



Obróbka EDM ceramiki spiekanej metodą SPS

EDM processing of sintered ceramic materials using the SPS method

ANDRZEJ NOWAKOWSKI
TADEUSZ KRZYWDA
PIOTR PUTYRA*

DOI: <https://doi.org/10.17814/mechanik.2018.3.39>

Przedstawiono wyniki badań właściwości fizycznych i mechanicznych ceramiki o osnowie z Al_2O_3 , 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 udziałem faz przewodzących zostały wytworzone z zastosowaniem urządzenia do spiekania metodą SPS (*spark plasma sintering*). Materiały odznaczające się dobrą przewodnością elektryczną kształtowano w procesie obróbki elektroerozyjnej EDM (*electro discharge machining*).
SŁOWA KLUCZOWE: materiały ceramiczne, spiekanie SPS, obróbka elektroerozyjna

*Presented are the analysis of physical and mechanical properties of the Al_2O_3 , SiC and Si_3N_4 matrix ceramics with additives of good electrical conductivity phases and TiB_2 matrix ceramics. The density, Young's modulus, hardness HV1 and electrical conductivity of each material were investigated. Ceramic composite materials with the participation of the conductive phases have been produced using SPS (*spark plasma sintering*) method. Materials characterized by good electrical conductivity were shaped using EDM (*electro discharge machining*) method.*

KEYWORDS: ceramic materials, SPS sintering, electro erosion machining

Materiały ceramiczne należą do struktur o wiązaniach jonowych lub kowalencyjnych. Właściwości elektryczne polikrystalicznych i wielofazowych materiałów ceramicznych można optymalizować, modyfikując ich powierzchnię, skład i budowę granic międzyziarnowych [1]. Aby móc kształtować ceramikę techniczną (tlenkową lub azotkową) w procesie obróbki elektroerozyjnej, konieczne było podjęcie badań nad zwiększeniem jej przewodności elektrycznej.

Materiały ceramiczne na bazie Al_2O_3 oraz Si_3N_4 mają wiele korzystnych właściwości mechanicznych (wysoką twardość i wytrzymałość w szerokim zakresie temperatury, odporność na działanie środowiska utleniającego oraz korozyjnego, również w wysokiej temperaturze, odporność na szoki cieplne) i są powszechnie stosowane w różnych dziedzinach życia. Części ceramiczne o bardziej skomplikowanych kształtach można formować w procesie obróbki elektroerozyjnej, o ile obrabiany materiał odznacza się odpowiednią przewodnością elektryczną. Wprowadzenie do osnowy naturalnych przewodników: TiN, TiC, Ti(C,N)

lub TiB_2 , poprawia przewodność ceramiki wielofazowej i umożliwia zastosowanie obróbki elektroerozyjnej do produkcji elementów o bardzo skomplikowanych kształtach [2–6]. Dodatkową zaletą obróbki EDM jest ograniczenie naprężeń wewnętrznych w przedmiocie.

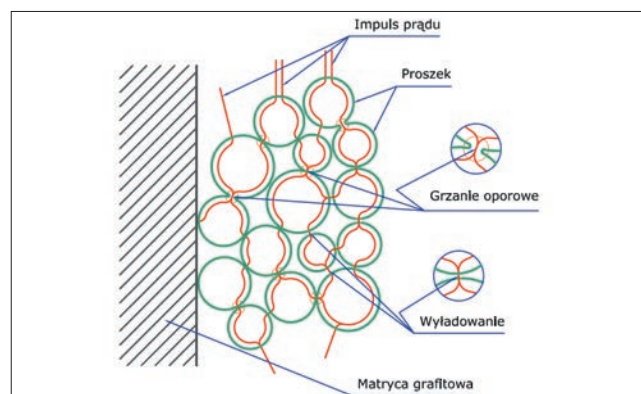
Aby uzyskać odpowiednią przewodność ceramiki tlenkowej na bazie Al_2O_3 lub ZrO_2 i móc zastosować obróbkę EDM, trzeba wprowadzić ceramiczną fazę przewodzącą (węglkową, azotkową lub borkową) w ilości ok. 30% [7–9]. Elektroerozyjnie można obrabiać materiały, których oporność nie przekracza $100 \Omega \cdot cm$ [10, 11].

