstaf voor het vloeïgedrag wordt de diameter van een zogenaamde vloeïknop genomen. Daartoe wordt van poeder een cilinder met een diameter van 8 mm en een hoogte van eveneens 8 mm geperst, ergens op geplaatst en aan het temperatuurprogramma onderworpen. De diameter van de uiteengevloeïde knop is, zo heeft de ervaring bewezen, een goede maatstaf voor de vloeïbaarheidsgraad van het glas onder gegeven voorwaarden. Het getoonde voorbeeld maakt duidelijk, hoe een voldoende hoge kristallisatietemperatuur het vloeïen van het glassoldeer begunstigt.

De volgende afbeeldingen demonstren de invloed van het kristallisatiegedrag op de warmteuitzetting van het kristalliserende soldeer. Als maatstaf voor de warmteuitzetting kiezen wij de smeltspanning tussen het onderzochte soldeer en een glas als smeltpartner, die via de in het glas opgewekte spanningsdubbelbreking meetbaar is. Een daling in de uitzetting van het glassoldeer heeft daarbij dezelfde betekenis als een teruggang in de smeltspanningswaarden (uitgedrukt als optisch fasenverschil in nm/cm) van hoge drukwaarden in trek-

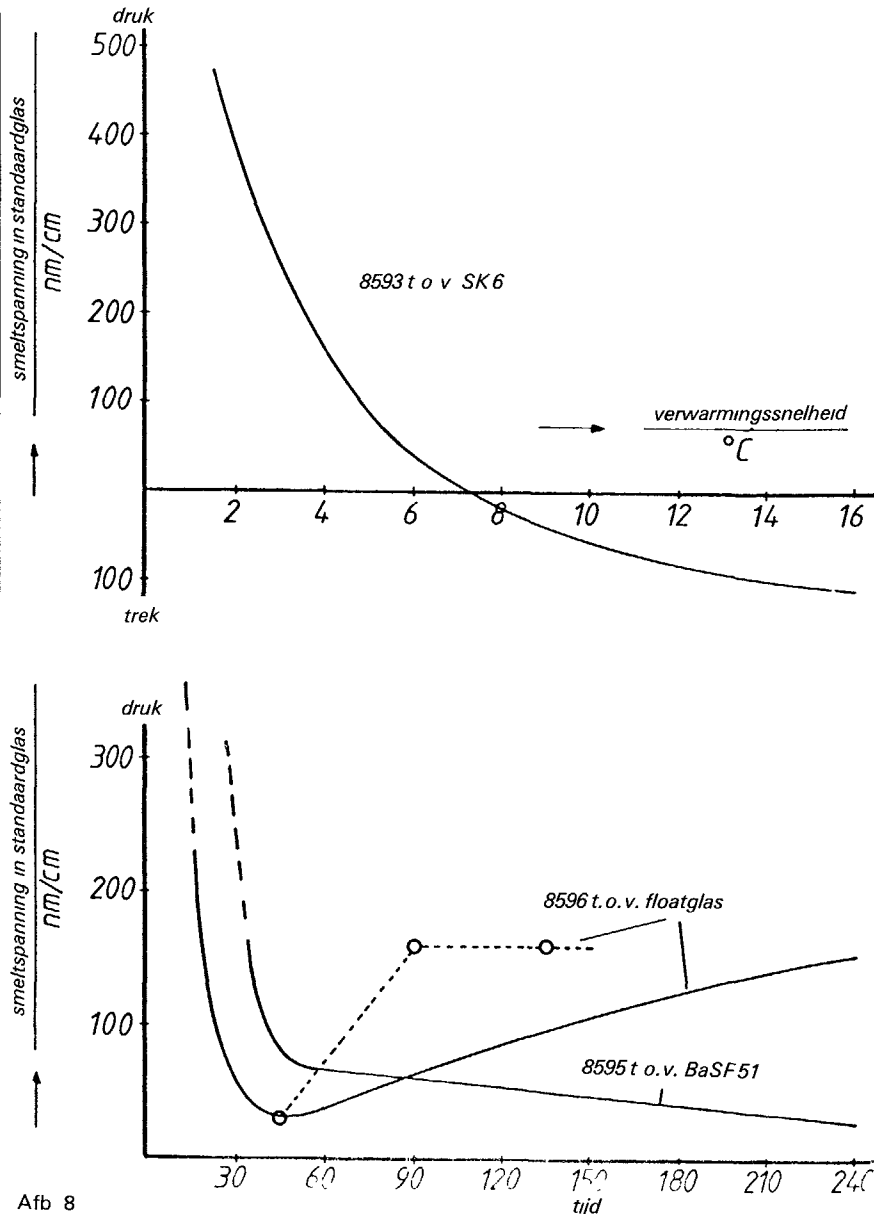
richting. Afb. 7b laat zien, welke invloed de kristallisatietemperatuur heeft op de smeltspanning vergeleken met een geschikt gekozen standaardglas. Bij dit glassoldeer veroorzaakt de verhoging van de kristallisatietemperatuur van 450 tot 520°C een daling van de uitzetting met ca. $0,5 \cdot 10^{-6}/K$. Hierbij was de verhogingssnelheid constant gehouden. Houden wij anderzijds de kristallisatietemperatuur constant op b.v. 520°C en wijzigen wij de verhogingssnelheid tussen 2 en 15°C/min., dan zien wij het in afb. 8a weergegeven gedrag. Met toenemende verhogingssnelheid registreren wij ook hier een afname van de warmte-uitzetting tengevolge van een verhoging van de kristallisiegraad.

