文章编号:1003-7837(2005)01-0043-03

银钎焊剂水溶法改性处理工艺的优化

陈海燕,梁兴华,李卫民,林 凡

(广东工业大学材料与能源学院,广东广州 510643)

摘 要:采用水溶法改性工艺制备银钎剂,正交试验表明,烘干时间对钎剂性能的影响最大,其次是成分配比及烘干温度,在配方为 42% KF +23% KBF $_4$ +35% B $_2$ O $_3$ 烘干时间为 45 min 烘干温度为 350% 时,制备的银钎剂质量稳定日焊接效果良好

关键词:银钎剂;水溶法;正交试验

中图分类号:TG454-62 文献标识码:A

银钎剂由氟化钾、硼化物和复杂的氟化物组成^[1]. 在我国应用率达 80%的 QJ102,其组成为 35%B₂O₃ A2%KF 和 23%KBF₄. 含大量 KF 的银钎剂活性强、寿命长,适用于各种钎焊方法. 但含 KF 的粉末状银钎剂开瓶后容易潮解,不能正常使用而造成极大的浪费. 为了提高产品性能,降低钎剂的吸潮性和改善调膏性,采用熔凝法、烧结法和水溶法等改性途径不失为银钎剂改性处理的有效手段,其中水溶法具备反应时间短且反应温度低的特性,具有生产效率高、能耗低及操作简单等优点^[2]. 本文在水溶法的基础上采用正交试验法,对制备银钎焊剂的工艺参数进行优选,并在优选的工艺参数下重复试验,从而获得了质量稳定、粒度均匀及吸湿性小的产品.

1 试验方法

1.1 钎剂的配制

根据 QJ102 配方和水溶法改性处理工艺的要求 将银钎剂中的 KF B_2O_3 和 KBF₄ 按一定的比例加水磨成糊 分别在 300° 350° 400° 下蒸发、焙烘 冷却后磨成 $0.106 \sim 0.075$ mm 的粉末.

1.2 吸湿性试验

吸湿性是钎剂性能的一项重要指标,将所制备

的银钎焊剂置于通风处 ,用增重法进行吸湿性试验 , 试验温度为 $25\sim28$ $^{\circ}$,湿度为 $60\%\sim70\%$.

1.3 熔点的测定

目测变温法是测定熔盐熔点的一种极为简捷、准确和快速的方法.具体操作为.在加热过程中不断搅拌熔盐,观察并记录熔体最后一批晶粒消失时的温度(或溶液突然透明时的温度);然后在冷却过程中不断搅拌熔盐,观察并记录最初一批晶粒生成时的温度(或透明溶液突然混浊时的温度).理论上,两次记录的温度值应该相同,但由于过冷和热滞后的现象,常使这两个温度值有差异.降低熔点附近升降温度的速度和反复多次操作,并取其平均值,这个温度即相当于熔点.

1.4 铺展性能的测试

按照 GB11364-89《钎料铺展性及填缝性试验方法》,称取(0.15 ± 0.05)g 银钎丝(标准号:GB10046-88 型号 BAg45CuZnCd)弯成圈状 结合制备好的钎剂放在载样板($3 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times 40 \text{ mm}$)的紫铜片(表面去油、除锈、平整光洁、预热 80 s)中心位置,钎剂粉末加入量以完全覆盖焊丝为佳,在 820°C 的炉温下保温 4 min,出炉后用求积仪分别测量钎料铺展面积

2 试验结果与分析讨论

2.1 正交试验

以钎焊剂的吸湿性、熔点和铺展性作为考察指标,选成分配比、烘干时间、烘干温度作为3个因素ABC,并各选3个水平,如表1所示.正交试验方案及其结果列于表2.

表 1 试验因素水平表
Table 1 Levels of experimental factors

	因素						
水平	A	В	С				
	成分配比1)	时间/min	温度/℃				
1	$40\%KF + 25\%KBF_4 + 35\%B_2O_3$	35	300				
2	$42\%\mathrm{KF} + 23\%\mathrm{KBF}_4 + 35\%\mathrm{B}_2\mathrm{O}_3$	45	350				
3	$44\%\mathrm{KF} + 21\%\mathrm{KBF_4} + 35\%\mathrm{B_2O_3}$	55	400				

注:1)配比用质量百分数表示.

