

І. І. Габ, В. П. Красовський, Т. В. Стецюк, Н. А. Красовська*

РОЗРОБКА СПОСОБУ ВИГОТОВЛЕННЯ ВАКУУМНО-ЩІЛЬНОГО НЕНАПРУЖЕНОГО З'ЄДНАННЯ КВАРЦОВОГО СКЛА З АЛЮМІНІЄВИМИ СПЛАВАМИ

Розроблено конструкції та спосіб виготовлення вакуумно-щільних ненапружених з'єднань кварцового скла з алюмінієвими сплавами АД1 та АМц паянням у вакуумі пластичними легкоплавкими припоями. Виготовлено та випробувано дослідні зразки паяних вікон з кварцового скла з алюмінієвим корпусом різної конфігурації. Визначено, що виготовлені зразки є вакуумно-щільними та придатними для довготривалого використання під час великої кількості теплових змін в інтервалі температур $-55...+200$ °С.

Ключові слова: з'єднання, кварцове скло, алюмінієвий сплав.

Вступ

В наш час розроблено великий клас неорганічних неметалевих матеріалів — це оксидна кераміка, монокристали, сапфір, ситали, скло, в тому числі кварцове. Вони використовуються в приладо-, машино-, авіа- та ракетобудуванні, оптиці, електроніці, лазерній, криогенній, СВЧ-техніці і інших галузях народного господарства. Ці матеріали є інертними до ряду агресивних середовищ, в тому числі до більшості металічних розплавів, вони крихкі, мають відносно невелику міцність на згин або розрив, значно менший, ніж у металів, температурний коефіцієнт лінійного розширення (КТЛР). Ці властивості впливають на особливості технологічних процесів виготовлення виробів з таких матеріалів.

Одним з найбільш застосовуваних оптично прозорих матеріалів є кварцове скло, яке має широкий спектр використання від криогенної техніки (оптичний криогенний ілюмінатор [1]), СВЧ-систем (крупногабаритні кварцово-металеві діафрагми для герметичних вікон [2]), металокварцових вузлів, що стійкі до кородування в морській воді [3], до космічної техніки (температури експлуатації досягають 1000 °С) та ін. Можливість використання кварцового скла в різних технічних пристроях залежить від розробки способів отримання нероз'ємних з'єднань з іншими матеріалами, в першу чергу з металевими сплавами. До головних способів з'єднання кварцового скла, які дозволяють отримувати герметичні, вакуумно-щільні з'єднання, що можуть витримувати експлуатаційні навантаження, відноситься паяння металевими припоями після металізації поверхні неметалу або безпосереднє паяння за допомогою адгезійно-активних припоїв. Останні і безпосередньо змочують неметалеві матеріали

* І. І. Габ — кандидат технічних наук, провідний науковий співробітник Інституту проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ; В. П. Красовський — доктор хімічних наук, завідуючий відділом, співробітник цієї ж установи; Т. В. Стецюк — науковий співробітник цієї ж установи; Н. А. Красовська — науковий співробітник цієї ж установи.

(оксидні та інші) і паяння відбувається завдяки додаванню в припій домішок, які активно взаємодіють з поверхнею неметалу. Як такі домішки можна використовувати титан, цирконій, ніобій, ванадій, хром та інші. Розробки технологічних процесів та низькотемпературних припоїв для паяння наведені в ряді праць [1—8]. Для з'єднання металу і кераміки у вузлах різних приладів широко застосовуються металеві покриття, що нанесені на кераміку. Такі покриття служать мостом між керамічною і металевією частинами вузла або деталі. Одним із способів одержання покриття є процес металізації — нанесення адгезійно-міцного металевіого шару з паст адгезійно-активних металів [1, 5, 9—11]. Надалі металізовану кераміку можна паяти з металом [12] або з неметалічним матеріалом.

