



Metody kształtowania materiałów ceramicznych

Ceramics machining methods

PIOTR PUTYRA
MARCIN PODSIADŁO

JOLANTA LASZKIEWICZ-ŁUKASIK
TADEUSZ KRZYWDA*

Prezentowane wyniki badania właściwości fizycznych i mechanicznych ceramiki o osnowie z Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 z dodatkami faz o dobrej przewodności elektrycznej oraz ceramiki o osnowie z TiB_2 . Określono gęstość, moduł Younga, twardość HV1 oraz przewodność elektryczną poszczególnych materiałów. Ceramiczne materiały kompozytowe z fazami przewodzącymi zostały wytworzone z zastosowaniem urządzenia do spiekania metodą SPS (*Spark Plasma Sintering*). Materiały odznaczające się dobrą przewodnością elektryczną kształtowano za pomocą obróbki elektroerozyjnej (EDM – *Electro Discharge Machining*). Powierzchnie materiałów po cięciu elektroerozyjnym poddano analizie z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej.
SŁOWA KLUCZOWE: materiały ceramiczne, spiekanie SPS, obróbka elektroerozyjna, EDM

*Presented in the paper are physical and mechanical properties of the Al_2O_3 , SiC and Si_3N_4 matrix ceramics with good electrical conductivity phases added and of TiB_2 matrix ceramics. Density, elastic modulus, hardness HV1 and electrical conductivity of each material were determined. Ceramic composite materials with conductive phases have been produced using SPS (*Spark Plasma Sintering*) method. Materials showing good electrical conductivity were shaped by means of EDM (*Electro Discharge Machining*) method. Material surfaces as left after EDM cutting were inspected by means of scanning electron microscopy.*

KEYWORDS: ceramic materials, spark plasma sintering, electro discharge machining, EDM

Materiały ceramiczne należą do struktur o wiązaniach jonowych lub kowalencyjnych. W odróżnieniu od metali, w przypadku substancji o wiązaniach jonowych lub kowalencyjnych stany energetyczne elektronowych nośników ładunku zdolnych do wywołania przewodzenia prądu (tj. stany należące do pasma przewodnictwa) są puste. Przewodnictwo elektryczne występuje wyłącznie w wyniku wzbudzenia (termicznego lub optycznego) elektronów o niższych stanach energetycznych, przy czym wykonana praca musi mieć większą wartość od wartości energii wzbudzenia. Można więc przyjąć, że dla większości materiałów ceramicznych o wiązaniach jonowych i dodatkowo o wysokiej czystości nie występują nośniki ładunków. Właściwości elektryczne polikrystalicznych i wielofazowych materiałów ceramicznych można zmieniać poprzez modyfikację składu i budowy granic międzyziarnowych oraz powierzchni materiałów [1].

Ze względu na właściwości ceramiki technicznej (tlenkowej lub azotkowej) oraz możliwości, jakie daje obróbka elek-

troerozyjna (EDM), badania zmierzające do zwiększenia przewodności elektrycznej ceramiki technicznej są w pełni uzasadnione i celowe. Materiały ceramiczne na bazie Al_2O_3 , ZrO_2 , B_4C oraz Si_3N_4 odznaczają się bowiem szeregiem korzystnych właściwości mechanicznych (dużą twardością i wytrzymałością w szerokim zakresie temperatur, odpornością na działanie środowiska utleniającego oraz korozyjnego – również w wysokich temperaturach, odpornością na szoki cieplne) i są powszechnie wykorzystywane w różnych dziedzinach życia. Ograniczenia ich zastosowania wynikają z faktu, że elementy kształtowane obróbką szlifowaniem odznaczają się niezbyt skomplikowanym kształtem. Bardziej złożone części ceramiczne można formować obróbką EDM, o ile obrabiany materiał ma odpowiednią przewodność elektryczną.

Wprowadzenie do osnowy naturalnych przewodników TiN, TiC, Ti(C,N) lub TiB_2 poprawia przewodność ceramiki wielofazowej, np. Si_3N_4 -Ti(C,N), ZrO_2 -TiN, Al_2O_3 -SiC_w-TiC. Umożliwia to przeprowadzenie obróbki EDM takich materiałów, a w efekcie – wykonanie elementów o bardzo skomplikowanych kształtach [2÷6]. Dodatkową zaletą tej metody obróbki jest fakt, że nie wywołuje ona w przedmiocie obrabianym naprężeń mechanicznych. Dlatego może być wykorzystywana do obróbki materiałów ceramicznych niezależnie od ich twardości i wytrzymałości.

