

## 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 pazuitia 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.

Warstwa metalizacyjna stosowana do wytwarzania złączy jest zwykle mieszaniną proszków np. wolframu i manganu lub molibdenu i manganu z różnymi dodatkami. Nakłada się ją na ceramikę i spieka w wysokiej temperaturze. Dla ułatwienia późniejszego lutowania z częściami metalowymi nakłada się następnie warstwę żelaza lub niklu i ponownie spieka. Dla uzyskania optymalnych parametrów złącza grubość warstwy metalizacji powinna być utrzymana w określonej tolerancji i tak np. dla metalizacji wolframowo-manganowej dopuszczalny zakres grubości zawarty jest w granicach 20-30  $\mu\text{m}$ , a dla nałożonej na nią warstwy żelaza - w granicach 10-15  $\mu\text{m}$ .

W Zakładzie Złączy i Zastosowań ONPMP do wytwarzania złączy stosuje się m.in. metalizację będącą mieszaniną wolframu, manganu z dodatkami niklu lub żelaza i szkła litowego oraz metalizację będącą mieszaniną molibdenu, manganu z dodatkami żelaza i krzemu.

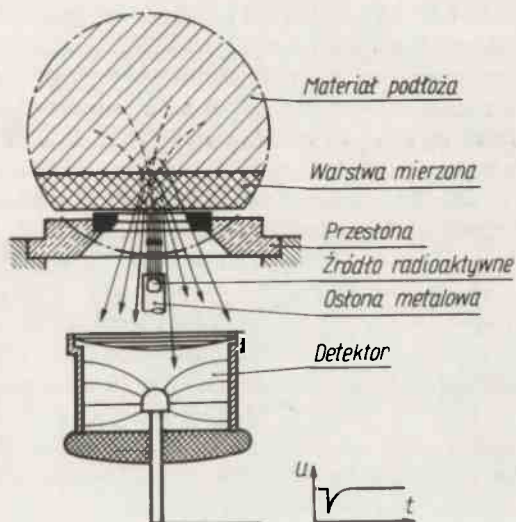
W pierwszym przypadku drugą warstwą metalizacyjną jest żelazo.

Celem niniejszej pracy było zbadanie możliwości zastosowania metody betaskopowej do pomiaru grubości warstw metalizacyjnych, stosowanych w Zakładzie Złączy ONPMP.

## ZASADA POMIARU ZA POMOCĄ BETASKOPU

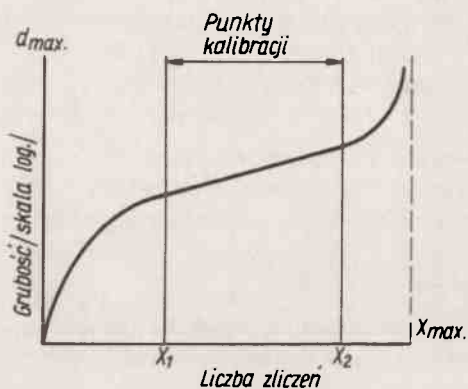
W przyrządach zwanych betaskopami wykorzystywane są właściwości promieniowania  $\beta$ . Częstki  $\beta$  padające na warstwę, której grubość chcemy zmierzyć, są przez nią absorbowane i rozpraszane we wszystkich kierunkach, m.in. w kierunku powierzchni, na którą były skierowane. /Rys. 1/. Rozkład kątowy i energetyczny promieniowania rozpraszanego zależy od energii źródła emisji, rodzaju materiału oraz grubości warstwy materiału [1]. Nie wszystkie rodzaje warstw na podłożach mogą być mierzone za pomocą betaskopu - metoda zapewnia wystarczającą dokładność tylko wtedy, gdy liczby porządkowe materiałów warstwy i podłoża - w układzie okresowym pierwiastków - różnią się od siebie przynajmniej o 20%. Jeżeli warunek ten nie jest spełniony, bombardujące cząsteczki nie rozróżniają praktycznie materiału warstwy od materiału podłoża i otrzymane wyniki są błędne.

