

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ «МИСиС»

На правах рукописи



ПАШКОВ АЛЕКСЕЙ НИКОЛАЕВИЧ

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПРОИЗВОДСТВА
МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ
ОБРАБОТКОЙ ДАВЛЕНИЕМ

Специальность 05.16.05 – Обработка металлов давлением

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
Доктор технических наук,
профессор С.М. Горбатюк

Москва – 2017

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА I. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ТЕХНИЧЕСКОЙ И ПАТЕНТНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	12
1.1 Методы получения металломатричных композиционных материалов	12
1.1.1 Метод инфильтрации в расплав наполнителя и дальнейшего горячего прессования	15
1.1.2 Метод пропитки под давлением	16
1.1.3 Порошковая технология получения композиционного материала	20
1.2 Выводы раздела	21
ГЛАВА II. МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ	22
2.1 Методика расчета рабочего инструмента оснастки для горячего прессования макетов в программном комплексе QForm 3D	22
2.1.1 Основные положения	25
2.1.2 Процедура методов конечных элементов	27
2.1.3 Система уравнений для моделирования упругих-пластических деформаций в инструменте	28
2.1.4 Взаимодействие с оборудованием	31
2.2 Оборудование и методики измерения параметров композитов	32
2.2.1 Измерение температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР)	32
2.2.2 Рентгеноструктурный и рентгенофазовый анализ	38
2.2.3 Определение плотности материалов	47
2.2.4 Металлографические исследования	50
2.2.5 Измерение теплопроводности	59
2.2.6 Измерение прочности на изгиб	63

2.2.7 Метод определения элементного состава вещества на установке «РАМ 30μ».....	65
2.3 Выводы по главе.....	68
ГЛАВА III. ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ МЕДИ.....	69
3.1 Исходные компоненты	69
3.2 Технология изготовления композитов на основе системы Cu-Mo.....	72
3.3 Исследования однородности распределения фаз в штабиках рентгенофлуоресцентным методом	85
3.4 Выводы по главе.....	89
ГЛАВА IV. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ	90
4.1 Получение макетных образцов композиционного материала SiC-Al методом горячего прессования.....	91
4.2 Получение опытных образцов композиционного материала SiC-Al	104
4.7 Выводы по главе.....	116
ГЛАВА V. НАНЕСЕНИЕ ПОКРЫТИЙ NI-AU НА ОПЫТНЫЕ ОБРАЗЦЫ.....	118
5.1 Технология нанесения покрытий Ni-Au на опытные образцы.....	118
5.2 Контроль образцов после покрытия.....	119
5.3 Выводы по главе.....	120
ГЛАВА VI. ПРОВЕДЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ И КЛИМАТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ ОПЫТНЫХ ОБРАЗЦОВ ТЕПЛОТВОДЯЩИХ ОСНОВАНИЙ ИЗ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА SiC-AL.....	122
6.1 Использованное оборудование	122
6.2 Проведение испытаний.....	123

6.3 Дополнительные исследования	127
6.4 Выводы по главе.....	129
Выводы	130
Список использованной литературы.....	132
ПРИЛОЖЕНИЕ А Акт об изготовлении опытных образцов	135
ПРИЛОЖЕНИЕ Б Акт испытаний опытных образцов	136
ПРИЛОЖЕНИЕ В Разработанные технические условия на основания теплоотводящие облегченные.....	142

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы

Разработка СВЧ (сверхвысокочастотных) узлов и приборов для авиакосмической отрасли выдвигает специальные требования к свойствам конструкционных материалов, используемых для производства элементной базы современной электроники. Принципиальное значение в этой сфере имеют такие свойства композитных материалов, как низкий температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР), высокая удельная электрическая проводимость, низкий удельный вес и согласованность ТКЛР с функциональными элементами конструкций.

Чистые металлы и их сплавы, полученные традиционными методами, не удовлетворяют задаваемым технологическим требованиям. Это потребовало создать специальные материалы с заданными свойствами слоистого, волокнистого или дисперсного строения на основе различных комбинаций металлов, сплавов и соединений. Такие материалы получили общее название композитов или композиционных материалов.

Широкое применение получили композиционные материалы на основе меди с дисперсной фазой из таких тугоплавких металлов, таких как молибден, вольфрам и др. Их получают в определенных составах и специальных способах производства методами порошковой металлургии для обеспечения необходимого набора свойств деталей СВЧ электроники.

Потребность в композитах на основе меди в «НПП «Исток» возникла еще с середины 60-х годов в качестве материала (Cu-Mo) для пролётных труб вакуумных СВЧ приборов клистронного типа.

Этот материал должен был обладать, как минимум, следующими свойствами:

- иметь высокую теплопроводность;
- достаточно узкий интервал ТКЛР;
- хорошую формоустойчивость;

- необходимое для сохранения внутренних размеров трубы сопротивление электронной эрозии;
- смачиваемость твердыми припоями на основе меди, золота и серебра.

Также нашли широкое применение композиты на основе алюминия (алюминий-карбид кремния, алюминий-углерод и др.). В авиационной и космической отраслях, как известно, одну из важнейших ролей играют массогабаритные характеристики изделия. К одним из направлений развития этих отраслей стоит отнести разработку материалов, сочетающих в себе необходимые конструкционные и эксплуатационные свойства (прочность, теплопроводность, вакуумную плотность, коррозионную стойкость) и при этом обладающих малым удельным весом. В частности, такая задача была решена после разработки технологии создания облегченных теплоотводящих оснований из композиционного материала SiC-Al для элементов конструкций приемно-передающих субмодулей активной фазированной антенной решетки (АФАР). Таким образом, развитие СВЧ электроники неразрывно связано с разработкой новых материалов, обладающих необходимыми заданными свойствами.

Многообразие свойств композитов и расширяющиеся масштабы их применения определяют актуальность разработки новых способов создания композитов, изучения свойств этих материалов, а также совершенствование способов производства.

Диссертационная работа посвящена решению актуальной задачи – разработке технологии производства композиционных материалов на основе металлической матрицы (медь, алюминий) и наполнителя (молибден, карбид кремния, углерод) для изделий СВЧ электроники на основе методов обработки давлением. Работа выполнена на АО «НПП «Исток» им. Шокина» и НИТУ «МИСиС».

Автором были разработаны и усовершенствованы технологии для получения композиционных материалов на основе Cu и Al. Были проведены исследования влияния исходных компонентов и технологических режимов на конечные свойства полученных материалов. На основании полученных

результатов проведена доработка технологии и изготовлены опытные образцы, которые успешно выдержали климатические и механические испытания по ГОСТ 20.57.406.

Цель работы

Целью диссертационной работы является разработка и исследование технологий производства металломатричных композиционных материалов на основе меди и алюминия для изделий СВЧ-электроники.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие основные задачи:

- Провести анализ существующих технологий и оборудования для производства композиционных материалов на основе меди и определить направления их совершенствования.
- Выполнить обзор научно-технической и патентной литературы в области получения композиционных материалов на основе металлической матрицы из алюминия и наполнителя из карбида кремния.
- Разработать модель рабочего инструмента и провести исследования напряжений возникающих в процессе горячего прессования с помощью программного комплекса QForm3D.
- Разработать и опробовать технологию производства металломатричных композитов с заданным комплексом свойств методом горячего прессования.
- Провести исследования физических и служебных свойств полученных композиционных материалов (теплопроводность, термический коэффициент линейного расширения, прочность на изгиб, плотность).
- Разработать технологию производства композиционного материала методами обработки давлением и получить изделия из металломатричного композиционного материала на основе алюминия.

- Провести испытания изделий по ГОСТ 20.57.406, полученных по разработанной технологии, на внешние воздействующие факторы.

Научная новизна

- Разработана технология производства обработкой давлением заготовок композиционных материалов на основе матрицы из меди, алюминия и его сплавов с содержанием наполнителя до 70%.
- Получены зависимости ТКЛР различных композитов SiC-Cu от температуры; установлено, что с уменьшением в композите медной составляющей ТКЛР материала уменьшается.
- Определены напряжения и деформации, возникающие в инструменте горячего прессования, с помощью программного комплекса QForm3D; показано, что при заданных режимах прессования инструмент работает в пределах упругих деформаций.
- Получены зависимости изменения плотности композита SiC-Al от времени изотермической выдержки и от давления прессования, на основе которых рекомендованы технологические режимы обработки давлением.
- Установлено, что использование карбида кремния с гексагональной структурой сингонии 6H модификаций α -SiC и алюминиевого сплава с содержанием кремния 7...12%, позволяет получить композит SiC-Al с теплопроводностью до 240 Вт/м \cdot °C.

Практическая значимость

- Разработана технология производства обработкой давлением изделий из композиционного материала SiC-Al, позволяющая повысить их плотность на 1% (3,08 г/см³) и теплопроводность на 25% (240 Вт/м \cdot K), а также обеспечить заданный температурный коэффициент линейного расширения композиционного материала ($7,5...7,9 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$).

- Рекомендованы режимы горячего прессования композиционных материалов на основе матриц из меди и алюминия:
 - SiC-Al - давление 25 МПа, $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t_{\text{выдержки}} = 10$ минут;
 - SiC-Cu – давление 25 МПа, $T=950\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t_{\text{выдержки}} = 10$ минут.
- Проведены механические и климатические испытания изделий из композиционного материала SiC-Al в виде теплоотводящих оснований для субмодулей активной фазированной антенной решетки (АФАР) на АО «НПП «Исток» им. Шокина». Положительный результат испытаний, подтвержденный протоколами испытаний, позволяет внедрить данную технологию в СВЧ-производство электронных модулей.
- Применение разработанной технологии позволило получить первые отечественные субмодули АФАР с композитом SiC-Al, не уступающим уровню зарубежных аналогов.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных в диссертации результатов подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, значительным количеством экспериментальных данных и применением статических методов обработки результатов, сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов. Обоснованность предложенных диссертантом научно-технических решений доказана лабораторными исследованиями и опытно-промышленным испытанием разработанных технологий и оборудования. Основные выводы работы соответствуют известным из литературы концепциям и фундаментальным положениям теории обработки давлением и вычислительной математики.

Апробация работы

Основные результаты и положения диссертации докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях и форумах: Пятом Международном молодежном промышленном форуме «Инженеры будущего 2015» (г. Челябинск, 2015 г.); Научно-технической конференции АО «НПП «Исток» им. Шокина» (г. Фрязино, 2015 г.); V научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина» (г. Фрязино, 2015 г.); 21 международной промышленной выставке Metall-Экспо (г. Москва, 2015 г.); 4-я Молодежной Премии в области науки и инноваций проходящей в рамках 69-х дней науки студентов МИСиС (г. Москва, 2014 г.); Третьем Международном молодежном промышленном форуме «Инженеры будущего 2013» (г. Уфа, 2013 г.); III научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина» (г. Фрязино, 2013 г.); 19 Международной промышленной выставке Metall-Экспо (г. Москва, 2013 г.); Международной, межвузовской и институтской научно-технической конференции «68-е дни науки студентов МИСиС» (г. Москва, 2013 г.).

Публикации

Основное содержание работы отражено в 10 опубликованных работах (3 из которых – в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК.), результаты своих работ доложил на 3 международных и 7 отечественных научно-технических конференциях. Автором диссертационной работы получен патент на изобретение №2581151 «Способ изготовления эмиссионно-активного сплава катода» и подана заявка на изобретение № 2016121725 «Способ изготовления изделия из композиционного материала для электронной техники СВЧ» (приоритет: 01.06.2016 г.).

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, 6 глав, общих выводов, списка использованных источников и 3 приложений. Диссертация изложена на

143 страницах, содержит 14 таблиц, 51 рисунок. Список использованной литературы содержит 30 источников.

ГЛАВА I. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ТЕХНИЧЕСКОЙ И ПАТЕНТНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

Современное развитие электронной техники СВЧ, прежде всего твердотельной электронной техники СВЧ, требует создания новых материалов для изготовления изделий (элементов изделий, компонентов, узлов) электронной техники СВЧ с широким диапазоном физических свойств.

Особенностью и преимуществом композиционного материала является многокомпонентность. Именно это сочетание физических свойств многих компонентов приводит к созданию нового материала, физические свойства которого отличаются от физических свойств каждого из составляющих его компонентов. Многие композиционные материалы превосходят традиционные материалы и сплавы по своим физическим свойствам.

1.1 Методы получения металломатричных композиционных материалов

Технологии производства металломатричных композиционных материалов (ММК) можно разделить на три вида (рисунок 1.1):

- Твердофазные процессы;
- Жидкофазные процессы;
- Процессы осаждения.

Твердофазные процессы

Порошковое смешивание и консолидация (порошковая металлургия): порошок металла и частицы или короткие волокна смешивают, а затем связывают в процессе уплотнения, дегазации и термомеханической обработки (возможно, с помощью горячего изостатического прессования (HIP) или экструзии).

Диффузионная сварка слоев: Слои металлической фольги скрепляются слоями с длинными волокнами, а затем прессуются для формирования матрицы.

Жидкофазные процессы

Гальваника / гальванопластика: в раствор, содержащий ионы металлов, загружают упрочняющие частицы и совместно формуют композитный материал.

Замешивание в расплав: Дискретные упрочняющие частицы замешивают в расплавленном металле.

Литье под давлением: расплавленный металл вводят в форму, внутри которой уже расположены волокна.

Распыление: расплавленный металл распыляется на непрерывные волокна.

Реактивные процессы: происходит химическая реакция с одним из компонентов матрицы и одним из компонентов армирующего материала.

Процессы осаждения

Физическое осаждение паров: волокно проходит через густое облако испарения металла, покрываясь им.



Рисунок 1.1- Виды технологий производства ММК

Обзор литературы в области композиционных материалов свидетельствует о том, что около 90% работ имеют своим предметом дисперсноупрочненные изотропные ММК. Основные фирмы, разрабатывающие их сосредоточены в США, Японии, Франции, Англии и Германии. Материалы находят широкое применение в авиационной промышленности (силовые элементы конструкций крыла и фюзеляжа), двигателестроении (опорные узлы, валы и лопадки малогабаритных двигателей), приборостроении и электротехнике (корпуса гироскопов, платы силовых преобразователей электроэнергии), автомобилестроении (шатуны, поршни), для спортивного инвентаря (рамы велосипедов) и др.

Сравнительные характеристики технологических схем производства композиционных материалов приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Сравнительные характеристики технологических схем производства

технологическая схема производства	Объемная доля армирующей фазы	Возможность деформационной и механической обработки
введение частиц в расплав	До 20%	экструзия, штамповка, прокатка, механическая обработка в полном объеме
порошковая металлургия	До 70%	экструзия, штамповка, шлифовка, горячее прессование
пропитка дисперсных частиц или преформ матричным расплавом	до 40%	экструзия, штамповка, шлифовка
	От 40 До 70%	штамповка – ограниченно, вырубка, шлифовка

Данные по распределению ведущих технологических процессов, которые используются производителями композиционных материалов, приведены на рисунке 1.2.

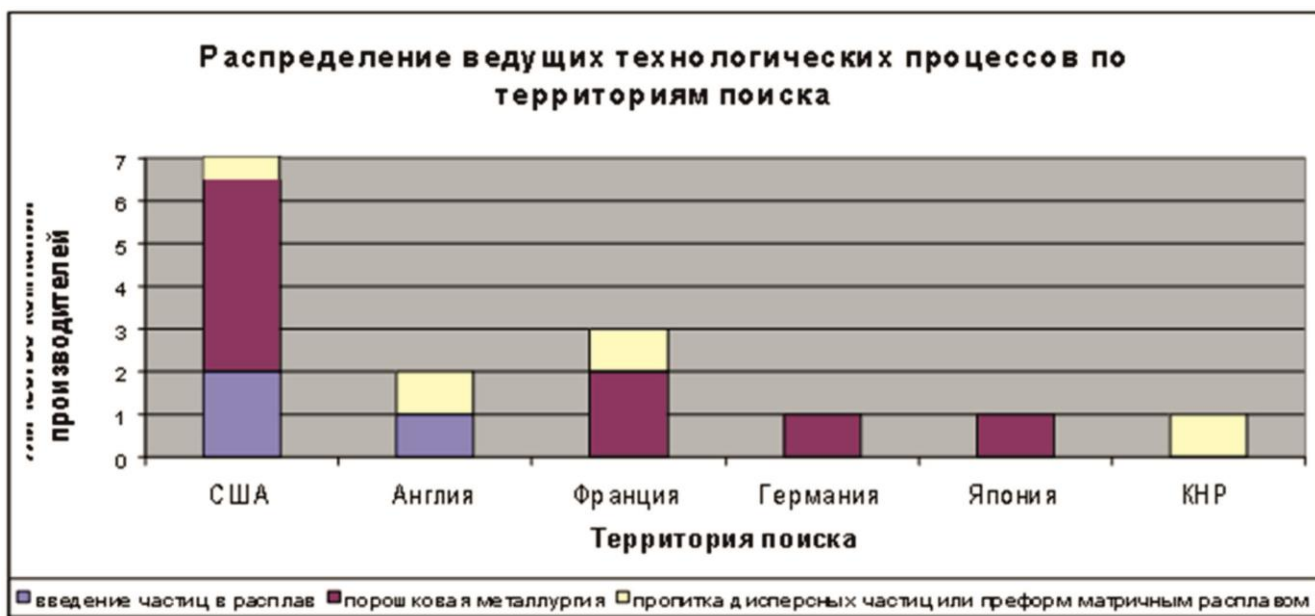


Рисунок 1.2 – Распределение ведущих технологических процессов по территориям поиска.

1.1.1 Метод инфильтрации в расплав наполнителя и дальнейшего горячего прессования

Для решения задачи получения ММК, армированных дискретными керамическими частицами в количестве от 30 до 80 об.% применяется способ жидкофазного совмещения наполнителя и матричного алюминиевого расплава. В данном способе алюминиевый расплав, нагретый до температуры 850-900°C, смешивают с керамическими частицами, разогретыми до той же температуры. Заданная концентрация компонентов композиционного материала обеспечивается объемным соотношением керамических частиц и инфильтруемого расплава на стадии приготовления композиционной смеси. Композиционную смесь подвергают горячему двухстороннему прессованию в нагретых до температуры приготовления композиционной смеси прессформах при давлении 2,2 ГПа. На рисунке 1.3 представлен внешний вид образцов высокоармированного КМ и результаты электронной микроскопии изломов и шлифов [1].

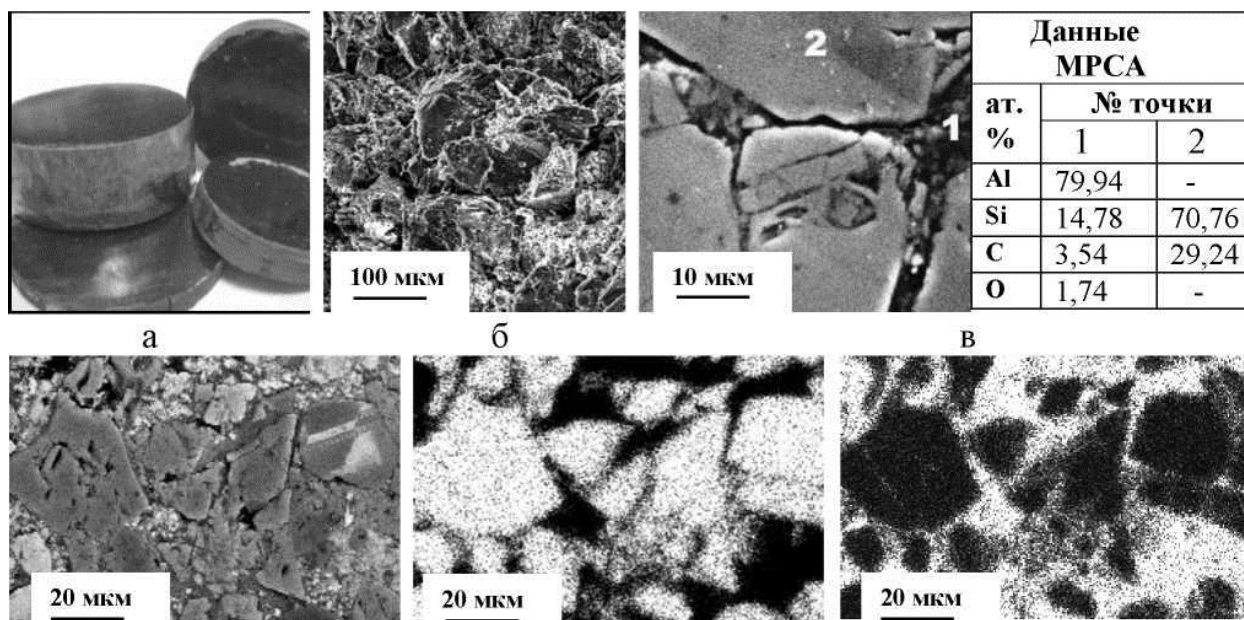


Рисунок 1.3 – Общий вид образцов высокоармированного КМ (Al-70 об.% SiC) (а), излома (б), поверхность шлифа КМ и данные МРСА (в), съемка поверхности шлифа КМ (г) в характеристическом излучении Si (д) и Al (е)

1.1.2 Метод пропитки под давлением

Композитные материалы системы Al-SiC разработаны более тридцати лет назад в США и ряде Европейских стран. С небольшим запозданием разработка технологии получения этих материалов была выполнена и в СССР (ВИАМ, 1989). В западных странах этот материал нашел множество специализированных применений и стал широко использоваться в электронике, приборостроении, оборудовании для телекоммуникации. В СССР, а затем и в России работы в этом направлении практически были остановлены. Работы были возобновлены сравнительно недавно в 2011 году, были проведены работы по организации серийного производства (Минобрнаука, ВИАМ – Саранский Университет – ОАО «Электровыпрямитель»). Однако, на данный момент нет никакой информации об организации серийного производства в рамках этого проекта и в каталогах и на сайте производителя продукция с использованием композиционных материалов SiC-Al не представлена.

Одной из основных задач диссертационной работы является разработка серийной технологии производства теплоотводящих оснований из композиционного материала на основе системы SiC-Al, обладающих удовлетворительной экономикой технологического процесса. Базовые принципы разрабатываемой технологии известны, и в различных вариациях применяются рядом компаний. Анализ литературы и патентов показал, что в той или иной мере отличия одной технологии от другой являются довольно формальными, и общие принципы остаются неизменными.

Опираясь на опыт ведущих фирм в производстве композиционных материалов для электроники (M-Cubed, CPS, Thermal Transfer Composites) наиболее экономичный технологический процесс производства теплоотводящих оснований состоит из трех обособленных этапов:

- 1) Получение заготовки из порошков карбида кремния (преформы) требуемой пористости для обеспечения объемной доли керамики в составе композиционного материала.
- 2) Введение в преформу алюминиевого расплава методом пропитки под высоким давлением;
- 3) Механическая обработка полученной заготовки из композиционного материала.

Преформу можно получить различными методами, среди которых наиболее эффективны при массовом производстве: метод прессования порошков с жидким связующим с последующим отжигом, а так же вариации шликерного литья под низким давлением с последующим выжиганием шликерной массы, в качестве основы которой могут быть использованы как углеводороды, так и кипящие при низкой температуре полимеры.

Основные методы пропитки керамических преформ расплавом:

- a) Технология пресс-литья: предварительно прогретое сформованное пористое изделие из смеси керамических порошков помещается в металлическую форму, сверху наливается расплавленный алюминиевый сплав и металлическим

поршнем расплав под давлением вводится заготовку (рисунок 1.4). Данный метод широко распространен, при соответствующей организации производства производительность метода достаточная, чтобы обеспечивать производство сотен и тысяч изделий небольшого размера в смену, при наличии нескольких металлических форм и комплектов сменой оснастки.

Пресс-литье

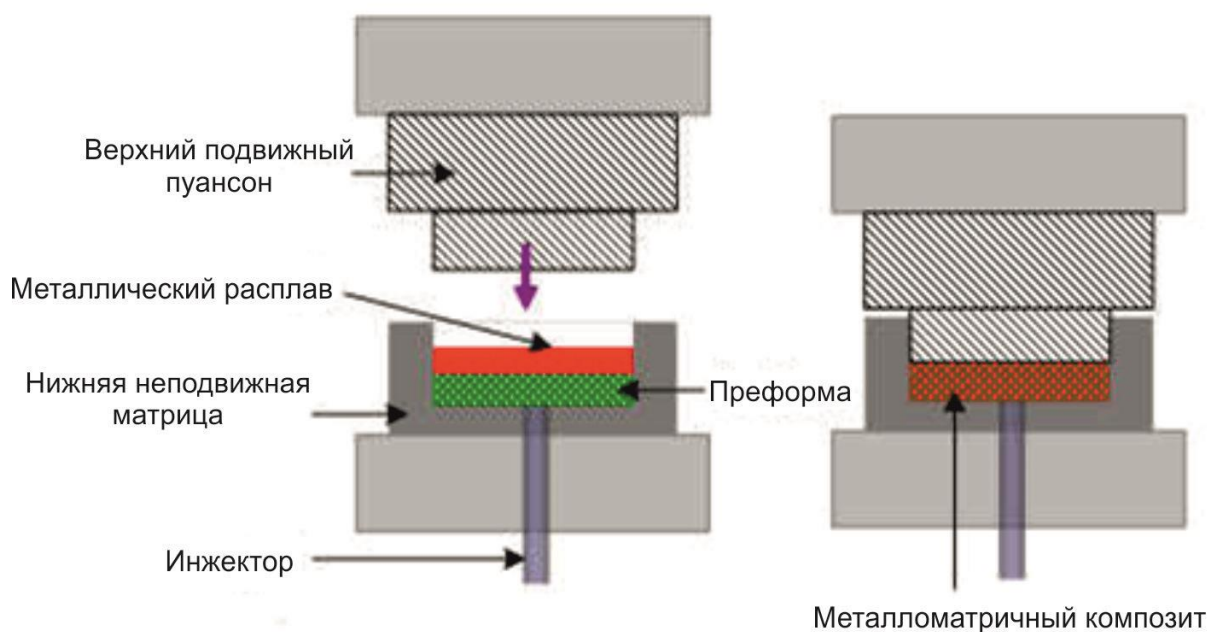


Рисунок 1.4 – Схематичное пояснение метода пресс-литья

Данная технология характеризуется высоким давлением в пресс-форме от 50 до 150 МПа и высокой скоростью проведения процесса – несколько секунд. С целью усадочной пористости изделий, вызванной усадкой алюминиевого сплава, обычно применяется комплекс мер по обеспечению однонаправленного движения фронта кристаллизации расплава. Разновидностью данной технологии является пропитка с использованием машин литья высокого давления (рисунок 1.5). Для повышения качества изделий при этом может предварительно создаваться вакуум для дегазации пористых преформ, что позволяет снизить возможную остаточную пористость изделий. Учитывая стоимость оборудования и производительность метода, применение машин литья высокого давления оправдано только при

массовом производстве. Этот метод также требует разработки специальных пресс-форм обеспечивающих нагрев преформ в диапазоне 550 – 580 °С.

