

# Tarciowe metalizowanie ceramiki AlN tytanem

## Friction surfacing of AlN ceramics by titanium

### Streszczenie

W artykule przedstawiono pierwsze doświadczenia z metalizacji tytanem powierzchni ceramiki AlN metodą tarciovą. Wytwarzano powłoki bazujące na Ti. Stosując różne warunki procesu tarcia otrzymywano różne powłoki (TiO; TiN; Ti). Przedstawiono dyfraktogramy rentgenowskie materiału podłoża, powłoki TiO, powłoki TiN oraz powłoki czystego tytanu.

**Słowa kluczowe:** metalizacja ceramiki, metalizacja tarciovą, złącza ceramika-metal

### Abstract

The paper presents the first experience of AlN ceramic surface metallization by titanium with frictional process. Using a different process conditions of friction, authors obtained various coatings (TiO, TiN, Ti). The X-ray diffraction of the substrate and the coatings of TiO, TiN and a coating of pure titanium have been presented.

**Keywords:** metallization of ceramics, friction metallization, ceramic-metal joints

## Wstęp

Zastosowanie azotku glinu w technice, podobnie jak wielu innych materiałów ceramicznych, wymaga wytwarzana złączy ceramiczno-metalowych [1÷7]. Trudności spajania ceramiki z metalami, wynikają ze znacznej odmienności właściwości fizycznych i chemicznych materiałów ceramicznych i metalowych, np. współczynnik rozszerzalności cieplnej, współczynnik przewodnictwa cieplnego, rodzaje wiązań międzyatomowych, dodatkowym utrudnieniem jest niska zwilżalność powierzchni ceramiki przez większość ciekłych metali.

Jako materiał ułatwiający spajanie ceramiki z metalami bardzo często jest stosowany tytan, łatwo wiążący podstawowe składniki różnych gatunków ceramiki w tym tlen i azot [1,6÷9] W wielu konstrukcjach ceramiczno-metalowych ceramika stosowana jest w celu wykorzystania jej specyficznych właściwości: wytrzymałość elektryczna (odporność na przebicie), niska przewodność cieplna, twardość, słabe oddziaływanie z metalami. Równocześnie wykonanie całej konstrukcji z ceramiki jest niemożliwe lub niecelowe i to właśnie generuje potrzebę wykonania połączenia ceramika-metal.

Znakomitą tego ilustracją jest metalowa lampa rentgenowska - zastosowanie jednego metalowo ceramicznego przepustu prądowego, pozwala na wyeliminowanie szklanej bańki chłodzonej olejem i wodą i redukcję masy o 60%.

W zastosowaniach przemysłowych najczęściej złączy ceramiczno-metalowcy wykonuje się metodą lutowania, gdzie wymagana jest wysoka próżnioszczelność złącza. Złącza lutowane mogą być wykonywane drogim lutem aktywnym, jednak korzystniejszym ekonomicznie rozwiązaniem jest nadanie powierzchni ceramiki zwilżalności, i możliwość stosowania szerokiej gamy materiałów lutowniczych.

Sprawdzonym i opanowanym technologicznie procesem jest metalizacja powierzchni ceramiki za pomocą past nanoszonych metodą sitodruku i spiekanych (metalizacja proszkowa). Proces ten, jest bardzo skomplikowany technologicznie, wieloetapowy, czasochłonny i niskowydajny.

Alternatywą dla obecnie stosowanych w przemyśle metod, może być przedstawiona w artykule metalizacja powierzchni ceramiki za pomocą tarcia. Jak pokazuje analiza literatury doprowadzenie energii na drodze mechanicznej do procesu spajania materiałów różnoimiennych może być dobrym sposobem na uzyskanie wysokiej jakości połączeń [10÷12].