Afb. 8b geeft de wijziging weer van de graad van kristallisatie als functie van de verhogingstijd bij constante soldeertemperatuur. Glas 8596 kristalliseert aanvankelijk snel en bereikt na ca. 1 uur een uitzettingswaarde, die ook na langere tijd niet meer belangrijk afneemt

Interessant is het tijdsgedrag bij glas 8596: na aanvankelijk een soortgelijke daling van de uitzettingscoëfficiënt, neemt deze na het passeren van een minimumwaarde na langere tijd weer iets toe. Dit kan worden verklaard door het aannemen van een verdere kristalfase met een ander kristallisatiegedrag. Onderbreekt men het kristallisatieproces na 45 minuten door afkoeling tot op kamertemperatuur en verhit men dan een tweede keer op dezelfde manier, dan is de kristallisatie-eindtoestand reeds na nog eens 45 minuten bereikt.

Nagenoeg onafhankelijk van het temperatuurprogramma is het glasachtige vloeien van de kristalliserende solderen, voordat kristallen worden gevormd. Bij verschillende solderen liggen de temperaturen, waarop zij beginnen te vloeien en te kristalliseren, voldoende ver uit elkaar, zodat men de te solderen onderdelen direct voor-verglazen en tot de verdere toepassing in glazige toestand houden kan. De duur van deze glazige toestand is voor een kristalliserend soldeer weergegeven in afb. 9. Alleen in het onderste glazige gebied is een gedeeltelijk ook herhaaldelijk opnieuw verhitten van het soldeer met een goed vloeigedrag mogelijk. Bij temperaturen resp. tijden buiten dit gebied dient met de van het temperatuurprogramma afhankelijke gedeeltelijke kristallisatie rekening te worden gehouden.

Uit het voorgaande blijkt, dat de voor een kristalliserend glassoldeer genoemde fysische eigenschappen uitsluitend voor een vast, door de fabrikant aanbevolen soldeerproces gelden. Elke wijzi-