Литье высокого давления

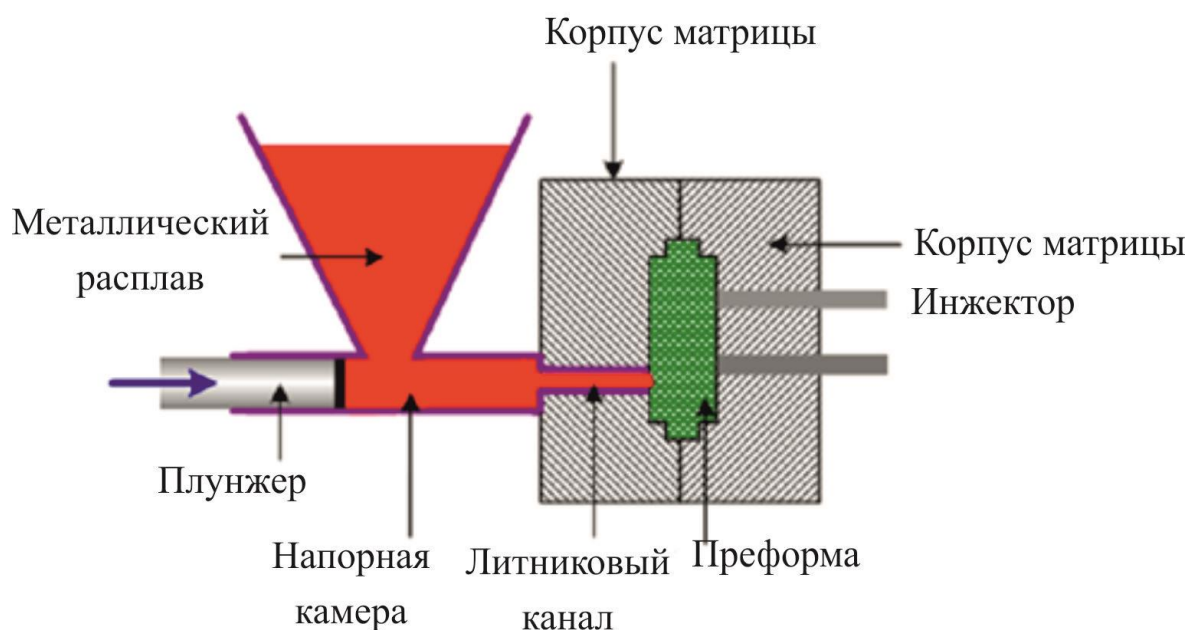


Рисунок 1.5 – Схематичное пояснение метода пропитки в машинах литья высокого давления

б) Технология пропитки под давлением газа. Отличие технологии от предыдущей заключается главным образом в использовании сжатого газа вместо поршня для создания давления в расплаве (рисунок 1.6). Для реализации данного метода используются сосуды высокого давления, в которые помещаются предварительно прогретые и вакууммированные металлические формы с залитым жидким расплавом, обеспечивающим вакуумную изоляцию преформ. Давление пропитки в этом методе составляет порядка 10 – 20 МПа, что позволяет в качестве источника сжатого газа использовать обычные баллоны высокого давления. За счет малой теплоемкости газа время проведения процесса может быть значительно увеличено, что является технологически благоприятным фактором снижающим риск преждевременной кристаллизации расплава. Всестороннее давление газа позволяет использовать тонкостенные формы для пропитки, что

дает возможность снижения издержек на сменные формы и поднять экономическую эффективность технологии.

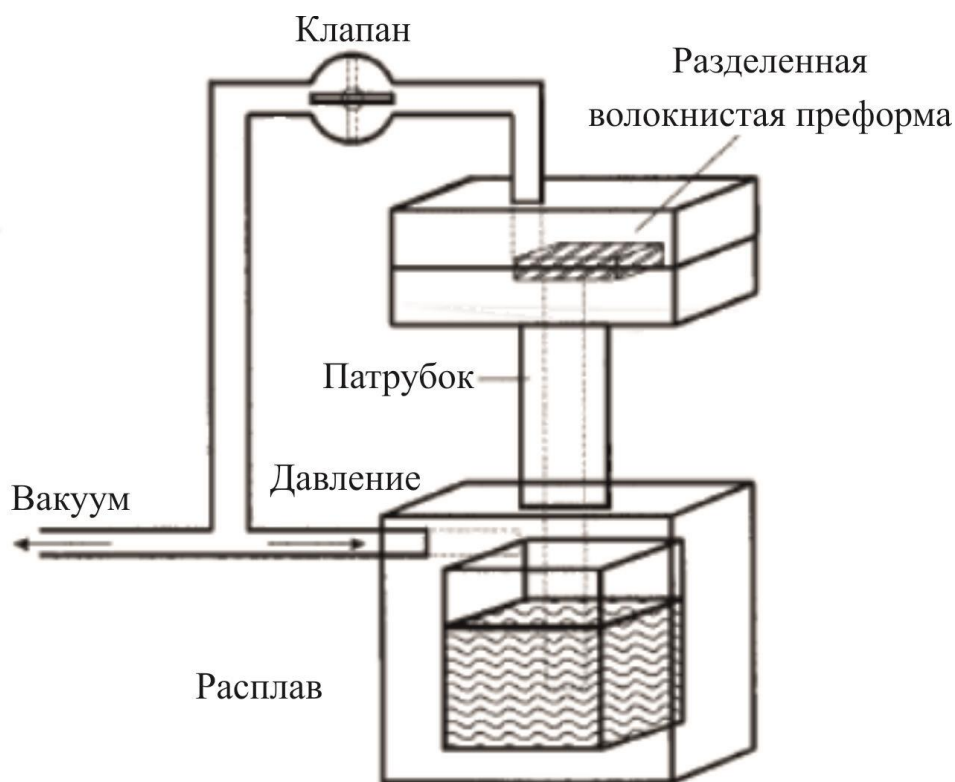


Рисунок 1.6 – Схематичное пояснение метода пропитки под давлением газа

1.1.3 Порошковая технология получения композиционного материала

Высоконаполненные композиционные материалы получают методами порошковой металлургии, когда исходные компоненты на начальной стадии получения материала представляют комбинацию порошков. Эффективность порошковой металлургии обусловлена несколькими достоинствами. Одно из достоинств порошковой металлургии заключается в снижении затрат энергии на производство изделий по сравнению с литейной технологией. При этом значительная экономия энергии достигается за счет снижения температуры технологических операций, сокращения технологических операций, исключения механической обработки при изготовлении деталей сложной формы. Вторым важным достоинством порошковой металлургии является то, что способы порошковой металлургии позволяют использовать широкий спектр матричных порошков и армирующих наполнителей как по виду, так и по фракционному

составу, и различные варианты компактирования, что существенно влияет на механические и эксплуатационные свойства композитов. Предварительная подготовка включает в себя приготовление состава пресспорошка с последующей гомогенизацией, после происходит его формование под давлением в пресс-формах методом горячего прессования, либо методом электроискрового спекания. При этом получают композиты высокого качества с малой пористостью [2]. При горячем прессовании процессы прессования и спекания объединены. Благодаря нагреву до температур, составляющих 0,5—0,8 температуры плавления матрицы, уплотнение шихты протекает гораздо интенсивнее, чем при отдельных операциях прессования и спекания. В случае горячего прессования внешнее давление суммируется с капиллярным, обуславливающим свободное спекание порошка.

1.2 Выводы раздела

Проведенный анализ существующих способов производства металлматричных композиционных материалов позволил определить технологическое направление для отработки производства макетов из композита SiC-Al с заданными свойствами на основе метода горячего прессования порошков, а также разработать технологию промышленного производства теплоотводящих элементов СВЧ submodule из вышеуказанного композита на основе метода пропитки заготовки расплавом алюминия под давлением.

ГЛАВА II. МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Глава посвящена изучению и отработке методик расчета рабочего инструмента оснастки для горячего прессования макетов, исследования композиционных материалов и их исходных компонентов, а также полученного конечного материала. Качество исходных компонентов напрямую связано с достижением необходимых параметров композиционных материалов. Это высокая теплопроводность, минимальная пористость материала, качество защитного покрытия и т.д. В главе приведены методики исследования образцов на следующих установках:

- дилатометр DIL 402 C, (определение ТКЛР);
- дифрактометр ДРОН-8 (определение структурного и фазового состава порошковых материалов);
- установка для измерения плотности SHIMADZU;
- оптический микроскоп OLYMPUS (изучение микрошлифов).
- методика обработки графических изображений микрошлифов в ПО «SIAMS»
- установка для измерения теплопроводности;
- установка для измерения прочности на изгиб.

Применение указанных установок и методик позволяет оценивать все необходимые характеристики композиционных материалов, которые непосредственно связаны с выполнением режимов их производства.

2.1 Методика расчета рабочего инструмента оснастки для горячего прессования макетов в программном комплексе QForm 3D

Программа QForm V8 предназначена для математического моделирования методом конечных элементов технологических процессов обработки металлов давлением с учетом термомеханических процессов нагрева и охлаждения металла, в том числе, в процессе деформации, а также взаимодействия деформирующейся заготовки с технологическим инструментом и оборудованием.

Метод конечных элементов (МКЭ) является эффективным численным методом приближенного решения задач, математическая постановка которых сводится к системе дифференциальных уравнений, граничных и начальных условий (т.н. краевых задач). К таким задачам, в частности, относятся и задачи пластического деформирования материалов. Метод широко используется также и в других инженерных приложениях механики деформированного твердого тела, а также в решении задач электродинамики, гидродинамики, теплообмена и связанных задачах, в которых различные физические явления действуют совместно.

В основу математической постановки положена система уравнений, включающая уравнения равновесия, уравнения связи между полем скоростей материальных точек и скоростей деформаций, уравнения связи между напряженным и деформированным состоянием, условия несжимаемости, критерий пластичности, уравнения энергетического баланса. Сопротивление деформированию материала заготовки считается зависимым от накопленной деформации, текущей скорости деформации и температуры и задается в исходных данных. Пользователь может задать зависимость сопротивления деформированию от других параметров, рассчитываемых в подпрограммах пользователя. Материал считается изотропным и изотропно упрочняющимся. Трение на контакте между инструментом и заготовкой учитывается законом трения Зибеля, Леванова, Кулона или смешанным.

Основная идея МКЭ базируется на положении, что любую непрерывную функцию f можно аппроксимировать совокупностью более простых функций φ_m , ($m=1\dots M$, M - число участков), каждая из которых определена на одном участке. Например, при кусочно-линейной аппроксимации непрерывной функции одного переменного $f(x)$ область определения функции делят на некоторое количество участков, на каждом из которых реальную функцию заменяют прямой $\varphi_m(x)$, проходящей через граничные точки. Коэффициенты, определяющие уравнения этих прямых, зависят от значений функции на границах участков. Таким образом, непрерывная функция заменяется совокупностью значений в отдельных точках, а

поведение функции между точками определяется приближенно (рисунок 2.1). Увеличение количества участков приводит к увеличению точности аппроксимации.

$$f(x) = \sum_{m=1}^M \varphi_m(x) \quad (2.1)$$

$$\varphi_m(x) = \frac{f_{n+1} - f_n}{x_{n+1} - x_n} (x - x_n) \quad (2.2)$$

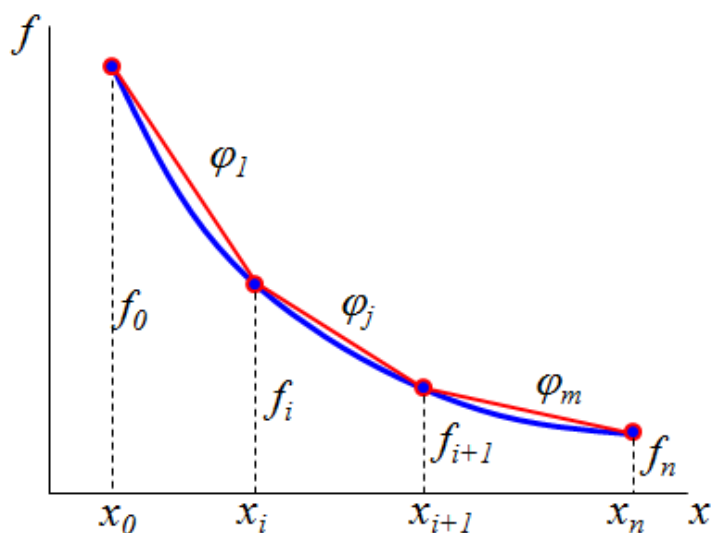


Рисунок 2.1 – Кусочно-линейной аппроксимации функции $f(x)$

В задачах пластичности неизвестными являются скорости большого (но ограниченного) количества материальных точек. Эти скорости вычисляют путем решения системы алгебраических уравнений, составляемых автоматически по определенному алгоритму. Коэффициенты в полученной системе уравнений зависят от свойств материала, координат отслеживаемых материальных точек, истории нагружения и граничных условий.

В упрощенном виде метод конечных элементов – это метод решения задач математической физики, основанный на представлении анализируемого объекта в виде совокупности малых по размеру областей (конечных элементов - КЭ), в

каждой из которых искомую функцию аппроксимируют полиномами низких степеней.

2.1.1 Основные положения

В общем виде основные положения, используемые при решении задачи об определении функции f неизвестным образом распределенной в области V методом конечных элементов, могут быть сформулированы следующим образом:

1. Область V разделяют на подобласти простой геометрии, называемые конечными элементами (рисунок 2.2). Считают, что конечные элементы контактируют друг с другом в ограниченном количестве точек, называемых узлами конечных элементов.

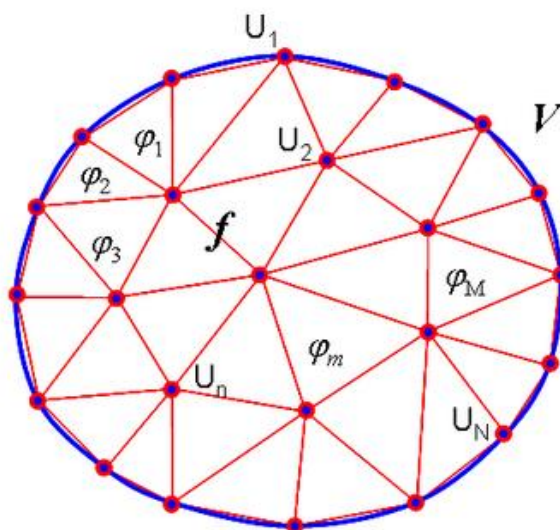


Рисунок 2.2 – Разделение области V на конечные элементы простой геометрии

2. Неизвестными значениями, подлежащими определению, являются значения функции в узлах конечных элементов U_n ($n=1 \dots N$ – общее количество узлов).

3. Неизвестную функцию f , аппроксимируют совокупностью полиномов малых степеней j_m , ($m=1 \dots M$, где M - число КЭ), которые обладают следующим свойствами:

- определены только на одном КЭ (каждый на своем);
- коэффициенты полинома зависят от значений неизвестной функции в узлах, принадлежащих этому КЭ.

4. Используют вариационный метод составления разрешающей системы уравнений: ставится задача отыскания таких значений неизвестной функции в узлах КЭ, которые бы являлись наилучшим приближением к истинному распределению искомой функции. Задачу решают путем минимизации некоторого функционала, связанного с физической сущностью задачи.

5. Для каждого элемента систему дифференциальных уравнений, определяющую поведение объекта, преобразуют к виду:

$$[k^{(e)}]\{u^{(e)}\} = \{P^{(e)}\} \quad (2.3)$$

называемому уравнениями элемента. Здесь $[k^{(e)}]$ - матрица жесткости элемента, зависящая от физических свойств среды и координат узлов элемента, $\{u^{(e)}\}$ - матрица-столбец неизвестных значений функции в узлах элемента, $\{P^{(e)}\}$ - матрица столбец воздействий на узлы конечного элемента со стороны других конечных элементов и внешних воздействий.

6. Все уравнения элементов собирают определяющую систему уравнений - систему линейных алгебраических уравнений относительно неизвестных в узлах объекта:

$$[K]\{U\} = \{R\} \quad (2.4)$$

где $[K]$ - матрица жесткости системы, определяемая по простому алгоритму при известных значениях компонент матриц жесткостей каждого элемента, $\{U\}$ - матрица столбец узловых неизвестных, $\{R\}$ - матрица-столбец внешних воздействий на систему.

7. Решением определяющей системы уравнений получают значения узловых неизвестных U_n , а затем, с помощью полиномов j_m находят распределение неизвестной функции по всей области.

В одномерном случае конечные элементы представляют собой малые отрезки, в двумерном - малые площади, в объемном - малые объемы. В

простейшем случае используют для аппроксимации функции в конечном элементе используют полиномы 1-го порядка. Такой элемент называют линейным. Более точной аппроксимации можно добиться, используя полином второго порядка. Такой элемент называют квадратичным. Коэффициенты полинома, аппроксимирующего распределение неизвестной функции внутри элемента, однозначно определяются значением функции в узлах и геометрическими размерами элементов.

2.1.2 Процедура методов конечных элементов

Процедура метода конечных элементов состоит в следующей последовательности шагов:

Препроцессорная стадия (подготовка данных)

1. Анализ исходных данных и выбор расчетной схемы.
2. Задание геометрических форм и размеров объекта в соответствии с выбранной расчетной схемой.
3. Задание физических свойств среды.
4. Выбор типов используемых конечных элементов.
5. Дискретизация объекта на конечные элементы.
6. Задание граничных условий.

Процессорная стадия (решение)

7. Определение компонент глобальной матрицы жесткости $[K]$ и глобального вектора нагрузок $\{R\}$ по параметрам конечных элементов и известным внешним воздействиям.

8. Преобразование системы уравнений с учетом граничных условий.

9. Решение системы уравнений $\{R\}=[K]\{U\}$ относительно вектора неизвестных узловых переменных.

Постпроцессорная стадия (анализ решения)

10. Вычисление предусмотренных постановкой задачи выходных параметров (например, деформаций, скоростей деформаций, напряжений, сил,

работы деформирования...) по полученным значениям неизвестных узловых переменных.

Приведенная последовательность характерна для решения линейных задач. В том случае, если в задаче есть существенные нелинейности (например, наличие контактов – геометрическая нелинейность, пластичность – физическая нелинейность), то процесс решения осуществляется за несколько шагов, на каждом из которых выполняется итерационное решение.

В программном комплексе QForm V8 процессорная стадия выполняется полностью автоматически, а на препроцессорной и постпроцессорной стадии работа пользователя в максимальной степени автоматизирована.

2.1.3 Система уравнений для моделирования упругих-пластических деформаций в инструменте

Определяющие уравнения задачи моделирования упругих деформаций инструмента базируются на вариационном уравнении

$$\delta\Phi = \frac{1}{2} \iiint_V \delta[\{\varepsilon\}^T \{\sigma\}] dV - \iint_{F_p} \delta\{u\}^T \{p\} dF = 0 \quad (2.5)$$

Здесь:

$$\{\sigma\} = \begin{Bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{xy} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} \end{Bmatrix} \quad (2.6)$$

- матрица-вектор, составленная из компонент тензора напряжений

$$\{\varepsilon\} = \begin{Bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \varepsilon_{xy} \\ \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} \end{Bmatrix} \quad (2.7)$$

- матрица-вектор, составленная из компонент тензора деформаций

$$\{u\} = \begin{Bmatrix} u_x \\ u_y \\ u_z \end{Bmatrix} \quad (2.8)$$

- перемещения материальных точек на поверхности

$$\{p\} = \begin{Bmatrix} p_x \\ p_y \\ p_z \end{Bmatrix} \quad (2.9)$$

- известные удельные силы на внешней поверхности

Используя матричную запись уравнений Генки:

$$\{\sigma\} = [D_p]\{\varepsilon\} \quad (2.10)$$

Здесь

$\{\sigma\}$ - матрица-столбец (вектор) напряжений

$\{\varepsilon\}$ - матрица-столбец деформаций

$[D_p]$ - матрица упруго-пластических коэффициентов

получим вариационное уравнение в виде

$$\frac{1}{2} \iiint_V \delta \left(\{\varepsilon\}^T [D_p] \{\varepsilon\} \right) dV - \iint_{F_p} \delta \{u\}^T \{p\} dF = 0 \quad (2.11)$$

Учитывая определение деформаций с учетом конечно-элементной аппроксимации поля перемещений

$$\{\varepsilon\} = [B] \{u^{(e)}\} \quad (2.12)$$

получим окончательно

$$\sum_e \int_{V^{(e)}} [B]^T [D_p] [B] dV \{u^{(e)}\} - \sum_e \int_{F_p^{(e)}} [N]^T \{p\} dF = 0 \quad (2.13)$$

Перейдем к глобальным степеням свободы, введя обозначения:

$$\{U\} = \left\{ \begin{array}{c} u_{1,1} \\ u_{1,2} \\ u_{1,3} \\ \dots \\ u_{iv,j} \\ \dots \\ u_{Nu,1} \\ u_{Nu,2} \\ u_{Nu,3} \end{array} \right\} \quad (2.14)$$

- вектор узловых перемещений в глобальной системе координат:
 $iv=1, \dots, Nu$ - номера узлов для аппроксимации поля перемещений в глобальной нумерации $j=1, 2, 3$ - число степеней свободы в каждом узле

Тогда основная система уравнений

$$[K]\{U\} = \{R\}$$

Здесь

$$[K] = \sum_e [K^{(e)}] = \sum_e \int_{V^{(e)}} [B]^T [D_p] [B] dV \quad (2.15)$$

- глобальная матрица жесткости

$$\{U\}$$

- вектор узловых неизвестных (перемещений узлов сетки конечных элементов)

$$\{R\} = \sum_e \int_{F_p^{(e)}} [N]^T \{p\} dF \quad (2.16)$$

- вектор внешних узловых нагрузок

2.1.4 Взаимодействие с оборудованием

При обработке металлов давлением деформация производится технологическим инструментом, который, в свою очередь, приводится в действие технологическим оборудованием. Положение контактной поверхности инструмента и скорость точек контактной поверхности являются граничными условиями для решения деформационной задачи.

В базе данных оборудования QForm V8 существует несколько типов доступного пользователю приводов инструмента, которые можно объединить в три группы:

1. Кинематическое оборудование (механический пресс, гидравлический пресс с индивидуальным приводом и т.п.) - оборудование, принцип действия

которого позволяет принять, что перемещение и скорость исполнительного органа либо постоянна, либо зависит только от времени.

2. Энергетическое оборудование (молот, винтовой пресс, гидравлический пресс с аккумуляторным приводом и т.п.) - оборудование, принцип действия которого заключается в накоплении потенциальной энергии во время технологической паузы с последующим расходом ее на работу деформирования заготовки. Для такого оборудования перемещение и скорость исполнительного органа зависит от затраченной работы деформирования. В общем случае для такого оборудования существует зависимость между скоростью и силой деформирования.

$$P = f(v) \quad (2.17)$$

3. Силовой прижим - сила воздействия инструмента на заготовку постоянна, либо зависит от времени. Скорость перемещения инструмента определяется скоростями течения материальных частиц заготовки.

При использовании пользователем кинематического оборудования модификация основной системы уравнений не происходит. Для энергетического оборудования и силового прижима дополнительно вводятся дополнительные "инструментальные узлы", неизвестными в которых являются скорости инструмента. В результате система уравнений модифицируется.

2.2 Оборудование и методики измерения параметров композитов

2.2.1 Измерение температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР)

Одним из важнейших параметров композиционных материалов, используемых в узлах СВЧ-приборов, является температурный коэффициент линейного расширения. Упомянутый параметр разработанных материалов определялся на дилатометре с горизонтальным толкателем DIL 402С, который

предназначен для измерения линейных приращений твердых, пастообразных, порошковых и жидких материалов в широком диапазоне температур (от комнатной температуры до 1600 °С).

