

Literatura

1. Darek B., Pietras E.: Prace ITE, 4, s. 26, 1971.
 2. Ono Y., Kurata K.: Jap. J. Appl. Phys. 11, 1, s.56, 1972.
 3. Mroziewicz B., Ilka L.: Materiały z II Krajowego Sympozjum Elektroniki Półprzewodników, ITE PAN, s. 351, 1969.
 4. Kowalski J.: Praca Dyplomowa Inżynierska, Politechnika Warszawska, Wydz. Elektroniki, 1974.
 5. Herzog A., Keune D.L., Croford M.G.: J. Appl. Phys. 43, 2, s. 600, 1972.
 6. Laister D., Jenkins G.M.: J. Mat. Sc.8, s. 1218, 1973.
-

Bolesław JAKOWLEW, Franciszek STERMA
ONPMP

Spiekanie pod ciśnieniem proszków Al_2O_3

Opracowanie niniejsze stanowi pierwszą część serii artykułów poświęconych problematyce spiekania pod ciśnieniem proszków Al_2O_3 .

W dalszych częściach przedstawione zostaną zarówno podstawy teoretyczne takiego spiekania, jak i wyniki własnych prac zmierzających do ustalenia wpływu temperatury, ciśnienia i czasu na strukturę i własności wyrobów uzyskanych tą metodą.

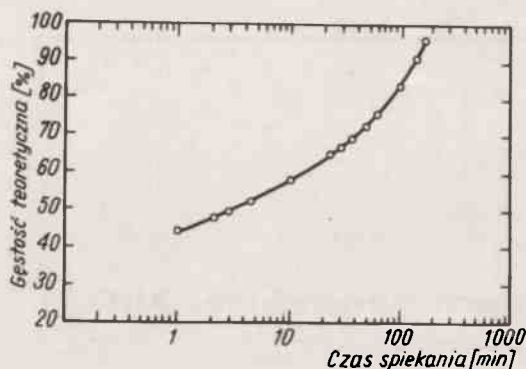
WSTĘP

Dalszy rozwój techniki w poważnym stopniu uzależniony jest od opanowania technologii wytwarzania nowych materiałów o żądanych własnościach. Wiąże się to zarówno z doбором najważniejszych składników, jak i opanowaniem metod wytwarzania prowadzących do uzyskania tych żądanych cech. Jednym z materiałów o interesujących własnościach jest Al_2O_3 . Wyroby z tlenku glinu uzyskiwane metodą spiekania znajdują bardzo szerokie zastosowanie w elektronice jako podłoża cienko- i grubowarstwowych układów hybrydowych, elementy obudów diod energetycznych i tyrystorów, waraktorów, obudów półprzewodnikowych układów scalonych oraz jako elementy konstrukcyjne i izolatory podzespołów elektronicznych. Szereg wyrobów, a szczególnie układy mikrofalowe stawiają nowe, wyższe wymagania, których nie są w stanie spełnić kształtki z Al_2O_3 wytwarzane tradycyjnymi metodami spiekania.

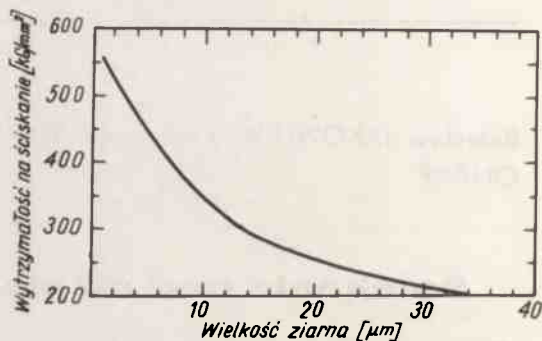
Jedną z nowych, obiecujących metod wytwarzania kształtek o lepszych własnościach, jest spiekanie pod ciśnieniem. W metodzie tej tkwi potencjalna możliwość uzyskiwania wyrobów o bardzo wysokiej gęstości, a poprzez regulowanie struktury - podwyższenia takich własności użytkowych, jak wytrzymałość mechaniczna, termiczna i dielektryczna, przewodność cieplna, oporność skrośna itp.

Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt, że wyroby o gęstości zbliżonej do teoretycznej można tą metodą uzyskać przy temperaturach znacznie niższych niż przy

spiekaniu tradycyjnym. Spiekanie kształtek z Al_2O_3 do gęstości względnej 99,9% przy ciśnieniu normalnym wymaga temperatury około 1800°C . Tę samą gęstość można uzyskać już przy temperaturze 1350°C , jeżeli w trakcie spiekania będzie zastosowane ciśnienie 21.300 kG/cm^2 [1]. Według innych autorów [2], przy ciśnieniu 1.500 kG/cm^2 uzyskano 98% gęstości teoretycznej już w temperaturze spiekania wynoszącej 1150°C . /Rys. 1/.



Rys. 1. Gęstość spieków Al_2O_3 uzyskana w temperaturze 1150°C pod ciśnieniem 1.500 kG/cm^2



Rys. 2. Zależność wytrzymałości na ściskanie od wielkości ziarna w spiekach o zawartości 99,7% Al_2O_3

Własne badania wstępne, które prowadzono przy temperaturze 1200°C wykazały, że przez zastosowanie ciśnienia 150 kG/cm^2 w procesie spiekania, można podwyższyć o 18% gęstość względną w stosunku do wyrobu spiekanego tradycyjnie.

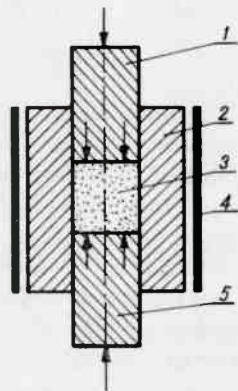
Niektórzy autorzy [3] wskazują na ścisły związek między wielkością ziarna w spieczonym wyrobie i jego własnościami. Na rys. 2 przedstawiono zależność wytrzymałości na ściskanie od wielkości ziarna w spieczonym wyrobie o zawartości 99,7% Al_2O_3 . Spiekanie pod ciśnieniem umożliwia uzyskanie drobnego ziarna w spieczonym wyrobie. Zaletą tego spiekania jest i to, że po zasypaniu formy proszkiem i przeprowadzeniu procesu spiekania uzyskać można gotowy wyrób o żądanych wymiarach. Dotyczy to przede wszystkim małych wyrobów o prostych kształtach.

Badania nad spiekaniem pod ciśnieniem proszków Al_2O_3 prowadzi się w niewielu ośrodkach. Podstawy teoretyczne procesów spiekania, w tym częściowo również pod ciśnieniem, podano w literaturze krajowej [4, 5, 6]. Wyniki prac doświadczalnych nad spiekaniem pod ciśnieniem rzadko są cytowane w literaturze krajowej [7]. Z niektórych publikacji zagranicznych [8, 9] wynika, że dotychczasowe badania w tym zakresie są fragmentaryczne, wymagają uzupełnień i kompleksowego potraktowania. Prace podjęte w ONPMP mają na celu kompleksowe zbadanie wpływu jednokierunkowego nacisku, temperatury i czasu spiekania na strukturę oraz na niektóre własności elektryczne i mechaniczne wyrobów z Al_2O_3 , uzyskanych metodą spiekania pod ciśnieniem.

PRZEGLĄD ODMIAN SPIEKANIA POD CIŚNIENIEM I WYBRANE ROZWIĄZANIA KONSTRUKCYJNE

Spiekanie przy nacisku /prasowaniu/ jednokierunkowym

Większość prac badawczych nad spiekaniem pod ciśnieniem prowadzono i prowadzi się z zastosowaniem nacisku jednokierunkowego [8, 9]. Metoda ta ma wiele zalet. Prostsze mogą być, w porównaniu z innymi metodami, urządzenia technologiczne i formy do prasowania, a cały cykl spiekania jest krótki, dzięki małej ilości czynności przygotowawczych. Proszek Al_2O_3 wsypuje się do formy, przeprowadza proces spiekania pod ciśnieniem i wyjmuje gotową kształtkę. Schemat ideowy takiego spiekania przedstawiono na rys. 3. W przeciwieństwie do zimnego prasowania jednokierunkowego, zjawisko nierównomiernego zagęszczania materiału w tym przypadku występuje w stopniu minimalnym.



