**Marek Barlak**[1]
**Politechnika Warszawska, Instytut Technologii Materiałowych, ul. Narbutta 85, 02-524 Warszawa**

https://doi.org/10.62753/ctp.2001.03.1.1

# 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: 1150ºC, 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 $\mu HV_{100}$ and the average microhardness of 718 alloy is 220 $\mu HV_{100}$ (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 microstructure, 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

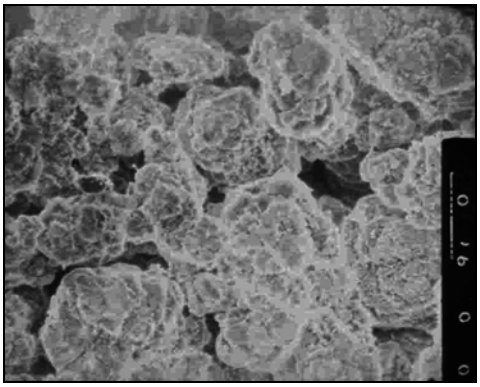
Zapewnienie odpowiedniej wytrzymałości mechanicznej połączeń ceramiczno-metalowych może być realizowane poprzez wprowadzenie odpowiedniego kształtu złącza lub/i wprowadzenie w obszar złącza dodatkowego materiału. Te zabiegi mają na celu zmniejszenie wartości naprężeń własnych, wywołanych przede wszystkim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

## BADANIA WŁASNE

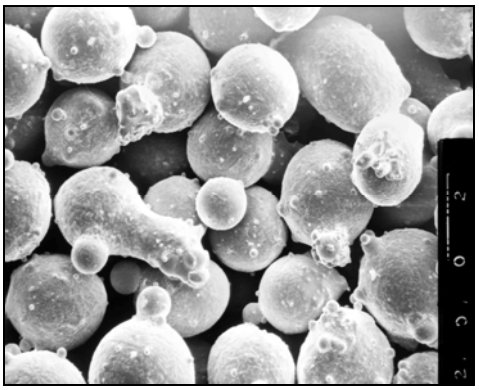
Do badań użyto proszków ceramiki $Al_2O_3$ i stopu 718 (rys. rys. 1 i 2), który jest utwardzanym wydzieleniowo stopem na bazie niklu. Skład chemiczny stopu (52% Ni; 19% Fe; 18,5% Cr; 5% Nb; 3% Mo; 0,9% Ti; 0,5% Al; 0,04% C) został tak dobrany, aby zapewnić dobre właściwości mechaniczne w przedziale temperatur pracy –200÷550ºC. Molibden, tytan i aluminium zostały wprowadzone w celu zwiększenia żarowytrzymałości (stop 718 jest żarowytrzymały aż do temperatury 650ºC - 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 pełzanie, odporność na korozję, wysoka odporność na starzenie mechaniczne oraz dobra spajalność (TIG, MIG, spajanie wiązką elektronów, zgrzewanie oporowe).

[1] mgr inż.



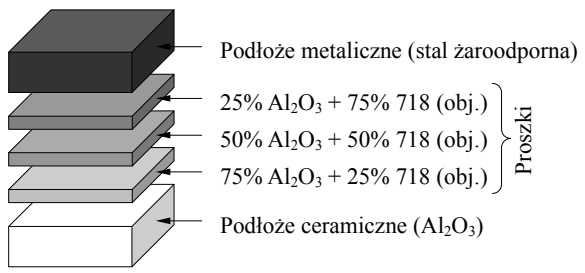
Rys. 1. Proszek $Al_2O_3$; SEI ×150
Fig. 1. The powder of $Al_2O_3$; SEI ×150



Rys. 2. Proszek 718; SEI ×150
Fig. 2. The powder of 718; SEI ×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 ogniw 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].