W przypadku ceramiki tlenkowej na bazie Al_2O_3 lub ZrO_2 , aby uzyskać przewodność odpowiednią do obróbki EDM, należy wprowadzić do osnowy fazę węglkową bądź azotkową w ilości ok. 30% [7÷9]. Jeśli zaś dodatkiem mającym obniżyć oporność ceramiki tlenkowej jest faza metaliczna, istotne różnice są zauważalne przy nieco niższej zawartości tej fazy. W pracy [10] stwierdzono, że już dodatek 20% obj. Mo do osnowy Al_2O_3 powoduje znaczący wzrost przewodności. Do obróbki EDM nadają się materiały, których oporność jest nie większa niż $100 \Omega \cdot cm$ [11, 12]. O ile zostaną zachowane odpowiednie właściwości mechaniczne, zwiększenie udziału fazy węglkowej bądź azotkowej w ceramice o małym przewodnictwie jest uzasadnione, ponieważ podnosi wydajność procesu EDM [13].

Kompozyty ceramiczne

Wytworzono kompozyty ceramiczne o osnowie z Al_2O_3 , SiC i Si_3N_4 z 30-procentowym dodatkiem faz o dobrej przewodności elektrycznej w postaci TiB_2 , TiC oraz TiN. Dla porównania badaniom poddano również ceramikę o osnowie z TiB_2 z dodatkiem węgla cyrkonu w ilości 14%. W kompozytach o osnowie z azotku krzemu zastosowano dodatki w postaci faz tlenkowych (Al_2O_3 , MgO i ZrO_2), których wprowadzenie miało na celu poprawę spiekalności.

Poszczególne młynki planetarnym Pulverisette 6, przy czym wielkość proszków wsadowych nie przekraczała 3 μm .

* Dr inż. Piotr Putyra (piotr.putyra@ios.krakow.pl), Marcin Podsiadło (marcin.podsiadlo@ios.krakow.pl), mgr inż. Jolanta Laszkiewicz-Łukasik (jolanta.laszkiewicz@ios.krakow.pl), inż. Tadeusz Krzywda (tadeusz.krzywda@ios.krakow.pl) – Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania

Jedynie w przypadku proszku ZrC wielkość ziarna mieściła się w zakresie 3-5 μm . Do sporządzenia mieszanki do kompozytów o osnowie z SiC użyto naczyń mielących i mielników z węgla wolframu, a do pozostałych mieszanek (do wytwarzania kompozytów o osnowie z Al_2O_3 , Si_3N_4 i TiB_2) – mis i kul wykonanych z azotku krzemu. Po zmieleniu mieszanki suszono, a następnie granulowano.

Materiały spiekano metodą SPS w urządzeniu o oznaczeniu FCT HP D 5 (rys. 1). Prasowanie mieszanek proszkowych odbywało się w matrycy grafitowej pod ciśnieniem maksymalnym 35 MPa, w warunkach próżni. Zastosowanie próżni oraz długotrwałe prasowanie miały na celu odpowietrzenie mieszanki zasypanej do matrycy. Następnie do komory do spiekania wprowadzono gaz ochronny (azot lub argon). Parametry spiekania przedstawiono w tablicy.



Rys. 1. Urządzenie FCT HP D 5 do spiekania metodą SPS (a); komora do spiekania (b)

TABLICA. Wybrane właściwości materiałów kompozytowych o osnowie z Al_2O_3 , SiC, Si_3N_4 oraz TiB_2

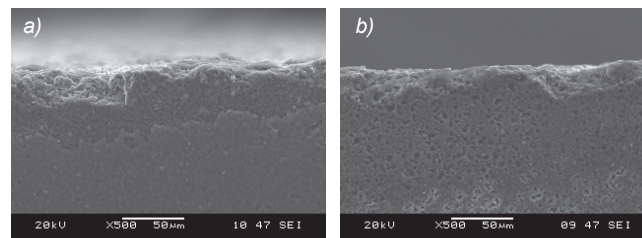
Materiał	Parametry spiekania (temperatura/czas)	Gęstość względna %	Moduł Younga GPa	Twardość HV1	Oporność Ω
	$^{\circ}\text{C}/\text{min}$				
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Ti}(\text{C},\text{N}) + \text{TiB}_2$	1650/1	96,6	392	2106	$1,35 \cdot 10^{-2}$
SiC + TiB_2	2000/0,5 1800/15	95	419	2100	< 1
SiC + TiC	1900/60	81	287	1500	< 1
$\text{Si}_3\text{N}_4 + \text{TiB}_2$	1550/10	92	318	1920	$8,45 \cdot 10^{-1}$
$\text{TiB}_2 + \text{ZrC}$	2000/10	96	493	2240	$2,66 \cdot 10^{-2}$