Таким чином, паяння, як процес отримання нероз'ємного з'єднання матеріалів у твердому стані розплавленим припоєм з його наступною кристалізацією [13], давно й успішно застосовується в сучасній техніці.

В наш час є деякі області паяння, де дослідження практично не проводяться. Це, наприклад, паяння таких матеріалів, як вуглецеві та нержавіючі сталі, сплави на базі міді, тугоплавких металів, — ці проблеми вважаються вирішеними [14]. В той же час активно вивчаються різні аспекти паяння титану, магнію, алюмінію.

В останній час алюміній та його сплави знаходять все більше застосування в різних галузях промисловості, внаслідок чого удосконалюються методи з'єднання алюмінієвих сплавів, в тому числі паяння та зварювання. Для з'єднання тонких конструкцій високоміцних алюмінієвих сплавів з різними металами і сплавами все більше використовується, в першу чергу, паяння. Слід зазначити, що металеві конструкції звичайно погано змочуються припойними розплавами. Це головним чином зумовлено наявністю оксидної плівки, що утворюється на поверхні більшості рідких і твердих металів та перешкоджає взаємодії розплаву припою з металом, який паяється. Це особливо актуально для паяння низькотемпературними припоями. Легкоплавкі припої (сплави на основі олова, індію, свинцю та цинку) не змочують поверхню алюмінію, бо на його поверхні існує міцний і щільний оксид. Встановлено, що плівку потрібно видаляти не тільки з поверхні металу, який паяється, але і з поверхні рідкого припою. Це досягається застосуванням флюсів, активних газових середовищ, вакууму, а також фізико-механічних способів руйнування оксидної плівки.

Для термічної активації процесу хімічної взаємодії та масопереносу в системі припій—алюміній в інтервалі температур 200—450 °С для руйнування оксиду Al_2O_3 часто використовуються реактивні низькотемпературні флюси [15—17]. Метали, що відновлені алюмінієм, активують з поверхні матеріалу, який паяється і легує припій, а хімічні сполуки, що дисоціюються за температури паяння, можуть створювати газове середовище, котре здатне відновлювати оксид та захищати паяльний шов від окиснення [18—20].

Як вже було показано, паяння алюмінію з різними металами застосовується достатньо часто. Однак результати з паяння твердого алюмінію з кварцовим склом в літературі практично відсутні.

Метою даного дослідження є розробка припоїв та технологічних процесів отримання вакуумно-щільних паяних з'єднань кварцового скла з

алюмінієвими сплавами, які будуть працювати в інтервалі температур $-50\dots+200\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Матеріали та методика експерименту

В даній роботі використовували зразки та деталі, виготовлені з кварцового скла марки КВ, а також металеві зразки та деталі з алюмінієвих сплавів АД1 та АМц. Припоєм слугував сплав 75% (мас.) Рb—25% (мас.) Іп, вибраний нами на основі наших попередніх досліджень [21] завдяки своїм фізико-хімічним властивостям. Цей сплав є пластичним, має температуру плавлення $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ та добре змочує вибрані нами матеріали. Як адгезійно-активні домішки в припій використовували титановий порошок.

Технологічна оснастка виготовлена з графіту МПГ-6. Процес паяння виконували у вакуумній печі, яка забезпечувала вакуум не гірший $2\cdot 10^{-5}$ Па. Вакуумну щільність паяних зразків визначали за допомогою гелієвого течешукача ПТІ-7, а наявність напружень у кварцовому вікні паяного зразка виявляли з використанням полярископа-поляриметра ПКС-250.

Для термоциклювання застосовували морозильну камеру та муфельну піч, в які поперемінно вкладали зразки та залишали їх там на 30 хв.

Результати експериментів та їх обговорення

Взагалі паяння неметалів з металами є складним завданням з огляду на велику різницю в величинах термічних коефіцієнтів лінійного розширення (ТКЛР) металів та неметалів, яка супроводжується виникненням під час нагрівання великих термічних напружень в паяних з'єднаннях, що може призвести навіть до їх руйнування. Процес паяння неметалів з металами також ускладнюється тим, що більшість неметалів погано змочуються металевими припоями.