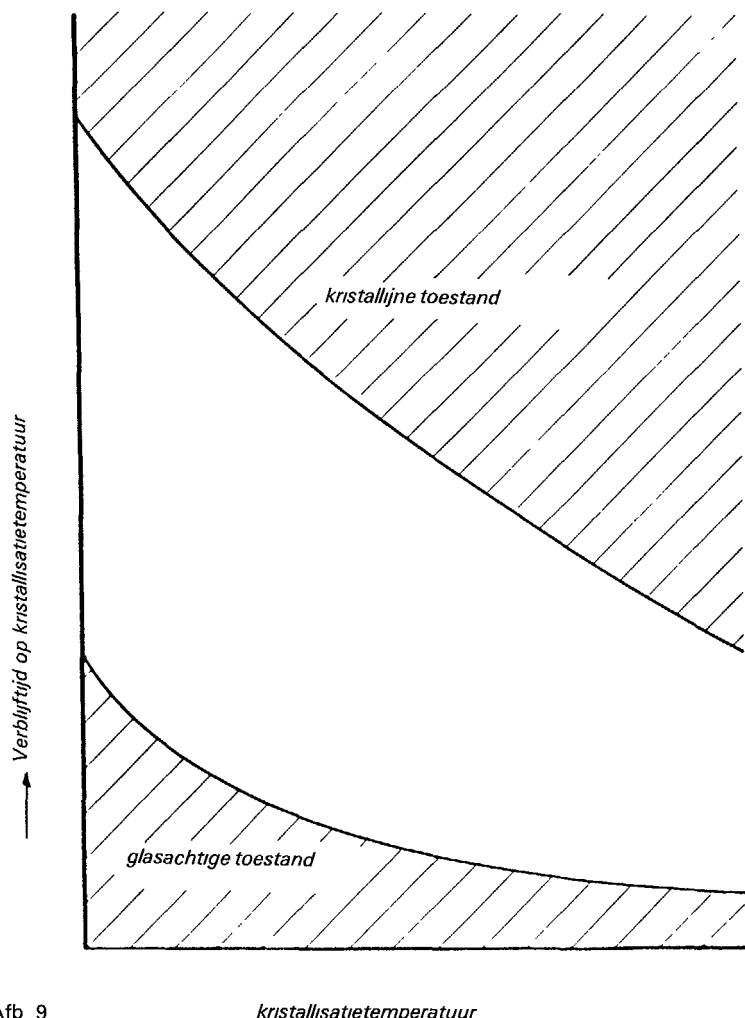
Afb 8

ging van de soldeervoorwaarden maakt een onderzoek van de voor de toepassing kritische eigenschappen noodzakelijk. Anderzijds is het hierdoor ook mogelijk, kristalliserende solderen voor speciale toepassingen door een geschikte keuze van de soldeervoorwaarden in hun eigenschappen te optimaliseren.

4. Samengestelde solderen

De toepassingsmogelijkheid van de stabiele, zowel als van de kristalliserende solderen wordt beperkt door het principiële verband tussen thermische uitzetting en soldeertemperatuur. Het beschikbaarheidsgebied voor glassolderen wordt in de richting van geringe thermische uitzettingen resp. lagere soldeertemperaturen uitgebreid door de groep van de zgn samengestelde solderen (afb. 5). Deze solderen zijn gebaseerd op het principe, dat de toevoeging van een

inert materiaal met een zeer kleine of negatieve thermische uitzettingscoëfficiënt aan een bepaald soldeer de uitzettingscoëfficiënt daarvan doet dalen, zonder andere eigenschappen van het basissoldeer belangrijk te veranderen. Met de samengestelde solderen kunnen op grond daarvan ook glazen met uitzettingscoëfficiënten rond $5 \cdot 10^{-6}/K$ gesoldeerd worden bij temperaturen, waarbij technische glazen nog niet eens deformeren. Afb. 5 toont eveneens de grenzen, die aan een assortiment solderen gesteld worden: er bestaan hedentendage geen glassolderen met toepassings-temperaturen beneden ca. 400°C of voor materialen met uitzettingscoëfficiënten kleiner dan ca. $4 \cdot 10^{-6}/K$. Voor samengestelde solderen worden over het algemeen stabiele basisglazen geselecteerd. Als inerte vulstoffen hebben b.v. kwartsglas, cordieriet of β -eu-



Afb 9

kristallisatietemperatuur

cryptiet, hun deugdelijkheid bewezen. Basisglas en vulstof worden eerst afzonderlijk tot poeder vermalen en dan gemengd. Door toevoeging van enkele procenten vulstof wordt het vloeien van het basisglas praktisch nog niet beïnvloed. Met toenemend vulstofaandeel wordt de vloeibaarheidsgraad aanvankelijk geremd, dat kan worden gecompenseerd door verhoging van de soldeertemperatuur. Dit leidt er echter zeer snel toe dat de overladen samenstelling niet meer vloeit en derhalve niet meer kan worden toegepast. Afb 10 toont dit gebeuren.

Al worden de vulstoffen ook inert genoemd, er kan toch een zekere reactie met het basisglas optreden. Deze reacties worden naar hun aard bij hoge soldeertemperatuur of langere soldeertijd bijzonder bemerkbaar. Afb. 11 toont de stijging van de lineaire uitzettingscoëfficiënt van een samengesteld soldeer als functie van de verwekingstemperatuur. Bij samengestelde solderen dient er derhalve op te worden gelet, dat de door de fabrikant opgegeven uitzettingscoëfficiënt alleen juist is bij de geadviseerde

soldeervoorwaarden. Verder moet erop gelet worden, dat bij op elkaar volgende arbeidsstappen met opnieuw smelten van het soldeer de uitzettingscoëfficiënt daarvan over het algemeen hoger zal worden.

5. Conceptie van soldeerverbindingen

Aan elke keus van glassolderen liggen de volgende 3 criteria ten grondslag:

- 1 de door het te solderen component bepaalde maximaal toelaatbare soldeertemperatuur;
- 2. de temperatuur, die de soldeerverbindingen in geval van toepassing zonder deformatie moet kunnen doorstaan;
- 3. de aanpassing van de uitzetting aan die van de smeltpartner.

