

ИЗУЧЕНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННОЙ СТОЙКОСТИ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ИСКУССТВЕННОГО ГРАФИТА ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ МЕТАЛЛОСТЕКЛЯННЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Аннотация. Представлены результаты исследования стойкости деталей из искусственных конструкционных графитов, использующихся в процессе изготовления вакуумно-плотных металlostеклянных соединений изделий радиоэлектронной промышленности. Даны рекомендации по выбору искусственного графита и методы повышения стойкости деталей на его основе.

Вакуумно-плотные металlostеклянные соединения широко применяются для герметизации изделий радиоэлектронной промышленности: электромагнитных реле, СВЧ-компонентов, полупроводниковых приборов и др. На Иркутском релейном заводе (ИРЗ) металlostеклянные соединения используются при изготовлении узлов типа цоколь (рис.1, *a*) и вилка (рис.1, *b*), а также герметичных СВЧ-вводов, микрополосковых переходов и др. Цоколи входят в состав миниатюрных герметичных электромагнитных реле (РЭС-48, РЭК-83, РЭК-100 и т.д.), вилки – в состав герметичных радиочастотных соединителей (СРГ) и помехоподавляющих СВЧ-фильтров. Для этих узлов на ИРЗ применяются согласованные глазковые спаи [1] сплава 29НК (ковар) ГОСТ 10994-74 и боросиликатных стекол.

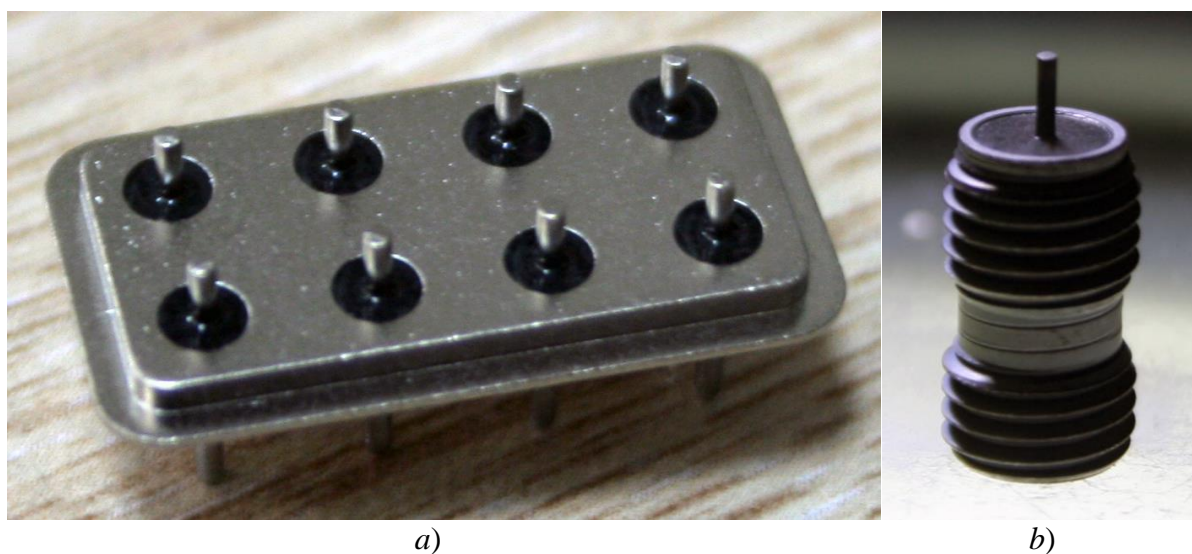


Рис. 1. Узлы, герметизированные металlostеклянным спаем:
a – цоколь, *b* – вилка

Полученное соединение должно отвечать ряду требований, которые изложены в ОСТ 107.460092.002-86 «Соединения металлостеклянные вакуумно-плотные. Типовые технологические процессы». Стоит заметить, что даже незначительные отклонения от заложенных в КД формы и размеров спаянного стеклянного изолятора могут оказать существенное влияние на характеристики готового изделия. Так для герметичных СВЧ-компонентов нарушение размерной и геометрической точности стеклянного изолятора, а также любые неоднородности в его структуре ведут к увеличению коэффициента стоячей волны по напряжению и высокочастотных потерь [2]. Требования к вакуумно-плотным металлостеклянным соединениям в изделиях СВЧ-техники, изготавливаемых в условиях ИРЗ можно сформулировать следующим образом:

1. Точность взаимного расположения спаиваемых деталей по 10-12 качеству;
2. Наплывы стекла на вывод не более 0,1 мм, наплывы стекла на втулку не допускаются;
3. Герметичность соединения не хуже $1,3 \cdot 10^{-11} \text{ м}^3 \cdot \text{Па} \cdot \text{с}^{-1}$;
4. Газовые пузыри на границе спая и пузыри в стекле, превышающие $\varnothing 0,2$ мм не допускаются;
5. Шероховатость поверхности стеклянного изолятора не хуже $R_a 0,8$;
6. Внедрение посторонних частиц в стеклянный изолятор не допускается.

Спаивание деталей производится в конвейерных или камерных (шахтных) электрических печах сопротивления в атмосфере азота или формиргаза при температуре $850 \text{ }^\circ\text{C} - 1050 \text{ }^\circ\text{C}$ [1]. Для ориентации деталей друг относительно друга применяются специальные приспособления. Основную сложность при их проектировании составляет выбор материала деталей, контактирующих со стеклом. Одним из важнейших аспектов их проектирования является выбор материала рабочих деталей, контактирующих с расплавленным стеклом. Такой материал должен отвечать ряду специфических требований:

- не смачиваться жидким стеклом;
- иметь малый коэффициент линейного расширения (КТЛР);
- обладать значительной жаростойкостью (не окисляться при нагреве до $1050 \text{ }^\circ\text{C}$);
- хорошо обрабатываться методами точения и фрезерования.

В значительной мере указанным требованиям соответствуют материалы углеродистой группы [3,4]. В качестве материала оснастки, используемой при спаивании, могут быть использованы мелкозернистые графиты, полученные методом прессования в матрицу МПГ-6, МПГ-7, МПГ-8 и их зарубежные аналоги, а также тонкозернистые графиты, полученные методом изостатического прессования (изостатические графиты)

(см. табл.1). Лидерами в области производства конструкционного искусственного графита являются: *GrafTech Internatinal, ltd* (США), *Graphite India, Ltd* (Индия), *HEG, Ltd* (Индия), *JSC Energoprom Management, Ltd* (Россия), *Nippon Carbon Co., Ltd* (Япония), *SEC Carbon, Ltd* (Япония), *SGL Carbon Group* (Германия), *Showa Denko Carbon, Inc* (США), *Ibiden Co., Ltd* (Япония), *Mersen Group* (Франция), *Poco Graphite, Inc* (США), *Toyo Tanso Co., Ltd* (Япония), *Schunk Group* (Германия) [5].

Таблица 1

Основные характеристики мелко- и тонкозернистых графитов

Марка материала	Плотность, кг/м ³	Открытая пористость, %	КТЛР, °С ⁻¹	Средний размер зерна, мкм	Зольность, %
МПГ-6 высший сорт	≥ 1700	15	5,3·10 ⁻⁶	30-150	≤ 0,25
МПГ-7 высший сорт	≥ 1800	12-15	-	45-90	≤ 0,25
ГУМ-1700	1760	-	-	10	0,1
GS-1900	≥ 1820	-	-	10	≤ 0,05
<i>Schunk FE 519</i>	1750	12	4,3·10 ⁻⁶	25	0,03
<i>Schunk FU 2584</i>	1940	6	5,8·10 ⁻⁶	10	0,03
<i>Mersen 2124</i>	1840	≤ 10	5,5·10 ⁻⁶	13	-
<i>Mersen 2160</i>	1860	≤ 10	5,8·10 ⁻⁶	5	-
<i>Mersen 2175</i>	1880	≤ 10	7,5·10 ⁻⁶	≤ 4	-
<i>SGL Sigrafine R7340</i>	1720	15	3,2·10 ⁻⁶	15	0,02
<i>SGL Sigrafine R7510</i>	1830	10	4,2·10 ⁻⁶	10	0,02
<i>SGL Sigrafine R6500</i>	1770	-	4,2·10 ⁻⁶	10	≤ 0,02*
<i>SGL Sigrafine R6650</i>	1840	-	4,1·10 ⁻⁶	7	≤ 0,02*

Примечание. Отмеченные знаком «*» величины зольности могут быть улучшены до ≤ 0,001% или ≤ 0,0002%.