Завдання, поставлене в даній роботі з розробки технології паяння кварцового скла з алюмінієвими сплавами, зокрема АМц, ускладнене вимогами технічного завдання щодо герметичності та значної термостійкості паяних виробів, а також тим, що прозора кварцова деталь паяного кварцово-алюмінієвого датчика не повинна мати напружень. Отже, припій має бути досить пластичним, щоб релаксувати напруги, які обов'язково будуть виникати під час термоциклювання в кварцовій деталі датчика, оскільки ТКЛР алюмінію становить $22\cdot 10^{-6}$ 1/град, а ТКЛР кварцового скла — $5\cdot 10^{-7}$ 1/град. Крім того, відносно низька температура плавлення алюмінію ($660\text{ }^{\circ}\text{C}$), а тим більш сплаву АМц ($643\text{ }^{\circ}\text{C}$), обмежує температуру процесу паяння, який бажано виконувати за температур $650\text{—}750\text{ }^{\circ}\text{C}$ навіть із застосуванням таких легкоплавких припоїв, як свинцево-олов'яні, свинцево-індієві та ін. Також процес паяння ускладнює постійна наявність на алюмінії та його сплавах міцної оксидної плівки, яка погано змочується металевими припоями та яку потрібно певним чином руйнувати в процесі паяння. Отже, як уже було зазначено, вибір припою був зроблений на користь пластичних легкоплавких свинцевих та свинцево-індієвих припоїв. Що стосується свинцево-олов'яних припоїв, то вони значно жорсткіші та не релаксують у повній мірі напруження в кварцовій деталі датчика.

Технологію виготовлення паяних кварцово-алюмінієвих зразків розробляли для двох типів конструкції з'єднань, а саме для торцевого (рис. 1) та охоплюючого з'єднань (рис. 2).

Для забезпечення змочування деталей з алюмінію або сплаву АМц у свинець або в припій Pb—In (75% Pb + 25% In) вводили дисперсний порошок титану в кількості до 10% (мас.) від маси припою. Що стосується температури паяння, то її змушені були обмежити максимальною величиною — 620 °С, а також збільшили витримку за цієї температури до 45—60 хв. Однак навіть за таких умов паяння отримати задовільні паяні з'єднання торцевого типу не вдалося.

Також не принесли успіху спроби попередньо залудити торцову поверхню алюмінієвих деталей вибраними припоями із застосуванням існуючих флюсів. Тоді було запропоновано модифікувати конструкцію металевого корпусу виготовленням паза в корпусі завширшки 1 мм та глибиною 1 мм (рис. 3), в який закладали припій, що за довготривалої витримки у вакуумі за температур 610—620 °С повністю заповнював цей

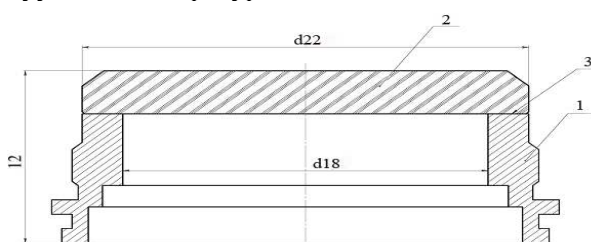


Рис. 1. Схема торцевого з'єднання паянням кварцового скла з алюмінієм: 1 — алюмінієвий фланець; 2 — кварцове скло; 3 — припій

Fig. 1. Scheme of end joining quartz glass with aluminum by soldering: 1 — aluminium flange; 2 — quartz glass; 3 — solder

