

## WYTRZYMAŁOŚĆ MECHANICZNA I TEMPERATUROWA KOŁOWO-SYMETRYCZNYCH WARSTWOWYCH ZŁĄCZY CERAMICZNO-METALOWYCH

E. Kujawa, W. Olesińska

INSTYTUT TECHNOLOGII MATERIAŁÓW ELEKTRONICZNYCH

ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

K. Ferenc

Politechnika Warszawska

Plac Politechniki 1

Badano modelowe złącza ceramika-metal w układzie kołowo-symetrycznym. Określono wartości naprężeń mechanicznych oraz miejsca krytyczne w złączu. Obliczenia wykonano metodą elementów skończonych rozwiązując zadanie jako termosprężyste. Wykonane modele złączy poddano różnym testom mechaniczno-termicznym. Zaobserwowano znaczną kompensację naprężeń w złączu ceramika -FeNi42 (brak pęknięć w ceramice) przez wprowadzenie dodatkowej warstwy materiału (Mo, Cu).

### 1. Wprowadzenie

Łączniki ceramiki z metalami przeprowadza się w wysokiej temperaturze, toteż właściwości cieplno-fizyczne spajanych materiałów są szczególnie ważne.

O poziomie naprężeń własnych w złączu ceramiczno-metalowym, a więc o trwałości i niezawodności wyrobu w eksploatacji, decydują następujące czynniki [1,3]:

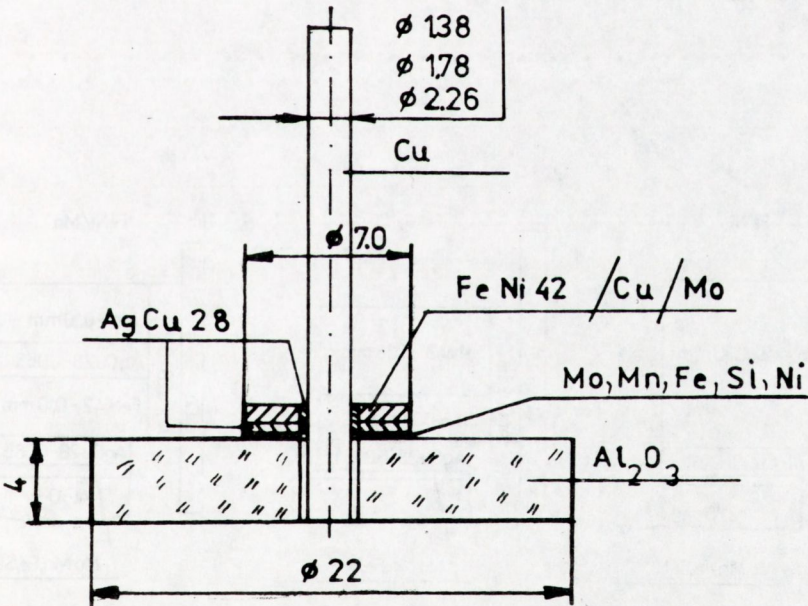
- współczynniki rozszerzalności cieplnej ceramiki  $\alpha_C$  i metalu  $\alpha_M$ ; jeśli  $\alpha_M > \alpha_C$  to w ceramice powstają niebezpieczne naprężenia rozciągające, a wartość ich jest wprost proporcjonalna do różnicy  $\alpha_M - \alpha_C$ ,

- moduły sprężystości wzdłużnej  $E$  i powiązany z nimi moduł odkształcenia postaciowego  $G$ ; metali są w większości przypadków zastosowań niższe od ich odpowiedników dla ceramiki. Im wyższą wartość wykazują  $E$  i  $G$ , tym wyższe naprężenie w metalu i w ceramice generowane jest przez odkształcenie cieplne złącza.

- granica plastyczności metalu /Re/ i przebieg naprężenia uplastyczniającego  $\delta = \delta(\epsilon)$  /umocnienia/ w całym sprężysto-plastycznym przedziale zmian temperatury aż do najniższej temperatury eksploatacji złącza. Niższa wartość granicy plastyczności oraz mniejsze umocnienie sprawiają, że powstające w trakcie chłodzenia naprężenia cieplne mają wartość w metalu a dzięki temu i w spójnej z nim ceramice.