Описание дилатометра DIL 402 C

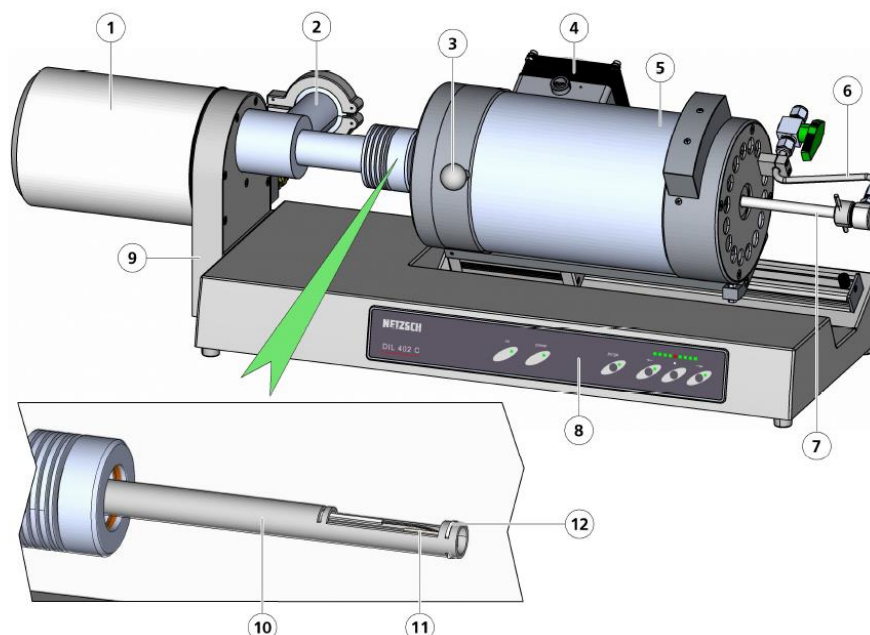
Дилатометр представляет собой автоматизированный аппаратный комплекс, состоящий из (рисунки 2.3 и 2.4):

- измерительного блока, в состав которого входят устройство измерения температуры и измерительная система;

- системы контроля;

- персонального компьютера и вспомогательного оборудования.

Горизонтально расположенное устройство измерения температуры предназначено для обеспечения рабочего диапазона температуры исследуемого образца в соответствии с программой измерений. Измерительная система предназначена для измерения и регистрации изменений линейных размеров образца и представляет собой преобразователь смещения высокого разрешения 25нм/градус, с максимальным диапазоном измерения 5000мкм. Система контроля предназначена для поддержания заданной температуры исследуемого образца в соответствии с программой измерений и включает в себя контролер термоаналитической системы TASC414, многостадийный программатор и контролер с системой сбора данных. Исследуемый образец устанавливается в держателе, помещается в нагревательное устройство, и проводится запуск измерительной программы. На экран монитора выводятся все текущие экспериментальные и расчетные данные. Конструкция дилатометра позволяет проводить исследование образцов в различных средах (инертной, окислительной, восстановительной и в вакууме).



- 1- трубка, 2 - вакуумный фланец, 3 - ручка для перемещения печи,
 4-вентилятор, 5 – печь, 6 - реверсивная трубка с запирающим вентилем и
 зажимной гайкой, 7 - защитная трубка, 8 - передняя панель,
 9 - кронштейн, 10 - прободержатель с термопарой и толкателем,
 11- образец, 12 - стопорная пластина

Рисунок 2.3 – Измерительная часть дилатометра DIL 402 C

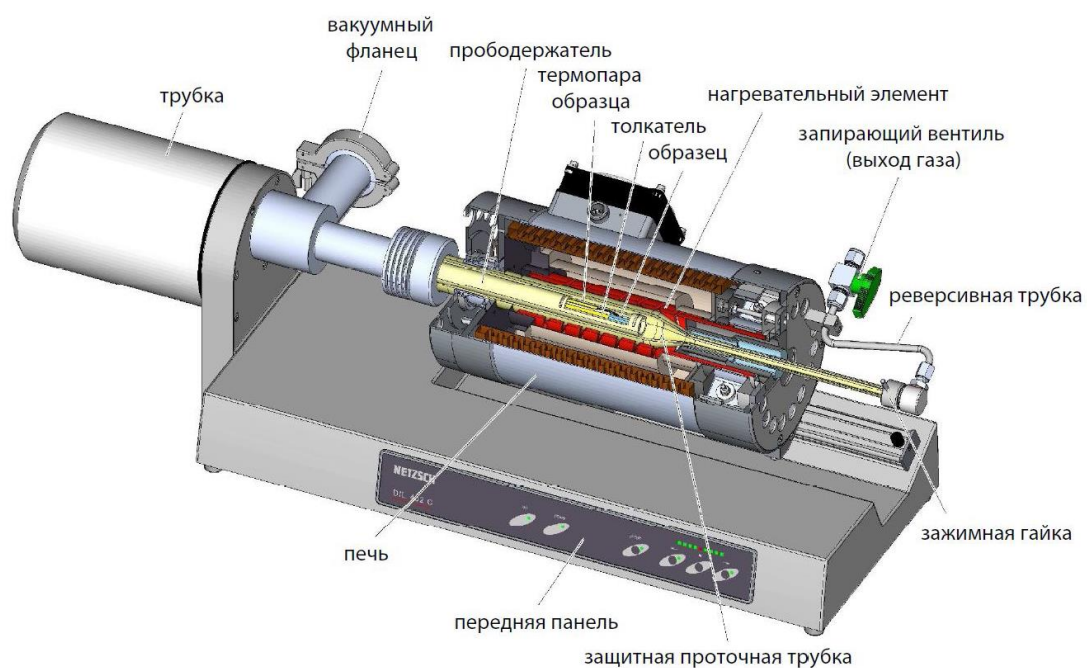


Рисунок 2.4 – Измерительная часть дилатометра DIL 402 C (разрез)

Основные технические характеристики dilatометра DIL 402 C приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Основные технические характеристики DIL 402 C

Наименование характеристики	Значение
Диапазон рабочих температур, °C	от комнатной до 1600
Диапазон изменения линейных приращений, мм	±2,5
Предел допускаемой относительной погрешности измерений линейных приращений, %	±3

Проведение измерения

Образец помещается в однородное температурное поле печи. Печь нагревается в соответствии с заранее выбранной температурной программой. Длина образца изменяется с изменением температуры. Температура образца измеряется термопарой образца. Длина прободержателя и толкателя также изменяются с изменением температуры. Таким образом, измеряемой и регистрируемой величиной является суммарное изменение в длине образца, прободержателя и толкателя. Эти изменения длины регистрируются с помощью толкателя механически сердечником индуктивного датчика перемещения. Результирующее изменение преобразуется усилителем несущей частоты в постоянное напряжение, которое пропорционально изменению длины. Сигнал регистрируется компьютером. С помощью программного обеспечения можно рассчитать ТКЛР.

1) Технический коэффициент расширения: внутри определенного температурного интервала $T_1 \dots T_2$, характеризует наклон кривой в интервале.

$$\alpha_{T_1}^{T_2} = \frac{dl}{dT} \cdot \frac{1}{l_0} = \frac{\Delta l}{\Delta T} \cdot \frac{1}{l_0} \quad (2.18)$$

2) Физический коэффициент расширения: внутри бесконечно малого температурного интервала, характеризует наклон касательной в точке.

$$\alpha(T) = \frac{dl}{dT} \cdot \frac{1}{l_0} \quad (2.19)$$

Проведение измерений на дилатометрах DIL 402 состоит из **2 шагов**:
 1 - получение корректировочной кривой (тип измерения «коррекция» с калибровочным стандартом); 2 - получение измерения исследуемого образца с вычитанием корректировочной кривой (тип измерения «коррекция + образец»).

Определение типов измерения.

Тип измерения «образец» (кривая исследуемого образца) - dl-кривая, которая отражает суммарное изменение в длине исследуемого образца, держателя образца и толкателя, при проведении температурной программы.

Тип измерения «коррекция» (корректировочная кривая) – dl-кривая, которая отражает суммарное изменение в длине калибровочного стандарта, держателя образца и толкателя, при проведении температурной программы.

Тип измерения «коррекция+образец» или «образец+коррекция» – dl-кривая, которая отражает только значения расширения исследуемого образца, при проведении температурной программы. Способы коррекции выполняются по стандартам ASTM E228, DIN 51045.

Таким образом, можно пояснить, что суммарное расширение измерительной системы составит:

$$\Delta l_{\text{System}} = \Delta l_{\text{Standard table}} - \Delta l_{\text{Standard measured}} \quad (2.20)$$

истинное расширение исследуемого образца составит:

$$\Delta l_{\text{Sample}} = \Delta l_{\text{Sample measured}} + \Delta l_{\text{System}} \quad (2.21)$$

где:

Δl_{System} - изменения расширения измерительной системы

$\Delta I_{\text{Standard table}}$ - табличные (теоретические) значения изменения расширения калибровочного стандарта

$\Delta I_{\text{Standard measured}}$ - измеренные (экспериментальные), нескорректированные значения расширения калибровочного стандарта

ΔI_{Sample} - истинные значения расширения исследуемого образца

$\Delta I_{\text{Sample measured}}$ - измеренные (экспериментальные), нескорректированные значения расширения исследуемого образца

В результате нужно получить измерение, в котором будут содержаться данные исследуемого образца и корректировочной кривой (с калибровочным стандартом). Эти измерения должны быть получены по одной и той же температурной программе и в идентичных условиях (скорость сканирования, продувочный газ, прокладки, положение термопары, соблюдать общие начальные температурные условия DIL (желательно равные комнатной температуре). Предварительно, под эти условия измерения, термопара образца калибруется по температуре.

Требование к образцу

Форма образца: преимущественно квадратной или цилиндрической формы, трех или n-угольной формы также допустимы.

Размеры образца: длина от 40 мм до 50 мм, диаметр до 12 мм.

Образец выпиливается или вырезается из куска исследуемого материала. Образец может быть также спрессован или отлит. Подготовка образца может влиять на результаты измерений.

Отшлифовать торцы образца гладко и плоскопараллельно. Применять в зависимости от степени твердости наждачную бумагу или шлифовальную машину. Обратит внимание на то, что торцевые поверхности должны быть плоскими и перпендикулярными к оси образца, а также свободны от заусениц и посторонних частиц.

На образцах не должно быть сколов и трещин. Торцы образцов должны быть параллельными. Отклонение от плоскости не должно превышать 0.01 мм. Измерение проводят при помощи штангенциркуля.

Проверку образцов на соответствие требованиям проводят путем трехкратного измерения штангенциркулем размеров каждого образца и усреднения результата.

Проведение испытаний:

1. Включить дилатометр за 30 мин до начала испытания.
2. Измерить термометром температуру окружающей среды.
3. Дальнейшие операции проводить в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации дилатометра.
4. Поправку на расширение кварцевой системы определяют в соответствии с руководством по эксплуатации дилатометра с использованием образцовой меры из кварцевого стекла.
5. Испытания проводят не менее чем на двух образцах.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов среднего ТКЛР, полученных после испытаний двух и более образцов одного изделия.

2.2.2 Рентгеноструктурный и рентгенофазовый анализ

Определение фазового состава исходного сырья и конечного материала определялось рентгенофазовым методом на дифрактометре ДРОН-8.

Дифрактометр рентгеновский ДРОН-8 предназначен для измерения интенсивности и углов дифракции рентгеновского излучения, рассеянного атомной решеткой, при решении различных задач рентгенодифракционного анализа широкого круга неорганических и органических кристаллических материалов.

Технические характеристики

Дифрактометр обеспечивает работу с рентгеновскими трубками типа БСВ27, БСВ28 и БСВ29 в третьем конструктивном исполнении. В конфигурацию входит рентгеновская трубка 2,0БСВ27-Со.

Дифрактометр оснащен двухкружным тета-тета гониометром вертикальной конструкции с независимыми угловыми перемещениями рентгеновской трубки и блока детектирования и горизонтальным расположением образца.

Диапазон угла поворота рентгеновской трубки ϑ_F составляет от минус 5 до плюс 95°; диапазон угла поворота детектора ϑ_D – от минус 5 до плюс 165°.

Установившаяся скорость угловых перемещений рычагов рентгеновской трубки и детектора - не менее 300 град./мин.

Минимальный шаг углового перемещения кронштейнов блока детектирования и рентгеновской трубки - 0,0005°.

Изменение радиуса гониометра – от 180 до 250 мм.

Пределы допускаемого отклонения установки углового положения кронштейнов блока детектирования и рентгеновской трубки от заданного угла поворота - $\pm 0,001^\circ$.

Абсолютная погрешность измерения угловых положений дифракционных максимумов не более $\pm 0,02^\circ$.

Продолжительность непрерывной работы дифрактометра - не менее 12 часов, не считая времени установления рабочего режима.

Основная относительная погрешность измерения скорости счета импульсов рентгеновского излучения не должна превышать 0,20 %.

Принцип действия дифрактометра основан на дифракции рентгеновских лучей от атомных плоскостей кристаллической решетки исследуемого вещества. Пучок рентгеновских лучей с длиной волны λ , попадая на кристалл, отражается от системы плоскостей с кристаллографическими индексами (hkl), удовлетворяющих уравнению Вульфа-Брегга

$$n\lambda = 2d_{(hkl)} \sin\vartheta, \quad (2.22)$$

где $d_{(hkl)}$ - межплоскостное расстояние, ϑ - угол отражения дифракционного пучка, n – порядок отражения.

В дифрактометре ДРОН-8 используется фокусирующая схема Брегга-Брентано, схема фокусировки в вертикальной плоскости приведена на

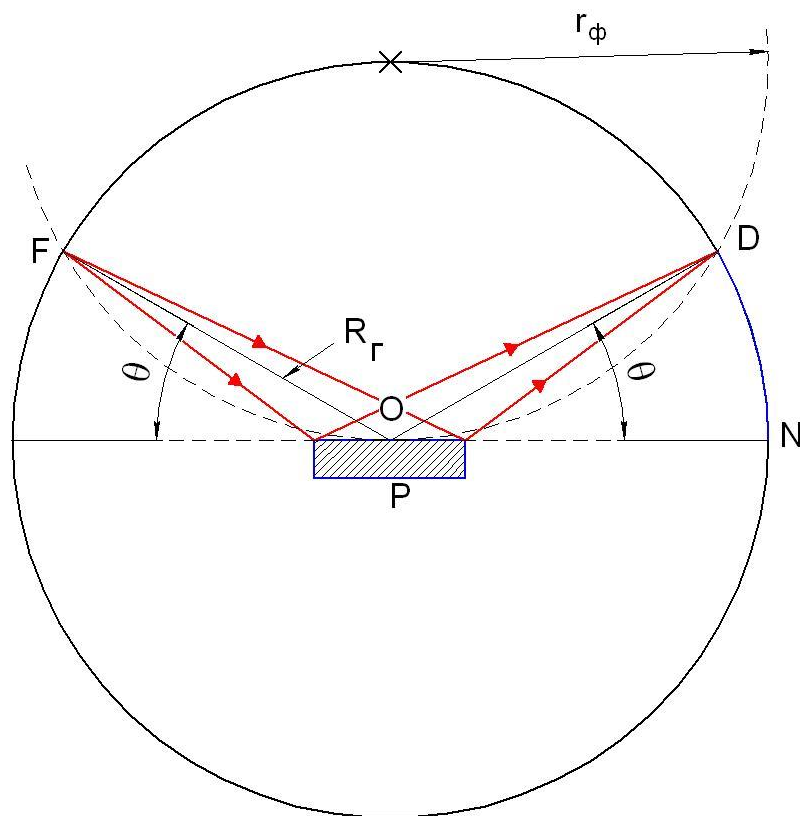
рисунке 2.6. Фокус рентгеновской трубки F и приемная щель детектора D расположены на окружности гониометра радиуса R_r , в центре которой находится плоский образец P .

Регистрация дифракционной картины максимумов интенсивности осуществляется при синхронном повороте детектора и рентгеновской трубки относительно главной оси гониометра O навстречу друг другу. Для обеспечения условий фокусировки угловая скорость поворота детектора равна угловой скорости поворота рентгеновской трубки.

Расходящийся пучок рентгеновских лучей отражается от группы плоскостей с индексами (hkl) , параллельных плоскости образца P , и фокусируется на приемной щели детектора D . Фокусировка основана на равенстве вписанных углов, опирающихся на одну дугу. Фокус трубки F , плоскость образца P и приемная щель детектора D находятся на окружности фокусировки переменного радиуса $r_\phi = R_r / 2 \sin \vartheta$, и поэтому, если пренебречь отклонением плоской поверхности образца от окружности фокусировки, лучи, отраженные от разных точек образца, попадают в приемную щель детектора.

Для выполнения условий фокусировки необходимо, чтобы при $2\vartheta = 0^\circ$ проекция фокуса рентгеновской трубки F (или ось поворота кристалла-монокроматора), ось гониометра O , совпадающая с осью вращения образца, и центр приемной щели детектора D были расположены на одной прямой, называемой нулевой линией гониометра N .

Это является целью юстировки и достигается перемещениями рентгеновской трубки (РТ), блока детектирования, плоскости образца и щелевых устройств на первичном и дифрагированном пучках (рисунок 2.5).



P - образец; N - нулевая линия гониометра; O - центр окружности гониометра; $R_{Г}$ - радиус гониометра; F - фокус рентгеновской трубки; D - приёмная щель детектора; r_{ϕ} - радиус окружности фокусировки.

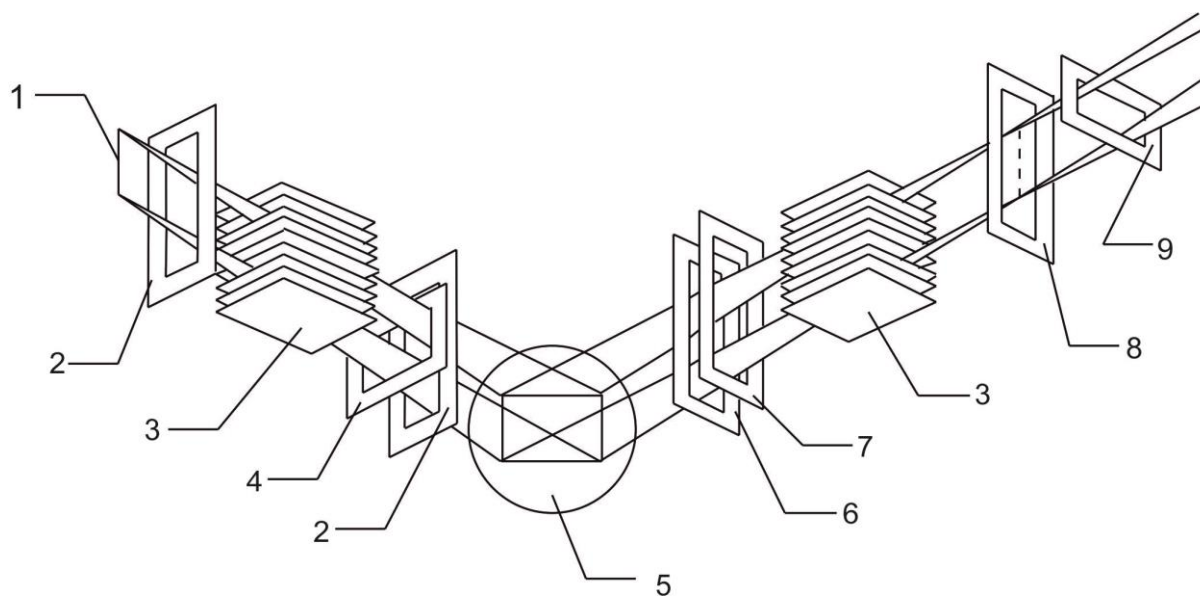
Рисунок 2.5 – Схема фокусировки дифрактометра

Конструкция кожуха РГ обеспечивает использование точечной или линейной проекций фокуса трубки. В случае применения точечной проекции расходимость первичного и дифрагированного пучков рентгеновских лучей ограничивают системой диафрагм (щелей) в экваториальном и аксиальном направлениях. Экваториальная расходимость пучка ограничивается шириной диафрагм (щелей) 2, 6 и 8 (рисунок 2.6), аксиальная – высотой диафрагм 4 и 9.

При использовании линейной проекции фокуса трубки необходимо дополнительно устанавливать щели Соллера 3, уменьшающие аксиальную расходимость. Отсутствие щелей Соллера приводит к искажению профилей дифракционных пиков и к смещению их положений в сторону ближних углов.

Для уменьшения уровня фона на ближних углах необходимо дополнительно устанавливать антирассеивающую экваториальную диафрагму

6. Угловое разрешение системы определяется шириной приемной щели 8 перед детектором.



1 – фокус рентгеновской трубки; 2 – экваториальные диафрагмы, ограничивающие размер первичного пучка; 3 – щели Соллера, уменьшающие аксиальную расходимость пучка; 4 – аксиальная диафрагма, ограничивающая размер первичного пучка; 5 – плоский образец; 6 – антирассеивающая экваториальная диафрагма; 7 – селективно-поглощающий фильтр (β -фильтр); 8 – входная экваториальная диафрагма, определяющая апертуру окна детектора; 9 – регулируемая аксиальная диафрагма, ограничивающая размер окна детектора

Рисунок 2.6 – Схема фокусировки по Бреггу-Брентано

В дифрактометре ДРОН-8 используется характеристическое рентгеновское K -излучение, источником которого является РТ.

Длины волн и потенциал возбуждения для используемого излучения приведены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Основные технические характеристики DIL 402 C

Материал анода (ат. №)	$V_{\text{возб}}$, кВ	Тип излучения	λ , Å	$\lambda_{\text{Каср.}}$, Å
Co(27)	7,71	α_1	1,78892	1,79020
		α_2	1,79278	
		β	1,62075	

Проведение измерений на дифрактометре

Подготовить исследуемый образец. Мелкодисперсный порошок набить в кювету, используя в качестве связки рентгеноаморфное вещество, не дающее дифракционных линий (спирт, технический вазелин, лак, клей и т.п.). Поверхность образца не должна иметь выемок или выпуклостей относительно краев кюветы, так как это приведет к дефокусировке: сдвигу максимума дифракционной линии, уменьшению интенсивности, асимметрии пика. Глубина кюветы – 2 мм, 1 мм или 0,5 мм - выбирается исходя из коэффициента поглощения образца на используемом излучении. Также учитывается количество образца. Гранулированный образец надо растолочь в ступке, просеять через сито и набить в кювету. Монолитный образец, толщина и размеры которого позволяют установить его в кювету, можно закрепить в кювете при помощи связующего агента, например, пластилина. Монолитный образец, линейные размеры которого не позволяют установить его в кювету или в кольцо, необходимо установить держатель для больших образцов, который поставляется по отдельному заказу.

В зависимости от решаемой задачи и исследуемого образца выбрать размеры коллимационных щелей на первичном и на дифрагированном пучках, интервал или интервалы сканирования, шаг сканирования, время измерения в точке, число сканов. Щели на первичном пучке выбираются, исходя из требований величины освещаемой поверхности во всем интервале сканирования, так как величина освещаемой поверхности зависит от угла 2θ (уменьшается по

ширине с увеличением угла), от анизотропии свойств образца и от количества образца. Щели на дифрагированном пучке выбираются, исходя из требований получения максимального пространственного разрешения при измерении рентгенограммы, т.е. минимальной полуширины дифракционных линий при их достаточной интенсивности. Установка щелей Соллера на первичном и на дифрагированном пучке необходима для уменьшения вертикальной расходимости. Установка β -фильтра на дифрагированном пучке обязательна, если не используется монохроматор или твердотельный энергодисперсионный детектор. Число интервалов – один или несколько – выбирается в зависимости от решаемой задачи. Шаг сканирования на каждом интервале может быть различным. С одной стороны, величина шага h определяется полушириной дифракционных линий измеряемого образца и ее изменений с углом 2θ как $h = b/(5 \div 10)$, где b – полная ширина линии на половине ее высоты (ПШПВ). С другой стороны, шаг сканирования должен быть скоррелирован с величиной приемной щели у детектора. Оптимальный шаг сканирования позволяет получать плавный неискаженный профиль дифракционной линии при минимальных затратах времени на его измерение. Для того, чтобы не было эффекта интегрирования широкой щелью (при слишком малой величине шага сканирования), положения щели в соседних точках не должны перекрываться, то есть $h \geq B_{\text{дет.}}$, где $B_{\text{дет.}}$ – ширина щели у детектора. Время съемки в точке τ определяется интенсивностью линий и статистической погрешностью:

$$\tau = I_i / \sigma_i^2 \quad \text{или} \quad \tau^2 = N_i / \sigma_i^2, \quad (2.23)$$

где σ_i^2 – дисперсия в i -ой точке;

N_i – число импульсов в i -ой точке;

$I_i = N_i / \tau$ – число импульсов за секунду в i -ой точке – скорость счета.

Число сканов может быть различным (обычно 1-5 раз) и определяется статистической погрешностью. Если отсутствуют данные о составе, приготовлении, режиме обработки образца, рекомендуется провести предварительную съемку в режиме непрерывного сканирования, по которой

выбрать или уточнить параметры дальнейших измерений. Максимальная скорость сканирования – 50 град/мин. По окончании измерения сохранить данные. Для работы с программами комплекса PDWin сохраняются два файла:

- текстовый файл с расширением *.dsc с параметрами измерения;
- двоичный файл с расширением *.D01 - *.DNN, где NN- номер интервала, с массивами скоростей счета всех снятых интервалов сканирования.

Программа позволяет сохранить полученные данные в текстовых файлах с расширением *.txt или *.dbw для работы в других расчетных или сервисных программах. Программа позволяет просмотреть несколько отмеченных интервалов в одном окне, объединить их и запомнить как новый интервал. Рекомендуемый режим работы рентгеновских трубок – примерно половина мощности: $U = 25-40$ кВ; $I = 10-30$ мА. Такой режим определяется получением достаточно интенсивных линий при выбранных размерах щелей для данного образца и бережным отношением к трубке.

Исследование порошков карбида кремния

Немаловажную роль играют качество и свойства исходных компонентов. Как известно карбид кремния имеет более 250 кристаллических форм [3], которые можно разделить на три основные сингонии кристаллов - гексагональную, тригональную (α -SiC) и кубическую (β -SiC). Согласно [4] наибольшей теплопроводностью монокристалла обладает гексагональный политип 6H (490 Вт/(м·К)), следом за ним идут поли типы 4H (370 Вт/(м·К)) и 3C (360 Вт/(м·К)).

Однако в поликристаллических материалах имеются дополнительные источники рассеяния фононов в виде границ между кристаллитами SiC, межфазных границ и пор.