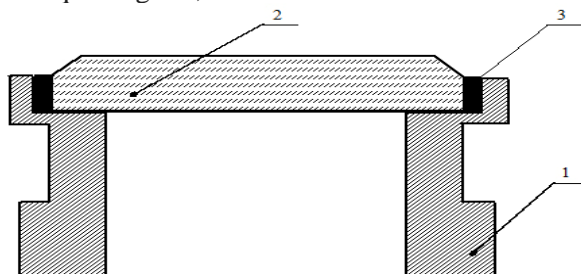


Рис. 2. Схема охоплюючого з'єднання паянням кварцового скла з алюмінієм: 1 — алюмінієвий фланець; 2 — кварцове скло; 3 — припій

Fig. 2. Scheme of enveloping joining quartz glass with aluminum by soldering: 1 — aluminium flange; 2 — quartz glass; 3 — solder

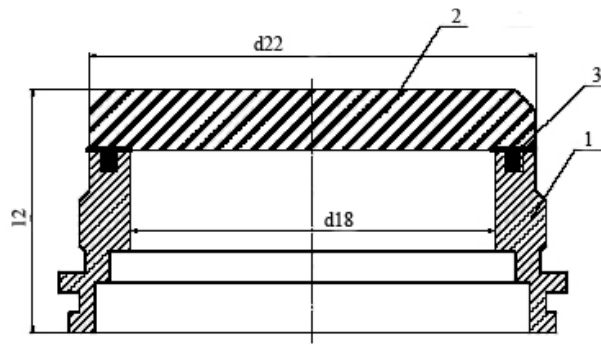


Рис. 3. Схема модифікованого з'єднання паянням кварцового скла з алюмінієвим фланцем: 1 — алюмінієвий фланець; 2 — кварцове скло; 3 — припій

Fig. 3. Scheme of modified joining quartz glass with aluminum flange by soldering: 1 — aluminium flange; 2 — quartz glass; 3 — solder

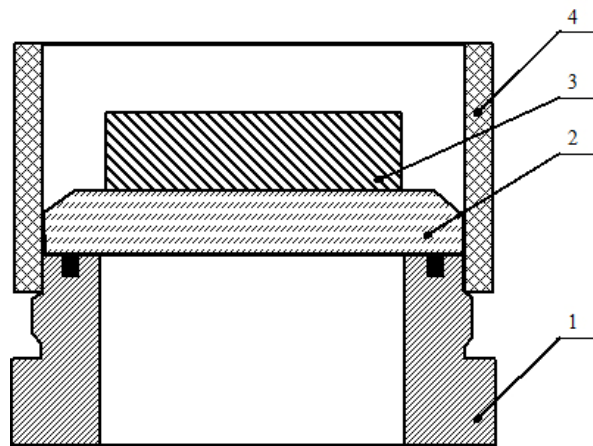


Рис. 4. Схема збірки для паяння кварцового скла з алюмінієвим фланцем: 1 — алюмінієвий фланець; 2 — кварцове скло; 3 — металевий вантаж; 4 — графітове кільце

Fig. 4. Scheme of assembly for soldering quartz glass with aluminum flange: 1 — aluminum flange; 2 — quartz glass; 3 — metal load; 4 — graphite ring

паз та змочував його стінки. Отже, процес паяння кварцової деталі до алюмінієвої виконували в два етапи: спершу металізували свинцево-титановим або свинцево-індієво-титановим припоєм металеву деталь з алюмінію або сплав АМц у вакуумі, а потім, видаливши надлишок



Рис. 5. Зразки макетних паяних з'єднань, виготовлених за розробленою експериментальною технологією

Fig. 5. Samples of mock soldered joints made according to the developed experimental technology

припою, розміщували на ній кварцову деталь, обмазану титановим порошком у місті дотику її до припою, центрували її до металевої деталі графітовим кільцем (рис. 4) та розміщували у вакуумній печі, де і виконували процес паяння за тієї ж температури в інтервалі 610—620 °С протягом 30 хв. Після паяння кварцове скло залишалося ненапруженим і з подальшим нагріванням паяного датчика до 200 °С та його охолодженням до кімнатної температури напруження у кварцовій деталі не виникали. Сам спай зберігав вакуумну щільність як під час нагрівання до 200 °С, так і з охолодженням до –55 °С та навіть нижче.