Deze 3 parameters kunnen niet willekeurig worden gekozen, maar zijn via het type glassoldeer afhankelijk van elkaar. De beide eerste criteria zijn reeds bekend (afb. 5) voor een maximaal toelaatbare soldeertemperatuur kunnen uit het veld van de drie soldeertypes over het algemeen meerdere glazen worden geselecteerd. Een keus kan dan door de eis van

een zo hoog mogelijke toepassingstemperatuur nodig zijn. Hierbij maken stabiele en samengestelde solderen slechts toepassingstemperaturen mogelijk tot aan de transformatietemperaturen van deze solderen. De kristalliserende glassolderen kunnen daarentegen tot in het gebied van de oorspronkelijke soldeertemperatuur ook later opnieuw gebruikt worden. In al die gevallen, waarin diverse solderingen achter elkaar moeten worden uitgevoerd, kunnen voor de eerste solderingen alleen maar kristalliserende solderen worden gebruikt.

De keuze van de juiste uitzetting van het glassoldeer is van beslissende betekenis, indien mechanisch stabiele en hermetische soldeerverbindingen nodig zijn. De uitzettingscoëfficiënten van soldeer en smeltpartner moeten zo op elkaar zijn afgestemd, dat schadelijke trekspanningen in de soldeerverbinding worden vermeden.

De opbouw van spanningen in een versmelting moet beschreven worden aan de hand van afb. 12, die typische uitzettingskrommen van glassoldeer en smeltpartner laat zien. Bij daling van de soldeertemperatuur worden contractiever schillen eerst door plastisch vloeien van het glassoldeer opgevangen. Beneden de invriestemperatuur van het soldeer T_E is vloeien praktisch niet meer mogelijk en

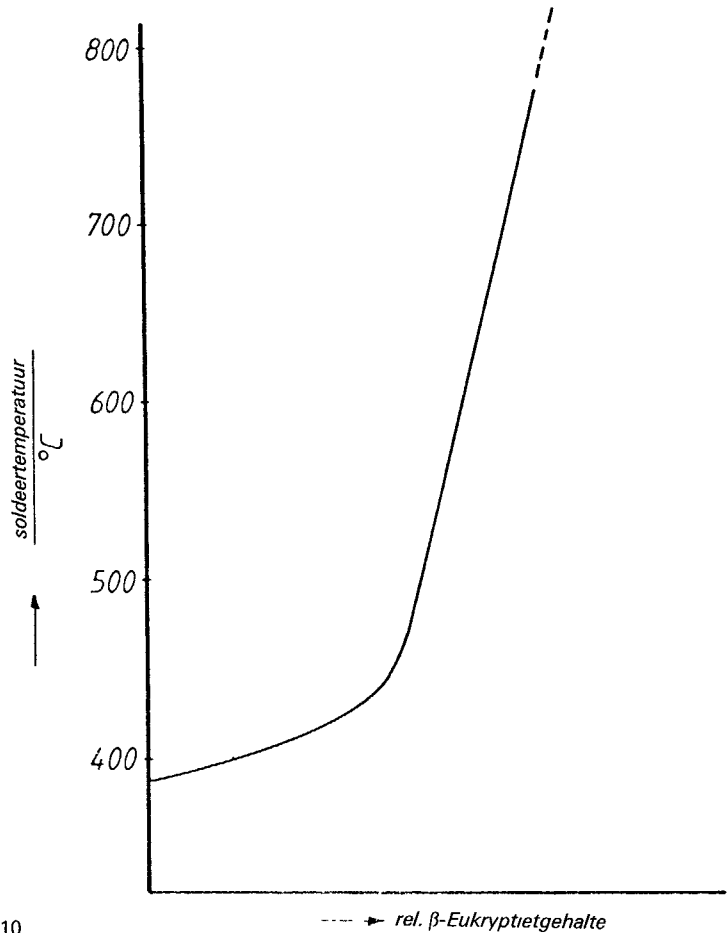
het contractieverschil $\Delta \left(\frac{\Delta l}{l} \right)$ leidt tot spanningen tussen de smeltpartners. In het getoonde voorbeeld ontstaat als gevolg van de grotere uitzetting van het glassoldeer in het soldeer trekspanning. Oorzaak hiervan is niet de voor de karakterisering van technische glazen aangevoerde thermische uitzettingscoëfficiënt $\alpha_{20/300}$ voor het temperatuurgebied tussen 20 en 300°C, maar veeleer de uitzettingscoëfficiënt tot aan de invriestemperatuur van het soldeer α_{20/T_E} . Als gevolg van het verloop van de uitzettingskromme van het glassoldeer in het transformatiegebied is deze steeds groter dan $\alpha_{20/300}$. Na deze uiteenzetting is het begrijpelijk, dat voor spanningsarme versmeltingen glassolderen gekozen moeten worden, waarvan de uitzettingscoëfficiënt $\alpha_{20/300}$ ca. 0,5 tot $1 \cdot 10^{-6}/K$ kleiner is dan die van de smeltpartner. De invriestemperatuur, waardoor de spanningsopbouw wordt bepaald, ligt voor een gegeven glas niet bij een absoluut vaste temperatuur, maar wordt met toenemende afkoelsnelheid hoger. Dit betekent, dat de in de versmelting resulterende spanningen ook een functie van de afkoelsnelheid kunnen zijn. De afkoeling heeft derhalve een bijzondere betekenis. In het gebied van de transformatietem-