Między liczbą odbitych cząsteczek  $\beta$  a grubością warstwy mierzonej istnieje zależność przedstawiona na rys. 2 i 3 /skala logarytmiczno-liniowa i skala liniowo-liniowa/. Dla danego źródła radioaktywnego liczba odbitych cząsteczek  $\beta$  osiąga nasycenie przy grubości warstwy  $d_{\text{max}}$ , której wartość zależy od rodzaju materiału. Określa to zarazem zakres mierzonych grubości. Oznacza to, że w celu zmiany zakresu pomiarowego dla

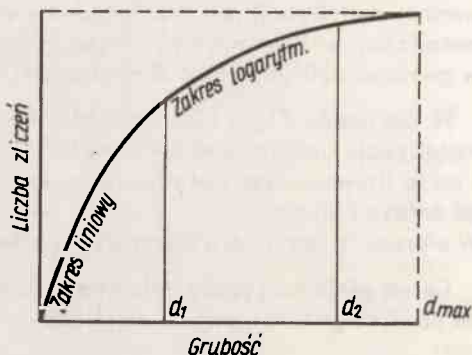


Rys. 1. Zasada pomiaru grubości warstw metodą betaskopową

danego materiału należy stosować źródła o różnym poziomie energii. Przy zmianie źródła kształt krzywej, przedstawionej na rys. 2 i 3, zwanej krzywą cechowania, nie ulega zmianie - zmieniają się jedynie bezwzględne wartości ilości zliczeń na osi poziomej.



Rys. 2. Krzywa cechowania w układzie współrzędnych logarytmiczno-liniowych



Rys. 3. Krzywa cechowania w układzie współrzędnych liniowych

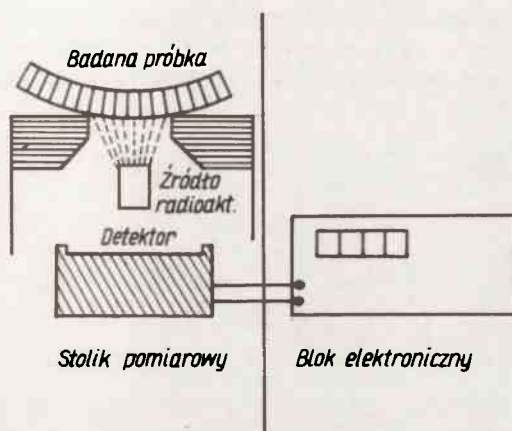
Środkowa część krzywej cechowania ma przebieg zbliżony do logarytmicznego, a zatem narysowana w skali logarytmiczno-liniowej będzie linią prostą, której przebieg można w sposób prosty wyznaczyć za pomocą dwóch wzorcowych warstw danego materiału na określonym podłożu - o grubościach  $d_1$  i  $d_2$  leżących w pobliżu krańców zakresu logarytmicznego, a wyznaczonych innymi metodami. Z powodu zmian, jakie zachodzą w źródle radioaktywnym krzywe cechowania mogą ulegać pewnym zmianom w czasie, należy zatem każdorazowo przed pomiarem sprawdzić przy użyciu wzorców, przebieg krzywej cechowania. Odczytu grubości mierzonej warstwy, o ile leży ona między  $d_1$  i  $d_2$  dokonuje się wprost z krzywej cechowania. W betaskopie f-my Fischer typ DZ-800 można również dokonywać odczytu grubości dla zakresu logarytmicznego bezpośrednio w  $\mu\text{m}$  na wskaźniku cyfrowym. Krzywa cechowania w swoim początkowym odcinku ma charakter prawie liniowy, co - przy jej wykreśleniu w skali liniowo-liniowej umożliwia, bez popełniania większych błędów, również ocenę grubości warstw leżących poniżej dolnej granicy zakresu logarytmicznego.

