

Marek Barlak¹

Politechnika Warszawska, Instytut Technologii Materiałowych, ul. Narbutta 85, 02-524 Warszawa

KOMPOZYT CERAMIKA Al_2O_3 -STOP Ni-Fe-Cr DO ŁĄCZENIA CERAMIKI Z METALAMI

Przedstawiono wstępne badania nad kompozytem ceramiczno-metalowym, który może być zastosowany jako warstwa przejściowa w połączeniach ceramiki Al_2O_3 z metalami. Do wytworzenia kompozytu wykorzystano proszki ceramiki Al_2O_3 i stopu Inconel 718. Badania dotyczą trzech różnych składów chemicznych kompozytu, tj. 25% Al_2O_3 -75% 718, 50% Al_2O_3 -50% 718 i 75% Al_2O_3 -25% 718 (udziały objętościowe). Docelowe wytworzenie gradientowej warstwy złącza (na bazie trzech warstw o wymienionych wyżej składach) powinno przyczynić się do dodatkowego wzrostu wytrzymałości mechanicznej złącza ceramiczno-metalowego (także w podwyższonych temperaturach).

Al_2O_3 CERAMIC-Ni-Fe-Cr COMPOSITE TO THE JOINING OF CERAMIC WITH METALS

The paper presents the first results of the investigations of Al_2O_3 ceramic - Inconel 718 alloy composite (25% Al_2O_3 -75% 718, 50% Al_2O_3 -50% 718 and 75% Al_2O_3 -25% 718 by volume) in Welding Department of Warsaw University of Technology. In the investigations we use the powders of alumina (Fig. 1) and the powders of 718 (Fig. 2). Fig. 3 shows the first model of ceramic-metal joint. The first investigations concerned the sintering process of each layer (process conditions - temperature: 1150°C, time: 30 min, vacuum: $5 \cdot 10^{-5}$ Tr, pressure: 200 kG, the diameter of samples: 10 mm and initial height of samples: 11,9 mm). During the sintering process stepped out the contraction of each layer (Fig. 4). The value of the contraction presents Fig. 5. The difference of the bulk density and material density is the reason of the contraction (Table 1). The composite mikrostructure after sintering process presents Fig. 6. The microhardness of each layer was calculated by means of the formula [4]. The average microhardness of Al_2O_3 ceramic is 800 μHV_{100} and the average microhardness of 718 alloy is 220 μHV_{100} (table 2). The calculation result shows Fig. 7. Figure 8 presents the joint of Al_2O_3 ceramic substrate/75% Al_2O_3 -25% 718 layer. Fig. 9 shows the crack in ceramic substrate and Fig. 10 shows „lensshape” crack of ceramic substrate. On the ground of the investigations we can state, that: the obtaining of Al_2O_3 ceramic-718 alloy composite is possible, the contraction of each layer is during sintering process, the bulk density of materials is twice and three times smaller like solid material, each layers have homogeneous mikrostructure, good sintering degree without the porosity, the obtaining of correct Al_2O_3 ceramic substrate/75% Al_2O_3 -25% 718 layer joint is possible. The next investigations will include: the investigation by scanning microscopy, X-ray diffraction, the analysis of the distribution of elements, the production of correct ceramic-gradient layer-metal joint and its optimisation (dimensions, chemical composition), the investigations of the boundaries, the investigations of mechanical strength, the trial of application.

WSTĘP

Zapewnienie odpowiedniej wytrzymałości mechanicznej połączeń ceramiczno-metalowych może być realizowane poprzez wprowadzenie odpowiedniego kształtu złącza lub/i wprowadzenie w obszar złącza dodatkowego materiału. Te zabiegi mają na celu zmniejszenie wartości naprężeń własnych, wywołanych przede wszystkim znaczną różnicą w wartościach współczynników rozszerzalności cieplnej łączonych materiałów. Jednym ze sposobów podwyższenia wytrzymałości mechanicznej złączy ceramiczno-metalowych jest zastosowanie gradientowej warstwy pośredniej, pozwalającej na relaksację naprężeń [1].