- różne współczynniki przewodnictwa cieplnego ceramiki i metalu wywołują w czasie chłodzenia połączonych elementów gradient temperatury, który jest przyczyną powstawania naprężeń cieplnych mogących spowodować nawet pęknięcie ceramiki. Po pełnym ochłodzeniu złącza naprężenia wywołane gradientem temperatury zanikają i mamy do czynienia tylko z naprężeniami własnymi.

Oprócz powyższych czynników znaczną rolę odrywają czynniki geometryczne, a więc kształt elementów, ich wymiary gabarytowe i grubość [2].

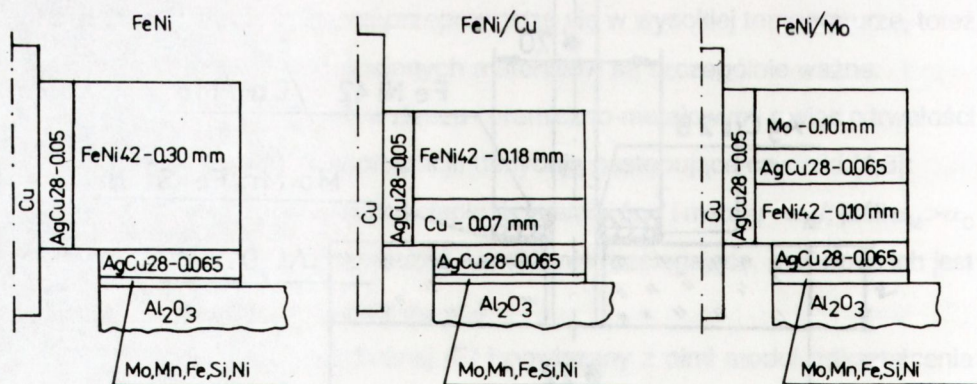


Rys.1. Budowa przepustu ceramiczno-metalowego.

W niniejszym opracowaniu przedstawiono analizę rachunkową naprężeń i badania wytrzymałości złączy ceramiczno-metalowych /rys. 1/, w których zmieniano głównie materiał elementów metalowych oraz średnicę pręta miedzianego. Celem tych analiz było uzyskanie odpowiedzi, który z wariantów rozwiązań materiałowych /i częściowo geometrycznych/ złącza wykaże najlepsze właściwości w przyszłej eksploatacji.

## 2. Technologia wykonania złączy

We wszystkich przypadkach elementem ceramicznym była kształtka korundowa z 97%  $Al_2O_3$  o wymiarach jak na rys. 1. Wszystkie złącza wykonano według jednolitej technologii. Na kształtkę ceramiczną naniesiono metodą druku sitowego warstwę metaliczną Mo, Mn, Fe, Si wokół otworu  $\varnothing_W=2,9$  mm,  $\varnothing_Z=7,0$  mm/. Grubość warstw metalicznych po spieczeniu w atmosferze ochronnej nawilżonego wodoru wynosiła 20-25  $\mu m$ . Spieczone warstwy metaliczne pokryto następnie metodą elektrochemiczną warstwą niklu o grubości ok. 2  $\mu m$ .



Rys.2. Budowa i grubości warstw w metalowych złączach.

Elementy metalowe złącza różniły się między sobą gatunkami materiałów wchodzących w ich skład. Przedstawione zostały schematycznie na rys. 2. Element metalowy złącza typu FeNi/Cu użyty został w postaci uprzednio sprasowanej (zgrzanej) płytki, natomiast elementy z FeNi42 oraz FeNi42 i Mo były lutowane bezpośrednio do płytki ceramicznej.

Druły miedziane (lutowane do elementów metalowych) miały średnice 1,38; 1,78; i 2,26 mm. Lutowanie złączy wykonano w piecu taśmowym, wodorowym, zachowując dla wszystkich próbek jednakową szybkość grzania i chłodzenia. Stosowano lut AgCu28 w postaci folii o grubości 0,065 mm. Złącza lutowano w kasetach grafitowych.