W praktyce pomiarowej bardzo często korzysta się z tzw. znormowanych krzywych cechowania, wyznaczanych na podstawie względnej liczby zliczeń. Pod określeniem - - względna liczba zliczeń - rozumie się zliczenia, których dolna i górna granica zostały ustalone, tzn. np. dla materiału podłoża ustala się liczbę zliczeń równą 0, natomiast dla samego materiału pokrycia o grubości  $> d_{max.}$  /rys. 3 i 4/ wywołującej nasycenie - liczbę 100.

Zaletą stosowania znormowanych krzywych cechowania jest uniezależnienie wyników pomiaru od wpływu zmian zachodzących w źródłach radioaktywnych. Właśnie z powodu tych zmian, bezwzględne krzywe cechowania powinny być każdorazowo przed pomiarem kontrolowane, co jest niepotrzebne przy korzystaniu z krzywej znormowanej.

## OPIS PRZYRZĄDU

Do pomiarów zastosowano betaskop DZ-800 f-my Fischer, którego schemat blokowy przedstawiony jest na rys. 4.



Rys. 4. Schemat blokowy betaskopu

Betaskop składa się z dwóch zasadniczych bloków:

- stolika pomiarowego umożliwiającego zainstalowanie na czas pomiaru źródła radioaktywnego z odpowiednią przesłoną. W stół wbudowany jest licznik Geigera-Müllera, z którego impulsy doprowadzane są koncentrycznym kablem na wejście bloku elektronicznego,
- bloku elektronicznego, który umożliwia bezpośredni odczyt /w DZ-800/ na wskaźniku cyfrowym bezwzględnej ilości zliczeń cząstek  $\beta$ . Blok ten umożliwia również zaprogramowanie przyrządu w zakresie logarytmicznym krzywej cechowania i bezpośredni odczyt na wskaźniku cyfrowym mierzonej grubości warstwy w  $\mu\text{m}$ . Blok ten wyposażony jest w układy regulacyjne niezbędne do pomiaru metodą odczytu z krzywej cechowania lub też odczytu bezpośredniego.

Przesłony stanowiące wyposażenie betaskopu umożliwiają pomiar grubości warstw, których pole powierzchni jest nie mniejsze od  $1\text{ mm}^2$ . Wyboru źródła należy dokonać w zależności od przewidywanego zakresu mierzonych grubości oraz materiałów warstwy i podłoża.

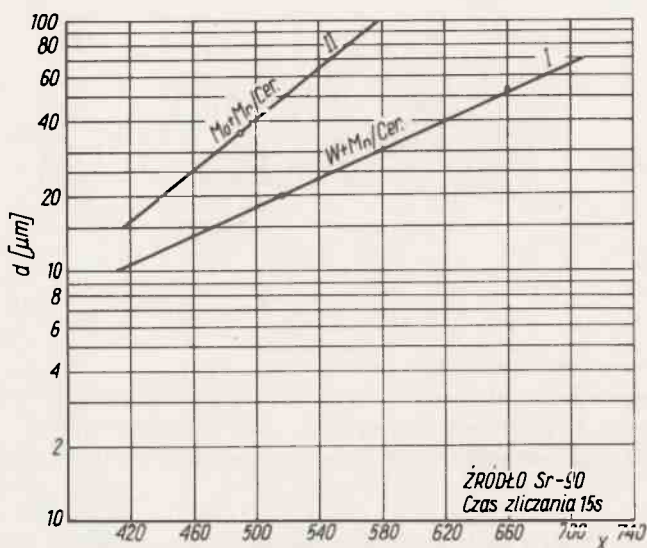
### POMIAR GRUBOŚCI WARSTW NA PODŁOŻU CERAMICZNYM

Celem dokonania kalibracji przyrządu niezbędne były wzorce grubości. Wykonano je stosując, do nanoszenia warstw metalizacji, technologię przyjętą w produkcji; składy i gęstości past metalizacyjnych oraz warunki ich spiekania odpowiadały również stosowanym w procesach produkcyjnych. Podłoża ceramiczne wykonano z ceramiki Al-19 stosowanej w produkcji obudów ceramiczno-metalowych.