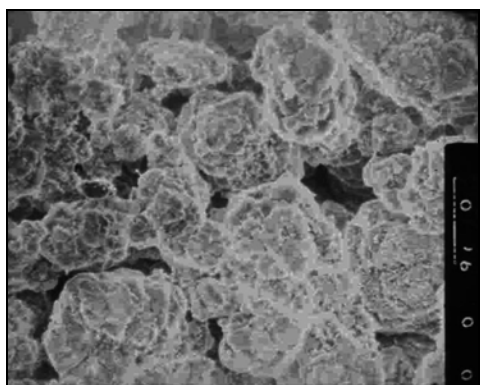
BADANIA WŁASNE

Do badań użyto proszków ceramiki Al_2O_3 i stopu 718 (rys. rys. 1 i 2), który jest utwardzonym wydzielniowo stopem na bazie niklu. Skład chemiczny stopu

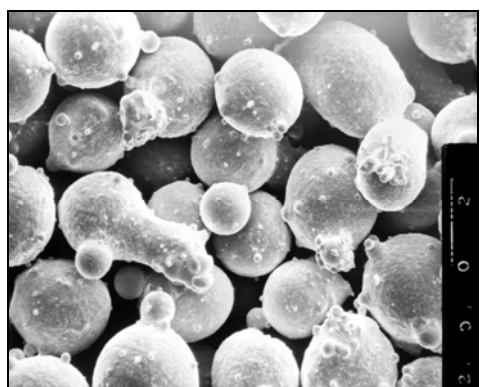
(52% Ni; 19% Fe; 18,5% Cr; 5% Nb; 3% Mo; 0,9% Ti; 0,5% Al; 0,04% C) został tak dobrany, aby zapewnić dobre właściwości mechaniczne w przedziale temperatur pracy $-200 \div 550^\circ C$. Molibden, tytan i aluminium zostały wprowadzone w celu zwiększenia żarowytrzymałości (stop 718 jest żarowytrzymały aż do temperatury $650^\circ C$ - właściwość ta wyróżnia go spośród innych superstopów na bazie niklu), a łączone z chromem wpływają na wzrost występowania ferrytu, dlatego ich wartość musi być ograniczona przy jednoczesnym wzroście zawartości niklu.

Głównymi cechami stopu są: wysoka wytrzymałość mechaniczna, dobre właściwości plastyczne, odporność na pękanie, odporność na korozję, wysoka odporność na starzenie mechaniczne oraz dobra spawalność (TIG, MIG, spajanie wiązką elektronów, zgrzewanie oporowe).

¹ mgr inż.



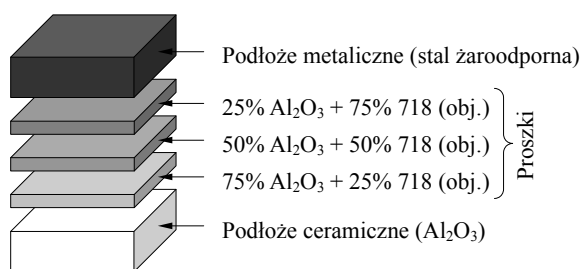
Rys. 1. Proszek Al_2O_3 ; SEI $\times 150$
Fig. 1. The powder of Al_2O_3 ; SEI $\times 150$



Rys. 2. Proszek 718; SEI $\times 150$
Fig. 2. The powder of 718; SEI $\times 150$

Obszary zastosowań stopu 718 to przede wszystkim przemysł lotniczy (części silników samolotów i rakiet, części łopatek nowoczesnych turbin i odwracaczy ciągu silników odrzutowych), przemysł naftowy, wydobywczy, energetyczny (przekładki elementów ogniów nuklearnych), a także maszynowy (produkcja noży, matryc i wkładek pracujących w wysokich temperaturach, w których konwencjonalna stal narzędziowa nie ma wystarczającej wytrzymałości, narzędzia do obróbki stali na gorąco, części pomp) [2, 3].