peratuur van de solderen zijn afkoelingsstappen van 1 tot 5°C/min naar gelang van de geometrie van de soldeerzone aan te bevelen.

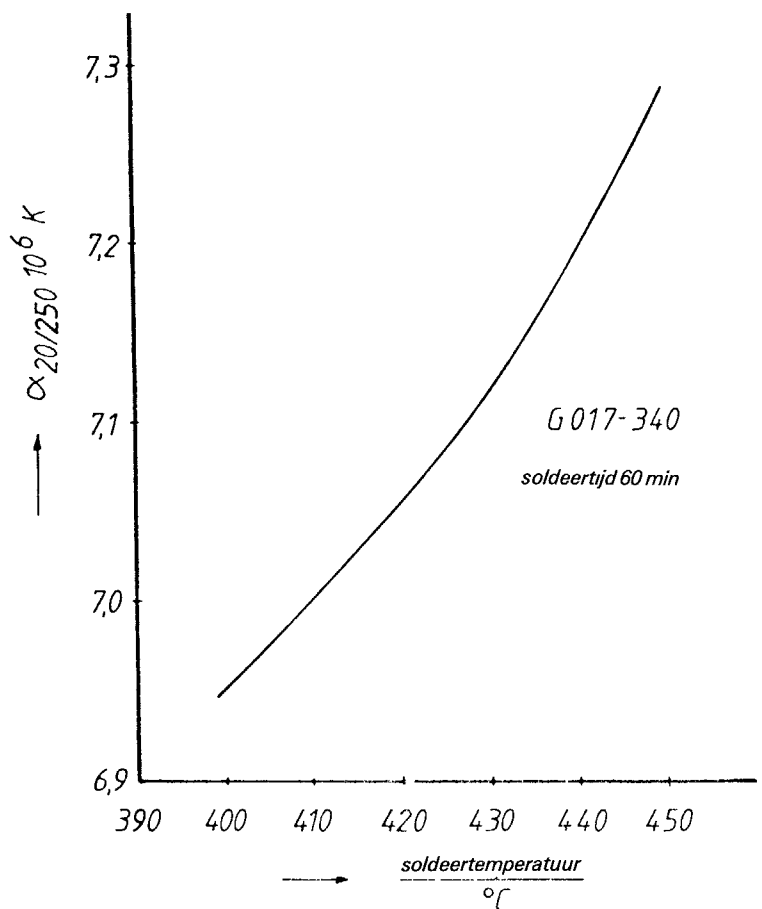
Ook de geometrie van de soldeerverbinding kan de houdbaarheid ervan belangrijk beïnvloeden. Enige grondregels kunnen dikwijls door een geschikte keuze van de versmeltgeometrie worden opgevolgd. trekspanning in het glassoldeer dient zoveel mogelijk te worden vermeden, terwijl drukspanningen doorgaans onkritisch zijn. Dergelijke drukspanningen kunnen - tenminste bij concentrische soldeerverbindingen - vaak worden bereikt door opkrimpen van het buitenste materiaal op het glassoldeer. Kunnen trekspanningen in het glassoldeer niet worden voorkomen, dan dient de soldeerlaag zo dun mogelijk te worden opgebracht. Glasaanhechtingen met kerfwerking dienen, zoals in alle constructies met breekbare materialen, te worden vermeden. Afb. 13 toont een voorbeeld van een slechte (A), een goede (B) en een bijzonder aanbevelenswaardige uitvoering (C) van een soldeernaad.

