

ПОЛУЧАВАНЕ НА ЗАВАРЕНИ СЪЕДИНЕНИЯ МЕТАЛ – АЛУМИНООКИСНА КЕРАМИКА ПО МЕТОДА ДИФУЗИОННО ЗАВАРЯВАНЕ ВЪВ ВАКУУМ

**Пламен Ташев - н.с. I ст., Елисавета Ташева - главен асистент във ВТУ,
Марина Манилова - н.с. III ст., ст.н.с. I ст. д-р Стефан Христов**

wd@ims.bas.bg

***Институт по металознание, гр. София, бул. “Шипченски проход” 67,
ВТУ “Тодор Каблешков”, гр. София, ул. “Гео Милев” 158, БЪЛГАРИЯ***

Ключови думи: заварени съединения, метал, алуминоокисна керамика, дифузионно заваряване във вакуум, приспособления, изпитвания.

Резюме: Проведени са експерименти за получаване на заварени съединения от алуминоокисна керамика и неръждяваща стомана в условията на дифузионно заваряване във вакуум. Описани са основните характеристики на използваната керамика, неръждяващите стомани и използваните междинни слоеве. Разработени са приспособления за центриране и притискане на пробните тела в процеса на заваряване и система за автоматично управление на нагряване на образците. На заварените образци са направени механични изпитвания на срязване и металографски изследвания.

ИЗПОЛЗВАНИ МАТЕРИАЛИ

За провеждане на експериментите бяха избрани алуминоокисна керамика и аустенитна неръждяваща стомана X18H9T. Съображенията за този избор бяха, че има определен интерес към реализиране на заварени съединения между двата материала при създаване на специфични възли, необходими за електрохимичните източници на ток, енергетиката, двигателостроенето и т.н. Освен това процесите на свързване между алуминоокисната керамика и аустенитната стомана представляват определен научен интерес.

Алуминоокисна керамика

Алуминоокисната керамика е обширна група от материали, имащи сходен химикоминералогичен състав със съдържание на Al_2O_3 обикновено над 80%.

Кристалната фаза на тези материали в повечето случаи се формира напълно от кристали на Al_2O_3 . Структурата им представлява непрекъснат скелет, пропит от стъклофаза (с възможна частична кристализация на стъклото). Независимо от относително малкото по обем количество на стъклото, то съществено влияе върху редица свойства на керамиката (механични, диелектрични, вакуумни и др.), а така също и върху механичните свойства на заварените съединения. Фазовият състав на някои алуминоокисни материали е даден в табл. 1.

Таблица 1.

Материал	Кристална фаза, %	Стъкловидна фаза, %	Пори, %
102	72	25	5
22X	85	10	5
M-7	81-87	13-19	4
M-995	96	0	4

Керамиката се отнася към крехките материали, поради което реалната ѝ якост е примерно три пъти по-малка от теоретичната, изчислена по якостта на междоатомните връзки [1].

Якостта на керамичните материали се определя от техния състав и микроструктура (количество на кристалната фаза, размери на зърната, пористост) [2, 3].

В работа [4] е установено, че статична умора се наблюдава в случаи когато в околната среда има влага, ацетон или спирт.

Във връзка с това, че при експлоатация заварените съединения от метал и керамика (ЗСМК) са подложени на механични и топлинни натоварвания е необходимо да се знае влиянието на температурата на нагряване върху якостта на заваряваните материали.

Керамичните материали имат висока якост на натиск, което трябва да се отчита при реализирането на ЗСМК.

Високата надеждност на изделията от керамика се определя главно от температурния коефициент на линейно разширение (ТКЛР), топлопроводимостта и специфичния топлинен капацитет.

ТКЛР е важна характеристика при съединяване на керамика с метал. От него главно зависи полето на временните и остатъчните термични напрежения. При повечето алуминоокисни керамики до около $900^{\circ}C$ зависимостта между ТКЛР и температурата има линеен характер.

Топлопроводимостта на керамичните материали е с 1-2 порядъка по-малка от тази при металите. При алуминоокисните материали тя нараства с увеличаване на съдържанието на Al_2O_3 [2]. С увеличаване на температурата топлопроводимостта на керамичните материали намалява [2,5]. Топлинният капацитет нараства с увеличаване на съдържанието на Al_2O_3 и с повишаване на температурата.