Все ж таки, на нашу думку, для таких з'єднань найбільш придатним є спай, в якому з'єднання кварцового скла з металевим корпусом відбувається по торцю скла, а припій розташований в кільцевому зазорі між торцем кварцового скла та боковою поверхнею кільцевого зазору алюмінієвого корпусу (рис. 3). В такій конструкції припій охоплює кварцове скло по торцю та під час термоциклювання працює як пластична прокладка, добре релаксуючи термоциклічні напруження, які виникають. Слід підкреслити, що в такій конструкції зовсім відсутні напруження на зсув та зріз, які є в торцовій конструкції.

На рис. 5 наведено зразки макетних паяних з'єднань, виготовлених за розробленою експериментальною технологією.

Висновки

Розроблено конструкції та спосіб виготовлення вакуумно-щільних ненапружених з'єднань кварцового скла з алюмінієвими сплавами АД1 та АМц паянням у вакуумі пластичними легкоплавкими припоями.

Виготовлено та випробувано дослідні зразки паяних вікон з кварцового скла з алюмінієвим корпусом різної конфігурації. Визначено, що виготовлені зразки є вакуумно-щільними та придатними для

довготривалого використання під час великої кількості теплових змін в інтервалі температур $-55\dots+200\text{ }^{\circ}\text{C}$.

РЕЗЮМЕ. Разработаны конструкции и способ изготовления вакуумно-плотных ненапряженных соединений кварцевого стекла с алюминиевыми сплавами АД1 и АМц пайкой в вакууме пластическими легкоплавкими припоями. Изготовлены и испытаны опытные образцы паяных окон из кварцевого стекла с алюминиевым корпусом различной конфигурации. Установлено, что изготовленные образцы являются вакуумно-плотными и пригодны для длительного использования при большом количестве термоциклов в интервале температур $-55\dots+200\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Ключевые слова: соединение, кварцевое стекло, алюминиевый сплав

1. *Найдич Ю. В.* Разработка методов получения и исследование свойств паяных металлокварцевых иллюминаторов для криогенной техники / [Ю. В. Найдич, В. А. Кондрацкий, В. С. Журавлев и др.] // Адгезия расплавов и пайка материалов. — 1976. — Вып. 1. — С. 74—78.
2. *Король Д. И.* Паяные крупногабаритные кварцево-металлические диафрагмы для герметизирующих окон СВЧ-систем / [Д. И. Король, В. С. Журавлев, Ю. В. Найдич и др.] // Там же. — 1987. — Вып. 18. — С. 66—70.
3. *Сычев В. С.* Стойкость к коррозии в морской воде металлокварцевых узлов, паянных низкотемпературными припоями / [В. С. Сычев, В. С. Журавлев, Р. М. Касьян и др.] // Там же. — 1983. — Вып. 11. — С. 66—69.
4. *Найдич Ю. В.* Контактные явления в металлических расплавах. — К. : Наук. думка, 1972. — 196 с.
5. *Журавлев В. С.* Смачиваемость оксидных материалов низкотемпературными расплавами, содержащими присадки межфазно-активных элементов / [В. С. Журавлев, И. Н. Шклярская, В. А. Кондрацкий, Ю. В. Найдич] // Сварочное производство. — 1972. — № 2. — С. 6—8.
6. *Найдич Ю. В.* Поверхностные свойства расплавов и твердых тел и их использование в материаловедении / [Ю. В. Найдич, В. М. Перевертайло, И. А. Лавриненко и др.]. — К. : Наук. думка, 1991. — 280 с.
7. *Mizuhara H.* Ceramic-to-ceramic joining with active brazing filler metal / H. Mizuhara, K. Mally // Welding J. — 1985. — **64**, No. 10. — P. 27—32.
8. *Найдич Ю. В.* Пайка неметаллических тугоплавких материалов. Достижения и перспективы // Современное материаловедение. XXI век. — К. : Наук. думка, 1998. — С. 529—562.
9. *Найдич Ю. В.* Влияние капиллярной очистки припойного расплава свинца на температурную зависимость смачиваемости стекломатериалов с титансодержащими порошковыми покрытиями / [Ю. В. Найдич, Н. Ф. Ищук, В. С. Журавлев и др.] // Адгезия расплавов и пайка материалов. — 1984. — Вып. 12. — С. 90—91.