В данной работе были проведены рентгенофазовый исследования порошков карбида кремния зеленого различных производителей ZHY Foundry, Zhengzhou Onway, Saint-Gobain, Henan Hengxin Products Рентгенофазовый анализ был поведен на дифрактометре «D2 PHASER». Результаты исследований представлены в таблице 2.3.

Таблица 2.3 - Результаты рентгенофазового анализа карбида кремния

Производитель	Содержание фазы в %						
	SiC 4H	SiC 6H	SiC 8H	SiC 15R	Si	SiO ₂	C
ВАЗ	5	82	0	12	<1	<1	<1
ZHY Foundry	7	81	0	12	<1	<1	<1
Zhengzhou Onway	3	93	0	5	<1	<1	<1
Saint-Gobain	1.9	92.6	0	5.5	0	0	0
Henan Hengxin Products	2	93	0	5	0	<1	<1

По результатам проведенных исследований можно заключить, что наиболее качественными с точки зрения чистоты карбида кремния и содержания целевой фазы являются порошки компаний Zhengzhou Onway, Saint-Gobain и Henan Hengxin Products. Основным исходным сырьем был выбран карбид кремния зеленый марки 64С абразивного завода (ВАЗ), так как это единственный производитель карбида кремния в России.

Исследование образцов композитов SiC-Al

Рентгеновские дифрактограммы фиксировались в трех разных точках образца. Следует отметить, что рентгеновские дифрактограммы в разных точках каждого образца состава 50/63мкм (50%) – 5 мкм(50%) практически не отличались.

На рисунке 2.7 представлена характерная рентгеновская дифрактограмма опытного образца теплоотводящего основания для УЭМ из композита SiC-Al. По данным дифрактограммы в образце наблюдаются фазы: SiC и Al и Si.

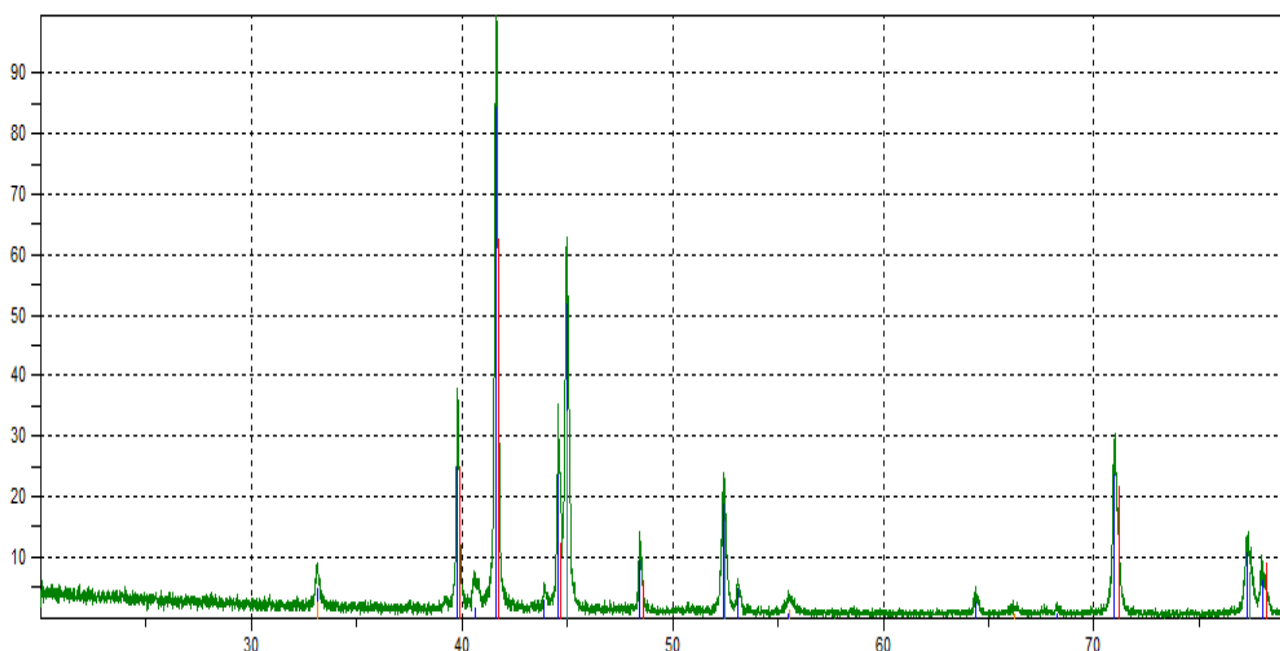


Рисунок 2.7 – Характерная рентгеновская дифрактограмма опытного образца теплоотводящего основания для УЭМ

Результаты количественного анализа опытного образца теплоотводящего основания для УЭМ представлены в таблице 2.4.

Таблица 2.4 - Результаты рентгенофазового анализа опытного образца теплоотводящего основания для УЭМ

Вес %	Химическая формула	Название	D_x	Сингония
62.88	SiC	Moissanite-6H, syn	3.239	Hexagonal
34.37	Al	Aluminum, syn	2.699	Cubic
2.74	Si	Silicon	2.329	Cubic

2.2.3 Определение плотности материалов

Измерение плотности образцов осуществлялось гидростатическим методом с помощью весов SHIMADZU и приспособления к ним UW620H SMK-101.

Плотность ρ определена следующей формулой:

$$\rho = m / V \quad (2.24)$$

где:

ρ – плотность; m – масса образца; V – объем (единица измерения ρ - г/см³).

Плотность может быть измерена несколькими методами. Данное приспособление, представленное на рисунке 2.8, позволяет измерять плотность как жидких, так и твердых образцов используя закон Архимеда (для измерения плотности жидких образцов необходим дополнительный груз).

Закон Архимеда:

На всякое тело, погруженное в жидкость или газ, действует выталкивающая сила, направленная вверх и равная весу вытесненной им жидкости или газа.

Измерение плотности твердых веществ.

Жидкость с точно известным удельным весом (дистиллированная вода, этанол и прочее), необходима для измерения удельного веса с использованием закона Архимеда. Вес образца измеряется в воздухе W_a и в жидкости W_l . Плотность образца вычисляется следующей формулой:

$$\rho = \rho_0 * (W_a / (W_a - W_l)), \quad (2.25)$$

где:

ρ – плотность образца; ρ_0 – известная плотность жидкости; W_a – вес образца в воздухе; W_l – вес образца в жидкости.

Результаты измерения этим методом зависят в основном, от измерения температуры. Причина в том, что плотность жидкости, которая используется для измерения плотности твердых образцов, изменяется согласно изменению температуры. Температурное изменение на 1°C вызывает изменение плотности жидкости на $1/1000$. Это вызывает изменение в третьем знаке после запятой для измеряемой плотности твердого образца. Соответственно, чтобы выполнить точное измерение плотности, необходимо ввести правильное значение плотности жидкости с учетом окружающей температуры.

Когда взвешивание выполняется в жидкости, выталкивающая сила, согласно закону Архимеда действует и на погруженную в жидкость платформу. Соответственно, жидкость должна быть залита заблаговременно, измерение веса образца в воздухе обязательно должно производиться с уже погруженной в жидкость нижней частью платформы. Влияние поверхностного натяжения может

быть проигнорировано, так как производится два измерения – в воздухе и в жидкости. Также рекомендуется использовать дистиллированную воду.

Плотность воздуха приблизительно $1,2 \text{ мг/см}^3$ (при нормальных условиях погоды). Это означает что эквивалентная выталкивающая сила, согласно закону Архимеда, всегда приложена к твердому телу в воздухе. Соответственно, если требуется точное измерение плотности образца (до третьего-четвертого знака после запятой) требуется учесть влияние выталкивающей силы в воздухе.

Рассчитанная плотность + $0,0012 \text{ г/см}^3$ (плотность воздуха) = плотность с учетом компенсации, согласно данным из таблицы 2.5.

Таблица 2.5 – Плотность и удельный вес воды

Температура, °С	Плотность d, г/мл	Удельный вес, (d/0,99997)*
18	0,9986	0,9986
19	0,9984	0,9984
20	0,9982	0,9982
21	0,9980	0,9980
22	0,9978	0,9978
23	0,9975	0,9976
24	0,9973	0,9973
25	0,9971	0,9971

*Значение 0,99997 использованное в формуле является плотностью воды при 4 °С



Рисунок 2.8 – Приспособление для измерения плотности к весам
UW620H (SMK-101)

2.2.4 Металлографические исследования

Исследование шлифов образцов различных материалов производилось на оптическом микроскопе Olympus BX-51. Методика устанавливает процедуру проведения исследований на металлографическом микроскопе Olympus BX-51 (рисунок 2.9).

Данный метод используется для проведения работы на микроскопе при отработке технологий изготовления материалов для твердотельной и вакуумной электроники, для контроля в процессе производства и контроле выпускаемой продукции.



Рисунок 2.9 – Внешний вид оптического микроскопа Olympus BX-51

Требования к образцам

Конструкция микроскопа предусматривает возможность исследования образцов, которые можно разместить на предметном столе. Образцы не должны превышать максимально допустимый вес – 500 г. Высота исследуемого образца не должна превышать 65 мм.

Назначение

Микроскоп предназначен для использования различных методов контрастирования и работы с флуоресценцией и дифференциально-интерференционным контрастом (ДИК).

Условия работы

Доступные методы наблюдения:

1. Отраженный свет, светлое поле.
2. Отраженный свет, темное поле.
3. Отраженный свет, метод Номарского DIC.

4. Отраженный свет, поляризованный свет.

Микроскоп сопряжен с компьютером и специальное программное обеспечение, позволяет производить обработку полученных изображений. Синхронизация микроскопа с компьютером производится с помощью программного обеспечения в среде операционной системы WINDOWS.

Проведение исследований в отраженном свете – светлое/темное поле

С помощью кнопки выбора зеркала выбрать наблюдение в светлом (BF) или темном (DF) поле. Переключить главный выключатель в положение «ON» (ВКЛ.). При необходимости сохранения изображения предварительно включается компьютер и запускается программа обработки изображения «Stream» Выдвинуть анализатор, поляризатор, фильтры и др. из светового канала. С помощью кнопки фильтров проверить ND фильтры. Используя кнопку светового пучка, выбрать направление светового пучка (только при тринокулярном тубусе). Положить образец на предметный столик с помощью пинцета. Операцию выполнять в перчатках, при необходимости предварительно протереть бязью, смоченной спиртом, исследуемый образец.

Револьвером объективов установить 10х объектив в рабочую позицию (под луч света). Рукоятками грубой/точной фокусировки отфокусировать образец. Настроить освещение ручками регулировки яркости. Используя бинокулярный тубус и регулятор диоптрий, настроить межзрачковое расстояние и при необходимости диоптрии. Ручками апертурной (AS) и полевой (FS) диафрагмы настроить апертурную ирисовую диафрагму и полевую ирисовую диафрагму. Открыть обе диафрагмы в режиме темного (DF) поля. Установить объектив в рабочую позицию (под луч света) и сфокусировать образец, используя револьвер объективов и рукоятки грубой/точной фокусировки. Установить необходимые фильтры. Рукояткой регулировки яркости отрегулировать освещение. Начать наблюдение.

Для отображения картинка на мониторе компьютера необходимо установить заслонку переключателя светового пучка в положение «Выдвинута» и

нажать пиктограмму «Live» в программном обеспечении. Сфокусировать образец по «живому» изображению на мониторе, затем произвести съемку кадра с помощью кнопки «Snap».

Произвести калибровку полученного изображения.

По окончании работы выключить программное обеспечение, микроскоп (перед выключением микроскопа интенсивность освещения вывести на минимальное значение) и компьютер. Револьвером объективов установить 5х объектив в рабочую позицию.

Опустить предметный стол на расстояние достаточное для извлечения образца. Извлечение образца с предметного стола производить с помощью пинцета в перчатках.

После получения необходимого изображения производится его обработка в графическом комплексе SIAMS.

Описание графического комплекса SIAMS

На сегодняшний день отработка и улучшение технологий производства многих материалов невозможны без изучения получаемой микроструктуры в ходе их изготовления. Контроль микроструктуры материалов непосредственно связан с получением высококачественной конечной продукции с соответствующими параметрами. Одним из современных способов металлографических исследований поверхности материалов является программное обеспечение «SIAMS».

Графический комплекс SIAMS предназначен для автоматизации металлографического анализа с целью оценки качества продукции и входного контроля материалов в соответствии с требованиями российских и зарубежных стандартов, а также индивидуальными требованиями предприятия.

На базе ПО SIAMS были разработаны методики исследований микроструктуры материалов, анализ которых требуется для осуществления входного и промежуточного контроля в процессе их производства в АО «НПП «Исток» им. Шокина». Разработанные методики предназначены для

автоматического распознавания, анализа элементов структуры и статистической обработки результатов.

Выбор метода подготовки может осуществляться по диаграмме, представленной на рисунке 2.10, на котором представлены различные материалы в зависимости от их физических свойств: твёрдости (ось X), хрупкости и пластичности (ось Y).

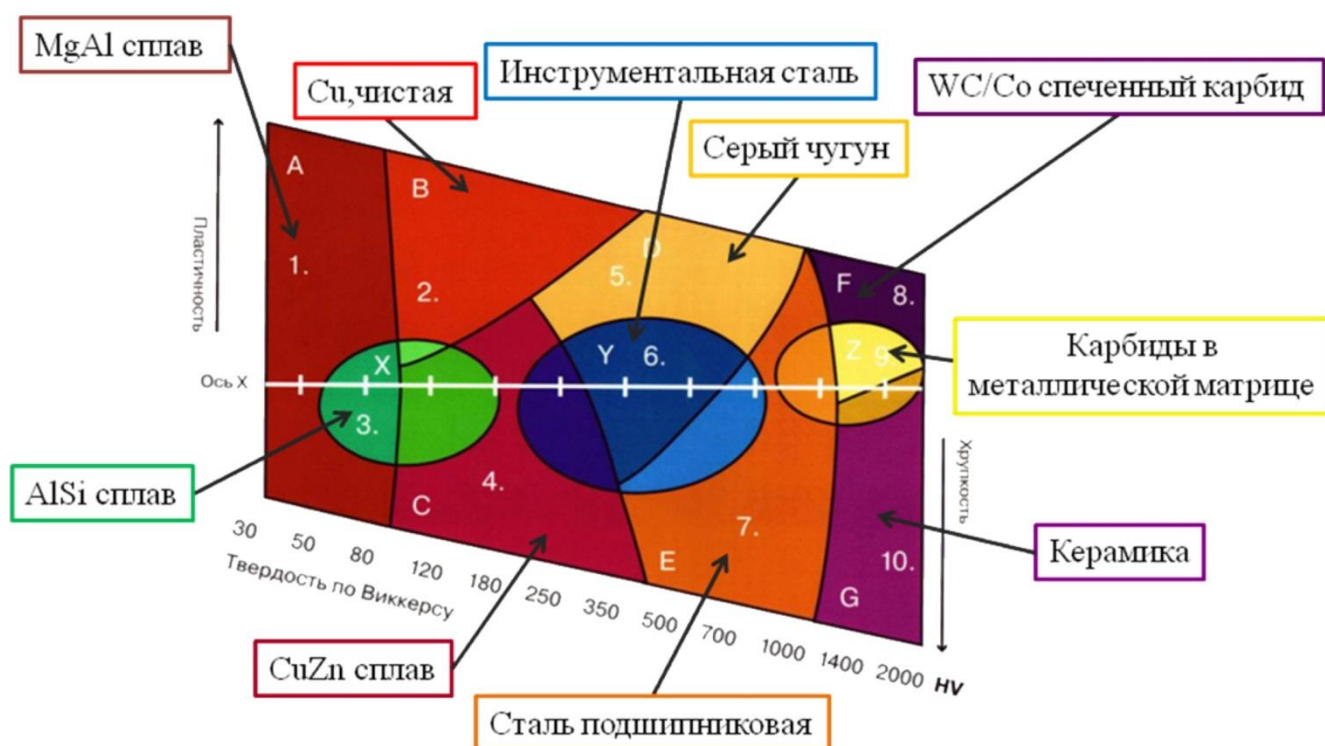


Рисунок 2.10 – Диаграмма зависимости физических свойств различных материалов

После подготовки образцов по выбранному методу делаются снимки при соответствующем для данной микроструктуры увеличении и далее эти изображения отправляются на обработку в ПО СИАМС, в котором произведена калибровка и синхронизация с увеличением микроскопа.

Обработка изображений в “SIAMS Photolab” производится цифровыми методами в цепочке взаимосвязанных ячеек, содержащих исходное изображение, результаты промежуточных этапов обработки, конечное обработанное изображение и результаты измерений в виде чисел, графиков и гистограмм. Внешний вид программного обеспечения представлен на рисунке 2.11.

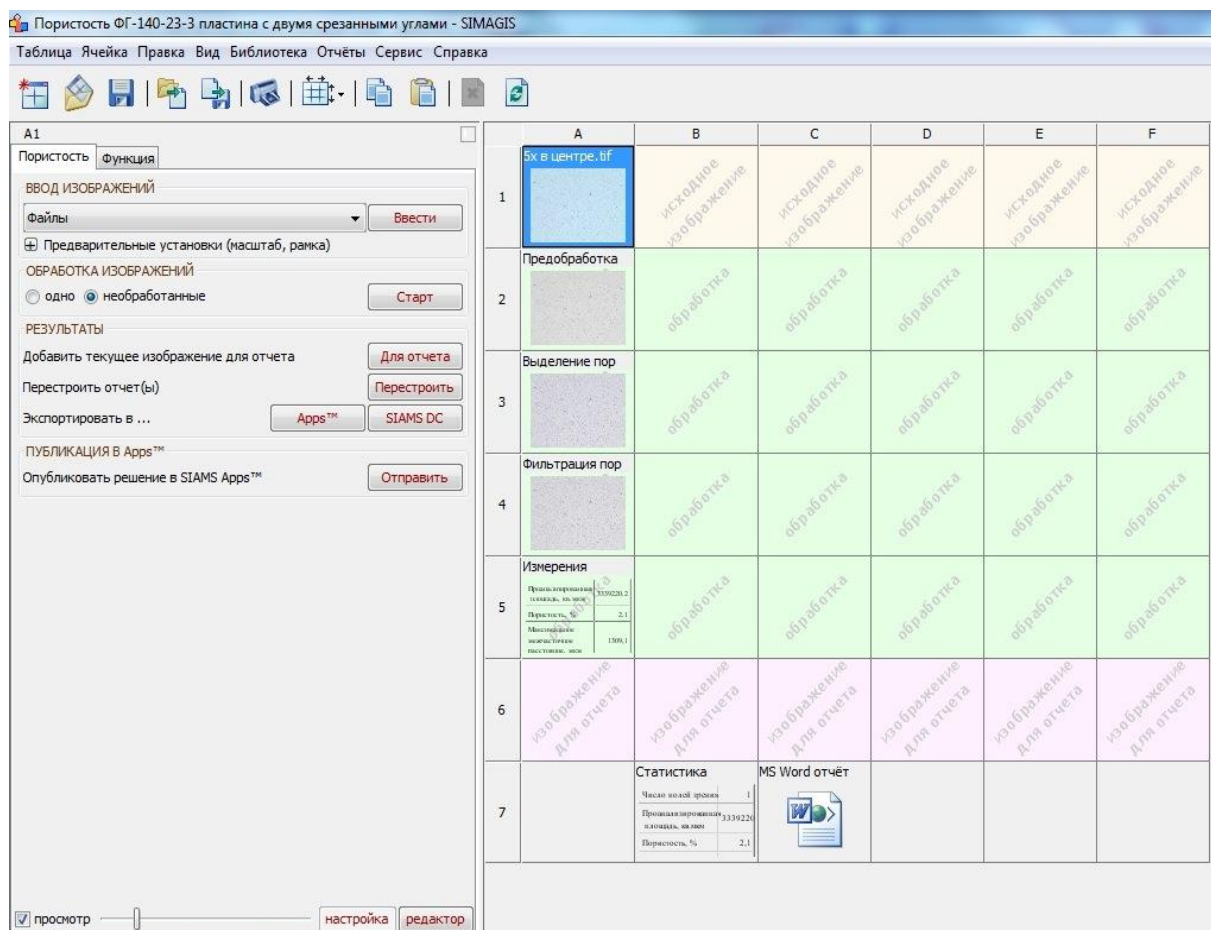

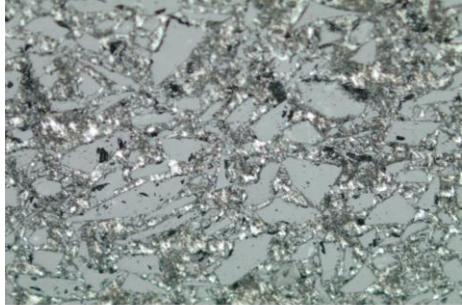

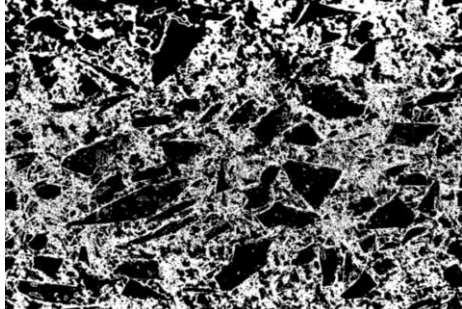

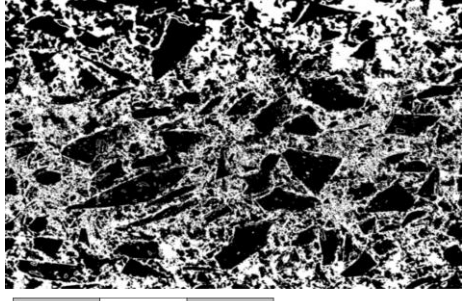

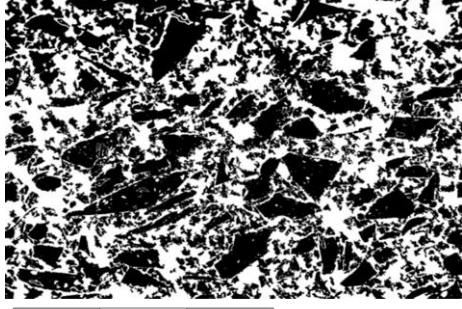



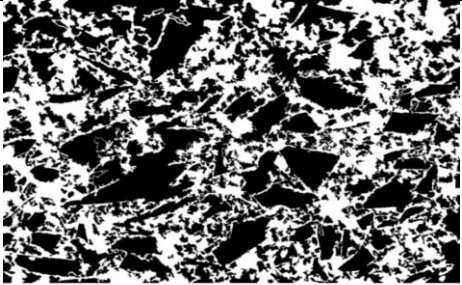



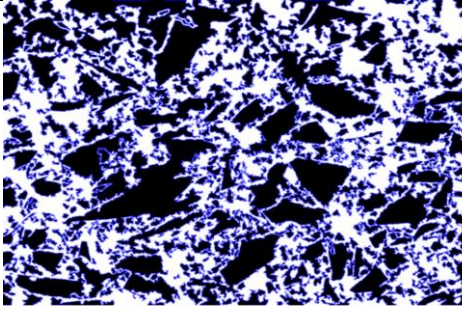

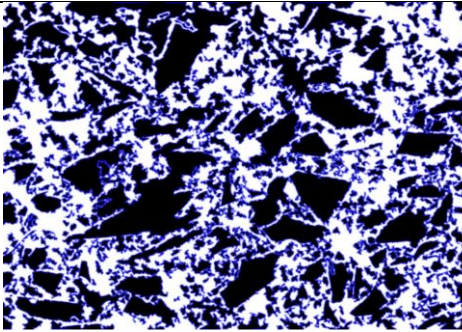

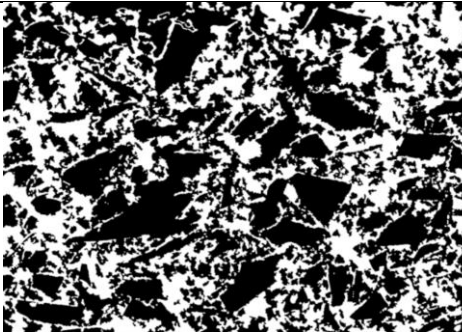
Рисунок 2.11 – Внешний вид программного обеспечения SIAMS

После создания цепочки для обработки нового образца по заданному алгоритму достаточно заменить исходное изображение.

Для композиционных материалов очень важно определять соотношение компонентов в структуре материала в связи с тем, что сами компоненты имеют разнородные свойства и вносят свое влияние в свойства конечного материала, и одним из способов определения этого соотношения является металлографический способ. Разработанная методика определения доли фазы Al в композите Al-SiC представлена в виде алгоритма в таблице 2.6.

Таблица 2.6 – Разработанный алгоритм операций обработки металлографических изображений для композиционных материалов

Наименование операции	Графическая изображение после обработки
<p>1. Получение шлифа SiC-Al</p> 	 <p>300 мкм</p>
<p>2. Пороговая сегментация</p> 	 <p>300 мкм</p>
<p>3. Заполнение</p> 	 <p>300 мкм</p>
<p>4. Заливка мелких пор</p> 	 <p>300 мкм</p>

<p>5. Удаление мелких частиц</p> 	 <p>300 мкм</p>
<p>6. Закрытие</p> 	 <p>300 мкм</p>
<p>7. Оконтуривание объектов</p> 	 <p>300 мкм</p>
<p>8. Открытие</p> 	 <p>300 мкм</p>
<p>9. Пороговая сегментация и расчет доли светлой фазы</p> 	 <p>300 мкм</p>

По разработанной методике был проведен расчет доли светлой фазы (Al) в композите, который составил 0,374. Полученные расчеты соответствует результатам рентгенофазовых исследований композита, что подтверждает пригодность метода для оценки фазового состава различных композиционных материалов.