### 3. Analiza rachunkowa naprężeń własnych w złączach

Celem przeprowadzonych obliczeń naprężeń własnych (cieplnych) było określenie położenia miejsc krytycznych w złączu oraz porównanie wartości naprężeń w tych miejscach dla trzech analizowanych rodzajów złącza. Obliczenia przeprowadzono metodą elementów skończonych traktując model jako kołowo-symetryczny i rozwiązując zadanie jako termosprężyste. Oznacza to, że przyjmuje się iż w każdym materiale wchodzącym w skład złącza wystąpią tylko odkształcenia sprężyste, co jest słuszne tylko dla ceramiki. Takie założenie sprawia, że uzyskane liczbowe wyniki naprężeń nie są dokładne lecz zdecydowano się na to uproszczenie z braku dokładniejszej metody obliczeń w czasie prowadzenia badań. Ponadto, analizowane modele różnią się między sobą głównie materiałami więc uzyskane wyniki mogą być przydatne do orientacyjnej analizy porównawczej. Do obliczeń przyjęto następujące założenia:

- zadania rozwiązywano jako statyczne pod względem prędkości zmian temperatury,
- wszystkie materiały wykazują cechy izotropowe,
- właściwości fizyczne materiałów są stałe w analizowanym zakresie temperatury, podano je w tabelicy 1.

Różnicę temperatury  $\Delta T$  wywołującą naprężenia własne w połączeniu przyjęto

równą - 100°C. Oznacza to, że naprężenia własne powstawały w zakresie temperatury od 120°C do 20 °C, a powyżej 120°C zachodzą tylko odkształcenia plastyczne bez umocnienia. Tak więc jest to dodatkowe założenie upraszczające sprawiające, że uzyskane wyniki mogą być użyte tylko do celów porównawczych w niniejszej analizie.

W wyniku obliczeń określono następujące naprężenia typowe dla zadania kołowo-symetrycznego:  $\delta_R$ ,  $\delta_z$ ,  $\delta_T$ ,  $\tau_{RZ}$  oraz  $\delta_{max}$  i  $\delta_{min}$ .

Do porównawczej analizy wytrzymałości złącza przyjęto hipotezę Mohra, najczęściej stosowaną dla materiałów kruchych (ceramika) w postaci:

$$\delta_0 = \delta_1 - k \cdot \delta_3$$

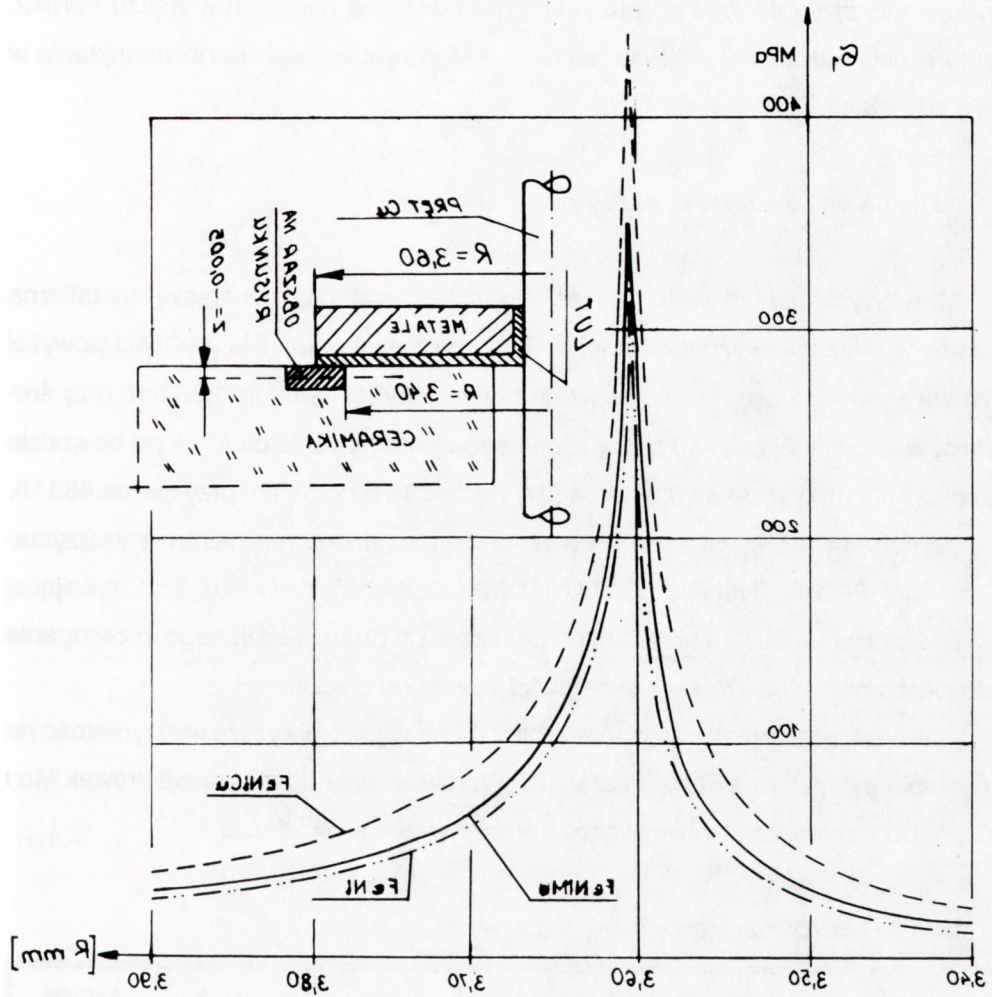
gdzie:  $\delta_0$  - naprężenie zastępcze  
 $\delta_1, \delta_3$  - naprężenie maksymalne ( $\delta_{max}$ ) i minimalne ( $\delta_{min}$ )  
 $k=R_r/R_d$  - stosunek bezwzględnych wartości wytrzymałości materiału na rozciąganie ( $R_r$ ) i na ścieranie ( $R_d$ ).