Metodyka badań

Uzyskano kompozyty ceramiczne o osnowie z Al_2O_3 i Si_3N_4 z dodatkiem faz o dobrej przewodności elektrycznej w postaci TiB_2 , TiC oraz TiN. Udział objętościowy faz przewodzących w tych kompozytach wynosił 30–60%. Do kompozytów o osnowie z azotku krzemu dodano fazy tlenkowe (Al_2O_3 , MgO i ZrO_2) w celu poprawy ich spiekalności.

Poszczególne mieszanki przygotowano w wysokoenergetycznym młynku planetarnym Pulverisette 6, przy czym wielkość ziarna proszków wsadowych nie przekraczała $3 \mu m$. W procesie ujednorodniania mieszanek zastosowano misy i kule z azotku krzemu. Po tym procesie mieszanki suszono, a następnie granulowano. Materiały spiekano metodą SPS (*spark plasma sintering*), wykorzystano do tego urządzenie typu FCT-HP D 125.

W procesie spiekania metodą SPS zastosowano prasowanie jednoosiowe oraz prąd impulsowy. Bezpośredni przepływ prądu przez spiekany materiał pozwala na przyjęcie dużych prędkości zarówno nagrzewania, jak i chłodzenia. Mechanizm spiekania metodą SPS tłumaczy się wyladowaniami powstającymi w przestrzeniach pomiędzy cząstkami proszków, powodującymi lokalny wzrost



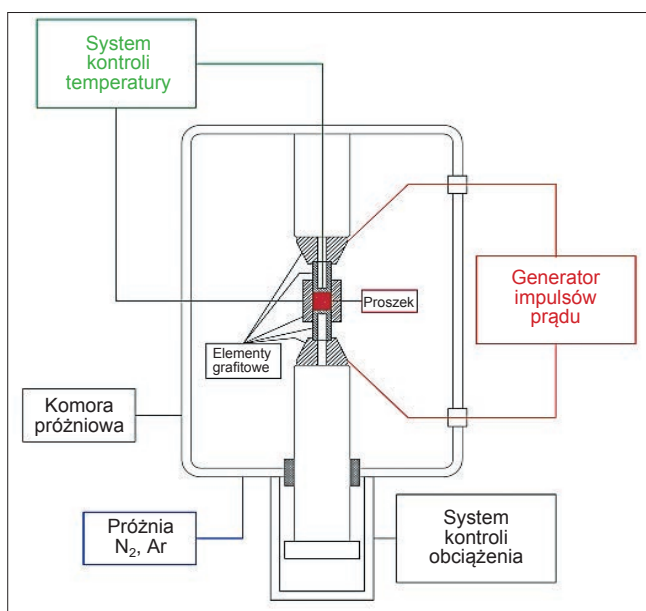
Rys. 1. Schemat przepływu prądu podczas spiekania metodą SPS

* Dr inż. Andrzej Nowakowski (anowak@ios.krakow.pl), inż. Tadeusz Krzywda (tadeusz.krzywda@ios.krakow.pl), dr inż. Piotr Putyra (piotr.putyra@ios.krakow.pl) – Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania

temperatury, topienie powierzchni proszków i kształtowanie szyjek. Po utworzeniu szyjki następuje nagrzewanie oporowe w wyniku przepływu prądu przez przewodnik o niewielkim przekroju (rys. 1). Wyładowania iskrowe usuwają z powierzchni cząstek zaadsorbowane gazy i tlenki, ułatwiając tym samym powstawanie między cząstkami proszku aktywnych kontaktów, co prowadzi do obniżenia temperatury i skrócenia czasu spiekania.

Spiekanie proszków metodą SPS przeprowadza się w grafitowych matrycach, przy czym maksymalne ciśnienie prasowania jest determinowane wytrzymałością elementów grafitowych na ściskanie.

Schemat urządzenia SPS przedstawiono na rys. 2. Prasowanie odbywa się w warunkach próżni, co pozwala na odgazowanie zasypanych proszków. Następnie do komory urządzenia SPS wpuszczany jest gaz ochronny (azot lub argon). Temperaturę mierzy się pirometrem umiejscowionym w osi stempla prasującego. Pomiar prowadzi się z dna otworu stempla grafitowego (oddalonego o ok. 2÷3 mm od powierzchni materiału spiekane), co znacznie ogranicza różnicę pomiędzy temperaturą próbki i temperaturą miejsca pomiarowego.