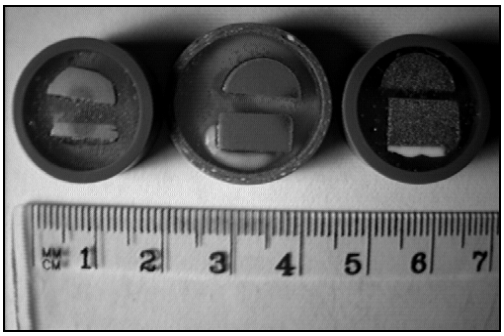
W Zakładzie Inżynierii Spajania Politechniki Warszawskiej są prowadzone badania nad zastosowaniem gradientowego kompozytu ceramika $Al_2O_3$-stop 718 w żarowytrzymałych połączeniach ceramiczno-metalowych. W pierwszych pracach przyjęto model budowy złącza przedstawiony na rysunku 3.



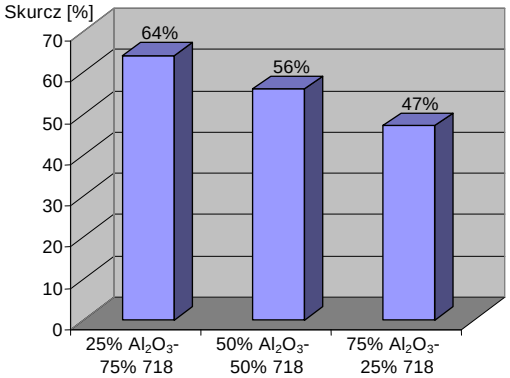

Rys. 3. Model budowy złącza ceramika-metal
Fig. 3. The model of ceramic-metal joint

Pierwszymi przeprowadzonymi badaniami były badania spiekalności poszczególnych warstw materiału gradientowego. Warstwy spiekane były w grafitowych szablonach, w temperaturze 1150ºC, 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. Próbki 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]:

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

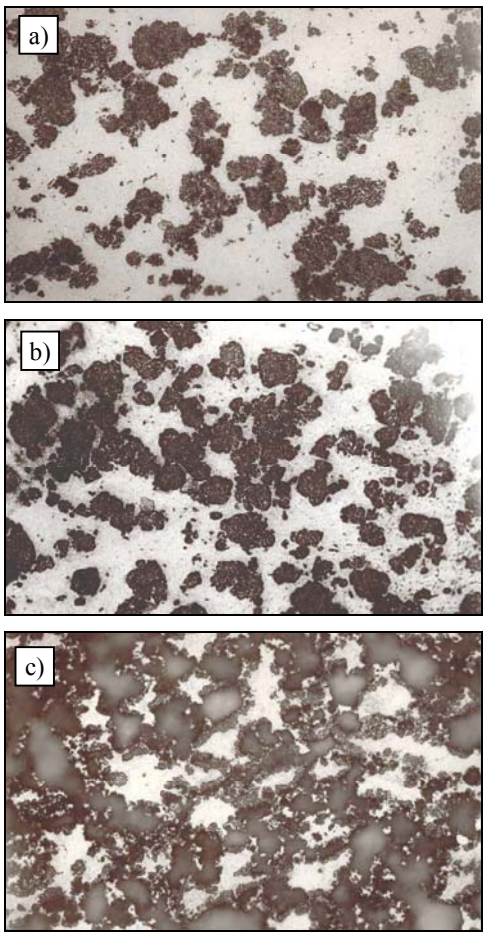
gdzie:

$V_I$ - udział objętościowy pierwszego składnika kompozytu,

$\mu HV_I$ - mikrotwardość pierwszego składnika kompozytu,

$V_{II}$ - udział objętościowy drugiego składnika kompozytu,

$\mu HV_{II}$ - mikrotwardość drugiego składnika kompozytu.