Het vloeien van het glassoldeer en daarmee o.a. ook de vorm van de resulterende soldeerverbinding kan in belangrijke mate mede worden bepaald door de versmeltatmosfeer. Bij alle lood- en zinkoxidehoudende solderen (en dat is de overgrote meerderheid van alle solderen) mag de versmeltatmosfeer in geen geval reducerend zijn. Reeds geringe reducerende deeltjes kunnen leiden tot slecht vloeien van het glassoldeer of tot reductie van loodoxide tot metaalhoudend lood. Bij een oxiderende atmosfeer is de vloeï het beste; indien de smeltpartners dit toelaten, is een versmelting in open lucht optimaal.

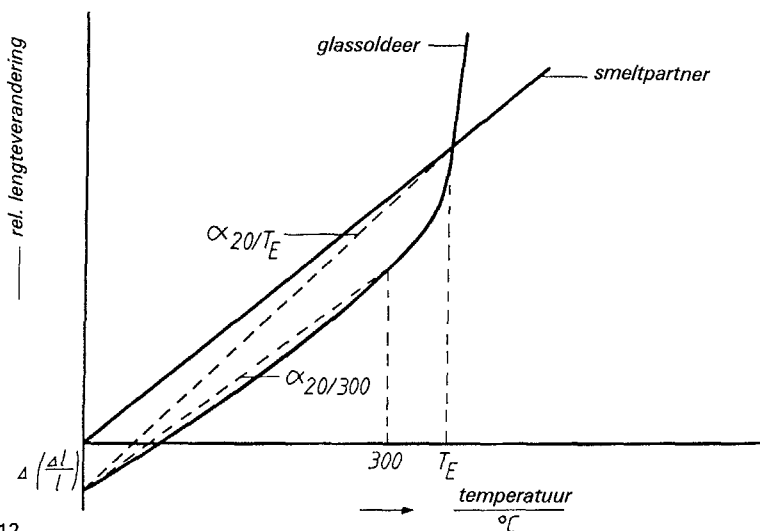
De vraag naar een bijzonder lage soldeertemperatuur vereist voor solderen zulke speciale glassamenstellingen, dat de goede chemische bestandheid van de technische glazen daarmee niet kan worden bereikt. Terwijl de chemische bestandheid van technische glazen in klassen volgens DIN-bepalingsmethodes wordt uitgedrukt, is dit bij glassolderen niet meer mogelijk. Dit kan hun toepassing in agressieve milieus beperken of zelfs onmogelijk maken. Anderzijds kan juist die slechte chemische bestandheid benut worden om soldeerverbindingen achteraf ook zonder temperatuurinwerking en zonder beschadiging van de smeltpartner weer te scheiden. Zo maken b.v. oplossingen van salpeterzuur-10% en perchloorzuur-15% bij een temperatuur van 50°C soldeerlagen los in een tempo van 100 micron/min. Daarmee kunnen binnen enige uren ook dik-



Afb 10



Afb. 11



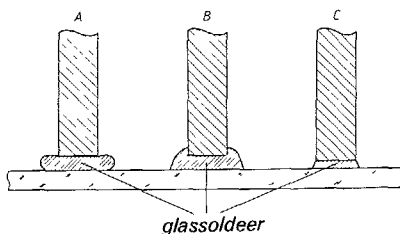
Afb 12

ke soldeerlagen worden opgelost. Glassolderen gedragen zich stabiel tegenover alle organische watervrije oplosmiddelen.

6. Toepassingstechniek

Alle glassolderen worden, nadat zij in een geschikte vorm door smelting zijn verkregen, in kogelmolens tot poeder vermalen. Bij de samengestelde solderen worden dan eveneens de vulstoffen in poedervorm bijgemengd. Korrelgrootten tot minder dan 10 micron zijn instelbaar; in een beproefde standaardkorreling zijn 99% van alle glaskorrels kleiner dan 60 micron en ca. 50% kleiner dan 10 micron.

Om te solderen moeten de glassolderen op de soldeerplaats worden gebracht, daar gefixeerd en gesmolten worden. Het zuivere poeder is hiervoor uiterst zelden voldoende geschikt, daar het schokgevoelig en niet vormstabiel is. Over het algemeen worden daarom de glassoldeerpoeders tot pasta verwerkt, waarbij de keuze van het pastamedium wordt bepaald door de speciale eisen ten aanzien van opbrengtechniek of soldeer geometrie. In eenvoudige gevallen zijn oplossingen met water of alcohol dikwijls voldoende. Wanneer speciale eisen worden gesteld aan de verwerkbaarheid of mechanische sterkte van de nog niet versmolten soldeerconfiguratie, zijn oplossingen met een bindmiddel gebruikelijk. Zo wordt een nitrocelluloseoplossing van 1 tot 3% in azijnzure amylester als sneldrogend medium toegepast, terwijl pasta's met zeefdrukolie langzamer drogen en bijzonder geschikt zijn voor glassoldeer pasta's voor zeefdrukken. De opbrengmogelijkheden van de glassoldeeroplossing of -pasta's zijn legio en moeten aan de gestelde eisen worden aangepast. Zo is het mogelijk, glassoldeer te