Badania zrealizowano na próbkach, których powierzchnie przygotowano urządzeniami firmy Struers. Gęstość pozorną ρ_p mierzono metodą nasycania w próżni. Twardość przy obciążeniu 9,81 N wyznaczono metodą Vickersa za pomocą cyfrowego miernika mikrotwardości FM-7 firmy Future-Tech Corp. Przeprowadzono również pomiary modułu Younga ultradźwiękową metodą pomiaru prędkości przechodzenia fali poprzecznej i podłużnej z wykorzystaniem defektoskopu Panametrics Epoch III. Pomiar oporności wykonano technicznymi mostkami Wheatstone'a (typ MMW-5) oraz Thomsona (TMT-5). Właściwości fizyczne oraz mechaniczne materiałów po spiekaniu zestawiono w tablicy.

Obróbka EDM materiałów ceramicznych

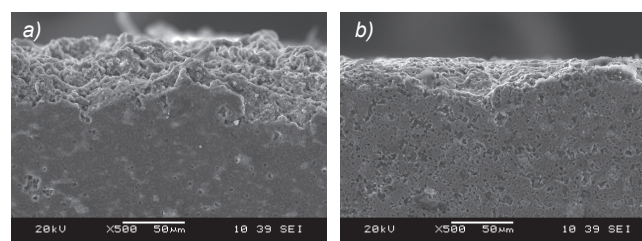
W celu potwierdzenia możliwości zastosowania obróbki EDM do kształtowania kompozytowych materiałów ceramicznych przeprowadzono próby cięcia na obrabiarce EWEB40S

CNC. Mikrostrukturę powierzchni materiałów po przecinaniu elektroerozyjnym analizowano skaningowym mikroskopem elektronowym JSM-6460 LV firmy JEOL. Na rys. 2 i 3 przedstawiono profile powierzchni po cięciu elektroerozyjnym materiałów o osnowie z SiC, Si_3N_4 oraz TiB_2 . W opisie zdjęć umieszczono dodatkowo wartość parametru f określającego prędkość cięcia.



SiC- TiB_2 prędkość cięcia EDM $f = 2 \text{ mm}/\text{min}$ SiC-TiC prędkość cięcia EDM $f = 2 \text{ mm}/\text{min}$

Rys. 2. Mikrostruktura i profile powierzchni po przecinaniu elektroerozyjnym materiałów: a) SiC- TiB_2 , b) SiC-TiC

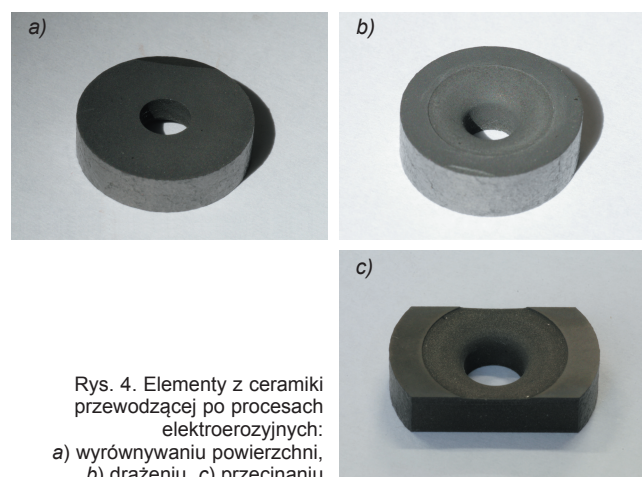


Si_3N_4 - TiB_2 prędkość cięcia EDM $f = 6,5 \text{ mm}/\text{min}$ TiB_2 -ZrC prędkość cięcia EDM $f = 2 \text{ mm}/\text{min}$

Rys. 3. Mikrostruktura i profile powierzchni po przecinaniu elektroerozyjnym materiałów: a) Si_3N_4 - TiB_2 , b) TiB_2 -ZrC

Na podstawie przeprowadzonych badań właściwości fizycznych i mechanicznych oraz wyników prób cięcia elektroerozyjnego do kolejnych procesów obróbki EDM wytypowano następujące materiały: Al_2O_3 -Ti(C,N)- TiB_2 oraz Si_3N_4 - TiB_2 . Tymi procesami były: elektroerozyjne wyrównanie powierzchni próbek wirującą elektrodą oraz elektroerozyjne drażnienie otworów. Przeprowadzono je na drażnarce o oznaczeniu EDEE40 CNC (produkcji IZTW).

W przypadku wyrównywania powierzchni wirującą elektrodą grafitową uzyskano płasko-równoległość próbek mieszczącą się w granicach 0,02 mm. Proces drażnienia przeprowadzono dwuetapowo: wykonano wstępne drażnienie kształtujące oraz drażnienie wymiarowe.