Ceramikę AlN wybrano ze względu na jej specyficzne właściwości. W technice półprzewodników ceramika jest stosowana do obudowy układów i podłoża, a w produkcji lamp zastępuje bańki szklane i wykonuje się z niej elementy izolacyjne. AlN ma stałą dielektryczną porównywalną z  $Al_2O_3$ , ale już wytrzymałość elektryczną o 10% większą, lepsze właściwości mechaniczne, mniejszą gęstość. Znacznie ważniejsze w tych zastosowaniach są współczynnik rozszerzalności cieplnej (AlN 4.0 wobec 6.57[10÷6/K] dla  $Al_2O_3$ ) oraz przewodność cieplna, gdzie różnica jest jeszcze większa (AlN 160 wobec 36 [W/m<sup>2</sup>K] dla  $Al_2O_3$ ).

## Przygotowanie podłoża

Materiał podłoża do doświadczeń w stanie surowym pokazano na rysunek 1.

W celu doprowadzenia obrabianej powierzchni do stanu płaskiego i równoległego do podstawy, wklejono je w gniazda stalowe wytoczone w krążkach blachy gr.10 mm i poddano

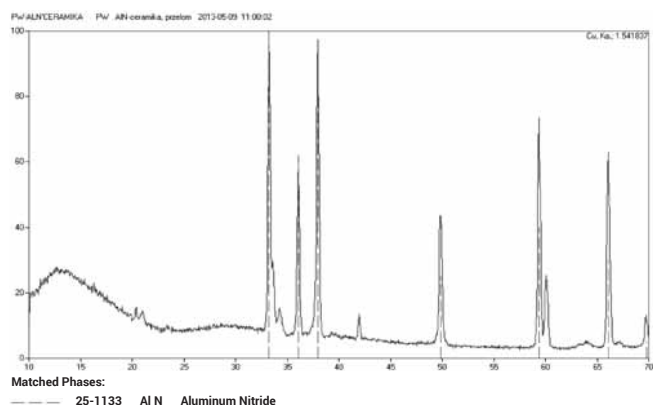
obróbce ściernicą diamentową. Stalowa oprawa umożliwiła obróbkę na szlifierce na płasko i późniejsze mocowanie w uchwycie roboczym podczas nakładania powłoki.

Widok podłoża gotowego do nanoszenia powłoki przedstawia rysunek 3.



**Rys. 1.** Próbkę ceramiki AlN w stanie surowym, grubość 6 mm, średnica 70 mm

**Fig. 1.** Sample of AlN ceramic in basic state, thickness 6 mm, diameter 70 mm



**Rys. 2.** Dyfraktogram XRD ceramiki AlN przeznaczonej do metalizowania

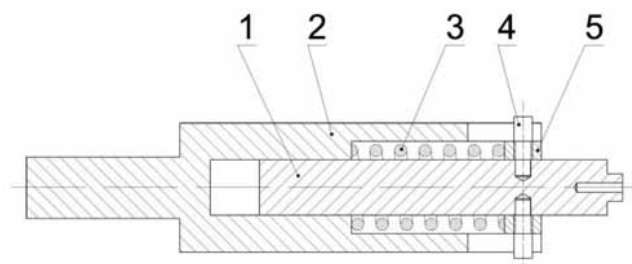
**Fig. 2.** XRD Diffractogram of AlN ceramics dedicated to metallization process



**Rys. 3.** Podłoża AlN wklejone w oprawę i po obróbce szlifierskiej

## Dobór parametrów i wykonanie powłok

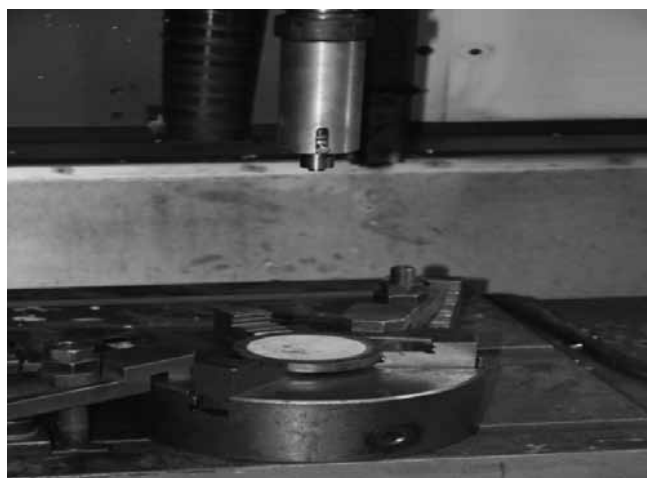
Osadzana na powierzchni ceramiki powłoka, była wytwarzana poprzez tarcie czołem tytanowego narzędzia w kształcie walca (rys.4) o zewnętrznej średnicy 9 mm z otworem 3 mm w osi. Opisane narzędzie zostało zamontowane w oprawce umożliwiającej przeniesienie momentu obrotowego oraz kontrolowanie docisku.