W przypadku ceramiki stosunek ten wynosi ok. 1/6 - 1/8, a więc człon  $k \cdot \delta_3$  ma niewielką wartość i bez popęplnienia znaczącego błędu można go pominąć. Tak więc przyjęto, że o wytrzymałości złącza decyduje naprężenie główne maksymalne  $\delta_1$ .

Rozkład wartości naprężenia  $\delta_1$  dla trzech rodzajów złączy przedstawiono na rys.3.

Przebieg tego naprężenia wykonany został dla obszaru i w przekroju, gdzie występują w ceramice najwyższe naprężenia. W głębszych warstwach ceramiki ( $z=-0,005mm$  jest połową wysokości boku elementu siatki) przebieg  $\delta_1$  jest podobny do przedstawionego lecz o mniejszych wartościach i łagodniejszej koncentracji.

Rozkład naprężeń we wszystkich rodzajach złącza ma ten sam charakter i zwraca uwagę bardzo wysoka koncentracja naprężeń w narożu przekroju. W rzeczywistości niewrażliwym miejscem jest ta część ceramicznej kształtki, która przebiega pierścieniowo pod zewnętrzną średnicą metalowej tarczki.



Rys.3. Przebieg naprężenia maksymalnego  $\sigma_1$  w krytycznym obszarze złącza dla trzech wariantów analizowanych modeli w odległości 0,005 mm od powierzchni ceramiki.

Najwyższe naprężenia własne występują w złączu FeNi42/Cu i są o 10 - 30 procent wyższe (zależnie od promienia R modelu) od naprężeń w złączu FeNi42. Naprężenia w złączu FeNi42/Mo są tylko o kilka procent wyższe niż naprężenia w złączu FeNi42.