Из табл.1 видно, что лучшими характеристиками обладают тонкозернистые графиты зарубежных производителей, полученные методом изостатического прессования. Концерны *SGL Carbon Group* (R7340, R7510), *Mersen Group* (2124, 2160, 2175), *Schunk Group* (FU 2584) и др. выпускают специальные марки графита для металлостеклянных соединений. Исходя из представленных данных, можно сделать вывод о том, что наилучшие графитовые материалы деталей приспособлений для спаивания должны отвечать следующим требованиям: средний размер зерна не более 15 мкм; зольность не более 0,03%; открытая пористость не более 15%. Этим требованиям соответствует лишь один отечественный материал – ГУМ-1700, изготавливаемый из углеродного мезофазного самоспекающегося порошка марки П-Муг (ТУ 0771-002-96322719-2012). Кроме того, опытное производство тонкозернистого изостатического графита (марка МИГ-2) налажено в Научно-исследовательском институте конструкционных материалов на основе графита [6].

В [6] указано, что тонкозернистые графиты за счет сниженного до 0,1-0,5 мкм размера пор характеризуются низкой окисляемостью. Их длительная эксплуатация в окислительной среде возможна в интервале температур от 300 °С до 500 °С, в среде инертного газа – от 2000 °С до 2400 °С. На ИРЗ спаивание деталей осуществляется в атмосфере азота, однако в контейнере с приспособлениями остается некоторое количество кислорода, необходимого для образования спая окисной пленки на коваре [1].

Для спаивания деталей типа цоколь (рис.2, *a*) и вилка (рис.2, *b*) на ИРЗ применяется ряд типовых приспособлений. На рис. 2, *a* представлена часть восемнадцатиместного приспособления с установленным в крайнее левое гнездо цоколем. Деталь, в которую установлен цоколь, называется кассета и изготавливается из материала МПГ-6.

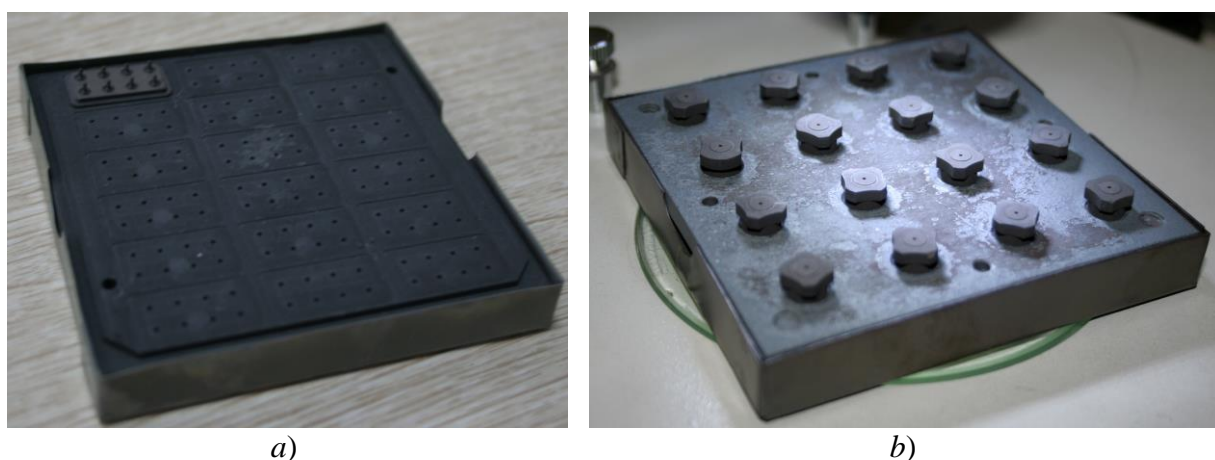


Рис. 2. Приспособления для ориентации деталей при спаивании: *a* – цоколя (снята верхняя крышка), *b* – вилки СРГ (показана пластина с установленными опорами)