Rys. 3. Schemat ideowy spiekania przy nacisku jednokierunkowym

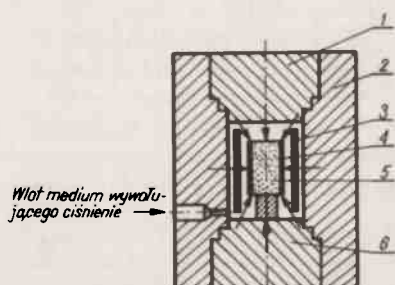
1 - stempel górny, 2 - matryca, 3 - prasowany materiał, 4 - grzejnik, 5 - stempel dolny

Do chwili obecnej brak typowych urządzeń do tego rodzaju technologii. Buduje się jedynie urządzenia modelowe o bardzo odmiennych konstrukcjach [10, 11]. Stosowane jest elektryczne grzanie oporowe, jak i indukcyjne, a możliwe do zastosowania jest również grzanie płomieniowe. Istnieje możliwość osiągnięcia temperatur powyżej $2000^{\circ}C$, chociaż dla spiekania pod ciśnieniem proszków Al_2O_3 wystarczająca jest temperatura do $1500^{\circ}C$. W komorze roboczej mogą być stosowane atmosfery utleniające, ochronne lub próżnia. W przypadku prasowania Al_2O_3 w ogniotrwałych formach ceramicznych można stosować atmosferę utleniającą - upraszcza to budowę urządzenia i proces spiekania, a gwarantuje równocześnie bezpieczeństwo pracy [12]. Im wyższa temperatura i ciśnienie, tym intensywniejsze spiekanie i krótszy cykl wytwarzania wyrobu.

Wielkość stosowanego ciśnienia ograniczona jest jednak w pierwszym rzędzie wytrzymałością formy. Początkowo stosowano formy grafitowe wytrzymałe na ciśnienie do około 1.000 kG/cm^2 . Obecnie stosuje się formy z ceramicznych materiałów ogniotrwałych, w których można prasować pod ciśnieniem powyżej 1.400 kG/cm^2 przy temperaturze $1200^{\circ}C$ [2]. Możliwe jest stosowanie nacisków jedno- lub dwustronnych. Seryjna produkcja urządzeń technologicznych do spiekania z prasowaniem jednokierunkowym jest jeszcze sprawą przyszłości mimo, że tą metodą można łatwo wytwarzać małe nieskomplikowane kształtki z Al_2O_3 o wysokich własnościach użytkowych.

Spiekanie przy prasowaniu izostatycznym

Metodę zimnego prasowania izostatycznego znano i stosowano od dawna. Obecnie prowadzi się badania nad zastosowaniem dodatkowego czynnika technologicznego tj. ciepła. Zasadę spiekania przy prasowaniu izostatycznym przedstawiono na rys. 4.



Rys. 4. Schemat ideowy spiekania przy izostatycznym prasowaniu

1 - pokrywa komory, 2 - komora, 3 - grzejnik, 4 - płaszcz kształtujący, 5 - prasowany materiał, 6 - dno komory

Ciekawe osiągnięcia w tym zakresie prezentuje firma ASEA [1], która w 1953 roku, na prasach własnej konstrukcji, wyprodukowała syntetyczne diamenty, stosując ciśnienie 70.000 kG/cm^2 i temperaturę 2000°C . Grzejniki wbudowano w komorę wysokiego ciśnienia. W obecnie budowanych urządzeniach medium ciśnieniowym jest argon lub hel. Gazy te spełniają równocześnie rolę atmosfery ochronnej dla grzejników i płaszcza formy. Po zasypaniu spiekanej proszki następuje wstępne prasowanie, odpowietrzanie i zamykanie formy. Dopiero wtedy materiał może być wprowadzany do komory roboczej. Konieczność stosowania wysokich ciśnień, mimo specjalnego zabezpieczenia komory roboczej, stanowi poważne zagrożenie w procesie spiekania. Ze względu na wysoki koszt urządzeń, form i procesu, prowadzi się badania zmierzające do znalezienia tańszych i prostszych rozwiązań.