#### 4. Badanie wytrzymałości złączy

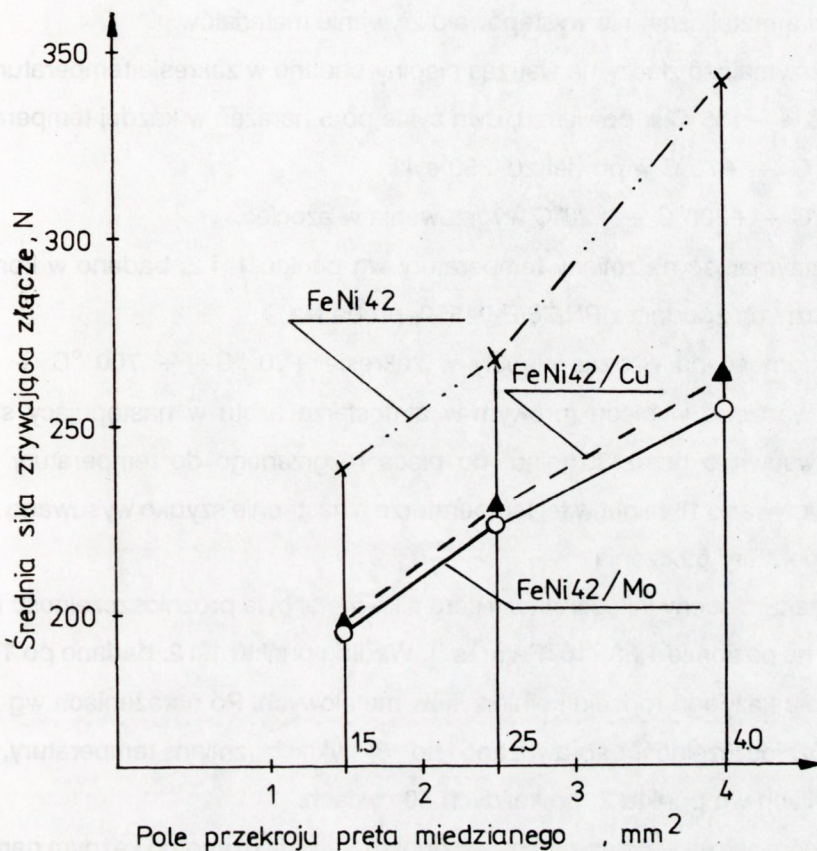
Dla uzyskania zrywania złącza ceramika-metal przez warstwę metaliczną eksperymentalnie wyznaczono jej grubość na max. 20  $\mu\text{m}$ . Dla grubości powyżej 20  $\mu\text{m}$  zrywanie następowało przez drut miedziany (dla średnic 1,38 mm przy średniej sile rozciągającej 440 N) bądź następowało wrywanie ceramiki po obwodzie kołnierzyka na głębokość 3,5-4 mm (dla średnic 1,78 i 2,26 mm przy sile ok.480 N).

Wytrzymałość mechaniczną na zrywanie oznaczono na maszynie wytrzymałościowej FP-100, Hecert, produkcji NRD. Szybkość przyrostu siły zrywającej wynosiła 3 mm/min. Siłę przykładano poosiowo do drutu miedzianego, prostopadle do złącza ceramika - metal w odległości 18 mm od złącza.

Wyniki badań przedstawiono w tablicy 1 i na rys.4. Najwyższą wytrzymałość na zrywanie miały złącza FeNi42/ceramika. Wprowadzenie do złącza warstewek Mo i Cu nieznacznie lecz porównywalnie obniża wytrzymałość złącza.

Tabela 1. Właściwości materiałów złączowych.

	Ceramika	Cu	Mo	FeNi42	AgCu28
Wsp. wydłużenia cieplnego $\alpha \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$	6,2	16,8	4,9	7,0	19,6
Moduł Kirchoffa G(GPa)	131,1	42,9	133,6	57,7	42,9
Liczba Poissona	0,22	0,34	0,30	0,30	0,34



Rys.4. Wytrzymałość mechaniczna złączy na zrywaniu.

Ze wzrostem przekroju pręta miedzianego obserwuje się również wzrost wytrzymałości. Największą zmianę obserwuje się również dla złącza FeNi42/ceramika. W tym przypadku zmiana przekroju pręta miedzianego o 2,5 mm<sup>2</sup> powoduje wzrost wytrzymałości mechanicznej na zrywaniu o ok. 100 N. Dla złączy FeNi42/Mo i FeNi42/Cu wzrost wytrzymałości mechanicznej przy zmianie przekroju pręta miedzianego jest znacznie mniejszy i wynosi tylko ok. 50 N. Zatem przyrost wytrzymałości mechanicznej spowodowany jest nie tylko zmianą przekroju pręta. Kołnierzyk FeNi42 bez nakładek Mo i Cu jest bardziej podatny na odkształcenia plastyczne podczas obciążenia siłą przy zrywaniu. Wszystkie złącza odrywały się



z warstwą metaliczną; nie występowało zrywanie materiałów.

Wytrzymałość złączy na wstrząs cieplny badano w zakresie temperatur:

1.  $-65^{\circ}\text{C} \div +155^{\circ}\text{C}$  w powietrzu, dwa cykle po 5 narażeń w każdej temperaturze,
2.  $+10^{\circ}\text{C} \div +70^{\circ}\text{C}$  w powietrzu, 350 cykli,
3.  $+20^{\circ}\text{C} \div +700^{\circ}\text{C} \div +20^{\circ}\text{C}$  wygrzewania w azocie.