Rys. 6. Mikrostruktura kompozytu; OM ×100: a) 25%$Al_2O_3$-75% 718, b) 50%$Al_2O_3$-50% 718, c) 75%$Al_2O_3$-25% 718

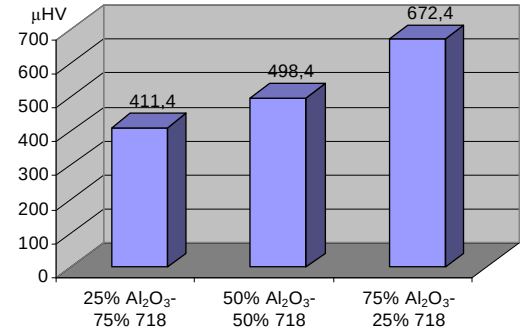
Fig. 6. The composite microstructure; OM ×100: a) 25%$Al_2O_3$-75% 718, b) 50%$Al_2O_3$-50% 718, c) 75%$Al_2O_3$-25% 718

Średnia mikrotwardość ceramiki $Al_2O_3$ wynosiła 800 $\mu HV_{100}$, natomiast średnia mikrotwardość stopu 718: 220 $\mu HV_{100}$ (tab. 2). Wyniki obliczeń mikro-twardości poszczególnych warstw kompozytu przedsta-wia rysunek 7.

TABELA 2. **Udziały procentowe i mikrotwardość składników kompozytu**

TABLE 2. **The proportional contents and microhardness of composite components**

| Kompozyt | 25%$Al_2O_3$--75% 718 | 50%$Al_2O_3$--50% 718 | 75%$Al_2O_3$--25% 718 |
|---|---|---|---|
| $V_I$ | 0,33 | 0,48 | 0,78 |
| $\mu HV_I$ | 800 | 800 | 800 |
| $V_{II}$ | 0,67 | 0,52 | 0,22 |
| $\mu HV_{II}$ | 220 | 220 | 220 |



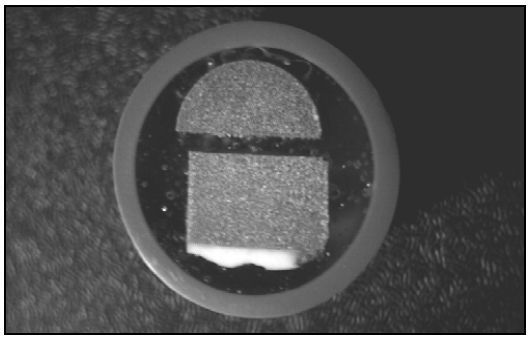

Rys. 7. Średnia mikrotwardość warstw kompozytowych

Fig. 7. The average microhardness of composite layers

W zaproponowanych warunkach spajania istnieje możliwość utworzenia złącza $Al_2O_3$/warstwa 75% $Al_2O_3$-25% 718 (rys. 8).

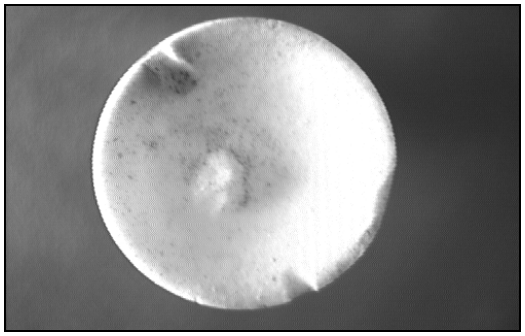
Rys. 8. Złącze podłoże ceramiczne $Al_2O_3$/warstwa 75%$Al_2O_3$-25% 718; OM ×100, pola jasne - stop 718, pola ciemne - ceramika $Al_2O_3$, próbki nietrawione

Fig. 8. The $Al_2O_3$ ceramic substrate/75%$Al_2O_3$-25% 718 layer; OM ×100, light fields - 718 alloy, dark fields - $Al_2O_3$ 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 podłoże 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 (wymiary, skład chemiczny),
- badania granic: podłoże ceramiczne-warstwa gradientowa, podłoże 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