Afb 13

versmeren, met een spatel of penseel op te brengen, te sproeien, te walsen, met een extruder in snoervorm op te brengen of te zeefdrukken. Voordat het soldeer gesmolten wordt, dient het hulpmiddel voor pastavorming volledig verdampt of uitgebrand te zijn, opdat restanten hiervan geen gasbellen in het vloeibare soldeer veroorzaken. Bij pasta's zonder bindmiddelen is een tempering gedurende 10 tot 30 minuten bij 100°C voldoende, bij toepassing van bindmiddelen is een tempering gedurende 15 tot 30 minuten bij 250-300°C in een oxiderende atmosfeer aan te bevelen. Deze uitbrandprocessen kunnen vanzelfsprekend in het opwarmgedeelte van een versmeltyclus geïntegreerd zijn.

In veel gevallen is het gebruik van glassolderen ook mogelijk in de vorm van voorgesinterde vormdelen. Voorwaarde daarbij is geschikte configuratie van de voorgevormde solderen - dit is over het algemeen axiale symmetrie of staafvorm. Gebruikelijke geometrien voor voorgevormde delen zijn ringen, cilinders, hulzen en rechthoekige staven. Deze vormdelen worden vervaardigd van bindmiddelhoudende poeders, die geperst, ingedroogd en gesinterd worden. Degenen, die deze glassoldeervormdelen toepassen behoeven dan het bindmiddel niet meer uit te branden, aangezien dit reeds door de fabrikant is gedaan. Dergelijke vormdelen maken de meest eenvoudige toepassing van glas-

solderen mogelijk; zij moeten alleen maar met de smeltpartner worden gefixeerd, waarna het overeenkomstige soldeerprogramma wordt afgewerkt.

Aan de afmetingen van de voorgevormde solderen worden door de perstechniek bepaalde grenzen gesteld. Zo dienen de volgende geometriën te worden vermeden: hulzen met in verhouding tot de diameter grote lengtes; hulzen met in verhouding tot wanddikte of hoogte grote diameters; onderdelen, waarvan de dikte minder dan 0,3 mm bedraagt. Staven kunnen uitsluitend met kantlengtes boven 0,5 mm vervaardigd worden.

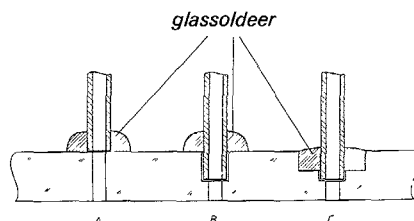
De toleranties van gesinterde onderdelen bedragen bij ringen en hulzen ca. 1% tot ca. 5% naar gelang de afmeting en bij staven ca. $\pm 10\%$ van de afmeting. De vaste lengtetolerantie bij staven is $\pm 0,8$ mm.

7. Toepassingsvoorbeelden

Onderstaand zal door middel van enige geselecteerde voorbeelden gedemonstreerd worden, welke mogelijkheden de glassoldeertechniek biedt.

7.1 Aanzetten van een pompstengel

Afb 14 toont drie mogelijkheden om een pompstengel stomp of in boorgaten van

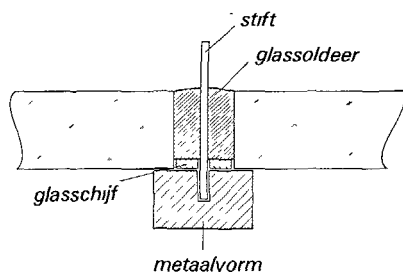


Afb 14

een plaat te solderen. Het gemakkelijkst gaat dit met toepassing van een voorgesinterde soldeerring, die over de pompstengel wordt gelegd. De eenvoudigste uitvoering is A, de grootste mechanische stabiliteit bij een goede centering van de pompstengel levert uitvoering C op. Bij deze uitvoering zou eventueel ook met glassoldeerpoeder zonder bindmiddel gewerkt kunnen worden.