Inne metody spiekania pod ciśnieniem

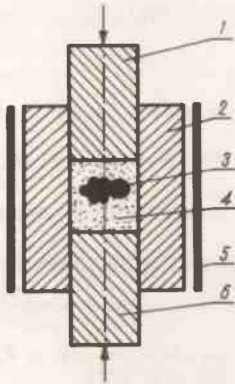
Wyżej opisane metody spiekania pod ciśnieniem uważa się za podstawowe. Prowadzi się badania również nad zupełnie odmiennymi metodami /np. wybuchowe/. Na ten temat brak jest jeszcze bliższych danych.

Interesujące są doświadczenia prowadzone nad metodami kombinowanymi. Jedną z takich metod jest spiekanie pod ciśnieniem, w której proszki stanowią medium naciskające. Zasady tej metody przedstawiono na rys. 5. Wstępnie ukształtowany przedmiot wkłada się do komory roboczej, obsypuje proszkiem, a następnie spieka, wywierając nacisk jednokierunkowy za pomocą stempli. W ten sposób próbowano spiekać drobne wyroby o skomplikowanych kształtach [13]. Jako proszku nośnego używano grafitu lub azotku boru. Kształtki z Al_2O_3 spiekano przy temperaturze 1750°C i ciśnieniu 300 kG/cm^2 uzyskując 98% gęstości teoretycznej. Nie udało się uniknąć deformacji spiekanej wyroby.

Inną odmianą jest tzw. zagęszczenie trójosiowe przedstawione schematycznie na rys. 6 [14]. Konstrukcja komory roboczej, jak widać na rysunku, jest skomplikowana; jej wykonanie jest trudne i kosztowne.

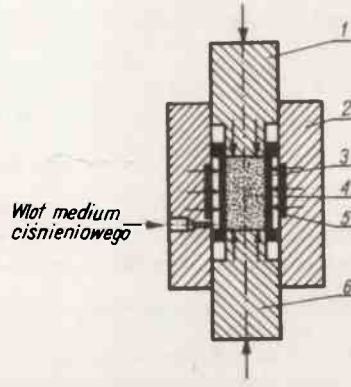
Metody kombinowane są skomplikowane a dotychczasowe wyniki badań nie świadczą o opłacalności ich stosowania. Na podstawie analizy dotąd stosowanych urządzeń,

narzędzi i metod spiekania Al_2O_3 zbudowano w ONPMP urządzenie pracujące na zasadzie spiekania z prasowaniem jednokierunkowym. Próby techniczne urządzenia oraz wstępne próby spiekania potwierdziły w pełni celowość zastosowania tego rozwiązania do badań nad procesami spiekania pod ciśnieniem proszków Al_2O_3 . Schemat blokowy urządzenia przedstawiono na rys. 7.



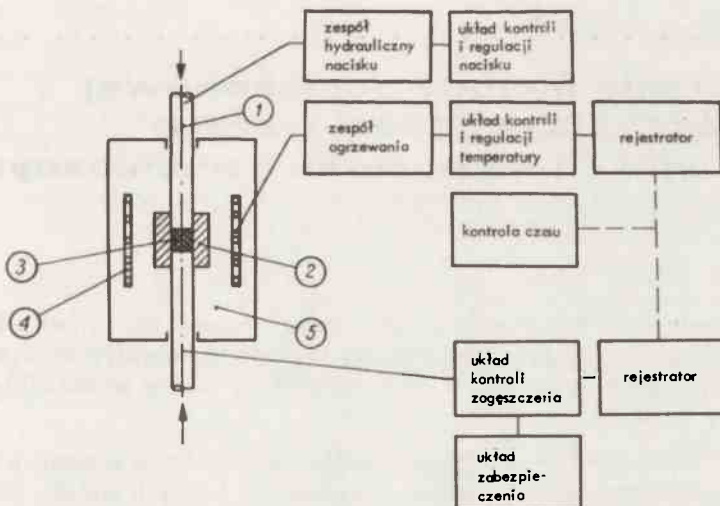
Rys. 5. Schemat ideowy spiekania w proszku pod ciśnieniem