Аналогичным методом был исследован и проведен фазовый анализ композита Al-C, представленный на рисунке 2.12.

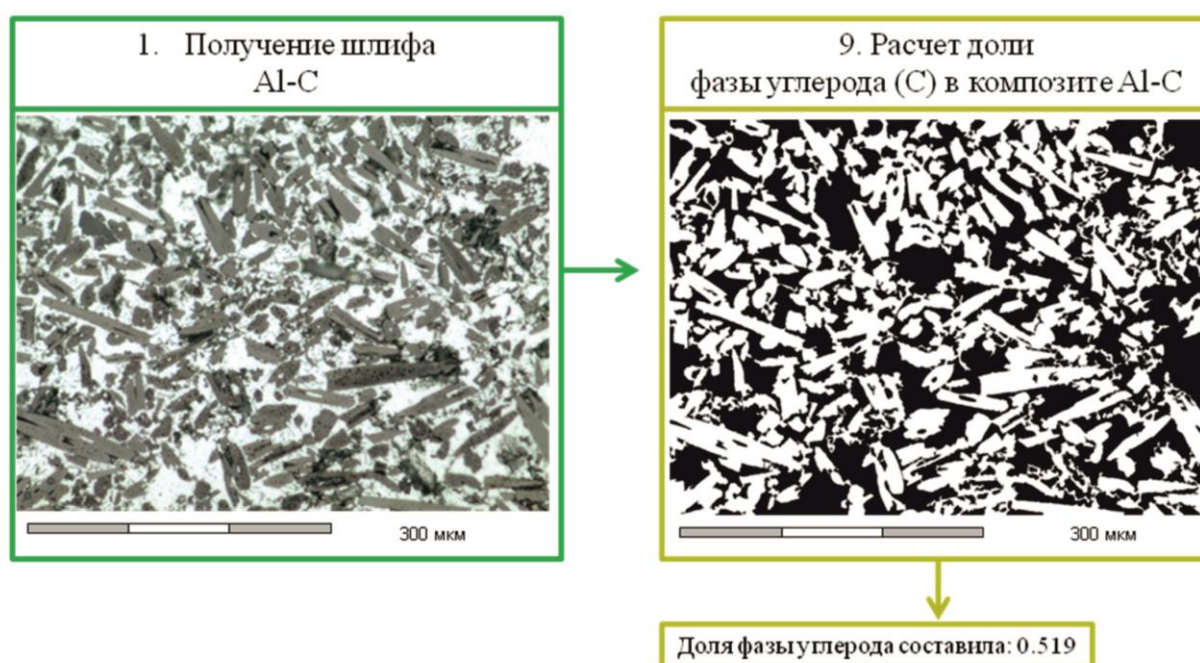


Рисунок 2.12 – Фазовый анализ композиционного материала и Al-C в ПО SIAMS

Композит состоит из алюминиевой матрицы и углеродного наполнителя в виде иголок. Доля фазы углеродного наполнителя составила 0,519.

Разработанные в данном ПО методики позволяют проводить исследования микроструктуры в образцах – определение размеров зёрен, определение пористости и процентное содержание фаз.

Проведение исследований поверхности материалов средствами современного программного обеспечения значительно облегчает процесс анализа изображений, позволяет существенно повысить уровень его автоматизации, в десятки раз сократить время, затрачиваемое на анализ, оптимизировать

технологии производства и увеличить выход годной продукции, исключить фактор риска использования материалов ненадлежащего качества в самом начале технологических процессов.

2.2.5 Измерение теплопроводности

Влияние исходных компонентов на теплоотводящие свойства

Использование компонентов с высокой теплопроводностью для изготовления теплоотводов еще не гарантирует высокую теплопроводность композита, так как требуется обеспечить низкое термическое сопротивление на границах раздела фаз. Известен ряд работ [5,6], в которых при попытке получения композита с высокой теплопроводностью из алмазных частиц на медной связке теплопроводность композита оказалась ниже или на уровне теплопроводности металла матрицы (390 Вт/м·К).

Тепло в SiC в основном проводится фононами, т. е. за счет колебаний атомов, а в алюминиевом сплаве — преимущественно электронами. В переходных зонах матрица/наполнитель (рис.1) идут процессы электрон-фононного (e-ph), электрон-электронного (e-e) и фонон-фононного (ph-ph) взаимодействия. Длина этих переходных зон соизмерима с длиной свободного пробега носителей в соответствующих массивных материалах при комнатной температуре: сотни нм для фононов в карбиде кремния [7] и 16 нм для электронов в алюминии [8].

В настоящее время общепризнано, что границы зерен играют значительную роль в теплопроводности композитов. Существование собственного термического сопротивления тесного контакта твердых тел авторы [9, 10, 11, 12] объясняют рассеянием электронов и фононов на границе раздела непрерывных сред. В реальных кристаллах рассеяние фононов, определяющее уровень теплопроводности, осуществляется следующими путями:

- рассеяние другими фононами (фонон - фононное взаимодействие);
- рассеяние дефектами кристаллической решетки;
- рассеяние примесными атомами;

– рассеяние на атомах изотопов, вызывающих флуктуации плотности.

Теплопроводность композита зависит также от размера частиц наполнителя. С уменьшением размера частиц в металлической матрице теплопроводность композита падает вследствие экстенсивного увеличения границы раздела наполнитель/матрица, имеющей определенное термическое сопротивление. Существует критический размер частиц наполнителя: при размере частиц карбида кремния ниже критического теплопроводность композита становится ниже теплопроводности матрицы –алюминиевого сплава. Для изолированных сферических частиц в матрице с более низкой теплопроводностью критический диаметр частиц наполнителя составляет [13]:

$$D = 2/G(\lambda_m^{-1} - \lambda_f^{-1}), \quad (2.26)$$

где G [Вт/м²·К] — тепловая проводимость границы раздела;

λ_m и λ_f [Вт/м·К] — коэффициенты теплопроводности матрицы (алюминиевый сплав) и наполнителя (SiC) соответственно.

Расчет по уравнению (2.26) для карбида кремния политипа 6(H) с теплопроводностью $\lambda_f = 490$ Вт/м·К в алюминиевой матрице сплава АК12ч ($\lambda_m = 195$ Вт/м·К) показывает, что критический размер частиц карбида кремния D составляет 5 мкм, при $G = 1,46 \cdot 10^8$ Вт/м²·К [14]. Учитывая наличие других политипов критический диаметр зерна соответственно возрастет. Таким образом, для изготовления с теплопроводностью не менее 180 Вт/м·К, при использовании монодисперсного наполнителя размер частиц карбида кремния, должен составлять приблизительно не менее 5 мкм, иначе изготовление композита теряет смысл ввиду его недостаточно высокой, по сравнению с материалом матрицы, теплопроводности.

Измерение теплопроводности методом вспышки

Теплопроводность характеризует процесс распространения тепла от более нагретой части тела к менее нагретой. Основными механизмами переноса

тепловой энергии в твердых телах являются электронный и фононный. Электронный механизм переноса тепла (электронная теплопроводность λ_e), который обусловлен свободными электронами, играет доминирующую роль в металлах. Фононный механизм, т.е. передача теплоты колебаниями кристаллической решетки (фононная или решеточная теплопроводность λ_p) характерна для диэлектриков. Явления переноса теплоты в полупроводниках сложнее, чем в диэлектриках и металлах. Здесь существенны оба названных вклада в механизм теплопроводности, а также существенным образом сказывается влияние примеси и других факторов.

Для определения теплопроводности использовался прибор XFA 500 фирмы Linseis. Прибор предназначен для исследования теплофизических свойств твердых материалов (металлы, керамики, полимеры и т.п.). Схематично устройство прибора показано на рисунке 2.13.

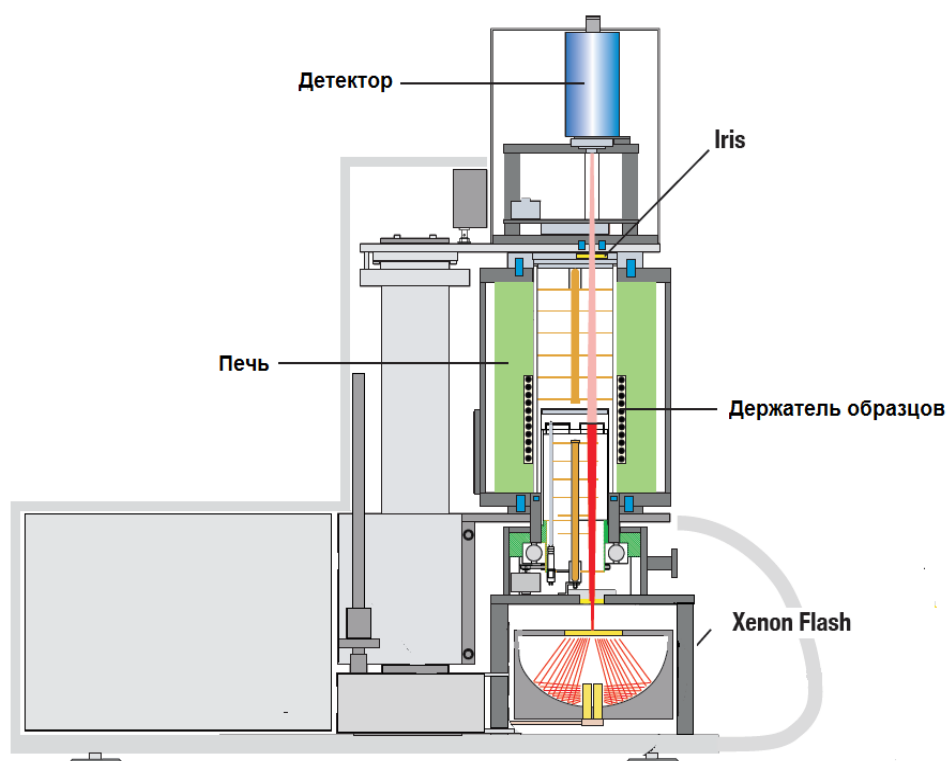


Рисунок 2.13 – Блок-схема прибора XFA 500

Измерение основано на методе вспышки. Метод измерений удовлетворяет требованиям ASTM E 1461 -01. Экспериментально измеряемой характеристикой тепловых свойств материала является его температуропроводность;

теплопроводность λ определяется на основе данных по температуропроводности и удельной теплоемкости c_p . Температурная зависимость теплопроводности λ определяется в соответствии с зависимостью (2.27).

$$\lambda(T) = a(T) \cdot \rho(T) \cdot c_p(T), \quad (2.27)$$

где a – температуропроводность,

$\rho = m/V$ - плотность,

c_p - удельная теплоемкость.

Удельную теплоемкость c_p можно также определить на приборе XFA 500 методом сравнения с тестовым образцом (т.е. с эталонным образцом, теплоемкость которого известна).

Образцы в форме шайбы помещаются в держатель образцов, который с помощью подъемной системы располагается в печи (конструкция держателя позволяет проводить одновременное измерение 6 образцов). После установления заданной температуры измерения фронтальная сторона пробы поглощает импульс ксеноновой лампы. После поглощения энергии образцом в нем происходит выравнивание температуры. При этом с помощью ИК-детектора регистрируется относительное изменение температуры на обратной стороне образца. Математический анализ этого изменения температуры со временем позволяет определить температуропроводность. При адиабатических условиях получают:

$$a = 0,1388 \cdot l^2 / t_{0,5}, \quad (2.28)$$

где l – толщина образца (в миллиметрах),

$t_{0,5}$ - время достижения 50% значения от максимальной температуры (в секундах).

Преимущество метода состоит в том, что обычно непростое измерение термических параметров, таких как абсолютная разность температур, заменяются на более точные измерения времени относительного повышения температуры.

Для испытаний готовят образцы цилиндрической формы (диаметр = 12.7 мм, высота образца определяется толщиной макетного образца). На образцах не должно быть сколов и трещин. Торцы образцов должны быть параллельными, отклонение от плоскости не должно превышать 0.01 мм. Толщина образца является важной составляющей точного измерения. Измерение толщины выполняется три раза, результаты усредняются. Измерение проводят при помощи штангенциркуля.

На обе поверхности образца наносится тонкое графитовое покрытие.

Проведение испытаний:

1. Включить прибор за 30 мин до начала испытаний.
2. Дальнейшие операции проводить в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации XFA 500.
3. Испытания проводят в автоматическом режиме не менее чем на двух образцах.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов, полученных после испытаний двух и более образцов одного изделия.

Результат выражают с точностью, установленной в нормативной документации на изделие.

2.2.6 Измерение прочности на изгиб

Прочность на изгиб определяется в соответствии с ГОСТ 18228-94. Макетные образцы из композита SiC-Al считаются выдержавшими испытание, если величина усилия, под действием которого образец разрушается, не менее 250 МПа.

Методика испытаний полностью изложена в ГОСТ 18228-94.

Определение физико-механических характеристик материала SiC-Al при растяжении и трехточечном изгибе проводили на универсальной испытательной машине Zwick/RoellZ020 (рисунок 2.14).



Рисунок 2.14 – Универсальная испытательная машина Zwick/Roell Z200

Описание универсальной испытательной машины Zwick/Roell Z200

Универсальная испытательная машина на растяжение, сжатие и изгиб для полимеров, композиционных материалов, волокон и тканей Zwick/Roell Z200 позволяет проводить испытания на растяжение, сжатие, изгиб образцов из полимерных материалов, пластмасс, испытания волокон, тканей и композиционных материалов на их основе.

Рабочее пространство (ШхВ): 440 x 1795 мм;

Скорость перемещения траверсы: 0,0005...1000 мм/мин во всем диапазоне нагружения;

Машина укомплектована:

- датчиком силы F_{max} 20 кН, класс точности 0,5 не хуже в диапазонах: от 400 Н до номинала, и класс 1 от 80 Н до номинала;

- датчиком силы номинальной нагрузки 1 кН класс точности 0,5 не хуже в диапазонах: от 20 Н до номинала и класс 1 от 4 Н;

- автоматическим датчиком продольной деформации с контактным измерением удлинения образца с автоматической установкой/снятием щупов на образец;

- база измерения от 5 до 700 мм;

- разрешение не хуже 0,02 μm ;
- класс точности 0,5;
- датчиком поперечной деформации с контактным измерением удлинения образца интегрированным в датчик продольной деформации;
- усилие контакта датчика с образцом не более 0,5...0,7 N;
- ширина образца 10...25 мм, толщина 0...4 мм.

В работе были проведены механические испытания композиционного материала SiC-Al, результаты которых представлены в таблице 2.7.

Таблица 2.7 – Результаты механических испытаний образца SiC-Al

Техническая характеристика	Данные, полученные для образца SiC-Al
Модуль упругости 1-го рода, ГПа	171
Прочность при растяжении, МПа	240
Прочность при изгибе, МПа	442

2.2.7 Метод определения элементного состава вещества на установке «РАМ 30 μ »

На микроскопе-микронзондовом рентгеновском (РМ) аналитическом «РАМ-30 μ » осуществляется проведение многоэлементного анализа веществ и рентгенографических исследований микрообъектов (общий вид представлен на рисунке 2.15). Микроскоп реализует рентгеноспектральный флуоресцентный (РСФА) и рентгенографический методы анализа, относящиеся к неразрушающим аналитическим методам. Диапазон определения содержаний химических элементов: $^{11}\text{Na} \div ^{92}\text{U}$. Измерения производятся в точке или по площади путем сканирования. При сканировании с использованием РСФА метода можно получать информацию о распределении химических элементов по изучаемой площади, одновременно рентгенографический метод позволяет получить распределение плотности по площади объекта или в точке.

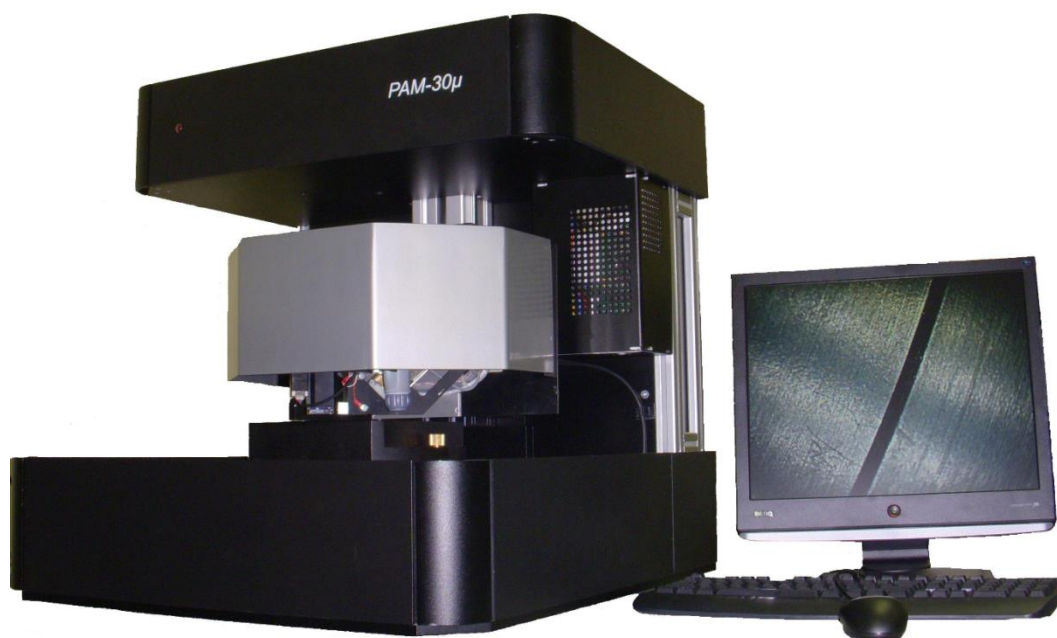


Рисунок 2.15 – Общий вид микроскопа-микронзондового рентгеновского аналитического «РАМ-30μ»

Принцип действия РМ

В основу работы РМ положены неразрушающие методы исследования – рентгеноспектральный флуоресцентный (РСФА) и рентгенографический. Измерения могут проводиться в точке, путем сканирования по точкам и непрерывно по строкам.

Флуоресцентное рентгеновское излучение, содержащее характеристические линии элементов, возбуждается при облучении вещества первичным рентгеновским излучением. В качестве источника первичного рентгеновского излучения используется рентгеновская трубка с боковым выходом. Излучение от рентгеновской трубки попадает на пробу через коллиматор.

Вторичное излучение регистрируется детектором, сигнал с которого обрабатывается электронной схемой. В результате формируется гистограмма, в которой отдельные пики соответствуют характеристическим линиям элементов, амплитуда пиков пропорциональна интенсивности излучения. Дальнейшая математическая обработка позволяет определить качественный и количественный состав образца по зарегистрированному спектру.

Основные технические характеристики:

- количество каналов регистрации рентгеновского излучения - 2, рентгеноспектральный энергодисперсионный и рентгеночувствительный;
- разрешение энергодисперсионного детектора по линии марганца - не более 150 эВ, максимальная загрузка при сохранении разрешения - 50 кГц;
- минимальный размер зонда – 30 мкм;
- точность установки предметного стола - не хуже 10 мкм;
- перемещение по осям X и Y - ± 75 мм;
- перемещение по оси Z - 50мм;
- напряжение анода рентгеновской трубки, максимальное - 45кВ, максимальная мощность - 500вт, материал анода – Мо;
- интерфейс связи с ПК: USB, RS 232;
- материал фильтров: 0.05 мм Zr; 0.01 мм Ti; 0.02 мм Nb; 0.02 мм Ag; 0.02 мм, 0.3 мм Al; 0.1 мм, 0.04 мм Cu; 0.02 мм Ni; ПВХ.
- радиационная безопасность - мощность эквивалентной дозы в рабочем положении РМ во всех доступных точках на расстоянии 0,1 м от поверхности защитных устройств РМ составляет не более 1,0 мкЗв/ч.;
- требования к компьютеру: IBM совместимый ПК; операционная система Windows XP, 2000, 7;
- габаритные размеры - 615x660x655 мм;
- вес – 70 кг;
- потребляемая мощность без ПК и вакуумной станции – 1 кВт;
- потребляемая мощность вакуумной станции – 300 Вт. Зависит от типа вакуумного насоса.
- механизм смены первичных фильтров позволяет выполнять автоматическую смену 10-ти фильтров и установить свинцовую заглушку.

Требования к пробам

Микроскоп используется для изучения в лабораторных условиях состава подготовленных материалов, а также порошковых, предварительно спрессованных проб. Конструкция РМ предусматривает возможность

исследования проб, которые можно разместить на предметном столе. Пробы небольшого размера и толщиной до 50 мм размещаются на подставке. Пробы толщиной от 50 до 100 мм размещаются на предметном столе при снятой подставке.

Способы изучения образцов

В РМ реализовано два способа изучения образцов:

- возбуждение и регистрация рентгеновской флуоресценции;
- измерение рентгеновского потока, проходящего через исследуемый образец - рентгеноскопия.

Проведение измерений возможно как в точке, так и по площади методом сканирования. Сканирование выполняется по строкам в непрерывном и дискретном режимах.

2.3 Выводы по главе

В диссертационной работе автором были изучены и отработаны методики исследования ряда эксплуатационных свойств композиционных материалов (ТКЛР, плотность, прочность на изгиб), а также рентгеновские методы контроля фазового состава и однородности распределения компонентов композитов. Разработана методика обработки получаемых графических изображений микрошлифов композитов SiC-Al и Al-C в программном обеспечении «SIAMS», которая позволяет производить количественный фазовый анализ.

Изучение и контроль свойств получаемых материалов, особенно на этапе разработки, является одним из важнейших инструментов отработки технологических процессов.

ГЛАВА III. ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ МЕДИ

Получение высококачественных конструкционных материалов из композитов на основе системы Cu-Mo с заданными свойствами является достаточно сложным. Трудности получения композитов связаны с большими различиями свойств меди и молибдена, а также из-за необходимости учета влияния таких факторов, как размер частиц, равномерность распределения частиц порошка меди и молибдена, точность регулирования и поддержания температуры спекания, соблюдение режимов нагрева, выдержки и охлаждения.

Для подчеркивания различий в способах получения в сравнении со стандартными металлургическими способами получения сплавов (как правило, связанными с кристаллизацией из расплавов) в отечественной литературе для таких металлических композитов используется специальное название - псевдосплавы.

3.1 Исходные компоненты

Медь и молибден значительно отличаются друг от друга по основным физико - механическим свойствам, как видно из данных, представленных в табл. 3.1, относительно невелико только различие в плотности. Важнейшая характеристика механических свойств - модуль упругости (Юнга) - у меди почти в три раза ниже, чем у молибдена. Температура плавления меди в два с половиной раза ниже, чем молибдена. Коэффициент теплопроводности меди втрое выше коэффициента теплопроводности молибдена. ТКЛР меди в три раза выше, чем молибдена. Удельная электропроводность меди в два с половиной раза выше, чем молибдена. Условный предел прочности на разрыв меди в отожжённом и неотожжённом состоянии примерно в два с лишним раза ниже, чем у молибдена в таких же состояниях. Необходимо отметить, что механические свойства молибдена весьма сильно зависят от способа его получения (например, плавка,

порошковая металлургия), - а также от толщины заготовки. В литературе [15,16] эти вопросы изложены детально.

Медь с молибденом и вольфрамом не образуют растворов, имеют широкую область несмешиваемости в жидком состоянии и не образуют промежуточных фаз. Диаграммы состояний этих систем представлены на рис.3.1.

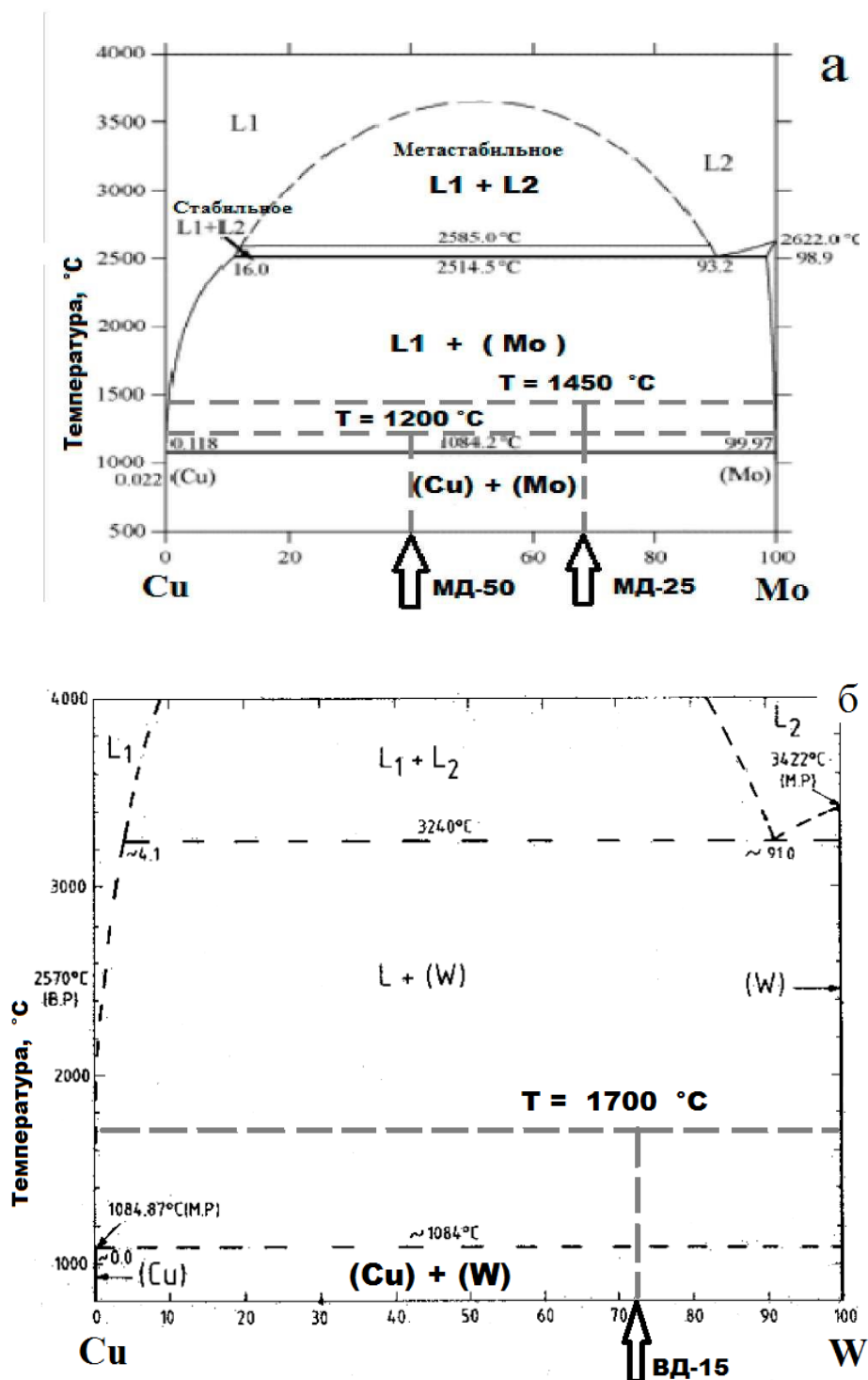


Рис. 3.1 Расчетные диаграммы фазового равновесия системы медь-молибден (а) и медь - вольфрам (б, при P >100 атм.) [16]

1. Медные порошки имеют дендритную структуру, размер дендритов достигает 45 мкм, порошок содержит до 0,3 % кислорода, что требует введения операции восстановления порошка в проточном водороде для удаления кислорода. Без этой операции спрессованный штабик при спекании потерял бы свои механические свойства, став хрупким и непригодным для дальнейшей обработки. Важным является выбор температуры и длительность восстановления. При ведении этого процесса при излишне высокой температуре произойдет спекание порошка в прочные куски, которые с большим трудом поддаются дроблению и последующему рассеву до нужной фракции. Такое же влияние оказывает длительность восстановления, оказывающая влияние на степень восстановления оксида меди.