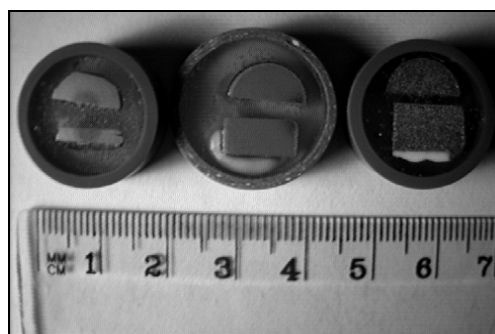
W Zakładzie Inżynierii Spajania Politechniki Warszawskiej są prowadzone badania nad zastosowaniem gradientowego kompozytu ceramika Al_2O_3 -stop 718 w żarowytrzymałych połączeniach ceramiczno-metalowych. W pierwszych pracach przyjęto model budowy złącza przedstawiony na rysunku 3.



Rys. 3. Model budowy złącza ceramika-metal
Fig. 3. The model of ceramic-metal joint

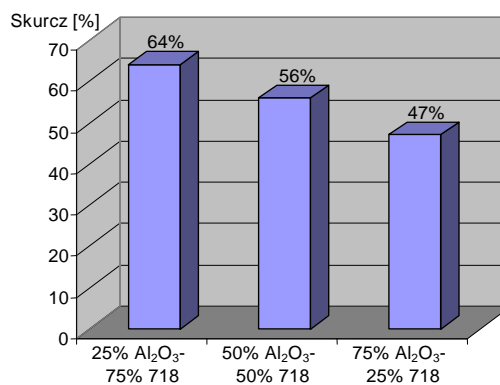
Pierwszymi przeprowadzonymi badaniami były badania spiekalności poszczególnych warstw materiału gradientowego. Warstwy spiekane były w grafitowych szablonach, w temperaturze 1150°C , w ciągu 30 min, w próżni $5 \cdot 10^{-5}$ Tr pod dociskiem 200 kG. Średnica próbek wynosiła 10 mm, a ich początkowa wysokość 11,9 mm.

Podczas spiekania występował skurcz wszystkich warstw (rys. 4). Jego wartość (rys. 5) powinna być uwzględniona w kompozycji warstwy gradientowej złącza. Jedną z głównych przyczyn powstawania skurczu była różnica gęstości materiałów litych i gęstości nasypowej proszków tych materiałów (tab. 1).



Rys. 4. Próbkę po procesie spiekania; od lewej: 25% Al_2O_3 -75% 718, 50% Al_2O_3 -50% 718, 75% Al_2O_3 -25% 718

Fig. 4. The samples after sintering process; from left: 25% Al_2O_3 -75% 718, 50% Al_2O_3 -50% 718, 75% Al_2O_3 -25% 718



Rys. 5. Wartość skurczu poszczególnych warstw kompozytu
Fig. 5. The value of the contraction of each composite layers

TABELA 1. Wartości gęstości badanych materiałów
TABLE 1. The value of density of examined materials

Materiał	Gęstość, g/cm^3	Gęstość nasypowa, g/cm^3
Al_2O_3	3,8	1,15
718	8,2	4,79

Mikrostrukturę kompozytu po procesie spiekania przedstawiono na rysunku 6.

Wyznaczona została również mikrotwardość poszczególnych warstw kompozytu. Wykorzystano w tym celu zależność [4]:

$$\mu HV = V_I \mu HV_I + (1 - V_I) \mu HV_{II}$$

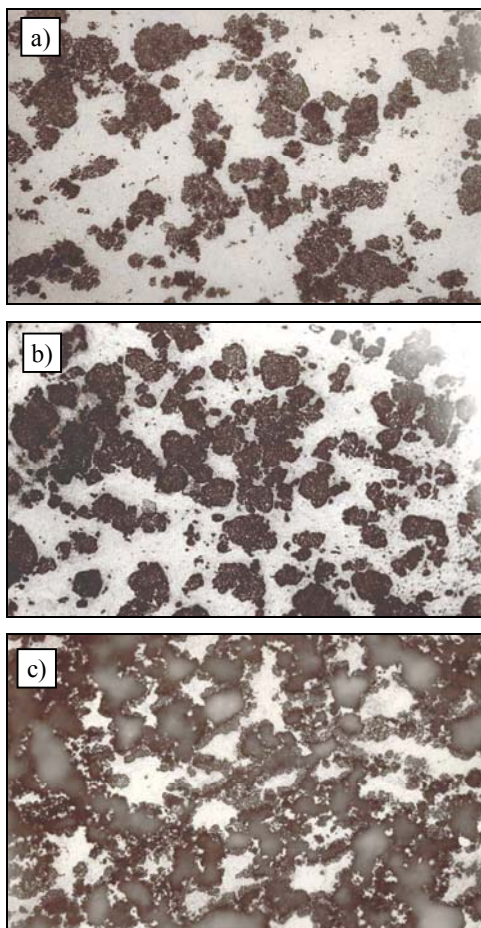
gdzie:

V_I - udział objętościowy pierwszego składnika kompozytu,

μHV_I - mikrotwardość pierwszego składnika kompozytu,

V_{II} - udział objętościowy drugiego składnika kompozytu,

μHV_{II} - mikrotwardość drugiego składnika kompozytu.



Rys. 6. Mikrostruktura kompozytu; OM $\times 100$: a) 25%Al₂O₃-75% 718, b) 50%Al₂O₃-50% 718, c) 75%Al₂O₃-25% 718

Fig. 6. The composite microstructure; OM $\times 100$: a) 25%Al₂O₃-75% 718, b) 50%Al₂O₃-50% 718, c) 75%Al₂O₃-25% 718

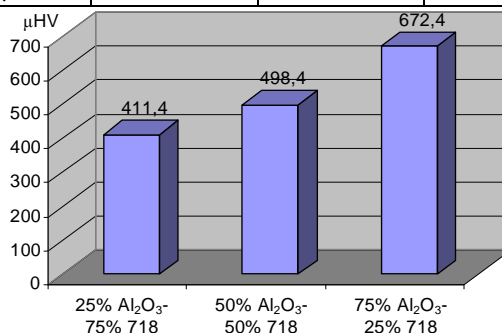
Średnia mikrotwardość ceramiki Al₂O₃ wynosiła 800 μHV_{100} , natomiast średnia mikrotwardość stopu 718: 220 μHV_{100} (tab. 2). Wyniki obliczeń mikrotwardości poszczególnych warstw kompozytu przedstawia rysunek 7.

TABELA 2. Udziały procentowe i mikrotwardość składników kompozytu

TABLE 2. The proportional contents and microhardness of composite components

Kompozyt	25%Al ₂ O ₃ - -75% 718	50%Al ₂ O ₃ - -50% 718	75%Al ₂ O ₃ - -25% 718
V_I	0,33	0,48	0,78
μHV_I	800	800	800

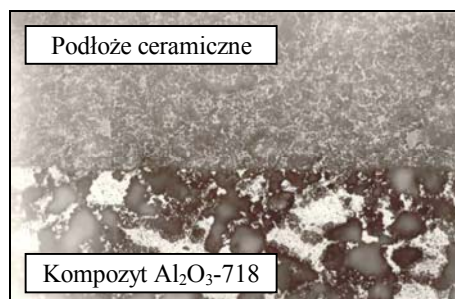
V_{II}	0,67	0,52	0,22
μHV_{II}	220	220	220



Rys. 7. Średnia mikrotwardość warstw kompozytowych

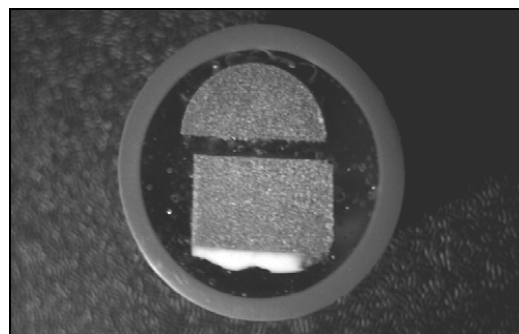
Fig. 7. The average microhardness of composite layers

W zaproponowanych warunkach spajania istnieje możliwość utworzenia złącza Al₂O₃/warstwa 75% Al₂O₃-25% 718 (rys. 8).