Рассмотрим подробнее приспособление, используемое при спаивании вилки СРГ (см. рис. 3). Детали опора (поз.1 на рис.3) и упор (поз.5 на рис.3), соприкасающиеся с расплавленным стеклянным изолятором (поз.4 на рис.3), изготавливаются из изостатического графита. На рис. 3, *a* представлена полная сборка соединителя СРГ в одном из гнезд приспособления. Заметим, что рабочие поверхности упора и опора должны быть изготовлены с высокой точностью (по 7-9 качеству), т.к. в противном случае в зазоры между ними и втулкой (поз.3 на рис.3) затекает жидкое стекло. Проанализировав рис.3 можно сказать, что износ графитовых элементов оснастки ведет к следующим дефектам: следам графита и газовым пузырям на поверхности и подповерхностном слое стекла; наплывам стекла на вывод и корпус соединителя; нарушению взаимного расположения спаиваемых деталей.

Для определения эксплуатационной стойкости деталей из графита реализованы производственные испытания. Опыты проводились при следующих неизменных технологических факторах: оборудование – электропечь камерная с защитной атмосферой ПКЗ-1,0-7; рабочая среда – азот га-

зообразный особой чистоты 2-й сорт по ГОСТ 9293-74; режим спаивания – температура $T = 880\text{ }^{\circ}\text{C}$, время выдержки $t = 35\text{ мин}$, расход азота $Q_0 = 2,54\text{ л / мин}$. В приспособление для спаивания СРГ поочередно устанавливались новые упоры и опоры из разных видов искусственного графита. Результаты испытаний приведены в табл.2 и табл.3.

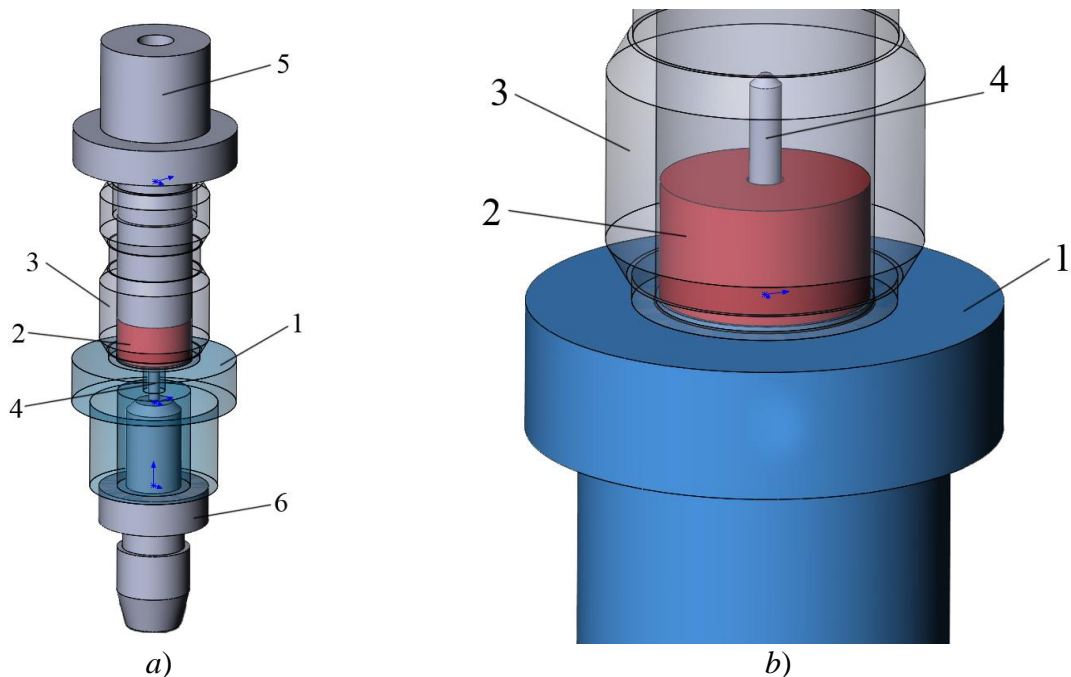


Рис.3. Приспособление для спаивания СРГ, *a* – сборка соединителя на опоре, *b* – с вставленным упором:

1 – опора, 2 – стеклянный изолятор, 3 – втулка, 4 – вывод, 5 – упор, 6 - подставка

Обратимся к табл. 2, где приведены обобщенные результаты исследования стойкости оснастки из различных видов графита. Изношенными признавались графитовые детали, при использовании которых совокупная доля брака по наплывам на вывод и втулку, газовым пузырям и отклонениям размеров превышала 20% от общего числа спаянных узлов. Для оценки качества поверхности стекла использована балльная система (от 1 до 5), где: 1 – крайне загрязненная поверхность стекла, пузыри с частицами графита в подповерхностном слое, 5 – поверхность без следов графита.

Таблица 2

Результаты производственных испытаний деталей упор и опора

Марка материала	Срок работы до замены	Качество поверхности стекла
МПП-6	5-8 циклов	2
ГУМ-1700	10 циклов	3
GS-1900	8 циклов	2
Mersen 2124	20 циклов	5
Mersen 2160	20 циклов	5

Лучшие результаты как по стойкости, так и по качеству поверхности стекла демонстрируют изостатические графиты фирмы *Mersen*, а худшие – МПГ-6 и *GS-1900*. Результаты МПГ-6 объясняются почти на порядок большими величинами зольности и среднего размера зерна (см. табл. 1). Изостатический графит *GS-1900* хоть и отвечает вышеозначенным требованиям к материалам, также демонстрирует неудовлетворительный результат. Это, по всей видимости, обусловлено несовершенством технологии его производства.

Остановимся подробнее на характере износа деталей. На рис.4 представлены новая (*a*) и изношенная (*b*) опора из изостатического графита марки С-4, использовавшаяся при спаивании вилки субминиатюрных радиочастотных соединителей СРГ-50-751-ИрФВ. Видно, что в процессе работы по месту установки втулки (поз.3 на рис.3) образуется кольцевая канавка, а по отверстию, в которое устанавливается вывод (поз.4 на рис.3) – сколы. Так же вследствие обгорания графита, значительно возрастает пористость поверхности опоры его поверхность, что ведет к загрязнению поверхности стекла мелкодисперсными частицами.