В проведените експерименти за получаване на дифузионно заварени съединения са използвани пръстени от алуминоокисна керамика, съдържаща 92% α - Al_2O_3 и добавки, влизащи в състава ѝ, позволяващи образуването на стъклофаза (табл.2) в [%].

Таблица 2.

SiO_2	MgO	алкали	$\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{TiO}_2$
4,5	2,3	1,0	0,2

Заваряваната керамика има следните по-важни характеристики:

- привидна плътност 3,55 – 3,60g/cm³;
- якост на натиск 1500 – 1700 N/mm².

Междинни слоеве

Възможни са три начина за получаване на междинни слоеве в заваряваните съединения:

1. чрез напластяване във вакуум (получават се слоеве с дебелина 0,03 – 0,05 mm);
2. чрез триене на челната повърхност на керамиката (дебелина на слоя около 0,1mm);
3. посредством шайби от използвания метал.

От направеното проучване стана ясно, че образец от керамика с нанесени междинни слоеве по методи 1 и 2, независимо от използваните режими, се получават некачествени заварени съединения. Положителни резултати се получиха при използването на фолио от подходящо избран метал като прослойки (междинен слой).

В експериментите са използвани два вида междинни слоеве:

- междинен слой от алуминиево фолио с чистота 99,9;
- междинен слой от сплав на алуминий с мишметал.

Сплавта е получена в защитна атмосфера от аргон след вакуумиране при температура от 720-750°C. Химическият състав на мишметала (в тегл. %) е: Ce – 50%; La – 27%; Nd – 16%; Pr – 5%. Сплавта със състав (в тегл. %) е: Al+12,7% (Ce+La) с примеси на Nd и Pr. Лентите са получени чрез студено валцуване до дебелина 0,5mm. Целта е да се реализира съединяване на базата на обменни коси-редукционни реакции между Al_2O_3 и силно активните към кислорода редкоземни елементи (лантаноиди) от мишметала - Ce+La.

Неръждаваща стомана

В състава на някои от пробните тела са използвани детайли от аустенитна неръждаваща стомана X18H9T. Преди изготвяне на необходимите за заваряването детайли химичния състав на стоманата е проверен чрез спектрален анализ (табл. 3).

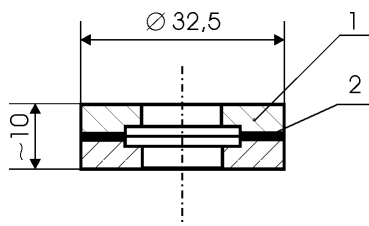
Таблица 3.

C	Cr	Ni	Mn	Si	Ti	Mo	Cu
0,082	17,29	10,0	1,45	0,59	0,36	0,30	0,22

ФОРМА И РАЗМЕРИ НА ПРОБНИТЕ ТЕЛА

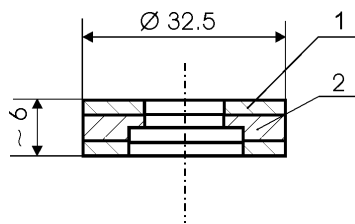
За провеждане на експериментите за заваряване на алуминоокисна керамика към метал са използвани два вида пробни тела:

Пробно тяло тип А – алуминоокисна керамика (поз.1) – метал (поз.2) – алуминоокисна керамика (фиг.1). Предназначено е за механични изпитвания, металографски изследвания, микро-рентгеноспектрален анализ и изпитване на херметичност.



Фиг. 1.

Пробно тяло тип Б представлява “сандвич” от стомана Х18Н9Т (поз. 1), междинен слой, пръстен от алуминоокисна керамика (поз. 2), междинен слой, стомана Х18Н9Т (фиг. 2).



Фиг. 2.

Подходящо е за О-же анализ, термоелектрични измервания, а също така за металографско и микро-рентгеноспектрално изследване както и за изпитване на херметичност.

ИНСТАЛАЦИЯ ЗА ВАКУУМНО-ДИФУЗИОННО ЗАВАРЯВАНЕ

Експериментите за заваряване на металокерамични съединения от алуминоокисна керамика и неръждаваща стомана Х18Н9Т с междинен слой са провеждани на преустроена за целта инсталация за вакуумнодифузионно заваряване (ВДЗ).