Grubości nałożonych warstw określono za pomocą profilografu Hobsona-Taylora w zestawie służącym do pomiarów grubości.

Spośród wielu próbek na wzorce wybrano te, które wykazywały równomierność grubości w granicach  $\pm 1 \mu\text{m}$ .

Za pomocą wzorców wyznaczono krzywe cechowania: dla metalizacji wolframowo-manganowej /krzywa I, rys. 5/ i metalizacji molibdenowo-manganowej /krzywa II/, na podłożach ceramicznych. Do pomiaru grubości warstwy metalizacji wolframowo-manganowej zastosowano źródło radioaktywne Sr-90; dla tego źródła zakres logarytmiczny obejmuje grubości od 10 do 70  $\mu\text{m}$ . To samo źródło zostało użyte do pomiaru



Rys. 5. Krzywe cechowania dla warstw metalizacji wolframowej i molibdenowo-manganowej na podłożu ceramicznym.

grubości warstw metalizacji molibdenowo-manganowej; w tym przypadku zakres logarytmiczny obejmuje grubości od 15 do 100  $\mu\text{m}$ . Wybrano czas zliczania 15 s, szerokość szczeliny w przesłonie była równa 0,63 mm.

Różnice między wynikami pomiarów grubości warstw metalizacji za pomocą betaskopu i za pomocą profilografu, przeprowadzone na tych samych próbkach nie przekraczają średnio 10%. Przykłady takiego porównania przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1

Nr próbki	1	2	3	4	5
Grubość zmierzona profilografem /w $\mu\text{m}$ /	18	18	19	18	19
Grubość zmierzona metodą betaskopową /w $\mu\text{m}$ /	17	17,2	17,5	18	17,5

Zbadano również wpływ spotykanych w praktyce produkcyjnej odchyłek ziarnistości past metalizacyjnych oraz wahań temperatury ich spiekania w granicach  $\pm 10^\circ\text{C}$  na wyniki pomiarów grubości metodą betaskopową.

Wyniki przedstawiono w tabeli 2 i 3.



Tabela 2

Oznaczenie próbki	Grubość warstwy d / $\mu\text{m}$ /	Średnia liczba zliczeń $X_A$ dla metalizacji A	Średnia liczba zliczeń $X_B$ dla metalizacji B	$D_B - D_A$ / $\mu\text{m}$ /
$A_1B_1$	20	496,7	508,7	1,5
$A_2B_2$	20	499,3	510,8	1,0
$A_3B_3$	22	502,6	516,5	2,0

Uwagi:

A - oznaczenie pasty metalizacyjnej o prawidłowej ziarnistości.

B - oznaczenie pasty o składzie analogicznym do A, lecz większej ziarnistości,

d - grubość warstw metalizacji wyznaczona za pomocą profilografu,

$D_B, D_A$  - grubości warstw metalizacji B i A wyznaczone metodą betaskopową,

$X_B, X_A$  - wartości średnie liczby zliczeń otrzymane z 5-u pomiarów dla tej samej próbki.

Tabela 3

Oznaczenie próbki	Grubość warstwy d / $\mu\text{m}$ /	Średnia liczba zliczeń $X_A'$ / temp. $T'$ /	Średnia liczba zliczeń $X_A''$ / temp. $T''$ /	$D' - D''$ / $\mu\text{m}$ /
1' 1''	20	496,7	493,2	0,5
2' 2''	20	499,3	496	0,5
3' 3''	18	485,3	493,8	1

Uwagi:

d - grubość warstwy metalizacji zmierzona profilografem,

$D' - D''$  - grubość warstw metalizacji spiekanej w temperaturze  $T'$  i  $T''$  - mierzone metodą betaskopową,