**Rys. 4.** Szkic tytanowego narzędzia w oprawce 1) narzędzie, 2) oprawka, 3) sprężyna, 4 i 5 elementy regulacji napięcia sprężyny

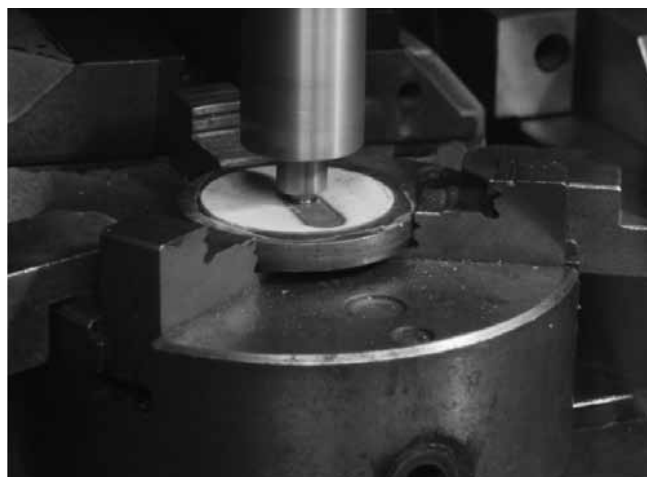
**Fig. 4.** Schema of Ti friction tool in holder: 1) friction tool, 2) holder, 3) spring, 4 and 5 spring tension adjustment items

Proces metalizowania tarcowego został wykonany na numerycznym centrum obróbkowym Arrow 500 firmy Cincinnati, zamocowane podłoża i narzędzie gotowe do pracy przedstawia rysunek 5, a proces nakładania pokazano na rysunku 6.



**Rys. 5.** Narzędzie gotowe do pracy

**Fig. 5.** System ready to work



**Rys. 6.** Nakładanie powłoki

**Fig. 6.** Friction surfacing in action

Przed wykonaniem opisywanych doświadczeń dokonano kilku prób tarcowego osadzania tytanu na powierzchni ceramiki w zgrzewarce tarcowej, w celu oszacowania przybliżonych parametrów tarcia. Z konieczności, tarcie odbywało się na powierzchniach czołowych, próbki miały średnicę 9,5 mm, walec tytanowy osadzono w uchwycie stałym, a ceramiczny w obrotowym.

Równomierną powłokę tytanu na całej powierzchni czoła ceramiki uzyskano stosując parametry podane poniżej:

- Prędkość obrotowa – 2550obr/min
- Nacisk - 13,4 MPa
- Czas - 14s

Warunki wykonywania prób metalizacji opisanych w niniejszym artykule na przygotowanych podłożach AlN miały się różnić znacząco od tych wykonanych jako wstępne na zgrzewarce. Celem doświadczeń miało być uzyskanie powierzchni metalizowanej większej niż powierzchnia czoła narzędzia, w konsekwencji musiał się pojawić posuw obracającego się narzędzia. Z tego powodu zdecydowano się wykonać doświadczenia na numerycznej obrabiarkie mogącej zapewnić sztywne zamocowanie podłoża, obrót i posuw narzędzia trącego. Docisk i jego regulację zapewniono projektując i wykonując oprawkę do tytanowego narzędzia przedstawioną na rysunku 4. Regulację siły docisku zapewnia pionowy ruch suportu obrabiarki. Sprężyna w oprawce ma gwarantowaną przez producenta stałą 55 N/mm, co zweryfikowano za pomocą siłomierza pałkowego. Różnica pomiędzy deklaracjami producenta, a pomiarami nie przekracza 2%. W tak skonstruowanej oprawce możliwy do osiągnięcia nacisk narzędzia trącego zawierał się w przedziale 0÷28 MPa. Możliwość wymiany trzonka oprawki zapewnia mocowanie w standardowym uchwycie do frezów walcowych, układ sterowania obrabiarki po wprowadzeniu wymiarów narzędzia i wstępnych pomiarach położenia pozycjonuje koniec narzędzia względem powierzchni obrabianej.