Wytrzymałość na zmiany temperatury wg punktu 1. i 2. badano w komorach klimatycznych zgodnie z PN-76/E-04550, próba Na.

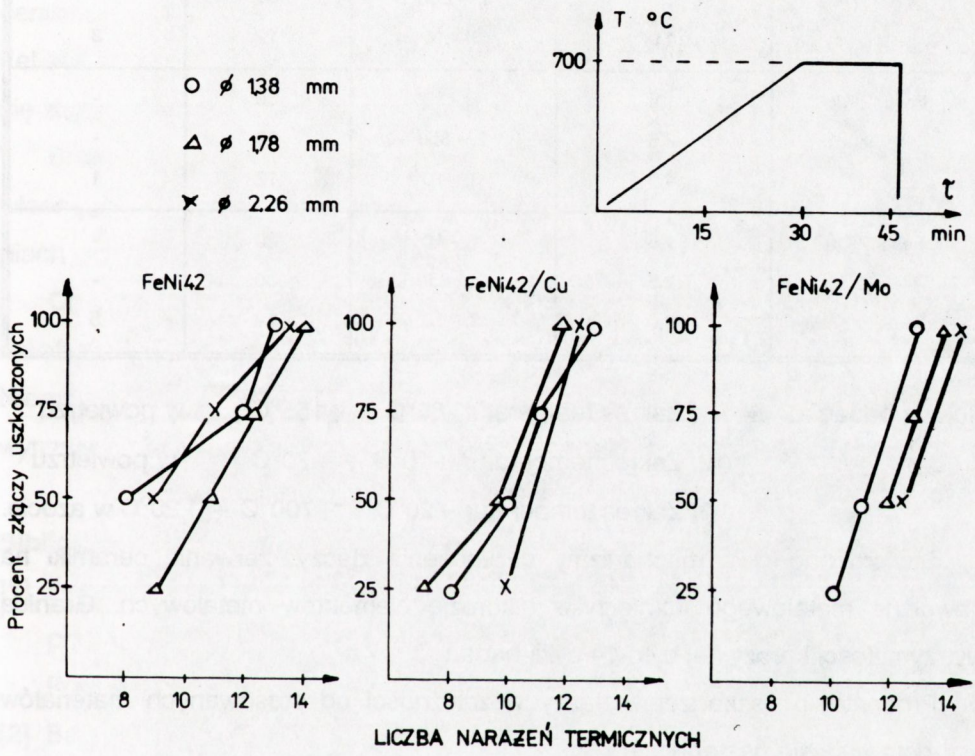
Odporność na wstrząs cieplny w zakresie  $+20^{\circ}\text{C} \div +700^{\circ}\text{C} \div +20^{\circ}\text{C}$  przeprowadzono w piecu rurowym w atmosferze azotu w następujący sposób: próbki wsuwano przez 30 minut do pieca rozgrzanego do temperatury  $700^{\circ}\text{C}$ , przetrzymywano 15 minut w tej temperaturze a następnie szybko wysuwano z pieca do temperatury otoczenia.

Kryterium oceny jakości złącza ceramika-metal była próżnioszczelność (naciek helowy na poziomie  $1.33 \cdot 10^{-8} \text{Pa m}^3 \text{s}^{-1}$ ). Według punktu 1. i 2. badano po 10 sztuk złączy dla każdego rodzaju kołnierzyków metalowych. Po narażeniach wg punktu 1 próżnioszczelność sprawdzano po 5 cyklach zmian temperatury, a po narażeniach wg punktu 2 po każdym 50 cyklach.

Odporność na wstrząs cieplny wg punktu 3. sprawdzano po każdym narażeniu. Badanie powtarzano do zniszczenia wszystkich złączy.

Po badaniu termicznym wszystkie złącza nasączano barwnikiem organicznym (eozyną), zrywano i określano przyczynę utraty próżnioszczelności. Wyniki badań próżnioszczelności po narażeniach termicznych przedstawiono w tablicy 2 i na rys.5.