Rys. 4. Elementy z ceramiki przewodzącej po procesach elektroerozyjnych:

a) wyrównywaniu powierzchni, b) drażnieniu, c) przecinaniu

Na ostatnim etapie użyto profilowanej elektrody miedzianej. Przykładowe elementy wykonane z wytworzonych materiałów ceramicznych po kształtowaniu elektroerozyjnym przedstawiono na rys. 4.

Podsumowanie

Większość materiałów ceramicznych odznacza się wysoką opornością elektryczną, co powoduje, że kształtowanie gotowych elementów z tych materiałów jest możliwe jedynie przez obróbkę ubytkową (głównie przecinanie i szlifowanie). Niestety, tą metodą otrzymuje się detale o nieskomplikowanym kształcie. Natomiast elementy ceramiczne o zróżnicowanych formach wykonuje się za pomocą obróbki EDM, przy założeniu że obrabiany materiał ma odpowiednią przewodność elektryczną. Rezystywność materiałów ceramicznych można obniżyć przez dodanie faz o dobrej przewodności elektrycznej.

Zaprezentowano wyniki badań materiałów ceramicznych o osnowie z Al_2O_3 , SiC i Si_3N_4 , do których zastosowano dodatki w postaci TiC lub TiB_2 . Przedstawiono także właściwości mechaniczne i elektryczne ceramiki przewodzącej o osnowie z TiB_2 . Wytworzone materiały kompozytowe charakteryzują się niską opornością elektryczną z zachowaniem bardzo dobrych właściwości fizycznych i mechanicznych, takich jak: gęstość, moduł Younga i twardość. Wprowadzenie faz o wysokiej przewodności elektrycznej do ceramiki umożliwia jej kształtowanie w technologii elektroerozyjnej, np. przez przecinanie i drążenie.

LITERATURA

1. Pampuch R., Błazewicz S., Górny G. „*Materiały ceramiczne dla elektroniki*”. Kraków: Wydawnictwa AGH, 1993.
2. Chen S.L., Hsu Q.C. “Studies on electric-discharge machining of non-contact seal face grooves”. *Journal of Materials Processing Technology*. No. 140 (2003).
3. Tomlinson W.J., Jupe K.N. “Strength and microstructure of electrodischarge-machined titanium diboride”. *Journal of Materials Science Letters*. No. 12 (1993).
4. Liu K., Peirs J., Ferraris E., Lauwers B., Reynaerts D. “*Micro Electrical Discharge Machining of Si_3N_4 -based Ceramic Composites*”, <http://www.4m-net.org/files/papers/4M2008/05-03/05-03.PDF>
5. Manoj Kumar B.V., Ramkumar J., Bikramjit Basu, Kang S. “Electrodischarge machining performance of TiCN-based cermets”. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*. No. 25 (2007).
6. Sanchez J.A., Cabanes I., Lopez de Lacalle L.N., Lamikiz A. “Development of Optimum Electrodischarge Machining Technology for Advanced Ceramics”. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. No. 18 (2001).
7. Lauwers B., Liu W., Kruth J.P., Vleugels J., Jiang D., Van der Biest O. “Wire EDM machining of Si_3N_4 , ZrO_2 and Al_2O_3 -based ceramics”. *International Journal of Electrical Machining*. No. 10 (January 2005).
8. Lauwers B., Kruth J.P., Liu W., Eeraerts W., Schacht B., Bleys P. “Investigation of material removal mechanisms in EDM of composite ceramic materials”. *Journal of Materials Processing Technology*. No. 149 (2004).
9. Yan-Cherng Lin, A-Cheng Wang, Der-An Wang, Chih-Cherng Chen. “Machining Performance and Optimizing Machining Parameters of Al_2O_3 -TiC Ceramics Using EDM Based on the Taguchi Method”. *Materials and Manufacturing Processes*. No. 24 (2009).
10. Hussain S., Barbariol I., Roitti S., Sbaizero O. “Electrical conductivity of an insulator matrix (alumina) and conductor particle (molybdenum) composites”. *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 23, Iss. 2 (February 2003).
11. Shuichi Kawano, Junichi Takahashi, Shiro Shimada “Highly electroconductive TiN/ Si_3N_4 composite ceramics fabricated by spark plasma sintering of Si_3N_4 particles with a nano-sized TiN coating”. *Journal of Materials Chemistry*. No. 12 (2002).
12. Oczóś K.E. „*Kształtowanie ceramicznych materiałów technicznych*”. Rzeszów: Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, 1996.
13. Chien-Cheng Liu, Jow-Lay Huang. “Effect of the electrical discharge machining on strength and reliability of TiN/ Si_3N_4 composites”. *Ceramics International*. Vol. 29, Iss. 6 (2003). ■