表 2 正交试验方案与结果

Table 2 Projects and results of orthogonal test

接換	Table 2 Trojects and results of Orthogonial test									
A B C 回潮率/% 平均熔点/で 铺展面积/mm² 综合评分	试验号	因素			试验结果					
X S ₁₂₂) 1 2 2 47.30 761 130 19.25 3(S ₁₃₃) 1 3 3 95.99 760 95 77.63 4(S ₂₂₃) 2 2 3 9.92 728 110 7.44 5(S ₂₃₁) 2 3 1 8.30 760 130 1.07 6(S ₂₁₂) 2 1 2 7.94 770 110 26.71 7(S ₃₃₂) 3 3 2 11.09 760 92 42.23 8(S ₃₁₃) 3 1 3 9.88 734 125 -5.44 9(S ₃₂₁) 3 2 1 10.48 730 110 8.69 I 115.12 39.51 28.00 II 45.48 120.93 79.25 R 79.90 85.55 60.19 較优水平 2 2 1		A	В	С	回潮率/%	平均熔点/℃	铺展面积/mm²	综合评分		
3(S ₁₃₃) 1 3 3 95.99 760 95 77.63 4(S ₂₂₃) 2 2 3 9.92 728 110 7.44 5(S ₂₃₁) 2 3 1 8.30 760 130 1.07 6(S ₂₁₂) 2 1 2 7.94 770 110 26.71 7(S ₃₃₂) 3 3 2 11.09 760 92 42.23 8(S ₃₁₃) 3 1 3 9.88 734 125 -5.44 9(S ₃₂₁) 3 2 1 10.48 730 110 8.69 I 115.12 39.51 28.00 1 10.48 730 110 8.69 II 45.48 120.93 79.25 79.25 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	1(S ₁₁₁)	1	1	1	10.58	728	100	18.24		
4(S ₂₂₃) 2 2 3 9.92 728 110 7.44 気(S ₂₃₁) 2 3 1 8.30 760 130 1.07 気(S ₂₁₂) 2 1 2 7.94 770 110 26.71 ズ(S ₃₃₂) 3 3 2 11.09 760 92 42.23 気(S ₃₁₃) 3 1 3 9.88 734 125 -5.44 気(S ₃₂₁) 3 2 1 10.48 730 110 8.69 I 115.12 39.51 28.00 II 45.48 120.93 79.25 R 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	$2(S_{122})$	1	2	2	47.30	761	130	19.25		
気(S ₂₃₁) 2 3 1 8.30 760 130 1.07 低(S ₂₁₂) 2 1 2 7.94 770 110 26.71 て(S ₃₃₂) 3 3 2 11.09 760 92 42.23 8(S ₃₁₃) 3 1 3 9.88 734 125 -5.44 ダ(S ₃₂₁) 3 2 1 10.48 730 110 8.69 I 115.12 39.51 28.00 110 8.69 II 45.48 120.93 79.25 79.25 79.90 85.55 60.19 較优水平 2 2 1	$3(S_{133})$	1	3	3	95.99	760	95	77.63		
6(S ₂₁₂) 2 1 2 7.94 770 110 26.71 ズS ₃₃₂) 3 3 2 11.09 760 92 42.23 &(S ₃₁₃) 3 1 3 9.88 734 125 -5.44 ダ(S ₃₂₁) 3 2 1 10.48 730 110 8.69 I 115.12 39.51 28.00 28.00 11 35.22 35.38 88.19 III 45.48 120.93 79.25 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	4(S ₂₂₃)	2	2	3	9.92	728	110	7.44		
ズ S ₃₃₂) 3 3 2 11.09 760 92 42.23 8(S ₃₁₃) 3 1 3 9.88 734 125 -5.44 ダ S ₃₂₁) 3 2 1 10.48 730 110 8.69 I 115.12 39.51 28.00 II 35.22 35.38 88.19 III 45.48 120.93 79.25 R 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	5(S ₂₃₁)	2	3	1	8.30	760	130	1.07		
8(S ₃₁₃) 3 1 3 9.88 734 125 -5.44 9(S ₃₂₁) 3 2 1 10.48 730 110 8.69 I 115.12 39.51 28.00 II 35.22 35.38 88.19 III 45.48 120.93 79.25 R 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	$6(S_{212})$	2	1	2	7.94	770	110	26.71		
ダ S ₃₂₁) 3 2 1 10.48 730 110 8.69 I 115.12 39.51 28.00 II 35.22 35.38 88.19 III 45.48 120.93 79.25 R 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	7(S ₃₃₂)	3	3	2	11.09	760	92	42.23		
I 115.12 39.51 28.00 II 35.22 35.38 88.19 III 45.48 120.93 79.25 R 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	8(S ₃₁₃)	3	1	3	9.88	734	125	-5.44		
II 35.22 35.38 88.19 III 45.48 120.93 79.25 R 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	9(S ₃₂₁)	3	2	1	10.48	730	110	8.69		
III 45.48 120.93 79.25 R 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	Ι	115.12	39.51	28.00						
R 79.90 85.55 60.19 较优水平 2 2 1	Π	35.22	35.38	88.19						
较优水平 2 2 1	\coprod	45.48	120.93	79.25						
	R	79.90	85.55	60.19						
因素主次 B→A→C	较优水平	2	2	1						
	因素主次	B→A→C								