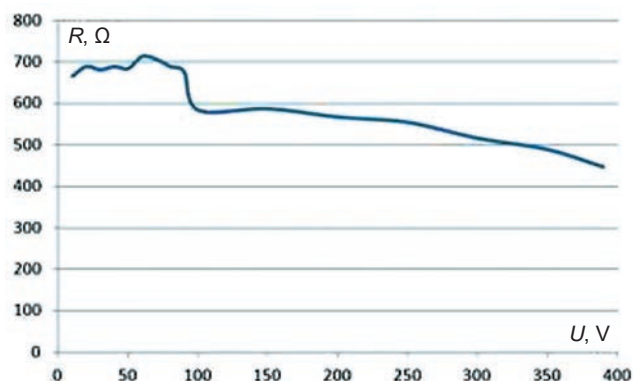
Rys. 2. Schemat urządzenia SPS

Prasowanie mieszanek proszkowych odbywało się w matrycy grafitowej, przy ciśnieniu maksymalnym 35 MPa, w warunkach próżni. Następnie do komory urządzenia SPS wprowadzono gaz ochronny. Parametry spiekania przedstawiono w tabl. I.

Badania właściwości fizycznych i mechanicznych zrealizowano na próbkach, których powierzchnie przygotowano z wykorzystaniem urządzeń firmy Struers. Gęstość pozorną ρ_p mierzono metodą hydrostatyczną (nasykania w próżni). Twardość przy obciążeniu 9,81 N wyznaczono metodą Vickersa, z użyciem cyfrowego miernika mi-

krotwardości FM-7 firmy Future Tech. Corp. Zmierzono również moduł Younga, korzystając z ultradźwiękowej metody pomiaru prędkości przechodzenia fali poprzecznej i podłużnej, z zastosowaniem defektoskopu Panametrics Epoch III. Do pomiaru oporności przedstawionych w tabl. I. wykorzystano mostek Thomsona TMT-5. Na rys. 3 pokazano charakterystykę rezystancji $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiB}_2$ zmierzoną w zakresie napięcia 0÷400 V.

Właściwości fizyczne oraz mechaniczne materiałów po spiekaniu zestawiono w tabl. I. Próbkę po spiekaniu, które były następnie obrabiane elektroerozyjnie, przedstawiono na rys. 4.



Rys. 3. Zależność rezystancji R słabo przewodzącego kompozytu $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiB}_2$ od napięcia U



Rys. 4. Próbkę materiałów ceramicznych do obróbki EDM po spiekaniu metodą SPS

Obróbka elektroerozyjna materiałów

Proces kształtowania EDM wykonano na doświadczalnej drążarce elektroerozyjnej EDEF-40 z generatorem UZSDf-40 (rys. 5) pracującym w trybie izoenergetycznym. Drążarkę oraz generator zaprojektowano i wykonano w Instytucie Zaawansowanych Technologii Wytwarzania. Wykorzystanie doświadczalnej drążarki umożliwiło prowadzenie badań przy różnych wariantach pracy generatora, a mianowicie:

- napięciu polaryzującym obwód zapłonowy w zakresie 160÷400 V,
- impulsach napięcia roboczego o przemiennej biegunowości,
- z nałożeniem na podstawowy impuls prądu roboczego dodatkowego impulsu o dużej amplitudzie i krótkim czasie.

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

Materiał	Temperatura spiekania) °C/min	Czas spiekania min	Gęstość pozorną g/cm ³	Moduł Younga GPa	Twardość HV1	Oporność Ω
$\text{Al}_2\text{O}_3 + 30\%\text{Ti(C,N)} + 30\%\text{TiB}_2$	1650	1	4,22	400	1850	1,1
$\text{Al}_2\text{O}_3 + 30\%(\text{TiC} + \text{TiN}) + 10\%\text{TiB}_2$			4,26	412	1790	0,9
$\text{Al}_2\text{O}_3 + 30\%(\text{TiC} + \text{TiN}) + 30\%\text{TiB}_2$			4,24	410	1860	0,7
$\text{Si}_3\text{N}_4 + 30\%\text{TiB}_2$	1550	10	3,51	318	1640	1800



Rys. 5. Doświadczalna drążarka elektroerozyjna EDEF-40

Prowadzenie badań w takich warunkach nie byłoby możliwe na standardowej drążarce elektroerozyjnej.

We wstępnych próbach drążenia elektroerozyjnego kompozytu $Al_2O_3-Ti(C,N)-TiB_2$ przetestowano następujące warianty procesu obróbki elektroerozyjnej:

- dodatnią i ujemną biegunowość elektrod,
- zmiany nastaw czasu impulsu i czasu przerwy międzyelektrodowej,
- drążenie z dodatkowym impulsem prądowym,
- drążenie z impulsami dwubiegunowymi,
- zmiany napięcia zadanego regulatora posuwu,
- zmiany napięcia zapłonu w zakresie 160÷350 V,
- zmiany ciśnienia dielektryka do przepłukiwania szczeliny.