7.2 Pendoorvoeren

De glassoldeertechniek biedt zich aan, wanneer in containers, wanden of platen van glas metalen doorvoeren moeten worden ingesmolten en het geringe aantal stuks een dure rechtstreekse insmelting van de pennen wegens de hoge kosten niet toestaat. Afb. 15 toont een dergelijke peninsmelting, waarbij het best een cilindrisch glassoldeervormdeel kan



Afb 15

worden toegepast. Een gat met in dit geval een diameter van ca. 6 mm kan gemakkelijk geboord worden. Pen en soldeervormdeel worden met een smeltvorm vastgehouden en gefixeerd. Bij versmelting in lucht kan wegens het dan plaats vindende wegbranden het anders gebruikelijke grafiet als vormmateriaal niet worden toegepast. Hiervoor is er dan hittebestendig staal, dat echter door het soldeer bevochtigd zou worden. Om dit te voorkomen, wordt in het voorbeeld tussen vorm en soldeervormdeel een gesinterde schijf van geschikt glas aangebracht, die de smeltvorm niet bevochtigt, zelfs niet deformeert en met het soldeer een vaste verbinding aangaat.

7.3 Het solderen van displays met staven

Voor het afdichten van displays, waarbij twee of meer glasplaten aan de randen met elkaar moeten worden versmolten, zijn glassoldeerstaven het beste gebouwen. Er wordt een stabiele samengestelde soldeer toegepast, die wat de uitzetting betreft, goed is aangepast aan floatglas. De scherpkantige staven met geringe oppervlakterutheid hebben dwarsdoorsneden van ca. 1 mm² bij kantlengtes tussen 0,5 en 1,5 mm. Zij worden in passende lengtes tussen de glasplaten gelegd, zodat na het smelten tussen de

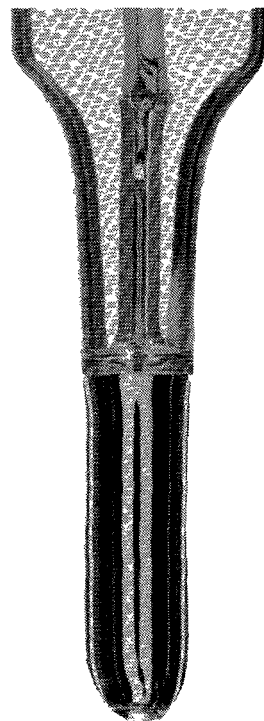
glasplaten een afstand ontstaat, die door smeltprogramma en gewicht van de bovenste glasplaat reproduceerbaar kan worden ingesteld.

7.4 Opwarmtechnieken

Voor het smelten van glassolderen kunnen verschillende warmtebronnen worden gebruikt, die naar gelang de toepassing gekozen moeten worden en die bijzondere voordelen van de soldeertechniek mogelijk maken. Naast verhitting in stationaire of doorloopovens zijn ook vlamverhitting, verhittingsspiralen en infraroodlampen gebruikelijk. De nieuwste technieken maken ook een gedeeltelijke verhitting van alleen de soldeerzone zelf mogelijk, waardoor dikwijls solderen met een op zich kritisch hoge soldeertemperatuur toegepast kunnen worden. Voor de verhitting met infraroodstraling is glassoldeer in combinatie met onderdelen van helder glas bijzonder geschikt. De warmteopname in het soldeer is eerst als gevolg van de poederstructuur, dan bij het smelten als gevolg van de blaasstructuur groter dan in helder glas, waardoor de glazen onderdelen over het algemeen niet dezelfde hoge temperatuur bereiken als het soldeer. Bij geringe soldeerlaagdicken kan de warmteopname door inkleuren van het glassoldeerpoeder nog toenemen. Temperatuurgevoelige delen kunnen mogelijkwijs speciaal beschermd worden door afdekking met schablonen, die alleen de te solderen zone vrijlaten.

7.5 Koortsthermometers

Het insmelten van het capillaire buisje van koortsthermometers in het thermometerhuis, wat vroeger relatief duur in glasblazertechniek plaatsvond, wordt in toenemende mate vervangen door insol-



Afb 16

deren. Een belangrijke voorwaarde voor dit insolderen is, dat de soldeerplaats zoals gewoonlijk glashelder blijft. Dit wordt bereikt (afb. 16) door gerichte oververhitting van het als grof glaspoeder ingebrachte loodboraatsoldeer. De temperatuur voor de gebruikelijke verwekingsviscositeit 10^5 d Pa s ligt voor dit soldeer bij 525°C. Er wordt evenwel door stralingswarmte tot ca. 700°C verhit, waardoor een glasheldere vloeï wordt bereikt. Het thermometerglas met zijn verwekingstemperatuur van 720°C blijft bij deze plaatselijke verhitting en een totale soldeerduur van slechts 30 sec onvervormd.