Лабораторната инсталация има следните по-важни параметри:

- работен вакуум – $2 \cdot 10^{-5}$ [Тorr];
- усилие за притискане от 2 – 60 [kN];
- температура на нагриване – до 1200°C.

Инсталацията се състои от следните по-важни системи и възли: вакуумна камера, хидравлична система за притискане, система за загряване с ТВЧ и блок за управление.

Заваряването на пробните тела се извършва в конструирано и разработено за целта приспособление, гарантиращо центричен натиск в процеса на съединяване на пробните тела. Приспособлението включва и система за индиректно (радиационно) нагриване на образците.

Създадената компютърна система за управление дава нови възможности, както за автоматизация на експерименталната работа, така и за по-добра повтораемост при отделните опити.

Контролера регулира основните параметри на заваръчния процес: време на заваряване, скорост на загряване (охлаждане), прилагане (премахване) на усилие на притискане, време на задържане, температурата на заваряване по зададена от експериментатора програма.

Системата дава възможност за запис на температурата и мощността от оператора по време на изпълнение на заваръчния цикъл, което облекчава работата по архивиране на данните от експериментите и дава възможност за проверка на отклоненията на реалния заваръчен термичен цикъл от заданияя.

По време на заваряване на дисплея на компютъра се изписва реалната крива на заваръчния термичен цикъл паралелно на зададената.

Данните от всеки експеримент могат да се записват на магнитен носител, което дава възможност освен за архивиране на резултатите и за съхраняване на параметрите на режими на заваряване и повтаряне при необходимост на заваръчен цикъл със или без обратна връзка по температура.

ПОДГОТОВКА НА ПРОБНИТЕ ТЕЛА ПРЕДИ ЗАВАРЯВАНЕ

Механична обработка

Повърхнините на пробните тела от неръждаема стомана X18H9T, които подлежат на заваряване се обработват механично чрез шлифование с критерий на грапавост $Ra=1,25\text{ }\mu\text{m}$.

Телата на керамичните пръстени се подлагат също на шлифование, до постигане на паралелност на повърхнините и за премахване на огневата повърхност на керамиката. За целта се използва машина ШПХ с диамантен диск.

Шлифованата повърхност има клас на грапавост $Ra=0,4\text{ }\mu\text{m}$, което е средна стойност от измерване в четири точки.

Почистване и обезмасляване

Керамичните пръстени се почистват със спирт в ултразвукова вана, след което се подсушават.

Пробните тела от неръждаваща стомана се почистват също в ултразвукова вана последователно с ацетон и спирт.

Алуминия за междинния слой след ултразвуково обезмасляване с ацетон или спирт се разяжда в продължение на 1 минута в реактив със следния състав:

- 1 ℓ вода;
- 50 g техническа натриева основа;
- 45 g технически натриев флуорид.

След разяждането и промиването на течаща вода, алуминиевите детайли престояват 2 минути в 35% разтвор на азотна киселина. Промиват се последователно с вода и спирт и се сушат при температура 80 - 90°C.

При използването на мишметал за междинен слой, същия се почиства в ултразвукова вана последователно в ацетон и спирт, след което се подсушава.

УСЛОВИЯ ЗА ПРОВЕЖДАНЕ НА ЕКСПЕРИМЕНТИТЕ

Усилие на притискане

Необходимото усилие на притискане се определя по формулата (1):

$$(1) \quad F = p.s.10^6,$$

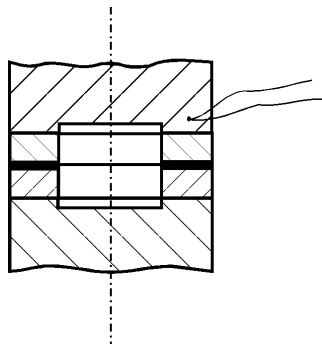
където F – усилие на притискане, N; p – необходимо налягане, МПа; s – площ на притискане (контакт) m^2 .

Задаването на изчислената стойност на усилието на притискане се извършва посредством промяна на налягането на хидравличната станция. В приспособлението за заваряване на мястото на заваряваното пробно тяло се поставя датчик с тензометрична измервателна система. Самото измерване се извършва с усилвател тип Hottinger в цифров вид. Усилието на притискане се измерва с точност от 10N спрямо зададеното по съответния режим на заваряване. Усилието на притискане се проверява преди всеки термодеоформационен цикъл.