Przy ocenie procesu drążenia brano pod uwagę przede wszystkim występowanie wyładowań łukowych i stabilność działania regulatora grubości szczeliny międzyelektrodowej. Drążono walcową elektrodą miedzianą o średnicy $\varnothing 12$ mm. Szczelinę międzyelektrodową przepłukiwano cieczą dielektryczną, tłoczoną przez centralny otwór w elektrodzie roboczej. Obróbkę prowadzono w nafcie kosmetycznej.

Podczas drążenia przy biegunowości dodatniej regulator pracował bardzo niestabilnie i często występowały wyładowania łukowe, a na obrobionej powierzchni widoczne były ślady przypaleń (dwa wewnętrzne ślady – rys. 6). Próby ustabilizowania procesu poprzez zmianę współczynnika wypełnienia impulsów, ciśnienia dielektryka, napięcia zapłonu i zadanego napięcia regulatora nie przyniosły efektów. Po wprowadzeniu biegunowości ujemnej dopiero przy współczynniku wypełnienia impulsów 0,5 lub mniejszym wyeliminowano wyładowania łukowe. Dlatego przyjęto, że w obróbce EDM tych materiałów maksymalna wartość współczynnika wypełnienia wynosi 0,5. Zazwyczaj niski współczynnik wypełnienia jest niekorzystny ze względu na spadek wydajności drążenia i wzrost zużycia elektrody roboczej.



Rys. 6. Próbkę z kompozytu $Al_2O_3-Ti(C,N)-TiB_2$ z wydrążonymi wgłębieniami

W dalszych badaniach, kierując się głównie zanikaniem wyładowań łukowych, ustalono wartość zadanego napięcia regulatora na 50 V. Najkorzystniejsze dla stabilności procesu okazało się ciśnienie w układzie płukania o wartości 0,7 hPa. Nie stwierdzono wpływu impulsów dwubiegunowych na proces drążenia. Zrezygnowano z dodatkowych impulsów prądu roboczego, ponieważ ich włączenie powodowało natychmiastowe pojawianie się wyładowań łukowych. Badania pokazały, że zmiany wartości napięcia zapłonowego w zakresie 160÷350 V nie miały wpływu na występowanie wyładowań łukowych, natomiast poprawiały stabilność drążenia. Aby wyeliminować wyładowania łukowe, wraz ze zwiększaniem nastawy natężenia prądu roboczego konieczne było skracanie nastawy czasu impulsu przy utrzymaniu współczynnika wypełnienia impulsów na poziomie 0,5. Zauważono, że gdy nastawa prądu roboczego przekraczała 7 A, następowała destabilizacja procesu.

Na podstawie wyników wstępnych prób drążenia kształtowego przyjęto plan badań, w których parametrami stałyby:

- walcowa elektroda z miedzi M1E z otworem centralnym o średnicy $\varnothing 2$ mm,
- nafta kosmetyczna jako ciecz dielektryczna,
- płukanie szczeliny międzyelektrodowej poprzez elektrodę roboczą,
- ciśnienie dielektryka podczas przepłukiwania 0,07 MPa,
- ujemna biegunowość napięcia międzyelektrodowego,
- czas obróbki 30 min,
- natężenie prądu zapłonowego 2 A,
- napięcie zadanego regulatora 50 V,
- wzmocnienie regulatora 100%,
- dodatkowe impulsy prądu oraz napięcie dwubiegunowe.

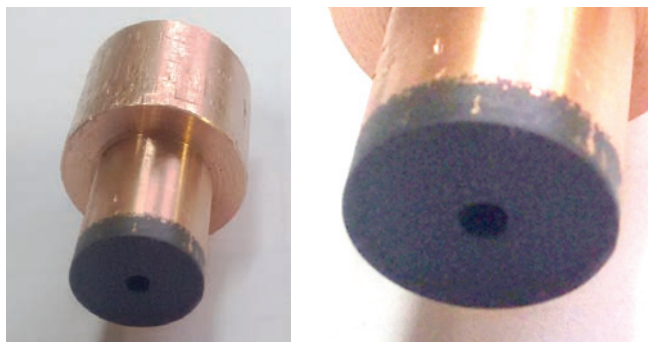
Drążono wyłącznie po linii prostej w osi Z, przy dwóch nastawach parametrów odpowiadających obróbce średniodokładnej i dokładnej. Mierzono wydajność obróbki, względne masowe zużycie elektrody roboczej i chropowatość powierzchni obrobionej. Wyniki erodowania kompozytu $Al_2O_3-Ti(C,N)-TiB_2$ przedstawiono w tabl. II. Rezultaty drążenia pozostałych materiałów – $Al_2O_3-TiC-TiN-10TiB_2$ oraz $Al_2O_3-TiC-TiN-30TiB_2$ – nie różniły się istotnie od zestawionych w tabl. II.