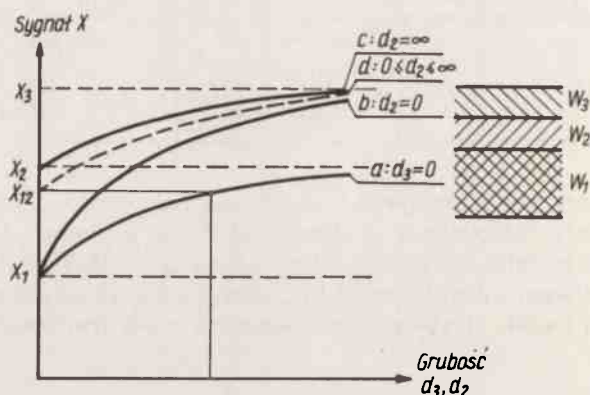
$X_A'$  i  $X_A''$  - wartości średnie liczby zliczeń otrzymane z 5-u pomiarów dla tej samej próbki.

Badania, których przykładowe wyniki przedstawiono w tabeli [2 i 3] obejmowały w sumie 72 próbki. Na podstawie tych badań można było stwierdzić, że dopuszczalna zmiana ziarnistości pasty powoduje różnice w pomiarze grubości warstw metalizacji nie przekraczające 10%. Natomiast wpływ temperatury spiekania jest mniejszy /2 - 5%/.

## POMIAR GRUBOŚCI WARSTW W POKRYCIACH DWUWARSTWOWYCH

Pomiar grubości poszczególnych warstw w tego typu pokryciach jest o wiele bardziej złożony niż dla pokryć jednowarstwowych [2, 3]. Jeżeli grubość warstwy pośredniej  $W_2$  - rys. 6/ jest większa od grubości "nasylenia", określonej dla danego źródła radioaktywnego i materiału, pomiar sprowadza się właściwie do pomiaru grubości górnej warstwy  $W_3$  na podłożu  $W_1+W_2$ . Grubość warstwy pośredniej większa od określonej wartości d max. nie ma już wpływu na wynik pomiaru. W praktyce jednak warstwy pośrednie mają różne grubości, dobierane optymalnie z punktu widzenia

parametrów złącz oraz ze względów technologicznych. Jeżeli nie da się dobrać takiego źródła radioaktywnego, dla którego dana warstwa pośrednia dawałaby nasycenie, procedura pomiaru jest dosyć złożona, jak to wynika z przykładu przedyskutowanego niżej.



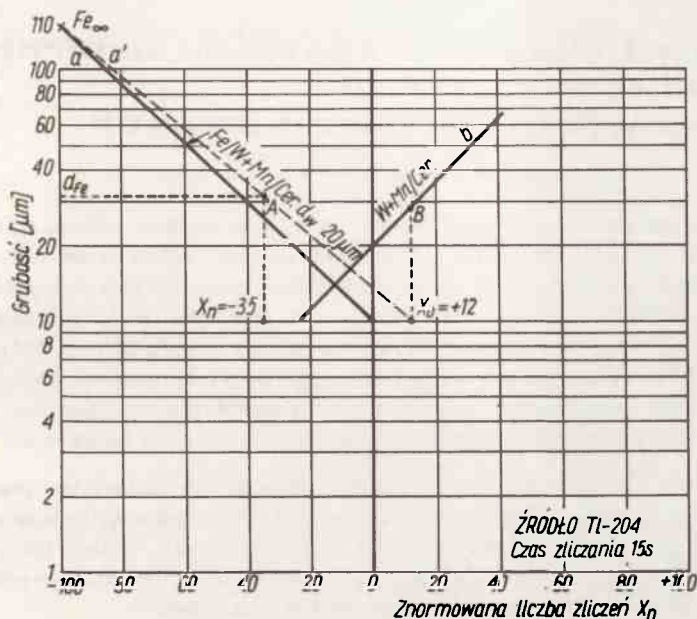
Rys.6 . Wykres ilustrujący sygnały betaskopu przy pomiarach grubości w pokryciach dwuwarstwowych

Na rysunku 7 są przedstawione znormowane krzywe cechowania, wyznaczone przy użyciu źródła radioaktywnego Tl-204 i odpowiednich wzorców dla warstwy metalizacji wolframowej na podłożu ceramicznym /krzywa b/, oraz dla warstwy żelaza na podłożu ceramicznym z warstwą pośrednią metalizacji wolframowej /krzywa a/, o wybranej grubości /np. 20  $\mu\text{m}$ /.