Nagłe zmiany temperatury w zakresie  $-65^{\circ}\text{C} \div +155^{\circ}\text{C}$  oraz próby zmęczeniowe w zakresie  $+10^{\circ}\text{C} \div +70^{\circ}\text{C}$  nie spowodowały odszczelnienia złączy. Pewne różnice odporności złączy na wstrząs cieplny zaobserwowano podczas badania w zakresie temperatur  $+20^{\circ}\text{C} \div +700^{\circ}\text{C} \div +20^{\circ}\text{C}$ . Po 10 cyklach narażeń odszczelniło się 25% złączy z FeNi42; 41% złączy z FeNi42/Cu i 8% złączy z FeNi42/Mo.



Rys.5. Wytrzymałość złączy na nagłe zmiany temperatury w zakresie 20°C + 700°C + 20°C.

Tabela 2. Odporność złączy na wstrząs cieplny.

Rodzaj złącza		Rodzaj badania	Wyniki badań	
Kołnierzyk	Przekrój pręta Cu (mm <sup>2</sup> )	Liczba narażeń	Szczelne	Nieszczelne
FeNi42	1,5	1. - 10	30	-
	2,5	2. - 350	30	-
	4,0	3. - 10	12	3
FeNi42/Mo	1,5	1. - 10	30	-
	2,5	2. - 350	30	-
	4,0	3. - 10	12	1
FeNi42/Cu	1,5	1. - 10	30	-
	2,5	2. - 350	30	-
	4,0	3. - 10	12	5

Rodzaj badania: 1. Zakres temperatur  $-65^{\circ}\text{C} \div +155^{\circ}\text{C}$  w powietrzu  
 2. Zakres temperatur  $+10^{\circ}\text{C} \div +70^{\circ}\text{C}$  w powietrzu  
 3. Zakres temperatur  $+20^{\circ}\text{C} \div +700^{\circ}\text{C} \div +20^{\circ}\text{C}$  w azocie.

Stwierdzono dwa mechanizmy uszkodzenia złączy: zerwanie ceramiki na obwodzie metalowego kołnierzyka i korozję elementów metalowych. Granicą wytrzymałości korozyjnej było 14 cykli badań.

Procentowo uszkodzenia złączy w zależności od stosowanych materiałów przedstawiają się następująco:

FeNi42 - 75% zerwana ceramika, 25% korozja

FeNi42/Cu - 8% zerwana ceramika, 92% korozja

FeNi42/Mo - 0% zerwana ceramika, 100% korozja

W złączach z FeNi42/Cu i FeNi42/Mo nie zaobserwowano pęknięcia ceramiki.

## 5. Wnioski z pracy

Przeprowadzone badania nie pozwalają na jednoznaczną preferencje któregoś z badanych złączy.

Najwyższą wytrzymałość mechaniczną na rozciąganie prezentują złącza FeNi42 a ich odporność na nagłe zmiany temperatur porównywalna jest z pozostałymi. Ujemną jednak cechą tych złączy wydaje się być wyższa podatność na pękanie w ceramice, czego nie zaobserwowano w połączeniach warstwowych złożonych z FeNi42+Mo i FeNi42+Cu. Pod względem szczelności najkorzystniej przedstawiają się złącza zawierające warstewkę molibdenu.

Brak jest wyraźnej korelacji między wynikami analizy rachunkowej naprężeń własnych i wynikami eksperymentów. Przyczyny należy upatrywać w uproszczeniach przyjętych w obliczeniach.

Obecnie podjęto prace nad matematycznym rozwiązaniem zagadnienia jako sprężysto-plastycznego, co powinno przynieść bardziej wiarygodne rezultaty. Niemniej jednak określono, potwierdzony w badaniach, obszar niebezpieczny dla wytrzymałości termicznej złącza.

## Bibliografia

- [1] Ferenc K.: Obliczanie i analiza naprężeń własnych w połączeniach metalowych przepustów ceramiczno-metalowych, praca badawcza ZU/370/89, Warszawa: Politechnika Warszawska 1989
- [2] Batygin W. N, Revetnikov A.M., Metelkin I.I.: Vakuumno-plotnaja keramika i jejo spai z metałłami., Moskva: Energia 1972, s.189
- [3] Stoop B.T.J., Ouden G.: Calculation of thermal stresses in ceramic-metal joints: Delft University of Technology, Delft, The Netherlands papers presented at the International Conference on Joining. Ceramics, Glass and Metal, Bad Nauheim: DgM Informationsgesellschaft, Verlag 1989, 235s