Измерване на температурата

Системата за управление на заваръчния цикъл позволява използването на два вида термодвойки – NiCr-Ni и PtRo – Pt. При провеждане на експериментите бе използвана термодвойка тип NiCr-Ni.

При тела тип А и Б същата е поставена в притискача откъм горната страна на алуминоокисната керамика (респективно неръждаващата стомана, пробно тяло тип Б), фиг. 3.

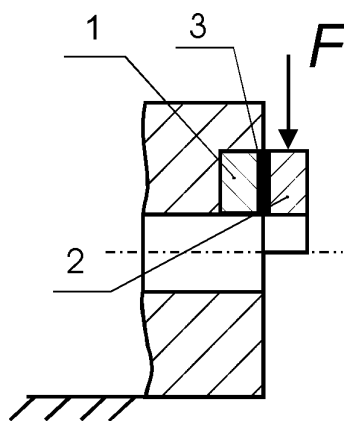


Фиг. 3

ИЗСЛЕДВАНЕ НА ЗАВАРЕНИТЕ СЪЕДИНЕНИЯ И ОЦЕНЯВАНЕ НА КАЧЕСТВАТА ИМ

Механични изпитвания

На механични изпитвания са подложени пробни тела Тип А. Преди изпитването заварените образци се разрязват на две равни части (по диаметъра) с диамантен диск. Заварените съединения се изпитват на срязване. Така получените образци за срязване се закрепват неподвижно в специално разработено за целта приспособление (фиг. 4).



Фиг. 4

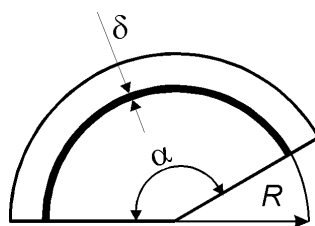
Едната част от алуминоокисната керамика (поз.1) се захваща неподвижно в приспособлението, а другата част (поз. 2) се притиска с профилен поансон за осъществяване на равномерно усилие по цялата повърхност. С поз. 3 е означен междинния слой.

Изпитванията са проведени на изпитвателна машина “TIRATEST 2150” произведена в Германия с обхват 5000N. Грешката на обхвата е < 1%. Скоростта на изпитване е 1mm/min и е постоянна. Процесът на изпитване се управлява от микропроцесор и по време на изпитването не могат да се извършват други манипулации върху пробното тяло или машината. Изпитвателната машина има сертификат за точност проверена от органите по метрология.

След разрушаване на пробните тела, площта по която е протекло разрушаването се изчислява като част от сектор по следната формула (2):

$$(2) \quad S = \alpha \frac{2R\delta - \delta^2}{360},$$

където: S – площ на разрушаване, mm^2 ; α - ъгъл, определящ големината на сектора (фиг. 5); R – радиус на външната част на междинния слой, mm ; δ - широчина на междинния слой, mm .



Фиг.5

За описване на мястото на разрушаване (повърхностите, по които протича) се извършва визуално наблюдение на изпитаните образци. Резултатите от изпитването на срязване и описание на мястото на разрушаване на образците заварени при различни режими са показани в таблица 4.

Влияние на параметрите на време-температурния режим върху якостта на заварените съединения.

Известно е, че свойствата на съединенията метал-керамика, получени в условията на дифузионно заваряване във вакуум, се влияят от стойностите на

параметрите на термодеоформационния цикъл. Както бе подчертано, бяха уточнени стойностите на параметрите - налягане, скорост на нагряване/охлаждане и време на задържане, при които се получават съединения с необходима якост.

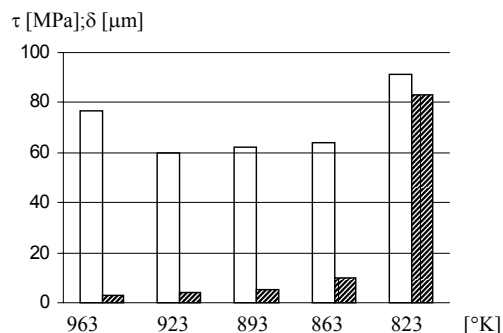
Таблица 4.