1 - stempel górny, 2 - matryca, 3 - prasowany przedmiot, 4 - praszek naciskający, 5 - grzejnik, 6 - stempel dolny



Rys. 6. Schemat ideowy "trójosiowego" prasowania w podwyższonych temperaturach

1 - stempel górny, 2 - komora, 3 - tuleja kształtująca, 4 - prasowany materiał, 5 - grzejnik, 6 - stempel dolny



Rys. 7. Schemat blokowy stanowiska zastosowanego w badaniach własnych

1 - stempel, 2 - matryca, 3 - prasowany materiał, 4 - grzejnik, 5 - komora robocza

Literatura

1. Johanson R. /ASEA/: Materiały Międzynarodowej Konferencji Mat. Proszk., Zakopane 1971.
 2. Spriggs R.M., Brissette L.A., Rossetti M., Vasilos T.: Hot pressing ceramics in alumina dies, Cer. Bull. vol. 42, nr 9, 1971.
 3. Espe W.: Prikłady pazutia vesti cistej keramiki s vysokym obsahom Al_2O_3 vo wakuovej technike, Sklar a Keramik XIX, 1969.
 4. Bukat A., Rutkowski W.: Teoretyczne podstawy procesów spiekania. Wyd. "Śląsk" 1975.
 5. Rutkowski W.: Metalurgia proszków w nowoczesnej technice. Wyd. "Śląsk" 1963.
 6. Pampuch R.: Podstawy inżynierii materiałów ceramicznych, PWN 1971.
 7. Gibas T.: Korund i jego zastosowanie w technice. Wyd. "Śląsk" 1970.
 8. Chaklader A.C.D., Mc Kenzie L.G.: Reactive hot pressing of clays and alumina J.Am.Cer.Soc. vol. 49, nr 9, 1966.
 9. Mc Clelland J.D., Zehms E.H.: End point density of hot pressed alumina. J.Am. Cer. Soc. vol. 46, nr 2, 1963.
 10. Паладько О.В., Плигин А.Н., Вейнов Н.В., Макеев В.С.: Камера для горячего прессования. Порошковая Мет. II, 107, 1971.
 11. Фен Е.К.: Горячее прессование окислов тугоплавких металлов. Порошковая Мет. II, 107, 1971.
 12. Isostatisches Pressen in der Pulvermetallurgie und Oxidkeramik unter Berücksichtigung der Betriebssicherheit, Sprechsal 104, s. 1101.
 13. Lange F.F., Terwilliger G.R.: The powder vehicle hot pressing technique. Cer. Bull. vol. 52, nr 7, 1973.
 14. Koerner R.M.: A new pressing method-triaxial compaction. Cer. Bull. vol. 52, nr 7, 1973.
-

Maria PIERZCHAŁA – CHYLIŃSKA
ONPMP

Zastosowanie metody betaskopowej do wyznaczania grubości warstw metalizacyjnych na podłożu ceramicznym

WSTĘP

Przy opracowywaniu względnie produkcji złącz ceramika-metal ważny jest problem pomiaru grubości warstwy metalizacji na ceramice. Grubość to ma wpływ na wytrzymałość mechaniczną złącza. Stąd, tak przy opracowywaniu, jak i w produkcji kontrola grubości warstwy metalizacji ma duże znaczenie.

W cyklu wytwarzania elementów złączowych stosowano dotychczas niszczące metody pomiaru grubości metalizacji, co uniemożliwiało pobieranie licznych próbek. Powstał więc projekt zastosowania metody betaskopowej, która - jako nieniszcząca i szybka - byłaby bardzo pomocna zarówno w fazie opracowań technologicznych, jak i w kontroli produkcji.