Wyznaczenie grubości warstwy żelaza wymaga znajomości grubości warstwy pośredniej. Pomiar należy więc przeprowadzać w dwóch etapach. Po pokryciu ceramiki warstwą pasty wolframowej wyznacza się jej grubość przy użyciu źródła Sr-90 /punkt 3/. Dopiero po wykonaniu pomiaru naniesiona zostaje warstwa żelaza.

Jeżeli grubość warstwy metalizacji wolframowej jest zgodna z grubością warstwy pośredniej we wzorcach, wtedy pomiar sprowadza się do odczytu grubości warstwy żelaza wprost z krzywej cechowania a /rys. 7/. W praktyce grubości warstw metalizacji wolframowej posiadają pewien rozrzut. Znając grubość tej warstwy należy z krzywej b odczytać liczbę zliczeń względnych /p.  $X_0$ /, oraz przenieść do tego punktu początek krzywej a. W ten sposób można graficznie uwzględnić udział warstwy pośredniej w ogólnej liczbie zliczeń. Z krzywej a odczytuje się wtedy grubość warstwy żelaza. Zakres logarytmiczny dla Tl-204 obejmuje grubości od 20 do 70  $\mu\text{m}$ . Niech grubość warstwy pośredniej wynosi np.  $d_w = 28 \mu\text{m}$  /punkt B/. Odpowiada to względnej liczbie zliczeń  $X_0 = +12$ . Do tego punktu przenosimy początek krzywej a. Punkt  $Fe_{\infty}$  nie ulega oczywiście żadnemu przesunięciu i odpowiada liczbie zliczeń  $X_{Fe} = -100$ . W ten sposób powstała zmodyfikowana krzywa a. Z tej krzywej można odczytać już na podstawie liczby zliczeń  $X_{Fe} = -35$ , grubość warstwy żelaza  $d_{Fe} = 31 \mu\text{m}$  /punkt A/. Bez korekcji przebiegu krzywej cechowania a odczytana grubość warstwy żelaza wyniosłaby 26  $\mu\text{m}$  /różnica wyniosłaby 5  $\mu\text{m}$ , a więc ok. 17%. Błąd ten malałby oczywiście ze wzrostem grubości warstwy żelaza przy tej samej grubości warstwy pośredniej. W wyżej opisany sposób przeprowadzono pomiary grubości warstw żelaza na metalizacji wolframowo-manganowej z podłożem ceramicznym na

wielu próbkach. Dla porównania zmierzono grubość warstw na tych samych próbkach za pomocą profilografu Hobsona-Taylora, nie stwierdzając rozbieżności wyników pomiarów przeprowadzonych obiema metodami większej od 10%.



Rys. 7. Znormowane krzywe cechowania do wyznaczenia grubości warstwy żelaza na podłożu ceramicznym z warstwą pośrednią metalizacji wolframowej

## ZAKONCZENIE

Na podstawie uzyskanych wyników można stwierdzić, że metoda betaskopowa jest przydatna dla nieniszczącego badania grubości warstw metalizacyjnych typu W + Mn oraz Mo + Mn na ceramice Al-19. Istnieje również możliwość określania grubości warstw żelaza naniesionych na metalizację W + Mn. Uzyskiwane dokładności są wystarczające dla celów kontroli zachowania zalecanej tolerancji grubości /p. 1/.

Autorka pragnie podziękować mgr Ewie Kujawie za pracę włożoną w przygotowanie wzorców.

## Literatura

1. Pierzchota-Chylińska M.: Instrukcja pomiarowa, ONPMP, 1974.
2. Ott A.: Zerstrüßungsfreie Messung der Dichten von Mehrschichten. Messen und Prüfen Juli-August 1972.
3. Sękowski S.: Materiały szkoleniowe do Symposium nt "Metody pomiaru grubości powłok" IMP, 1974.