Образец №	Разр. сила, N	Танг. напреж., МПа	Място на разрушаване
03	1350	54	Разр. през межд. слой, двете страни са метализирани петна
04	854	42	Разр. през межд. слой, двете страни са метализирани петна
05	544	44	Разр. през межд. слой, двете страни са метализирани петна
06	738	45	Разр. през межд. слой, остатъци от него се наблюдав. и по двете страни
07	1042	64	Разр. е наполов. през межд. слой, наполовина през керамиката
08	673	22	Разр. е изцяло през межд. слой, остатъци от него се наблюдав. и по двете страни

Установено бе, че увеличаването на времето на изотермично задържане над 20 min не влияе съществено върху механичните показатели на заварените съединения (ЗС). Особено внимание бе обърнато на влиянието на температурата на изотермично задържане върху механичните свойства на ЗС. Тези изпитвания до голяма степен дават информация за евентуалната работоспособност на реални съединения метал–керамика.

В режимите на дифузионно заваряване във вакуум бяха вариран пет стойности на температурата при оптимално усилие на натиск 20МПа: - от температура 963°K гарантираща стопяване на междинния метален слой до температура 823°K, под която механичните показатели рязко се снижават.

Максимална якост на срязване τ , МПа [□] показват пробните тела, заварени при температури 963°K и 823°K, докато останалите три вида режими (при 923, 893 и 863°K) имат сходни показатели (фиг.6). С намаляване на температурата на заваряване се наблюдава нарастване на остатъчния междинен слой δ , mm [▨].



Фиг. 6

Относително високата якост на съединенията, получени при 963°K, се дължи на доброто омекване на прилежащите към металния слой керамични части и евентуално облекчено проникване на течния метал в повърхностните микропори на керамиката. Разрушаването на ЗС в този случай протича през междинния слой, като върху керамичната повърхност се наблюдават ”метализирани” петна. При съединенията, получени без стопяване на междинния метален слой, якостта на срязване нараства с понижаване на температурата до 823°K. Настъпва промяна и в мястото на разрушаване съгл. табл. 4. От направените изследвания се вижда, че с нарастване на температурата на заваряване намалява дебелината на междинния слой, което е за сметка на пластичната му деформация, а при по-високи температури и поради ”изплискване” на метала от зоната на заваряване.

На практика всички ЗС (фиг. 6) съгласно якостта на срязване удовлетворяват изискванията за механична якост и по-нататъшния избор на работоспособно заварено съединение зависи от данните за херметичност със и без термично натоварване.

От заварените при различни режими и различни междинни слоеве пробни тела са изработени образци за микроскопски изследвания, резултатите от които са обект на следващи публикации.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] КИНГЕРИ У. Д., Введение в керамику. Перевод от англ. под редакции П. П. Будников, М., Стройиздат, 1984, 272 стр.
- [2] БАТЫГИН В. Н., МЕТЕЛКИН И. И., Вакуумная керамика и её спаи с металлом, М., Энергия, 1973, 410 стр.
- [3] SPRINGS R. M., MITCHEL J. B., VASILOV T. – J., Amer. Ceram. Soc., 1984, V. 47, № 7, p. 323-327.
- [4] БРАВИНСКИЙ В. Г., ИВАНОВ В. П., Сер. 1, 1961, выпуск 12, с. 78-82.
- [5] ЕРОШЕВ В. К., Металокерамические вакуумноплотные конструкции, М., Энергия, 1979г. с. 160.

RECEIVING OF WELDING JOINTS METAL- Al_2O_3 - CERAMICS - WITH VACUUM DIFFUSION WELDING METHOD

Plamen Tashev, Elisaveta Tasheva, Marina Manilova, Stefan Christov

Institute of Metal science, VTU "Todor Kableshkov"
Sofia, bul. "Shipchenski prohod" 67, Bulgaria, Sofia, str. "Geo Milev" 158

Keywords: *Welding joints, stainless steels, Al_2O_3 -ceramics, vacuum diffusion welding, devices, testing methods*

Summary: *Experiments were made for receiving of welding joints from Al_2O_3 - ceramics and stainless steels with a vacuum diffusion welding method. The basic characteristics of used ceramics and stainless steel and intermediate layer are given. Devices were made for centering and compression of test specimens in the welding process and the system for automatic control of heating of specimens. Mechanical tests and metallographic investigations of cutting were made.*