2. Молибденовый (вольфрамовый) порошок имеет размер частиц, более чем на порядок меньше размера частиц медного порошка. Другой важной особенностью этих порошков является обязательное требование несферичности каждой отдельной частицы порошка.

По используемой технологической схеме средний размер частиц молибденового порошка колеблется от партии к партии от 2,28 мкм до 4,63 мкм. Размер частиц медного порошка колеблется также в значительных размерах. Частицы размером менее 71 мкм могут составлять от 91 до 97 %, а частицы размером менее 45 мкм могут составлять 70 и 75 %

Насыпной вес молибденового порошка от партии к партии колеблется от 1,33 до 1,8 г/см³. Насыпной вес медного порошка колеблется от 1,72 до 1,9 г/см³. Для усреднения состава порошка, медные и молибденовые порошки подвергают рассеву на сите с размером ячейки 45 мкм. Хотя частицы молибденового порошка имеют максимальный размер не более 5 мкм, рассев производится с целью удаления крупных инородных частиц. Все перечисленные характеристики порошков и штабиков накладывают дополнительные ограничения на степень вмешательства в действующую технологию изготовления штабиков [17].

3.2 Технология изготовления композитов на основе системы Cu-Mo

На рисунке 3.2 представлена существующая технология изготовления штабиков композитов.

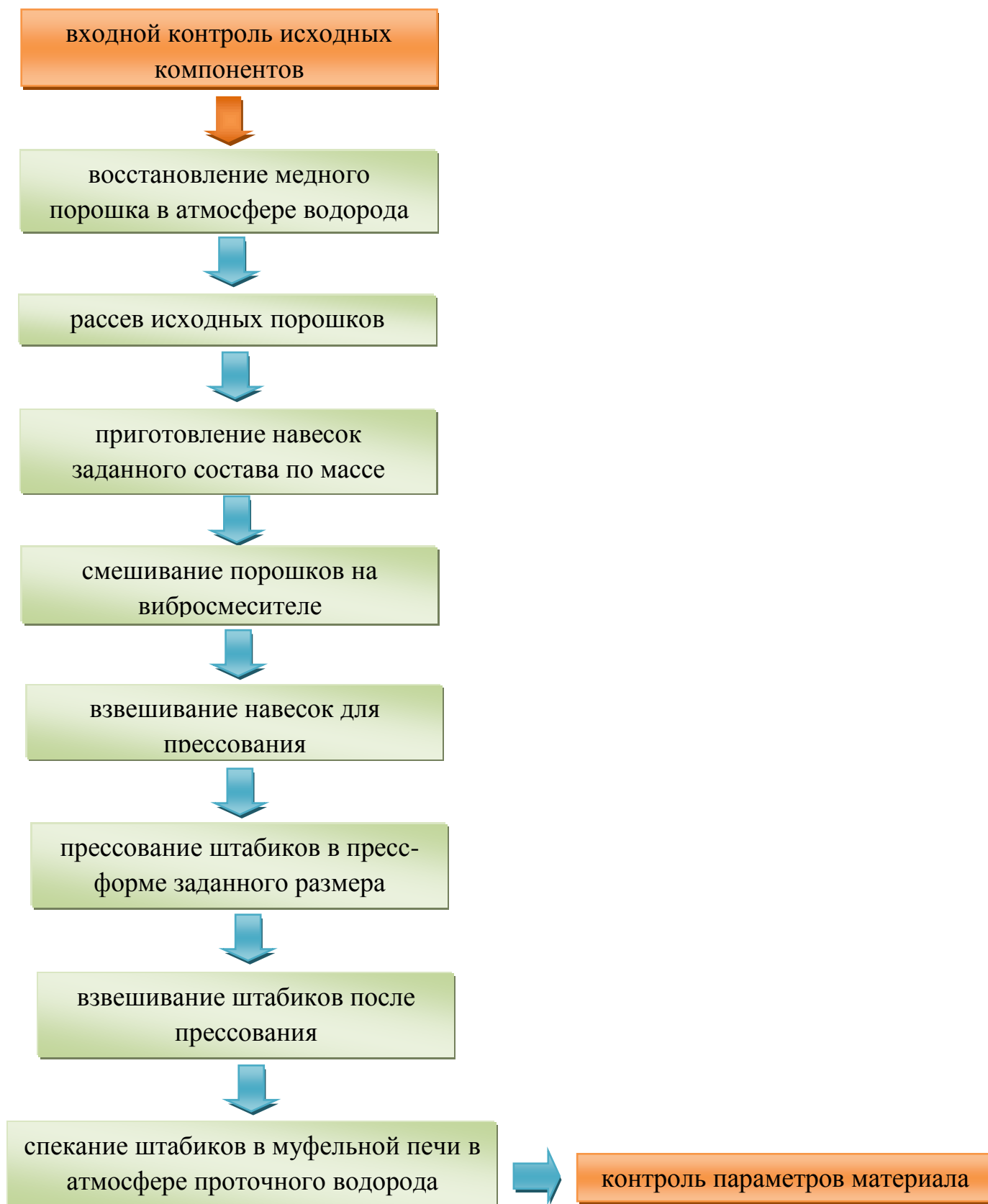


Рисунок 3.2 – Существующая технология изготовления штабиков Cu-Mo

Технологический процесс производства начинается с восстановления порошков путём нагрева в атмосфере водорода в проточно - водородных печах. Необходимость этой операции вызвана довольно высоким, особенно в меди, содержанием кислорода, зачастую длительным периодом хранения на складе поставщика и иногда ненадлежащими условиями хранения (высокая влажность, резкие колебания температуры и др.). Температура и длительность спекания различны для разных партий порошков и составляют по температуре от 450 до 550 °С, по времени от 20 до 40 минут. Степень восстановления порошков контролируют визуально по цвету восстановленных порошков.

С целью получения однородных по гранулометрическому составу порошков и исключения попадания инородных частиц производится рассев восстановленных порошков на виброситах.

Восстановленные и просеянные порошки поступают на приготовление навесок. Масса навески каждого порошка определяется составом композита. Навески исходных порошков поступают на смешивание, которое ведётся в два этапа. Первый этап - смешивание на вибросмесителе. Длительность смешивания зависит от состава и партии порошков и составляет от 10 до 20 минут. Второй этап - смешивание на валковой мельнице. Порошки после вибросмесителя засыпают в барабан специальной конструкции с находящейся внутри барабана крыльчаткой особой формы и размера. Барабан герметично закрывают и ставят на валки. Длительность смешивания также зависит от состава и партии порошков и составляет от 6 до 12 часов.

При смешивании порошков и подготовке их к прессованию не допускается применение разного рода смазок для улучшения прессуемости, так как практически все они содержат углерод, как, например, стеарат цинка и другие органические или металлоорганические соединения. Хотя медь и не взаимодействует с углеродом, но она образует с цинком твердые растворы, которые, с одной стороны, существенно меняют её свойства, а с другой - цинк является вредной примесью в случае применения псевдосплавов в электровакуумных СВЧ - приборах.

Применение углеродсодержащих смазок вредно и для молибдена (вольфрама), так как углерод взаимодействует с молибденом (вольфрамом), образуя твердые растворы и карбиды, присутствие которых в псевдосплаве значительно ухудшит его обрабатываемость.

После перемешивания шихту высыпают из барабана и производят взвешивание навесок для прессования. Масса навески зависит от заданной массы и размеров штабика. Точность взвешивания составляет ± 10 г.

Полученные навески поступают на прессование на гидравлический пресс давлением прессования (по манометру) до 400 атм. Давление прессования зависит от марки композита, размера и массы штабика и составляет от 40 до 100 атм. Для снижения влияния сил трения в процессе прессования между порошками и стенками пресс-формы, практикуют смазывание этиловым спиртом внутренней поверхности пресс-формы и верхнего пуансона. Спирт после прессования быстро и полностью испаряется со стенок пресс-формы и поверхности штабиков, не оказывая никакого влияния на процесс спекания. Применение спирта существенно снижает трение и неоднородность прессовок по плотности.

С учетом имеющегося технологического оборудования для прессования применяется только осевое прессование, что накладывает известные ограничения на форму и размеры получаемых штабиков. Известно, что при осевом прессовании в принципе нельзя получить плотность прессовки, близкую к теоретической плотности материала. Такое возможно только в случае изостатического прессования, которое предусматривает использование современных специализированных установок.

Контроль свойств принято проводить по весу, химическому составу и внешнему виду спеченных штабиков. Выход годных штабиков, изготовленных по этой технологической схеме, составлял 40...50%. Дальнейшие работы, нацеленные на увеличение выхода годного и снижение брака готовых пролётных труб из-за пористости материала, были направлены на изыскание способов повышения плотности штабиков.

После прессования каждый штабик контролируют на отсутствие расслоев, сколов и проверяют геометрические размеры. Спрессованные штабики помещают и хранят в азотном шкафу. Срок хранения до спекания не должен превышать 72 часа. Спрессованные штабики спекают в проточно - водородных муфельных печах в специальных лодочках, изготовленных из никеля или молибдена в зависимости от марки композита и температуры спекания. С целью повышения равномерности спекания штабиков их засыпают прокаленным алундовым порошком в качестве инертного наполнителя, обеспечивающего однородные термические условия. Спекание может быть одно- или двухступенчатым. Температура и длительность спекания определяются маркой псевдосплавов, а также зависят от колебаний гранулометрического состава и насыпного веса поступающих партий порошков.

После спекания и охлаждения в «холодильнике» (водоохлаждаемая зона) печи в течение заданного времени лодочки со штабиками вынимают, очищают от алунда и передают на контроль. Каждый штабик после спекания проверяют на отсутствие «выпотеваний» (наплывов на поверхности) меди, трещин и сколов, кроме того проверяются размеры штабика, равномерность окраски и цвет штабика. Спеченные штабики подвергают 100% контролю по величине удельной электропроводности, которая косвенно характеризует плотность штабиков. При этом в качестве критерия отбраковки учитывается минимальное значение величины удельной электропроводности.

В результате были внесены в технологию следующие дополнительные операции (рисунок 3.3):

- контроль каждого штабика после прессования на отсутствие расслоений;
- контроль каждого штабика после спекания на отсутствие «выпотеваний» меди, сколов и трещин;
- холодная допрессовка штабиков после спекания, иногда двукратная с промежуточным отжигом в водороде;
- выборочный контроль штабиков на плотность и величину удельного электрического сопротивления.

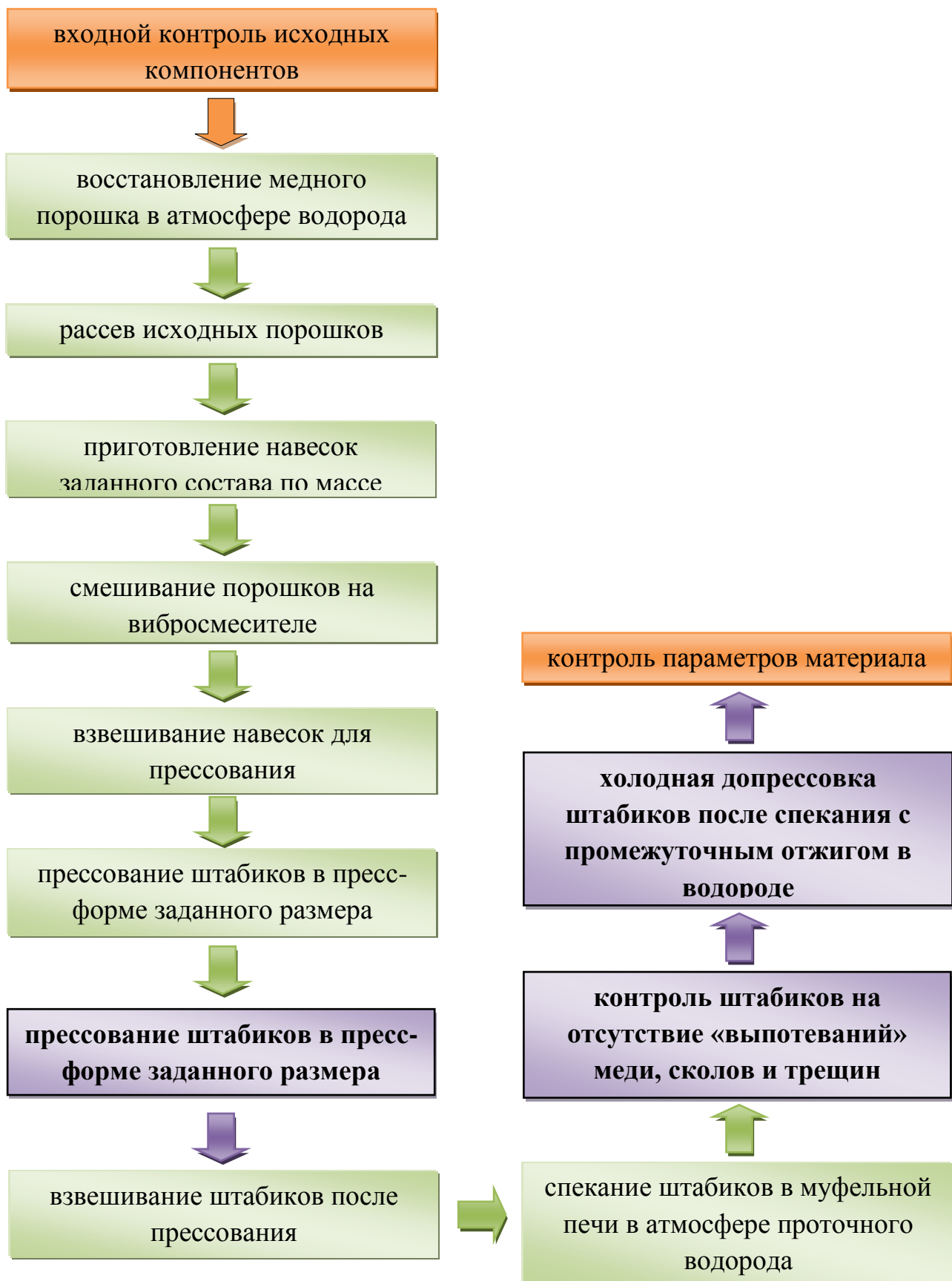


Рисунок 3.3 – Технология изготовления штабиков Cu-Mo с дополнениями

Внедрение этих изменений и дополнений в технологию производства штабиков позволило повысить выход годного до 85%, величина удельного электрического сопротивления штабиков МД-50 стала составлять

35,2...37,6 МСм/м. На рисунках 3.4 и 3.5 представлены фотографии микрошлифов композита медь-молибден МД-50 (медь – 50 %, молибден – 50 %.), полученного по действующей и улучшенной технологии производства соответственно.

Исследование и контроль свойств композитов, как межоперационный, так и конечный, является важнейшим условием получения качественного материала. Металлографические исследования продолжают оставаться мощным и эффективным средством контроля качества продукции. При этом контролируется распределение фаз в композите, наличие пор.

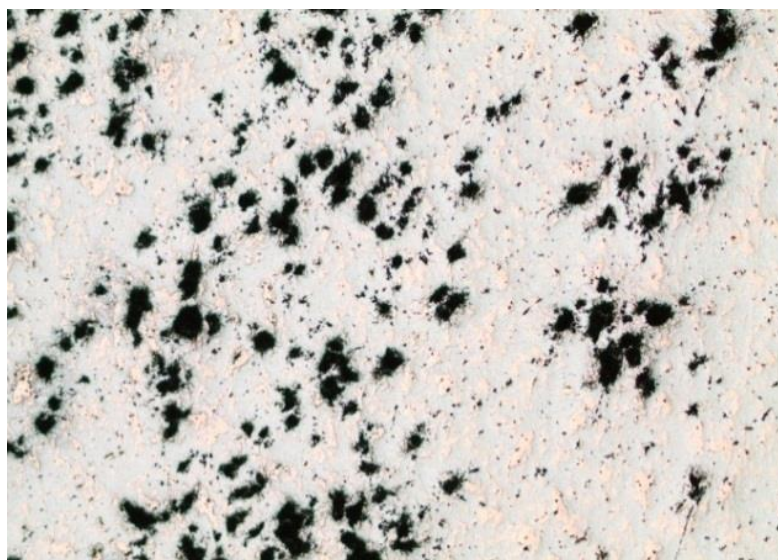


Рисунок 3.4 – Фотография микрошлифа композита МД-50, увеличение 200 крат (стандартная технология производства)



Рисунок 3.5 – Фотография микрошлифа композита МД-50, увеличение 200 крат (улучшенная технология производства)

Введение дополнительных операций позволило повысить плотность материала, что подтверждается фотографией (рисунок 3.4).

С целью максимального сохранения положительных свойств меди и молибдена ранее были предложены композиционные материалы (псевдосплавы) из смеси порошков меди и молибдена. После спекания композит представляет собой гетерогенную смесь, каждый компонент которой сохраняет свои специфические свойства. Изменяя соотношение между содержанием меди и молибдена, можно получить композиты с различными значениями ТКЛР, плотности, электропроводности и электроэрозионной стойкости. В настоящее время изготавливают псевдосплавы с содержанием молибдена от 20 % до 91,5 %.

Учитывая, тот факт, что потери давления при прессовании пропорциональны площади стенок матрицы, необходимо также тщательно подходить к выбору высоты штабика для получения наиболее равномерного распределения плотности в вертикальной и горизонтальной плоскости. В то же время приходится выбирать оптимальную высоту штабика, чтобы сохранить необходимую производительность и возможность снижения затрат, которые могут обеспечить получение штабиков с остаточной пористостью менее 1%, в результате этого - повысить величины электропроводности и плотности.

При нагреве прессовок увеличение температуры и длительности спекания заметно повышает это сцепление. В процессе нагрева штабика, имеющего после прессования довольно высокую остаточную пористость 42%, после спекания имеет остаточную пористость, сниженную до величины 4%. При увеличении времени и температуры спекания сцепление частиц порошка заметно увеличивается, так что первоначальная пористая масса прессовки превращается в достаточно плотный штабик, имеющий определенные механические свойства. При благоприятных условиях, т.е. при соответствующей температуре и времени нагрева, конечная плотность может быть очень близкой к плотности компактного металла. Интересно отметить, что такое явление наблюдается независимо от того, был или не был порошок предварительно спрессован, и известно под названием спекание. Спекание в общем смысле можно охарактеризовать как операцию

термической обработки свободно насыпанного или уплотненного конгломерата частиц порошка с целью улучшения его свойств в результате сцепления или сваривания частиц порошка, или того и другого вместе.

Процесс спекание порошков включает два вида явлений: а) сцепление или приваривание частиц и б) изменение формы частиц, облегчающие их дальнейшее сцепление. Спекание не может происходить вне процесса “а”, а при отсутствии процесса “б” невозможно уплотнение порошка. Отдельные частицы могут сцепляться, но порошок в целом уплотняться не будет.

Практически можно принять, что при любом упрочнении конгломерата частиц, независимо от его уплотнения, происходит спекание. При значительном внешнем давлении сцепление и уплотнение возможны даже, когда не происходит никаких других внутренних процессов, кроме пластической деформации. Например, можно сварить металлические поверхности или уплотнить брикет из порошка, воздействуя на них внешней ударной нагрузкой (“сварка взрывом”). Можно, таким образом, различать два типа поведения порошков при спекании: а) когда деформация, обеспечивающая уплотнение конгломерата частиц происходит за счёт внутренних напряжений в нём самом и б) когда деформация осуществляется приложением внешних нагрузок. В обоих случаях сцепление между поверхностями частиц является необходимым условием спекания.

В общем виде явления, происходящие в неспрессованном конгломерате частиц меди при нагреве в чистом сухом водороде, подчиняются следующим закономерностям:

1. При определённой температуре прочность, тепло - и электропроводность порошка начинают повышаться. Это соответствует увеличению сцепления между соприкасающимися частицами.

2. По мере повышения температуры или времени выдержки прочность брикета непрерывно увеличивается. Причём, повышение температуры более эффективно, чем увеличение времени выдержки.

3. Скорость упрочнения в начале нагрева значительно выше, чем в конце; при больших выдержках упрочнение нарастает очень медленно.

4. Если после продолжительной выдержки при данной температуре нагреть заготовку до более высокой температуры, скорость упрочнения вновь повысится.

5. Обычно упрочнение сопровождается уменьшением пористости

6. При определенной температуре начинается рост зёрен; в итоге их размеры могут превысить размеры исходных частиц. Как правило, эта температура значительно выше, чем в случае литого и ковального (компактного) металла.

7. Контуры микроскопических пор сглаживаются; по мере спекания они стремятся к сферической форме.

В процессе спекания наблюдаются, как минимум, два явления: 1) уменьшение общей пористости или собственно уплотнение, и 2) сглаживание внутренней поверхности пор. В принципе каждое явление может происходить независимо одно от другого. Однако, при нормальном спекании оба явления происходят одновременно.

При спекании псевдосплавов с высоким содержанием молибдена или вольфрама температуру спекания приходится повышать до значений, превышающих температуру плавления меди; так что на этом этапе спекания процесс происходит в присутствии жидкой фазы (меди). В этом случае по мере повышения температуры спекания и, как следствие, увеличения жидкотекучести меди, последняя заполняет поры, увеличивая плотность штабика.

Образовавшийся при этом «скелет» из частиц меди или вольфрама определяет механическую прочность и ТКЛР композита. В то же время медь, заполняющая поры между частицами тугоплавкого металла, обеспечивает тепло – и электропроводность композита, а также повышает его плотность. Поэтому при изготовлении композитов, содержащих свыше 20 % тугоплавкого порошка (молибдена или вольфрама), как правило, применяют присадки, например никель, которые образуют твёрдые и жидкие растворы с каждым из компонентов композита.

Кроме штабиков АО «НПП «Исток» им. Шокина» выпускает псевдосплавы в виде полос и пластин различного сортамента посредством многократных

горячей и холодной прокатки штабиков с промежуточными обезжириваниями и отжигами в водороде.

Плотность материала достигаемого после этой операции значительно повышается. Однако для ряда специальных изделий, изготовленных из проката композита МД-50 актуальными остаются проблемы связанные с наличием в них внутреннего напряжения и анизотропностью свойств в получаемом материале. Согласно проведенным исследованиям, подробно описанным в отчете [18], внутреннее напряжение в прокате композитов подтверждается проведенными исследованиями зависимости относительного термического удлинения и ТКЛР от направления прокатки. В интервале температур 20-350 °С величина ТКЛР максимальна и больше на 11 %, чем этот же показатель измеренный вдоль направления прокатки. ТКЛР поперек направления прокатки превышает этот показатель измеренный вдоль направления прокатки начиная с 200 °С (на 0,02 %), при температуре 350 °С отклонение составляет 0,04% (рисунок 3.6).