Na podstawie wyników badań (tabl. II) ustalono, że podniesienie wartości napięcia zapłonowego do 250 V istotnie zwiększyło wydajność drążenia oraz zmniejszyło względne zużycie elektrody roboczej. Wartość zużycia elektrody roboczej była nieznaczna, pomimo drążenia z ujemnym napięciem roboczym i małą (0,5) jak na proces EDM wartością współczynnika wypełnienia impulsów. W niektórych

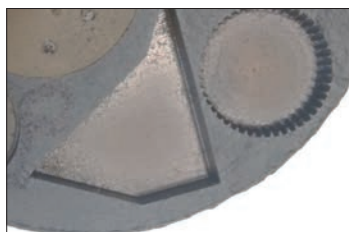
TABLICA II. Parametry procesu drążenia elektroerozyjnego materiału $Al_2O_3-Ti(C,N)-TiB_2$

Nastawy generatora					Wyniki pomiarów		
I_r A	T_i μs	T_o μs	U_{zap} V	ΔMe mg	ΔMw mg	dm %	R_a μm
3	160	160	160	11	312	3,53	
3	160	160	200	23	221	10,41	
3	160	160	250	3	333	0,9	
3	160	160	300	2	335	0,6	1,49
3	160	160	350	2	333	0,63	
7	25	25	160	20	626	3,19	
7	25	25	200	9	690	1,3	
7	25	25	250	12	1008	1,19	1,62
7	25	25	300	15	938	1,6	
7	25	25	350	23	778	2,96	

Legenda: I_r – nastawa prądu roboczego; T_i – nastawa czasu impulsu; T_o – nastawa czasu przerwy międzyelektrodowej; U_{zap} – nastawa napięcia zapłonowego; ΔMe – ubytek elektrody roboczej; ΔMw – ubytek materiału obrabianego; dm – względne zużycie elektrody, $dm = 100 \times \Delta Me / \Delta Mw$; R_a – chropowatość powierzchni obrobionej



Rys. 7. Elektroda robocza po 3 godz. drążenia

Rys. 8. Wgłębienia kształtowe wydrążone w kompozycie $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ti(C,N)-TiB}_2$

przypadkach długotrwałe drążenie przebiegało nawet bez zużycia elektrody roboczej. Podczas drążenia węglików spiekanych w tych warunkach względne zużycie elektrody byłoby kilka razy większe.

Na rys. 7 pokazano elektrodę roboczą po 3 godz. drążenia. Ciemna powierzchnia czołowa i ostre krawędzie świadczyły o jej niewielkim zużyciu. Dzięki małemu zużyciu elektrody roboczej możliwa jest obróbka elektroerozyjna materiałów o osnowie z Al_2O_3 z dokładnością porównywalną do drążenia stali. Uzyskano także małą chropowatość powierzchni obrobionej. W przypadku kompozytów $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ti(C,N)-TiB}_2$ oraz $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC-TiN-10TiB}_2$ – R_a rzędu $1,5 \mu\text{m}$ oraz ok. $0,9 \mu\text{m}$ w przypadku $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC-TiN-30TiB}_2$. Z badań wynika, że chropowatość powierzchni obrobionej w niewielkim stopniu zależy od natężenia prądu roboczego.

Wyniki drążenia kształtowego ceramiki o osnowie z Al_2O_3 z dodatkiem Ti(C,N) oraz TiB_2 przedstawiono na rys. 8.

Chociaż rezystancja kompozytu $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiB}_2$ maleje ze wzrostem napięcia zasilającego, już wstępne próby wykazały, że była ona zbyt duża do podjęcia drążenia. Przyczynami tego były zbyt mały prąd roboczy w dostępnym zakresie napięcia zasilającego obwód roboczy generatora oraz za wysoki spadek napięcia na dużej rezystancji kompozytu, który uniemożliwiał skuteczną pracę regulatora grubości szczeliny międzyelektrodowej.