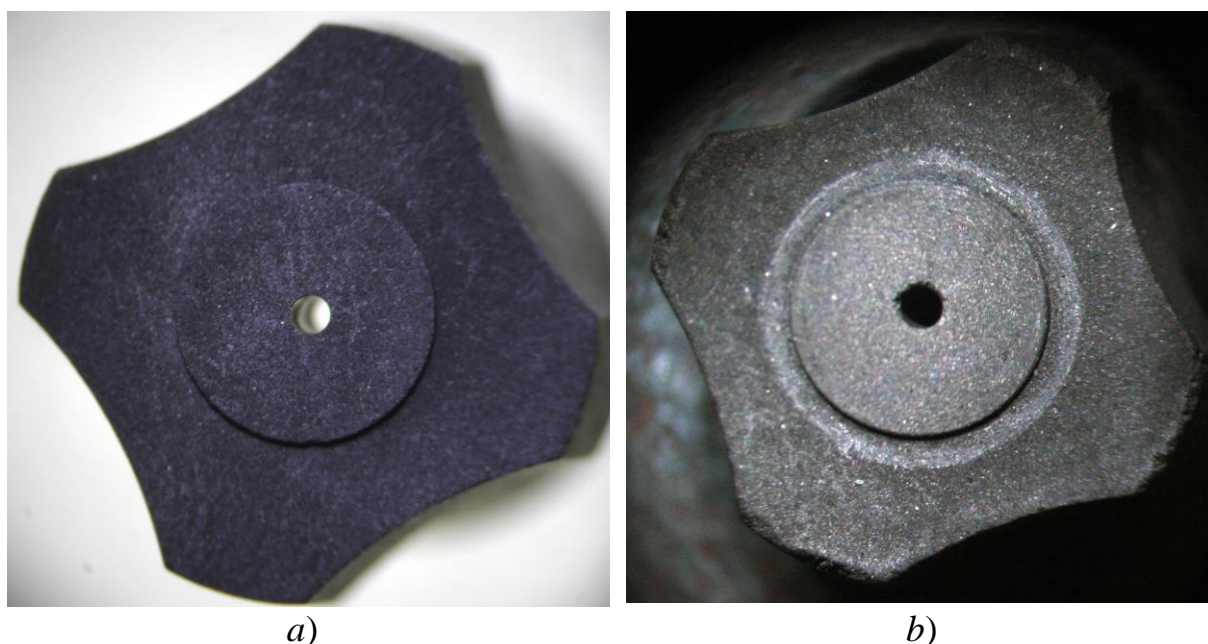
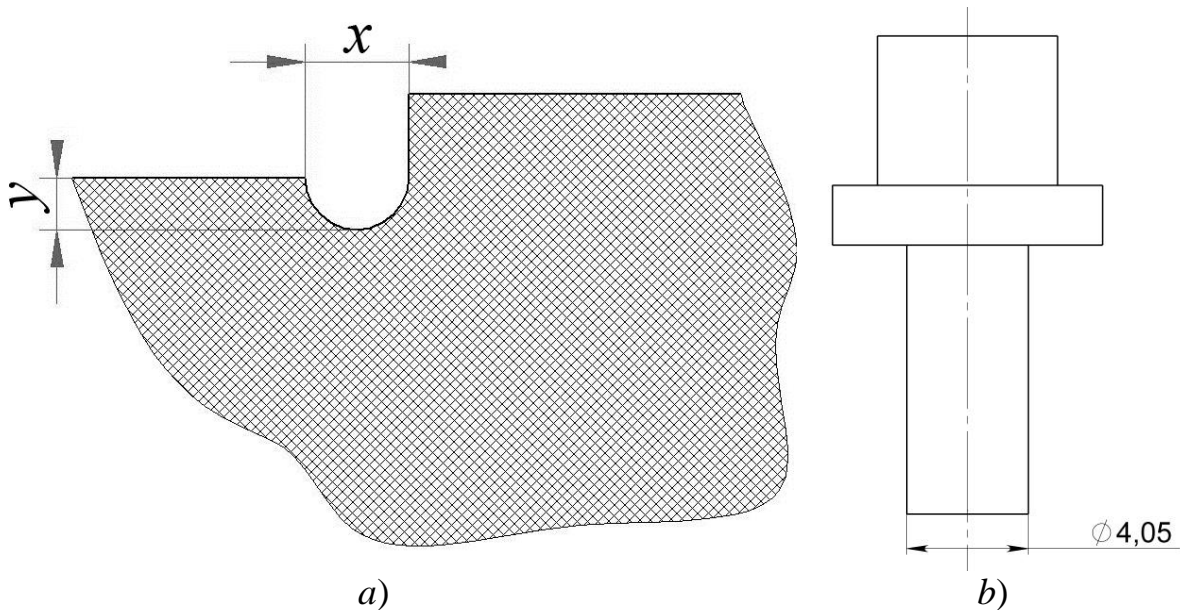


Рис.4. Опора из приспособления для спаивания СРГ:
a – новая, *b* – изношенная

Для более полного изучения процесса износа приведен ряд опытов по исследованию влияния марки материала и числа рабочих циклов спаивания на величину размерного износа опоры и упора. На рис. 5, *a* проиллюстрирована форма канавки износа опоры, ее сложное криволинейное сечение аппроксимировано дугой окружности. Упор (рис. 5, *b*) изнашивается по рабочему цилиндру ($\varnothing 4,05$ мм).