Podstawowym polem metalizowanej powierzchni jest pas powłoki o szerokości w przybliżeniu równej średnicy narzędzia i długości obejmującej lokalną cięciwę koła próbki. Dla uproszczenia przyjęto dla niego nazwę „ściegu”, a kolejne ściegi oznaczono numerami, jak widać na rysunkach. W celu uzyskania większej powierzchni metalizowanej niż wynika to z szerokości ściegu, były one układane równolegle, z pięcioprocentową zakładką. W dwóch przypadkach posuw narzędzia przebiegał po zaprogramowanej spirali o tak dobranym skoku, aby kolejno metalizowane strefy podobnie na siebie zachodziły.

Kierując się wynikami wstępnych prób wykonanych na zgrzewarce tarciowej, wykonano pierwszy ścieg oznaczony numerem 1 na rys. 7, przy następujących parametrach:

- prędkość 2800 obr/min
- nacisk 14,6 MPa
- posuw 56 mm/min.

Widoczne na początku i na końcu ściegu ciemne obwódki to efekt wychylenia narzędzia poza obszar podłoża i tarcie żywicy mocującej podłoża w oprawie. Korekta sterowania posuwem pozwoliła uniknąć tego zjawiska w przyszłości.

Zmiany barwy powierzchni ściegu i oględziny narzędzia po jego wykonaniu spowodowały decyzję o zmniejszeniu nacisku.

Drugi ścieg oznaczony nr 2 na rysunku 7 wykonano przy następujących parametrach:

- prędkość 2800 obr/min.
- nacisk 4,87 MPa
- posuw 28 mm/min.

W tym przypadku, podobnie jak w pierwszym występowały lokalne zmiany barwy powierzchni. Ponadto w środkowej strefie nastąpiło wykruszenie podłoża, zdecydowano o dalszej redukcji nacisku.

Trzeci ścieg i wszystkie pozostałe wykonano przy następujących parametrach:

- prędkość 4000 obr/min
- nacisk 2,92 MPa
- posuw 40 mm/min.

Zdecydowano kontynuować próby z parametrami trzeciego ściegu ze względu na jednolitą barwę powierzchni i małą liczbę wykruszeń podłoża. Różnica w posuwie we wszystkich trzech grupach parametrów wynika z przyjętych wartości: w pierwszym przypadku przyjęto 0,02 mm/obrót, w drugim i trzecim 0,01 mm/obrót.



Rys. 7. Widok pierwszych czterech ściegów wykonanych w początkowym etapie prac

Fig. 7. View of first four beads made in initial tests

W efekcie stosowania stosunkowo dużego nacisku, zaobserwowano na powierzchni metalizowanej zmiany barwy, będące następstwem przegrzania i utlenienia. Ponadto próbki ceramiczne miały niejednorodną, lokalnie zdefektowaną powierzchnię i przy wyższych wartościach nacisku materiał ceramiczny był łatwiej wrywany z podłoża. Po redukcji nacisku wykruszenia nie występowały, również w obszarach, gdzie defekty powierzchni były widoczne przed nakładaniem powłoki. Redukując nacisk, zwiększono prędkość obrotową narzędzia.