Podsumowanie

Większość materiałów ceramicznych odznacza się wysoką opornością elektryczną, dlatego kształtowanie gotowych elementów z tych materiałów jest możliwe jedynie z zastosowaniem obróbki ubytkowej (głównie przecinania i szlifowania), która pozwala na otrzymywanie detali o dość prostych kształtach. Aby otrzymać bardziej skomplikowane elementy ceramiczne, konieczna jest obróbka elektroerozyjna, pod warunkiem że obrabiany materiał ma odpowiednią przewodność elektryczną. Obniżenie rezystywności materiałów ceramicznych jest możliwe dzięki zastosowaniu dodatków faz o dobrej przewodności elektrycznej.

W pracy zaprezentowano wyniki badań materiałów ceramicznych o osnowie z Al_2O_3 oraz Si_3N_4 z dodatkami w postaci węgliku tytanu TiC , azotku tytanu TiN oraz dwuborku tytanu TiB_2 , które zwiększały ich przewodność elek-

tryczną. Przedstawiono także właściwości mechaniczne i elektryczne ceramiki przewodzącej o osnowie z TiB_2 .

Uzyskane materiały kompozytowe charakteryzują się niską opornością elektryczną z zachowaniem dobrych właściwości fizycznych i mechanicznych, takich jak gęstość, moduł Younga i twardość.

Na podstawie prób drążenia elektroerozyjnego stwierdzono, że możliwe jest drążenie kształtowe kompozytów o osnowie z Al_2O_3 z dodatkami Ti(C,N) , TiC , TiN oraz TiB_2 w zakresie obróbki średniokładnej i dokładnej. W procesie kształtowania elektroerozyjnego EDM tych materiałów elektroda robocza zużywa się w niewielkim stopniu, co jest istotne z punktu widzenia dokładności wymiarowej.

Ważnym parametrem obróbki EDM jest napięcie zapłonowe generatora. Przy napięciu rzędu $200\div 250 \text{ V}$ uzyskuje się małe względne zużycie elektrody roboczej oraz najlepszą wydajność drążenia.

Nie stwierdzono korzystnego wpływu impulsów prądu dodatkowego i dwubiegunowego napięcia roboczego na proces drążenia. Drążenie słabo przewodzącego kompozytu na bazie azotku krzemu $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-30TiB}_2$ nie dało pozytywnych wyników ze względu na zbyt mały prąd w obwodzie roboczym i niestabilną pracę regulatora grubości szczeliny międzyelektrodowej. Dlatego celowe jest prowadzenie badań nad dopracowaniem generatora, który umożliwi elektroerozyjne kształtowanie tych materiałów.

Materiał do badań wytworzono w ramach projektu SINTERCER – project no. 316232, Development of a SINTERing CEntRe and know-how exchange for non-equilibrium sintering methods of advanced ceramic composite materials, REGPOT-2012-2013-1 EU FP7 Research Potential.

Badania elektroerozyjnego kształtowania wykonano w ramach działalności statutowej Instytutu Zaawansowanych Technologii Wytwarzania.

LITERATURA

1. Pampuch R., Błażewicz 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*. 140 (2003): s. 363–367.
3. Tomlinson W.J., Jupe K.N. “Strength and microstructure of electro-discharge-machined titanium diboride”. *Journal of Materials Science Letters*. 12 (1993): s. 366–368.
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 B., Kang S. “Electro-discharge machining performance of TiCN-based cermets”. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*. 25 (2007): s. 293–299.
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*. 18 (2001): s. 897–905.
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*. 10 (January 2005).
8. Lauwers B., Kruth J.P., Liu W., Eeraerts W., Schacht B., Bleyes P. “Investigation of material removal mechanisms in EDM of composite ceramic materials”. *Journal of Materials Processing Technology*. 149 (2004): s. 347–352.
9. Yan-Cherng Lin, A-Cheng Wang, Der-An Wang, Chih-Cherng Chen. “Machining performance and optimizing machining parameters of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ ceramics using EDM based on the Taguchi Method”. *Materials and Manufacturing Processes*. 24 (2009).
10. Shuichi Kawano, Junichi Takahashi, Shiro Shimada. “Highly electro-conductive $\text{TiN/Si}_3\text{N}_4$ composite ceramics fabricated by spark plasma sintering of Si_3N_4 particles with a nano-sized TiN coating”. *Journal of Materials Chemistry*. 12 (2002).
11. Ocoś K.E. „Kształtowanie ceramicznych materiałów technicznych”. Rzeszów: Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, 1996. ■