**Рис.5. Характер износа приспособления для спаивания СРГ:
a – опоры, b – упора**

Величины радиального (x) и нормального (y) износа опоры и радиального износа упора из материалов *GS 1900* и *Mersen 2124* представлены в табл.3. Видно, что износ деталей характеризуется практически линейной зависимостью от количества рабочих циклов. При этом стойкость деталей из графита марки *Mersen 2124* до трех раз больше.

Таблица 3

Влияние количества рабочих циклов и марки материала упора и опоры на величину их размерного износа

Деталь		Износ упора по $\phi 4,05_{-0,018}$ мм	Износ опоры	
Марка материала			x , мм	y , мм
<i>GS 1900</i>	5 циклов	0,010 мм	0,20	0,05
	10 циклов	0,020 мм	0,30	0,20
	15 циклов	0,030 мм	0,35	0,25
	20 циклов	0,050 мм	0,45	0,30
<i>Mersen 2124</i>	5 циклов	0,003 мм	0,10	0,015
	10 циклов	0,005 мм	0,18	0,030
	15 циклов	0,010 мм	0,22	0,050
	20 циклов	0,015 мм	0,25	0,070

На основании изложенного можно сказать, что обоснованный выбор материала деталей приспособлений для металлостеклянных спаев позволяет до 3-4 раз повысить стойкость оснастки и существенно снизить число бракованных узлов. Дополнительное повышение стойкости оснастки возможно за счет следующих мероприятий:

1. Минимизация содержания кислорода в атмосфере печи. Реализуется в случае, когда детали из ковара предварительно окисляются путем отжига в среде влажного водорода.

2. Дополнительная очистка графита до величины зольности не более 0,0002%. Использование такого материала позволяет существенно сократить скорость окисления графита и, следовательно, повысить стойкость оснастки. Однако, обрабатываться таким образом должны уже готовые детали, очистка существенно повышает стоимость материала.

3. Вместо изостатического графита использовать специальный пиролитический графит или композитный углерод-углеродный материал с пироуглеродной и углеродной комбинированной матрицей [4]. К отрицательным моментам такого решения относится значительная стоимость этих материалов и сложности при изготовлении заготовок толщиной более 10 мм.

4. Использование защитных жаропрочных покрытий и пропиток на основе антиоксидантов [7]. Таким образом можно добиться существенного повышения стойкости оснастки при рабочих температурах до 1200 °С.

5. Изготовление деталей из специальной кварцевой керамики (напр. ОТМ-607), устойчивой к окислению.

Список литературы

1. Любимов М.Л. Спаи металла со стеклом / М.Л. Любимов. - М.: Энергия, 1968. – 280 с.

2. Джуринский К.Б. Современные радиочастотные компоненты и помехоподавляющие фильтры / К.Б. Джуринский; под ред. А.А. Борисова. – СПб.: ЗАО «Медиа Группа Файнстрит», 2014. – 428 с.

3. Островский В.С. Искусственный графит / В.С. Островский, Ю.С. Виргильев, В.И. Костиков, Н.Н. Шипков. – М.: Metallurgy, 1986 – 272 с.

4. Энциклопедия «Машиностроение». Том II-4. «Неметаллические конструкционные материалы» / под ред. А.А. Кулькова. – М.: Машиностроение, 2005. – 464 с

5. Тимощук Е.И. Применение метода лазерной дифракции для контроля размеров частиц наполнителей и пресс-порошков в производстве тонкодисперсных графитов: диссертация кандидата технических наук: 05.17.11 / Е.И. Тимощук. Москва: «НИИГрафит», 2015. – 148 с.

6. Костиков В.И. Новые высокопрочные углеродные материалы для высоких технологий / В.И. Костиков, В.М. Самойлов, Н.Ю. Бейлина, Б.Г. Остронов // Российский химический журнал. – 2004. – т. XLVIII. – №5. – С. 64 – 75.

7. Ткаченко Л.А. Защитные покрытия углеродных материалов / Л.А. Ткаченко, А.Ю. Шаулов, А.А. Берлин // Неорганические материалы. – 2012. – т. 48. - №3. – С. 261-271.