W pierwszym etapie wykonano dodatkowo następujące doświadczenia:

- na krążku nr 2, obok ściegu nr 4 wykonano równoległe ściegi nr 5 i 6 (rys. 8)
- na krążku nr 3 ułożono równoległe pięć ściegów z pięcioprocentową zakładką (rys.9)
- na krążku nr 4 ułożono powłokę spiralnie (rys.10)

Na tym zakończono pierwszy etap metalizacji, ściegi nr od 1 do 6 wycięto z podłoża, podzielono na odcinki 10 mm i wybrano próbki do badań rentgenowskich. Schemat podziału przedstawia rysunek 11.



Rys. 8. Ściegi nr 4, 5, 6

Fig. 8. Beads No 4, 5, 6



Rys. 9. Ściegi nr 7-11

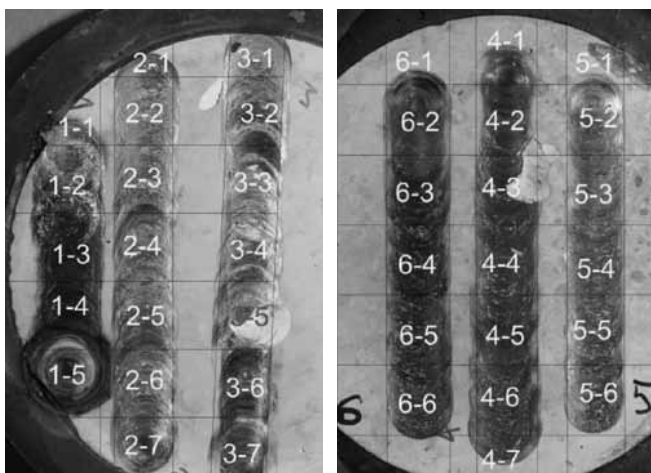
Fig. 9. Beads No 7-11



Rys. 10. Powłoka spiralna  
Fig. 10. Spiral coating

W kolejnym etapie prac przeprowadzono próby tarcio-  
wego osadzania powłoki tytanowej w osłonie gazu obo-  
jętnego-argonu. Uchwyt do próbek uszczelniono od dołu,  
od góry ustawiono walcową osłonę z PVC o wysokości  
100 mm i średnicy pozwalającej na bezpieczne operowa-  
nie narzędziem. Osłonę przy powierzchni uchwytu i szczęk  
uszczelniono masą plastyczną. Do tak przygotowanego  
układu doprowadzono argon miedzianą rurką poniżej po-  
wierzchni metalizowanej. Wydatek argonu przyjęto 14 l/min,  
przed rozpoczęciem procesu tarcia przez 5 min. przepłuki-  
wano obszar roboczy.

Widok osłony z próbką przygotowanej do metalizacji  
przedstawia rysunek 12, a powłok wykonanych w osłonie  
gazu i podział na próbki do badań rysunek 13.



Rys. 11. Plan podziału preparatów na pojedyncze próbki  
Fig. 11. Plan of cutting for individual samples

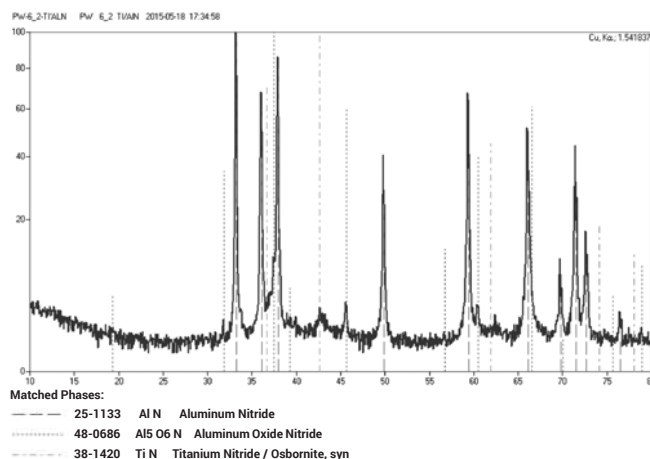
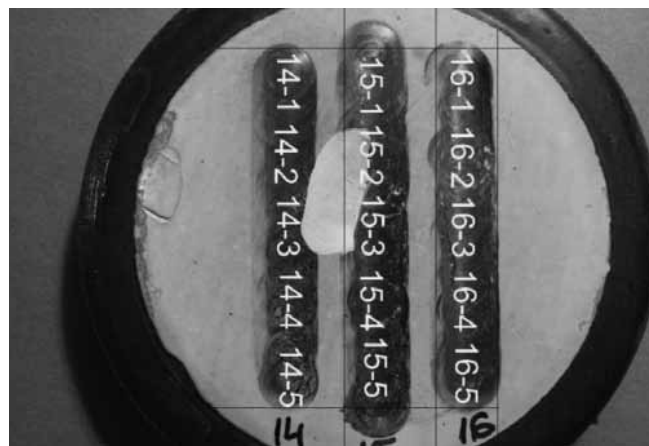