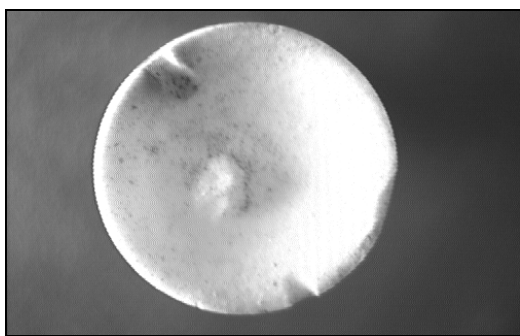
Rys. 8. Złącze podłoże ceramiczne Al₂O₃/warstwa 75%Al₂O₃-25% 718; OM $\times 100$, pola jasne - stop 718, pola ciemne - ceramika Al₂O₃, próbki nietrawione

Fig. 8. The Al₂O₃ ceramic substrate/75%Al₂O₃-25% 718 layer; OM $\times 100$, light fields - 718 alloy, dark fields - Al₂O₃ ceramic, non-etched samples



Rys. 9. Pęknięcie w podłożu ceramicznym

Fig. 9. The crack in ceramic substrate



Rys. 10. „Soczewkowy” przełom podłoża ceramicznego

Fig. 10. „Lensshape” crack of ceramic substrate

W wyniku wstępnej oceny wytrzymałości mechanicznej złącza, zauważono, że pęknięcia występują w ceramicznym podłożu, a nie w strefie złącza (rys. 9) oraz, że mają one charakterystyczny „soczewkowy” kształt (rys. 10), wskazujący na odpowiednią wytrzymałość strefy złącza.

WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych dotychczas badań można stwierdzić, że:

- możliwe jest wykonanie kompozytu ceramika Al_2O_3 -stop 718 o różnych udziałach procentowych jego składników,
- podczas spiekania warstw (w zaproponowanych warunkach) występuje ich skurcz, a jego wartość powinna być wzięta pod uwagę przy projektowaniu np. złącza gradientowego; skurcz jest tym mniejszy, im większa jest zawartość fazy ceramicznej w kompozycie,
- gęstość zasypowa proszków użytych w badaniach jest dwu- i trzykrotnie mniejsza od gęstości litych materiałów,
- wszystkie przebadane warstwy wykazują jednorodność budowy, dobry stopień spieczenia, brak porowatości,
- mikrotwardość kompozytu wzrasta wraz ze wzrostem udziału fazy ceramicznej,

- możliwe jest powstanie prawidłowego złącza podłoża ceramiczne Al_2O_3 /warstwa 75% Al_2O_3 -25% 718 (sugeruje to pęknięcie w podłożu ceramicznym i jego specyficzny kształt).

Dalsze prace będą obejmowały:

- obserwacje na mikroskopie skaningowym, analizę rozkładu pierwiastków, badania rentgenostrukturalne,
- wytworzenie prawidłowego złącza ceramika-warstwa gradientowa-metal i jego optymalizację (wymiar, skład chemiczny),
- badania granic: podłoża ceramiczne-warstwa gradientowa, podłoża metaliczne-warstwa gradientowa i granic międzywarstwowych,
- badania wytrzymałości mechanicznej,
- próbę aplikacji.

LITERATURA

- [1] Barlak M., Konstrukcyjne i technologiczne metody minimalizacji naprężeń własnych w złączach ceramika-metal, Program Priorytetowy Nowe Technologie 3, Warszawa 2000, 103-114.
- [2] Inconel 718. <http://searchpdf.adobe.com/proxies/0/34/83/1.html>
- [3] INCONEL® alloy 718. <http://www.hpalloy.com/DataSheets/718.htm>.
- [4] Kapuściński J., Puciłowski K., Wojciechowski S., Kompozyty - podstawy projektowania i wytwarzania. Oficyna Wydawnicza PW, Warszawa 1993, 11.

Recenzent
Józef Gawroński