10. Walker C. A. Brazing optimization of mechanically-applied active braze filler metal paste / [C. A. Walker, G. L. Neugebauer, D. F. Susan et al.] // Proc. 8th Int. conf. "Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Welding" (LÖT-2007), June, 19—21, 2007, Aachen, Germany. CD-ROM, 2007. — P. 94—96.
11. Журавлев В. С. Влияние серебра в титановом покрытии на смачиваемость окисных материалов свинцом / В. С. Журавлев, Н. Ф. Ищук, В. В. Бекетов // Адгезия расплавов и пайка материалов. — 1981. — Вып. 7. — С. 98—100.
12. *Керамика и ее спай с металлами в технике.* — М. : Атомиздат, 1969. — 230 с.
13. *Большой энциклопедический словарь.* — М. : Сов. энциклопедия, 1988. — 847 с.
14. Хорунов В. Ф. Актуальные задачи в области пайки на современном этапе // Сб. трудов НКСИ. — 2009. — С. 27—37.
15. Сабадаш О. М. Пайка алюминия припоями на основе олова с использованием реактивных флюсов // Адгезия расплавов и пайка материалов. — 2007. — Вып. 40. — С. 82—90.
16. Хорунов В. Ф. Реактивный фторидный флюс для пайки алюминия и разнородных соединений / В. Ф. Хорунов, О. М. Сабадаш // Там же. — 2006. — Вып. 39. — С. 68—76.
17. Ikeshoji T.-T. Benefit of wider gap at brazing aluminium alloys to stainless steels in the air using the flux containing zinc / [T.-T. Ikeshoji, S. Liu, A. Suzumura, T. Yamazaki] // Proc. 8th Int. conf. "Brazing, High Temperature Brazing and Diffusion Welding" (LÖT-2007), June, 19—21, 2007, Aachen, Germany. CD-ROM, 2007. — P. 242—248.
18. Никитинский А. М. Пайка алюминия и его сплавов. — М. : Машиностроение, 1983. — 192 с.
19. Лашко Н. Ф. Пайка металлов / Н. Ф. Лашко, С. В. Лашко. — М. : Машиностроение, 1967. — 367 с.
20. Максимихин Б. А. Пайка металлов в приборостроении / Под ред. П. И. Петрова. — Л. : ЦБТИ, 1959. — 116 с.
21. Красовський В. П. Змочування кварцового скла легкоплавкими припійними розплавами / [В. П. Красовський, І. І. Габ, Т. В. Стецюк, Н. О. Красовська] // Адгезия расплавов и пайка материалов. — 2017. — Вып. 50. — С. 18—27.

Надійшла 11.09.18

Gab I. I., Krasovskyy V. P., Stetsyuk T. V., Krasovskaya N. A.

Designing of manufacture method of vacuum-tight non-stressed joining of quartz glass with aluminum alloys

Constructions and method for manufacturing of vacuum-tight non-stressed joints of quartz glass with aluminum alloys AD1 and АМц by soldering in vacuum using plastic low-melting solders have been developed. The experimental samples of solder quartz glass windows with aluminum frames of various configurations were manufactured and tested. It was established that the fabricated samples are vacuum-tight and suitable for prolonged use with large number of thermal cycles in the temperature range –55...+200 °C.

Keywords: *joining, quartz glass, aluminum alloy.*