Rys. 13. Widok próbek wykonanych w osłonie argonu i ich podział  
do dalszych badań

Fig. 13. View of samples obtained with argon protection, and their  
division for further investigation

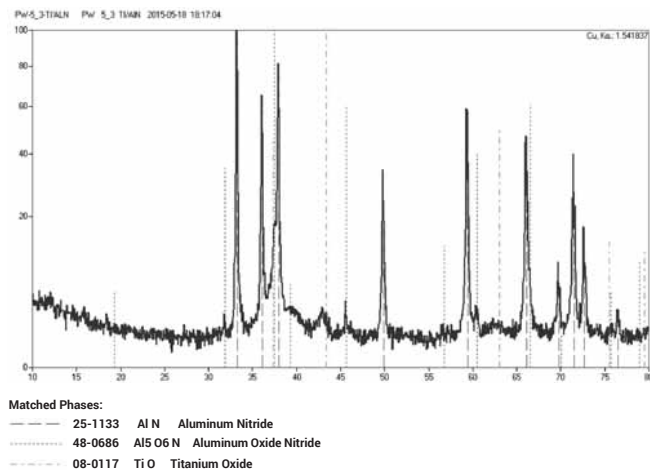


Rys. 12. Osłona strefy metalizowanej  
Fig. 12. Curtain of working zone



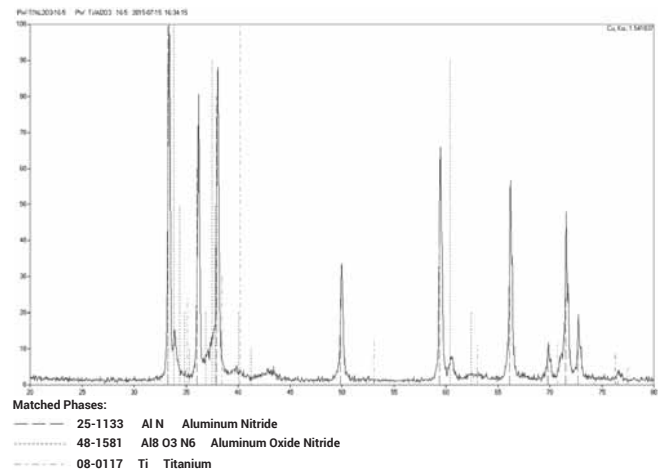
Rys. 14. Dyfraktogram XRD metalicznej powłoki nr 6-2 na ceramice AlN  
Fig. 14. XRD Diffractogram of metallic coating no 6-2 on AlN ceramics substrate

Analiza fazowa próbek z serii 6 wykonanych w warunkach wyższego nacisku wskazuje, że osadzona powłoka w całości składa się z TiO (rys. 15). Seria próbek wykonanych z obniżonym naciskiem i zwiększoną prędkością obrotowa



**Rys. 15.** Dyfraktogram XRD metalicznej powłoki nr 5-3 na ceramice AlN  
**Fig. 15.** XRD Diffractogram of metallic coating no 5-3 on AlN ceramics substrate

oznaczona numerem 5 pokryta jest powłoką TiN. Powłoka wykonana w atmosferze argonu to czysty tytan praktycznie amorficzny (daje bardzo rozmyty sygnał dyfrakcyjny).