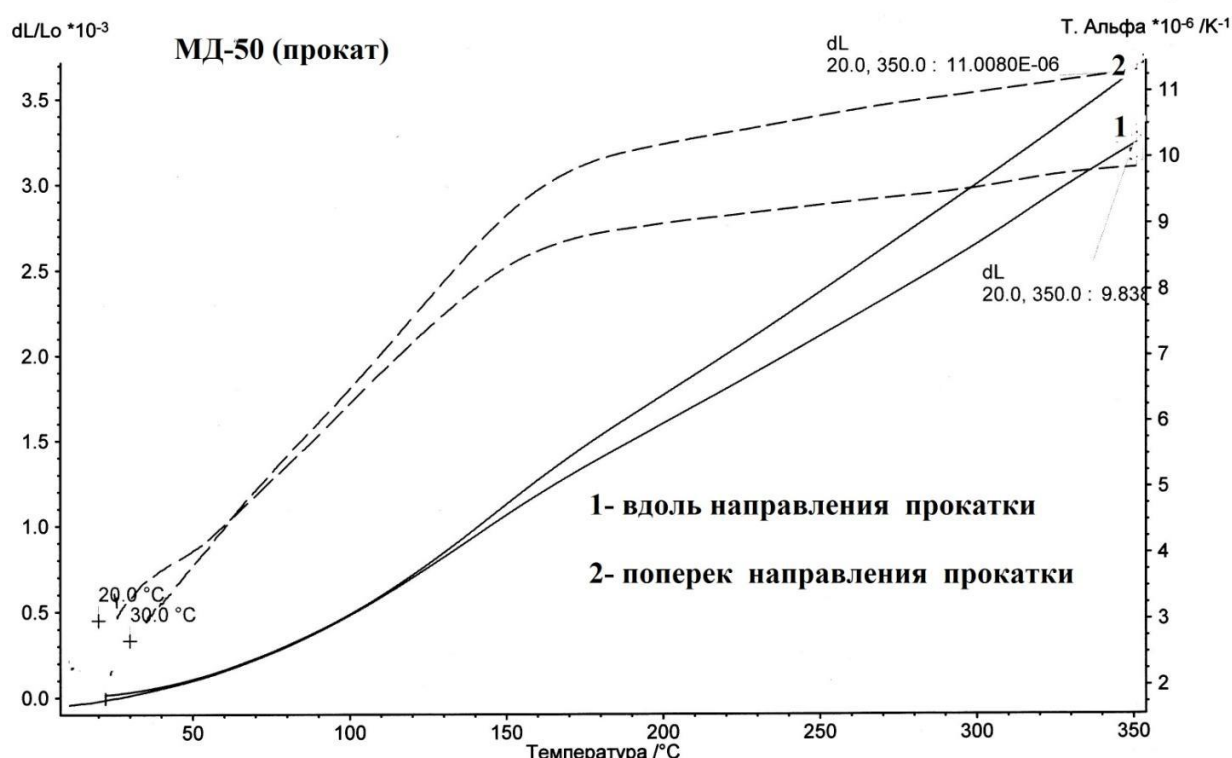


Рисунок 3.6 – Температурная зависимость относительного удлинения dL/Lo и ТКЛР (Т.Альфа, пунктир, правая шкала) образцов композита МД-50 после прокатки в зависимости от направления

Вместе с тем, как это видно на рисунке 3.7, температурное поведение ТКЛР образцов полученных с использованием прокатки и осадки спеченного материала значительно отличается, несмотря на одинаковую плотность – 9,47 г/см³. Это может свидетельствовать о влиянии на ТКЛР, кроме плотности, также и текстуры получаемых композитов.

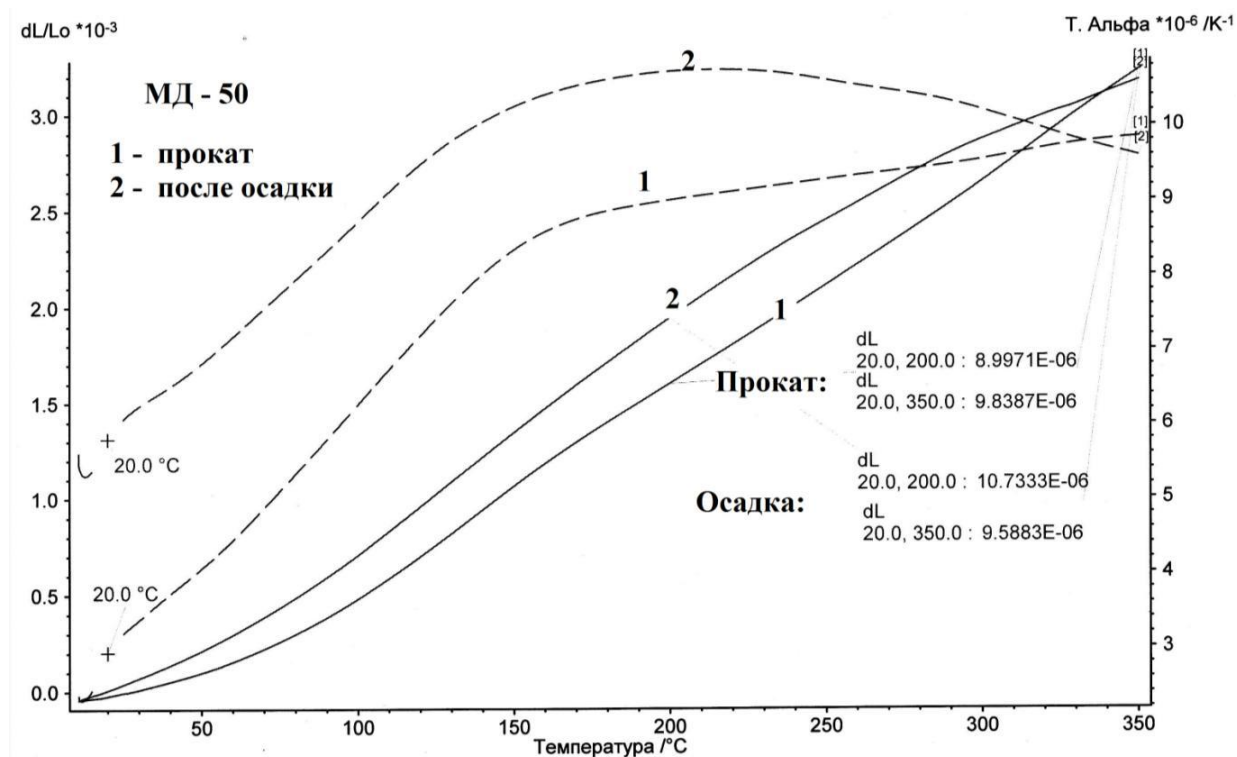


Рисунок 3.7 – Температурная зависимость относительного удлинения dL/L_0 и ТКЛР (Т.Альфа, пунктир, правая шкала) композита МД-50, полученного по разработанной технологии после проката (1) и осадки(2)

В работе [18] также проведен ряд экспериментов с участием автора, с использованием горячего прессования данного композита и измерений твердости, после различных видов деформационной обработки материала. Ряд экспериментов показал, что после операции прокатки сохраняется текстура материала, ведущая к анизотропии его свойств. Этот параметр может отрицательно влиять при использовании материала для согласования по ТКЛР с другими материалами. В частности для субмодулей АФАР необходимо согласование материала теплоотводящего основания с материалом

низкотемпературной совместно-обжигаемой керамики. Неравномерное температурное изменение композита может привести к возникновению напряжений в керамики и последующему ее разрушению.

В настоящее время изделия из композитов систем Медь-Молибден и Медь-Вольфрам востребованы при производстве более чем 30 видов специальной продукции оборонного назначения в СВЧ - приборах для систем наведения и связи (на рисунке 3.8 представлены фотографии изделий).

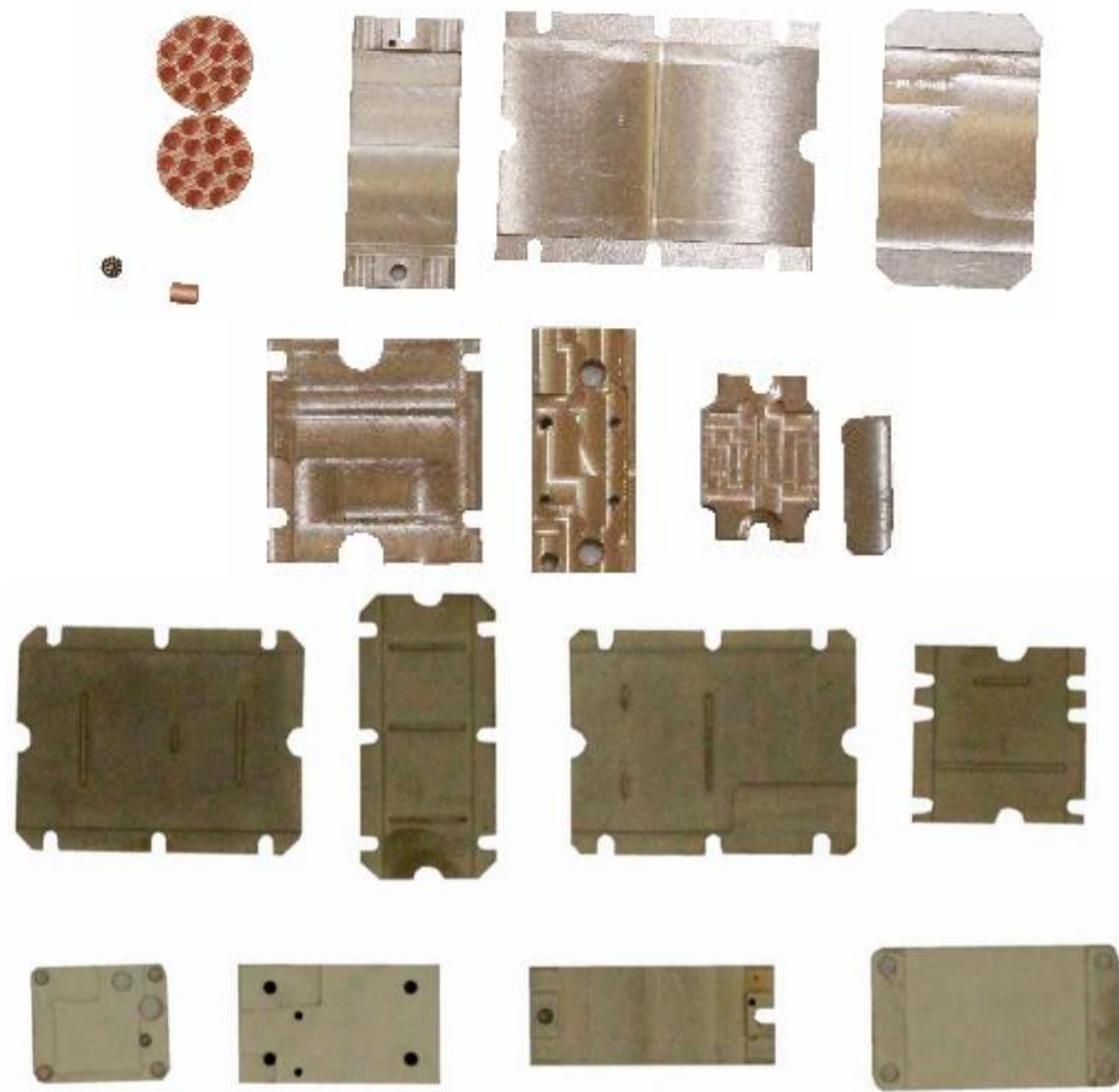


Рисунок 3.8 – Детали СВЧ-приборов из композитов МД-50, МД-25, ВД-15

В ходе работы автором получены различные составы композиционного материала SiC-Cu и проведены аналитические исследования. Измерение ТКЛР

образцов SiC-Cu проводились на установке DIL 402 C в среде аргона. Скорость нагрева составляла 5 °С/мин. Температурный диапазон измерения ТКЛР составляет 20...250 °С.

Исследование образцов SiC-Cu различных составов позволило получить кривые зависимости ТКЛР от температуры, представленные на рисунке 3.9.

Из графика видно, что с уменьшением в композите медной составляющей ТКЛР материала уменьшается. Также на графике приведены данные по дилатометрии материала медь-молибден (МД-50) и меди вакуумной плавки (МВ). Стоит отметить, что состав SiC – Cu 45/55 имеет ТКЛР в диапазоне 20...150°С меньше, чем медь-молибден. Конструкционный композиционный материал системы SiC-Cu также легче материала медь-молибден. Плотность композиционного материала SiC-Cu составляет 5...7,5 г/см³, плотность МД-50 - 9...10 г/см³. Данное преимущество позволяет использовать композит SiC-Cu в системах, чувствительных к весу.

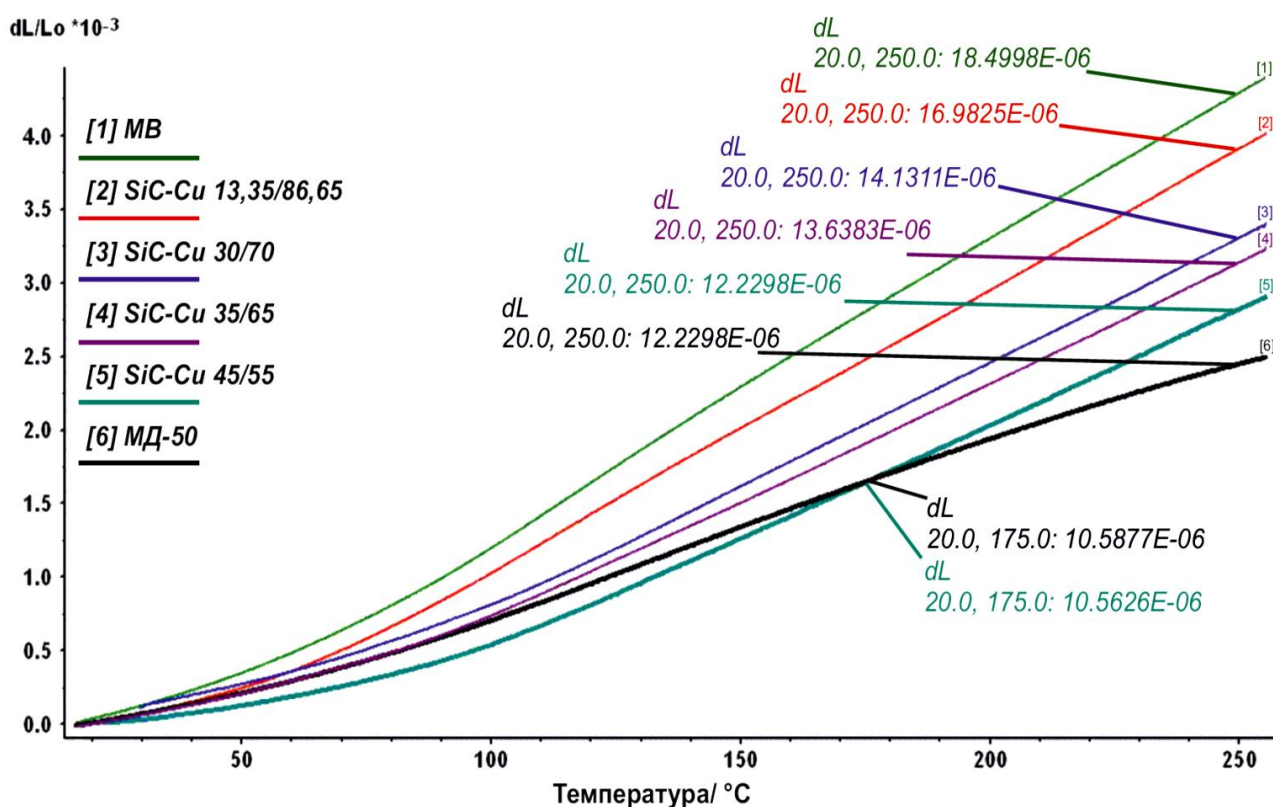
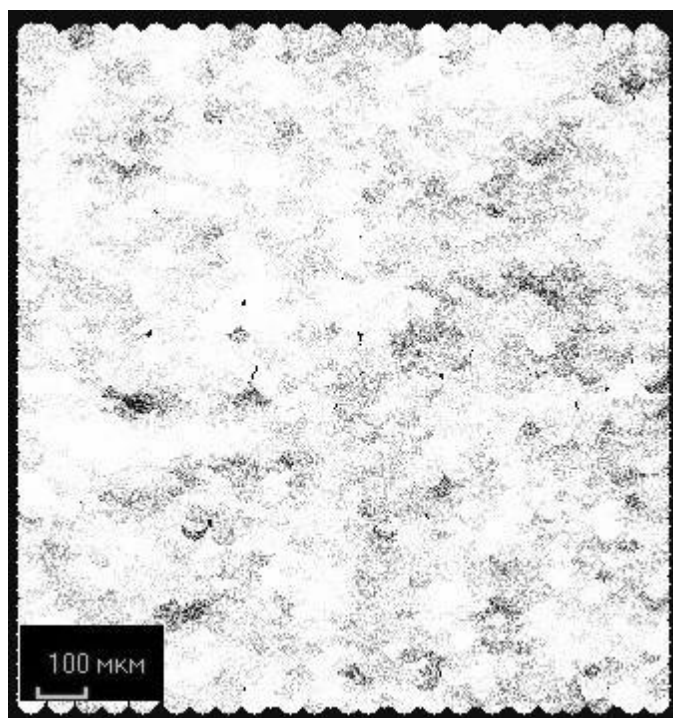


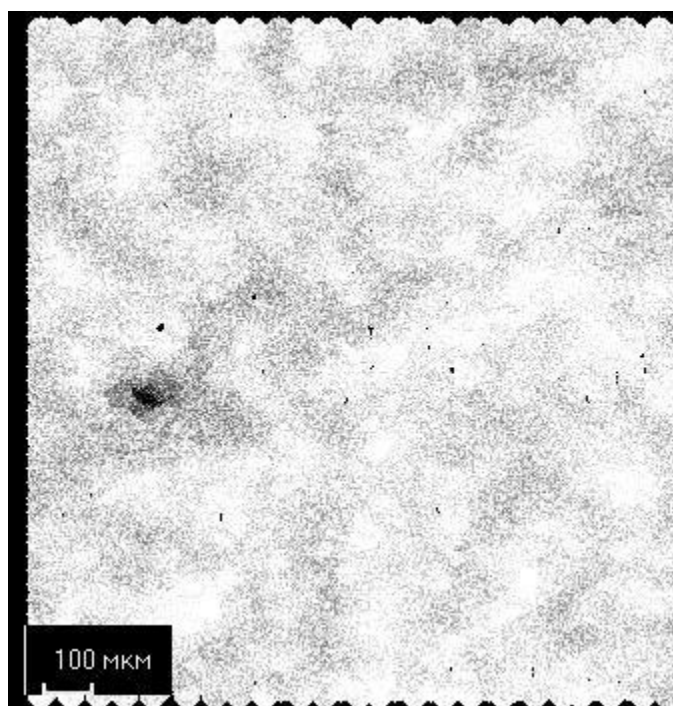
Рисунок 3.9 – График зависимости ТКЛР различных композитов SiC-Cu от температуры

3.3 Исследования однородности распределения фаз в штабиках рентгенофлуоресцентным методом

Для проверки эффективности смешивания и однородности распределения дисперсной фазы в псевдосплавах МД-50, получаемых на имеющемся оборудовании, проведены исследования образцов с помощью рентгеновского аналитического микроскопа «РАМ 30μ». В основу его работы положены неразрушающие методы исследования - рентгеноспектральный флуоресцентный (возбуждение и регистрация рентгеновской флуоресценции) и рентгенографический (измерение рентгеновского потока, проходящего через исследуемый образец). При использовании микроскопа в режиме элементного микроанализа его программное обеспечение обеспечивает изучение распределения отдельных химических элементов или групп по площади объекта (элементное картирование). Результаты исследований могут быть представлены для определяемого элемента в виде гистограмм или рентгеновского изображения, изменяющаяся интенсивность цвета на котором указывает на однородность распределения элемента на выбранном для исследования участке. При проведенных рентгеновских исследованиях размер зонда составлял 30 мкм, напряжение анода рентгеновской трубки составляло 30 кВ, ток – 1000 мкА. Регистрация рентгеновского излучения проходила при загрузке от 17 256 до 18 824 импульса в сек. На рисунке 3.10 представлены рентгеновские изображения образца композита МД-50, полученного по существующей технологии. Как видно из приведенных изображений, используемые способы перемешивания не обеспечивают однородного распределения компонентов. Как известно, это может также повлиять на пористость материала, как видно на фотографии (рисунок 3.11) основное количество пор размещается в зонах концентрации дисперсной фазы.



а



б

Рисунок 3.10 – Рентгеновское изображение (элементное картирование) участка образца композита МД-50, полученного по стандартной технологии, с распределением молибдена (а) и меди (б)

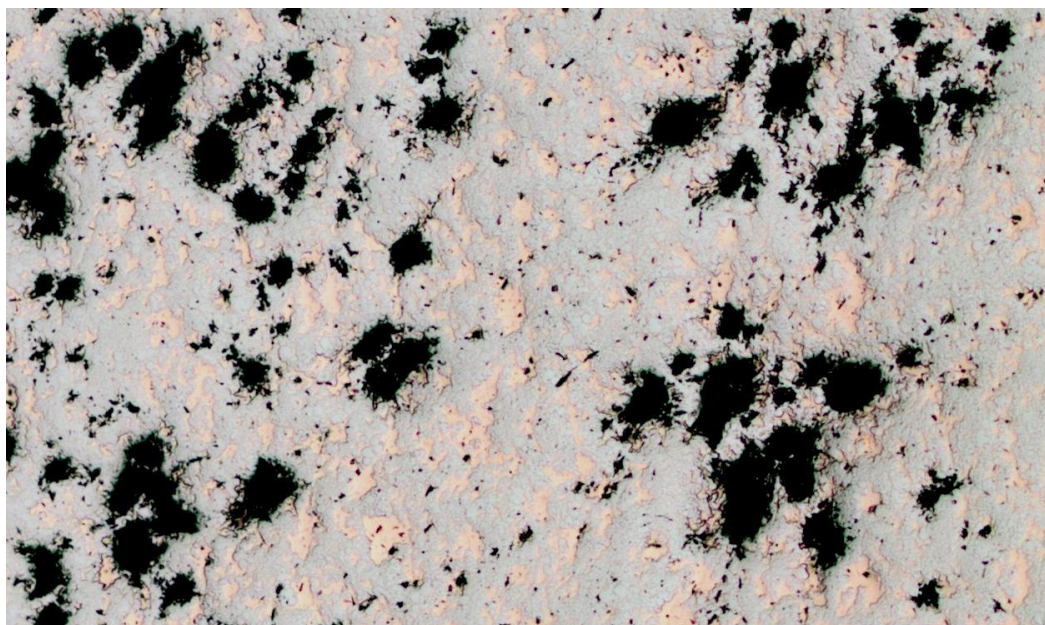


Рисунок 3.11 – Микроструктура участка образца МД-50 (получен по существующей технологии) с повышенным содержанием пор (x300)

Использование более интенсивного перемешивания обеспечивает более однородное распределение компонентов. На рисунке 3.12 представлены рентгенографические изображения образца композита МД-50 полученного из шихты подвергавшейся дополнительному (по отношению к существующей технологии) перемешиванию. Процесс перемешивания проводили в турбулентном смесителе в течение 60 минут.

Необходимо отметить, что рентгенографический флуоресцентный метод анализа не применялся ранее для определения однородности композитов рассматриваемых систем. С учетом полученных данных можно сделать вывод о возможности его использования в качестве экспресс-метода определения однородности распределения компонентов. При разработке соответствующей методики и наличии эталонных образцов этот метод может быть рекомендован в качестве метода контроля качества конечной продукции.

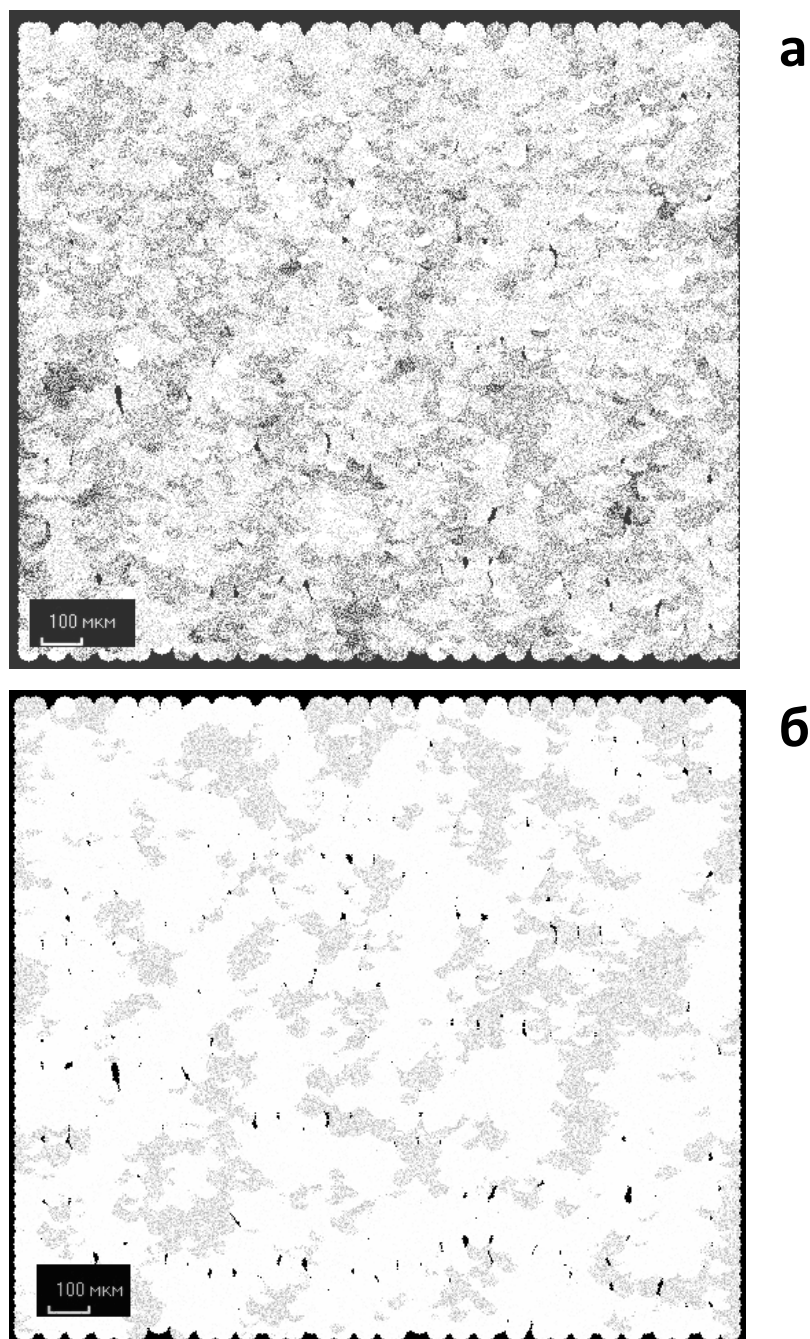


Рисунок 3.12 – Рентгеновское изображение (элементное картирование) участка образца композита МД-50, полученного по стандартной технологии с дополнительным перемешиванием, с распределением молибдена (а) и меди (б)

3.4 Выводы по главе

Усовершенствованная технология производства композитов на основе систем Cu-Mo и Cu-W позволила улучшить характеристики изготавливаемого материала, а также повысить выход годной продукции до 85%.