从表 2 正交极差分析得出各因素的主次顺序为 $B\to A\to C$,即烘干时间对钎剂性能的影响最大 ,其次 为钎剂的成分配比 ,再次为烘干温度. 最优试样为 S_{221} ,即钎剂成分配比为 $42\%KF+23\%KBF_4+35\%$ B_2O_3 ,烘干时间为 45 min ,烘干温度为 350% . 按此 方案进行试验 ,测得此银钎剂吸潮率为 8% ,平均熔 点 690% ,铺展面积为 125 mm².

2.2 焊缝宏观分析

采用钎焊(氧 - 乙炔气焊)方法,焊接温度为800~900℃,用优化方案制备的钎剂配合银基焊丝(BAg45CuZnCd),对紫铜片进行焊接.在焊接过程中发现其润湿性和流动性良好.焊缝宏观形貌如图1所示.焊缝的起焊端和收尾端均呈凹弧状、无气泡,焊料易进入焊缝里,焊料在紫铜基体表面铺展、无疙瘩,焊接两塘残渣清除方便.

2.3 焊缝的金相组织

由焊缝金相组织图 2 可看到 ,焊缝与母材交界 处为一条较清晰的细线 ,此为焊缝钎料和母材的熔 合线 ,也即是钎缝. 图 2 表明钎缝不仅界面致密 ,而 且均匀连续.

2.4 银钎剂的 X 射线衍射分析

按最优工艺条件 S_{221} 制备的针剂的 X 射线衍射分析结果表明:银钎焊剂成分为 KBF_4 , K_2 [(OH) $F_4B_3O_3$], $K_2B_3O_3F_4OH$, KBF(OH)。显然经水溶法改性处理后,针剂的化学成分发生了变化.其中 KBF_4 微溶于水,无吸湿性 31 , K_2 [(OH) $F_4B_3O_3$]也不吸潮,而 KBF(OH)。相对前两者吸潮较大,但也远小于 KF. 所以经改性处理后银针剂的吸湿性大大降低.

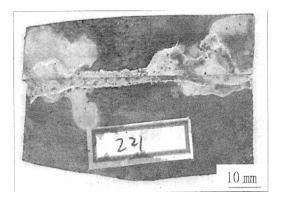


图 1 焊缝照片 Fig.1 Result of brazing seam

3 结 论

烘干时间对钎剂综合性能的影响最为显著,其次是钎剂的成分配比,再次是烘干温度.水溶法改性处理的最佳工艺为:钎剂成分配比为42% KF + 23% KBF $_4$ + 35% B $_2$ O $_3$,烘干时间为45 min ,烘干温度为350% .采用这种工艺制得的钎剂质量稳定、吸湿性小,钎剂在钎焊过程中具有优良的润湿性、流动性和铺展性.该工艺操作方便、能耗低、环境污染小,

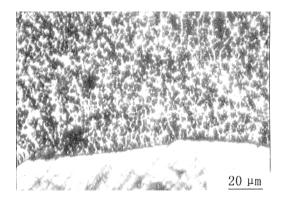


图 2 焊缝的金相照片 Fig. 2 Micrograph of brazing seam

有利于批量生产,推广应用有着显著的经济效益和 社会效益.

参考文献:

- [1] Phil R. A fresh look at low temperature silver brazing J. Welding & Metal Fabrication, 1997 65(4) 26.
- [2] 伍成根,张露菁.银钎剂的改性处理[J].焊接,2002, (10)29-31.
- [3]天津化工研究院.无机盐工业手册[M].北京:化学工业出版社,1979.717.

Optimization of the water dissolution process for silver brazing fluxes

CHEN Hai-yan , LIANG Xing-hua , LI Wei-min , LIN Fan (Faculty of Material and Energy , Guangdong University of Technology , Guangzhou 510643 , China)

Abstract: Silver brazing fluxes are prepared by water dissolution process. Its orthogonal test shows its drying time has greatest effect on brazing performance, followed by composition ratio and drying temperature. In the formula of $42\,\%\,\mathrm{KF} + 23\,\%\,\mathrm{KBF_4} + 35\,\%\,\mathrm{B_2O_3}$ and under the conditions of 45min drying time and 350°C drying temperature, the prepared silver brazing flux have stable quality and good welding effect.

Key words: silver brazing fluxes; water dissolution; orthogonal test