**Rys. 16.** Dyfraktogram XRD metalicznej powłoki nr 5-3 na ceramice AlN  
**Fig. 16.** XRD Diffractogram of metallic coating no 5-3 on AlN ceramics substrate

## Wnioski

Z przeprowadzonych doświadczeń zarysowuje się możliwość wykonywania przydatnej i atrakcyjnej pod względem ekonomicznym metalizacyjnej powłoki tytanowej na powierzchni AlN. W zależności od zastosowanych warunków możliwe jest uzyskanie powłok bazujących na tytanie lub jego związkach o kontrolowanej budowie fazowej (TiO; TiN; Ti) Dalsze prace zespołu autorów będą ukierunkowane na szersze niż przedstawiono w pracy scharakteryzowanie otrzymanych powłok oraz obszaru połączenia.

## Literatura

- [1] T. Chmielewski: Wykorzystanie energii kinetycznej tarcia i fali detonacyjnej do metalizacji ceramiki, Prace Naukowe PW, seria Mechanika, Zeszyt 232, pp. 1-155, 2012.
- [2] T. Chmielewski: Natryskiwanie detonacyjne metali na podłoża ceramiczne, Przegląd Spawalnictwa, vol.78, nr 9-10, s.80-83, 2006.
- [3] W. Włosiński, T. Chmielewski, M. Kucharczyk: Spajanie tarciove stopów NiAl i FeAl ze stalą węglową St3S, Przegląd Spawalnictwa, vol.75, nr 1, s.6-12, 2004.
- [4] K. Pietrzak, D. Kaliński, M. Chmielewski, T. Chmielewski, W. Włosiński, K. Chorągiewicz: Processing of intermetallics with Al2O3 or steel joints obtained by friction welding technique, 12th Conference of the European Ceramic Society - ECerS XII, Stockholm, 2011.
- [5] W. Włosiński, T. Chmielewski, A. Grabowska, A. Góra: Warunki spajania tarciowego i struktura złączy Al2O3-Al i Al2O3-Cu, Przegląd Spawalnictwa, vol.75, nr 12, s.1-5, 2003.
- [6] A. Krajewski, M. Barlak, M. Hudycz, T. Chmielewski: Spajanie ceramiki korundowej modyfikowanej impulsami plazmy DPE + arc PVD, Prace Naukowe Programu Priorytetowego Nowe Technologie, zeszyt 5 s. 49-58, 2002.
- [7] M. Barlak, T. Chmielewski, M. Hudycz, A. Krajewski, W. Włosiński: Nowe metody spajania materiałów ceramicznych i metalowych, Prace Naukowe Programu Priorytetowego Nowe Technologie, zeszyt 4 s. 107-116, 2001.
- [8] M. Ossowski, M. Hudycz, T. Wierchoń: Struktura i właściwości kompozytów warstwowych: stop tytanu-fazy międzymetaliczne z układu Ti-Al, Przegląd Spawalnictwa, vol. 79, nr 8, s.13-16, 2007.
- [9] A. Krajewski, M. Hudycz: Wytrzymałość złączy ceramiczno-metalowych, Przegląd Spawalnictwa, vol.73, nr 8-9, s.50-53, 2001.
- [10] T. Chmielewski, D. Golański, W. Włosiński, J. Zimmerman: Utilizing the energy of kinetic friction for the metallization of ceramics, Bulletin of the Polish Academy of Sciences Technical Sciences vol. 63, No 1, pp. 201-207, 2015.
- [11] D. Golański, T. Chmielewski, S. Zhu: The effect of the interface profile on the residual stresses formed in thermally sprayed NiAl coatings on Al2O3 substrate, Przegląd Spawalnictwa vol. 86, nr 8, s.41-47, 2014.
- [12] G. Rogalski, D. Fydrych, W. Walczak: Wpływ cyklu cieplnego na właściwości zgrzewanych wybuchowo złączy stal-aluminium, Przegląd Spawalnictwa, Vol. 85, nr 6, s. 54-59, 2013.