Проведенные рентгенофлуоресцентные исследования по элементному картированию образцов показали возможность экспрессного использования этого метода для определения однородности распределения компонентов в композитах на основе системы Cu-Mo.

На сегодняшний день АО «НПП «Исток» им. Шокина» выпускает широкий спектр высококачественных изделий из композитов на основе систем Cu-Mo и Cu-W для систем наведения и связи в приборах военного назначения.

В настоящее время автором ведутся разработки по получению композиционных материалов, среди которых особое место занимает медь-карбид кремния (SiC-Cu). Создание технологии производства таких материалов крайне необходимо для промышленности, поскольку они обладают уникальным комплексом свойств, таких как высокая теплопроводность, согласованность по ТКЛР с функциональными материалами электроники и т.д.

ГЛАВА IV. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ

Глава посвящена разработке технологии производства металломатричных композиционных материалов на основе алюминия методами обработки давлением и инструмента для ее реализации.

Система алюминий-карбид кремния является двухфазной. Одна фаза – металлическая матрица алюминиевого сплава (АК12ч), вторая – карбид кремния, имеющий преимущественно гексагональную кристаллическую решетку (6Н). В качестве матрицы композита был выбран алюминиевый сплав. Этот сплав имеет высокую теплопроводность 230 Вт/м·К, низкую плотность 2,7 г/см³ и низкую стоимость. К его недостаткам необходимо отнести высокий ТКЛР – $23 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$. Это один из важнейших параметров разрабатываемого материала, поскольку он должен быть согласован с ТКЛР приборов ($5 \dots 8 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$) фиксируемых на теплоотводящие основания. Поэтому выбирая наполнитель композита, необходимо выбрать материал с низким ТКЛР. В качестве наполнителя был выбран SiC, ТКЛР которого составляет $4 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$, а теплопроводность достигает 400 Вт/м·К. Выбор в качестве наполнителя SiC с решеткой 6Н обоснован его наибольшей теплопроводностью. При концентрации SiC 63 об.% в композите материал согласован с низкотемпературной совместно обжигаемой керамикой по ТКЛР, и имеет теплопроводность 180 Вт/(м·град), плотность - 3,0 г/см³. Это в 3,3 раза меньше, чем у сплава медь-молибден [19].

Известно, что при изменении концентрации SiC в алюминиевом сплаве можно получить материалы с широким диапазоном эксплуатационных характеристик таких как, ТКЛР= $5 \dots 11 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$, плотность 2,7...3,2 г/см³, теплопроводность 140...200 Вт/м·К. Сочетание таких свойств делают его идеальным материалом для теплоотводящих оснований электронных модулей АФАР, функционирующих при высоких уровнях мощности. Такой модуль включает в свой состав низкотемпературную совместно обжигаемую керамику,

которая должна быть согласована по $TKLP = (5,8...7,20) \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$ с теплоотводящим основанием.

4.1 Получение макетных образцов композиционного материала SiC-Al методом горячего прессования

Для получения макетных образцов в работе был выбран способ производства металломатричного композиционного материала, основанный на методе горячего прессования. Этот метод позволяет варьировать свойства композита изменением состава исходных компонентов шихты [20].

Необходимые параметры конечного материала (плотность, теплопроводность, ТКЛР, структура материала) обеспечивают режимы прессования. Автором разработана специальная оснастка для прессования и выбраны рациональные режимы процесса.

Исходные компоненты

В качестве исходных материалов при разработке технологии использовались порошки карбида кремния ГОСТ 3647-80 (FERA ISO 8486-86)(M63-50; M40-20; M7-5), алюминиевая пудраПАП-1 по ГОСТ 5494-95, кремниевая кислота безводная ГОСТ 9428-80. Были проведены исследования по содержанию примесей в исходном сырье, влияющих на параметры композита. В порошке карбида кремния определено содержание свободного углерода, влажность порошков карбида кремния и алюминия. Содержание углерода определено химическим способом (путем выжигания свободного углерода при 800°C) для порошков зернистостью М 63-50 и М 40-20, для порошка М 7-5 проведен рентгенофазовый анализ. При химическом анализе в порошке содержание свободного углерода составило 0,26 %. Содержание влаги определяли весовым способом на аналитических весах, порошки нагревали до 150°C и определяли потери веса. Потери веса для порошков карбида кремния (M40-20, M60-50) составили менее 0,1%, для (M7-5) 0,5%.

Необходимо также обратить внимание на то, что все алюминиевые порошки адсорбируют влагу из воздуха. Замечено и установлено [21], что порошки дисперсностью 0,5-20 мкм адсорбируют влагу больше, чем порошки с большими

размерами частиц, так например, при влажности 99% за 20 суток увеличение массы порошка дисперсностью 0,5-20 мкм составило 0,55 г на 1 г порошка. Адсорбированную влагу можно удалить при нагреве до температуры 105-110°C. При этом надо учитывать, что чем выше температура нагрева, тем заметнее окисление алюминиевых порошков.

В ходе работы была проведена сушка порошка алюминия ПАП после вскрытия упаковки. Сушку навески алюминиевой пудры весом 30г проведено при температурах 100°C и 150°C в течение 1 часа. Уменьшение веса составило 0,02г. Измерения проведены на электронных весах UW620H, погрешность взвешивания +-0,01 гр.

Таким образом, исходные порошки, которые использовались при разработке технологии изготовления композита, имели высокое качество и соответствовали ГОСТ 3647-80 и ГОСТ 5494-95.

Изготовление алюмоматричного композиционного материала на основе системы SiC-Al предложено производить в следующей последовательности. Взвешивание исходных компонентов, смешивание компонентов композита, введение пластификатора в пресс-порошок, формование заготовок, горячее прессование заготовок, спекание прессовок в регулируемой атмосфере, шлифовка спеченных заготовок композита, резка заготовок под размер, нанесение покрытия, контроль параметров материала (рисунок 4.1).



Рисунок 4.1 – Разработанная технологическая схема производства SiC-Al

Смешивание компонентов проводили на валковой мельнице в фарфоровом барабане с яшмовыми шарами в течение 2 часов. Затем в полученную смесь вводили 10 % водный раствор поливинилового спирта (на 1 кг порошка - 0,1 кг раствора поливинилового спирта).

Операция прессовки необходима для придания заготовкам из порошков формы, размер и механическую прочность. Для этого используют пластификаторы, к которым предъявляется ряд требований:

- придание смеси порошков жесткость (связность), достаточную для манипулирования;
- иметь способность равномерно распределяться в порошках;
- поддерживать жесткость (связность) заготовки до тех пор, пока не наступит упрочение за счет спекания порошка;
- полностью выгорать при спекании, и не влиять на технологический процесс;
- химически не взаимодействовать с алюминием (как при комнатной, так и при повышенной температурах), а также с оснасткой;
- быть не токсичными, не воспламеняться, быть не взрывоопасными в рабочих условиях;
- выгорание при спекании не должно разрушать форму.

В процессе работы были опробованы два пластификатора - парафин с 10% добавкой воска и поливиниловый спирт. Более удобной оказалась работа с поливиниловым спиртом. Поливиниловый спирт не токсичен, не имеет запаха, что крайне важно при введении в пресс-порошок и дальнейшей работе с ним.

Прессовку заготовок производили на гидравлическом прессе в металлической пресс-форме с подвижными пуансонами. Давление прессования составляло до 90МПа. Вес заготовки составляет 50 г, а плотность заготовки после формования – 52...54 %.

Далее заготовки поступали на операцию горячего прессования. Горячее прессование заготовок макетов образцов композиционного материала осуществлялось на гидравлическом прессе РУЕ-250 СИМ. Внешний вид прессы с нагревательной печью представлен на рисунке 4.2. Максимальное усилие прессы составляет 0,25 МН.



Рисунок 4.2 – Внешний вид гидравлического прессы РУЕ-250 СИМ

Для осуществления производства макетных образцов из композиционных материалов методом горячего прессования была спроектирована и изготовлена специальная оснастка. Спроектированные 3D-модели нагревательной печи и пресс-формы представлены на рисунке 4.3.

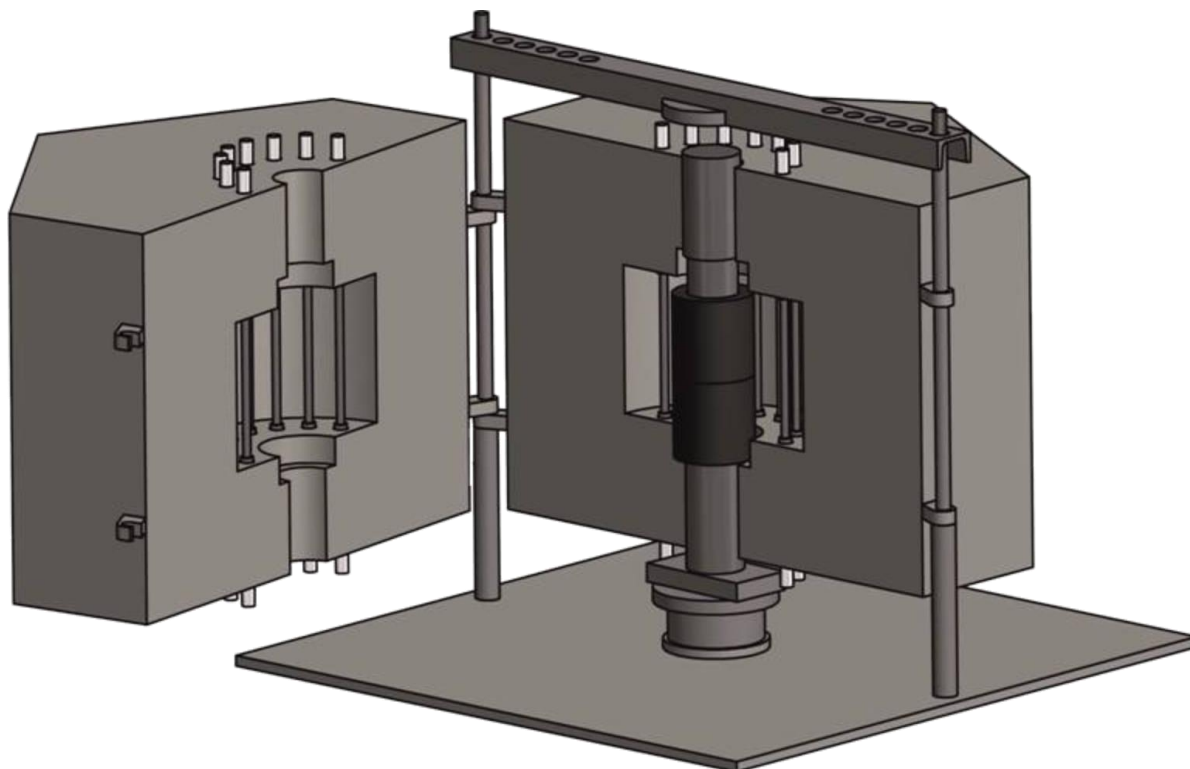
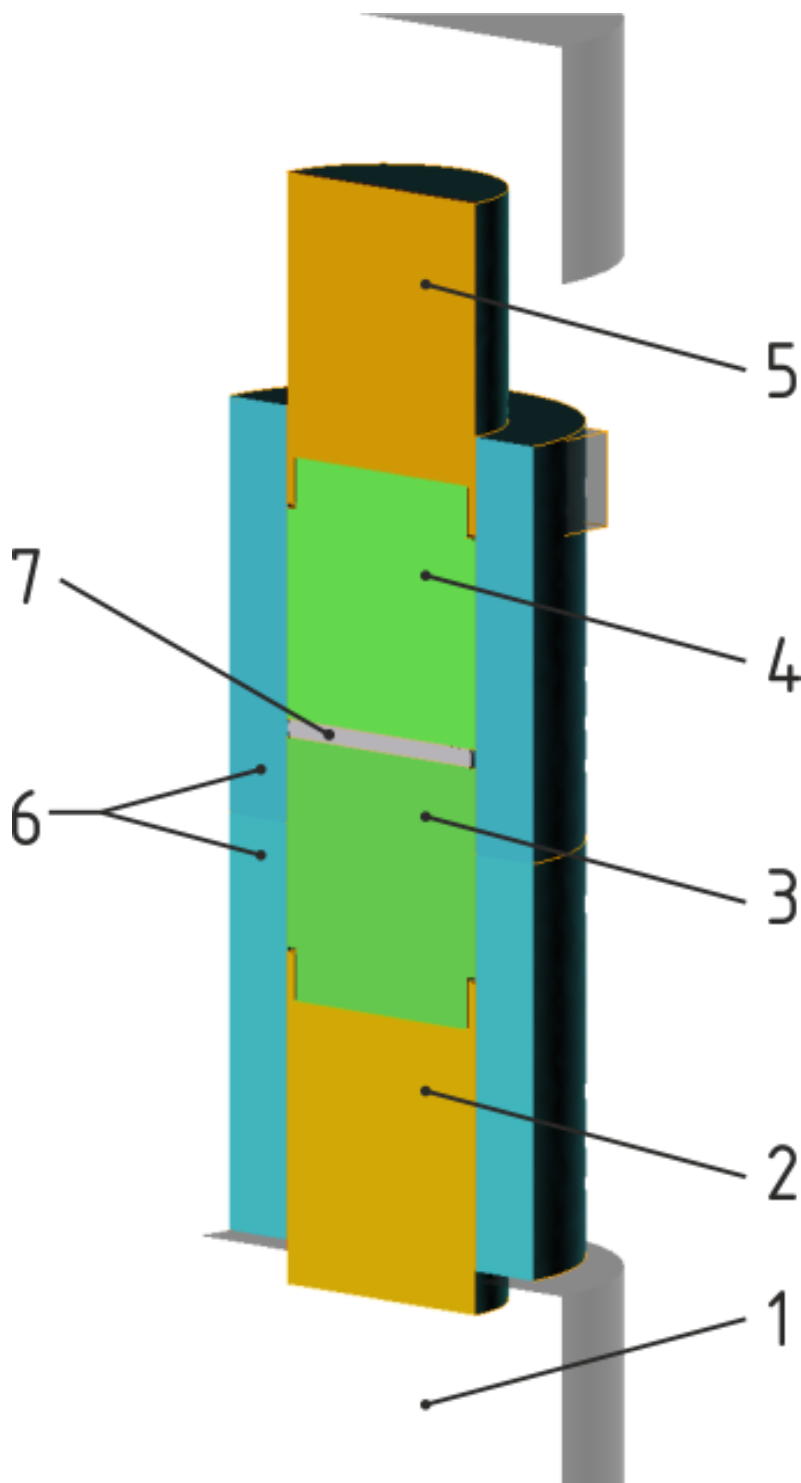


Рисунок 4.3 – Спроектированные 3D-модели нагревательной печи и пресс-формы

В случае прессования композита SiC-Al рабочая температура пресс-формы составляет 500...650 °С. Материал пресс-формы должен обладать высоким сопротивлением термической усталости, сохраняя способность выдерживать многократные нагревы и охлаждения без образования сетки трещин. Примером такого материала является сталь 4X5МФС, которая применяется для производства поковок, различных деталей общего машиностроения; пресс-форм для литья под давлением алюминиевых, а также цинковых и магниевых сплавов.

Для прессования композита SiC-Al была спроектирована и изготовлена специальная пресс-форма. На рисунке 4.4 приведена схема пресс-формы с заготовкой. Составные пуансоны позволяют снизить тепловые потери, уменьшают температуру внешних частей пуансона, которые находятся вне зоны нагрева. Параметры прессования варьировались в следующих пределах:

температура прессования – 550, 600, 625 °С; давление прессования – 5, 10, 25 МПа; время прессования - 5, 10, 15 минут.



1, 2, 3 - части нижнего пуансона; 4, 5 - части верхнего пуансона; 6 - матрица;
7 - заготовка из композита SiC-Al

Рисунок 4.4 – Пресс-форма для прессования композита

В работе проведен расчет рабочего инструмента оснастки для горячего прессования по фактическим напряжениям в программном обеспечении QForm [22]. Условия расчета следующие: скорость прессования составляет 1 мм/с на гидравлическом прессе при максимальной усиллии 0,25 МН и температуре 600 °С. Исходная толщина заготовки составляет 8 мм, конечная толщина после прессования составила 4 мм.

Проведен расчет напряжений и деформаций, возникающих в инструменте, изготовленного из стали 4Х5МФС, в процессе горячего прессования. Максимальные напряжения в рабочем инструменте составляют 130 МПа, а максимальные деформации – 0,00023 мм (рисунки 4.5 и 4.6). Расчет показал, что в заданных режимах прессования инструмент работает в пределах упругих деформаций.

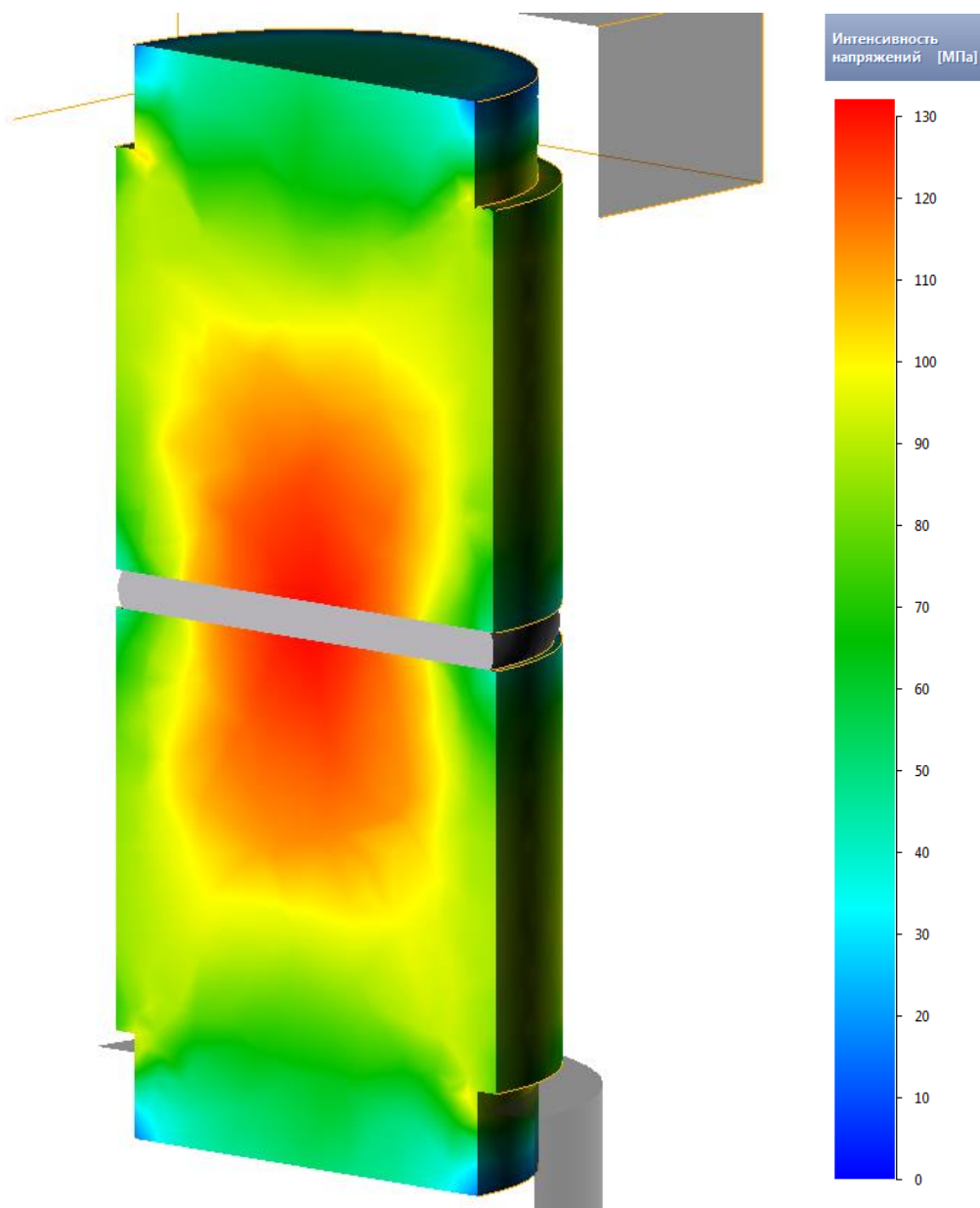


Рисунок 4.5 – Профиль распределения напряжений в рабочем инструменте пресс-формы

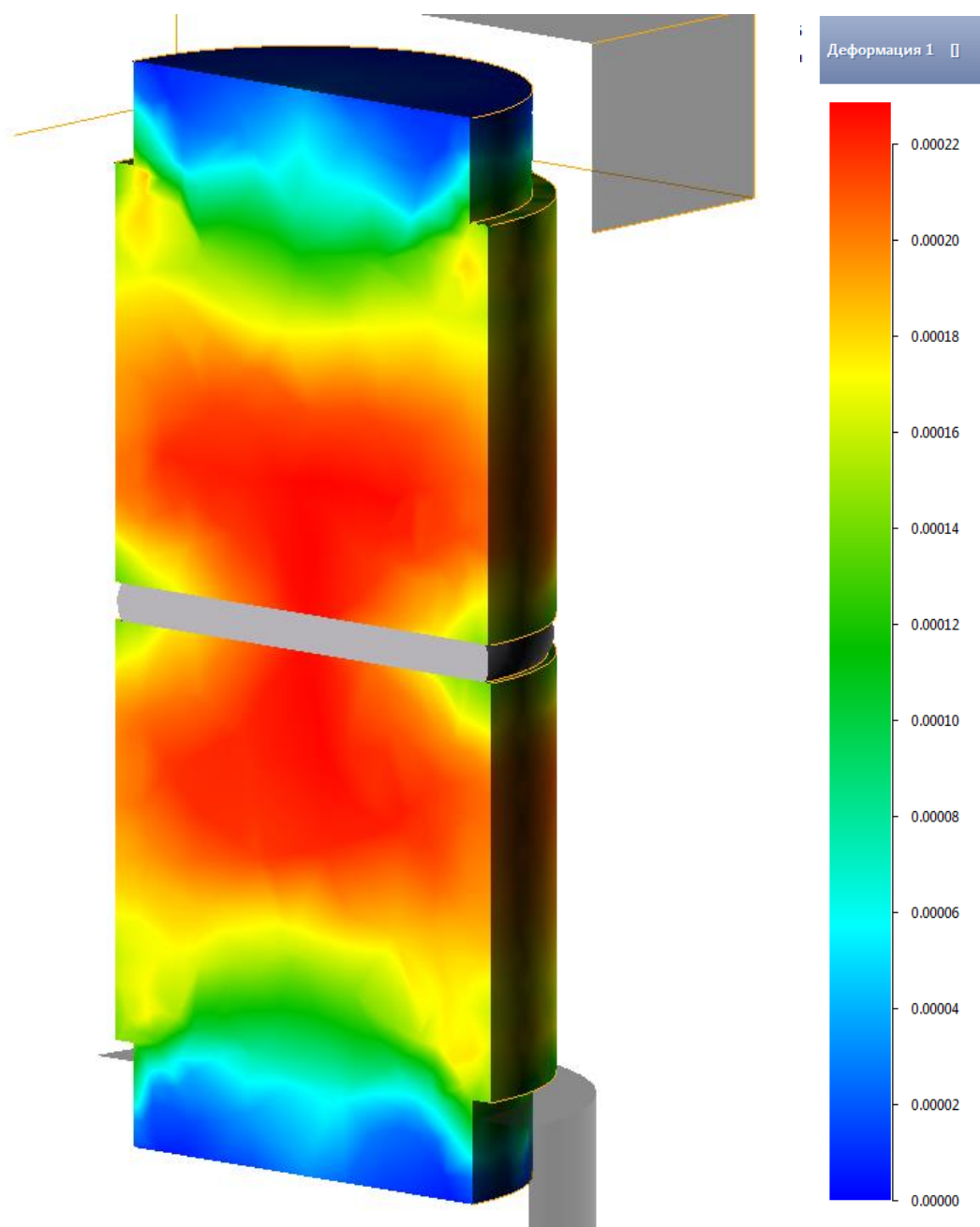


Рисунок 4.6 – Профиль распределения деформаций в рабочем инструменте прессформы

Анализ результатов расчета разработанной оснастки для прессования показал возможность ее использования в заданных условиях.

На рисунке 4.7 приведено изменение плотности композита от времени изотермической выдержки, а на рисунке 4.8 от давления прессования. Рациональное время изотермической выдержки составляет до 10 мин, что является достаточным условием для протекания процесса уплотнения.

Зависимость плотности от давления прессования близка к линейной, максимальная плотность достигается при давлении 25 МПа (максимальное давление прессы). При температуре прессования 550 °С, времени прессования 15 минут и давлении 25 МПа плотность заготовок композита недостаточна и имеют пористую структуру. При 625 °С происходит выжимание алюминия из заготовки композита, заготовка разрушается. Наиболее рациональной является температура 600 °С. При данной температуре плотность заготовки композита составляет 2,8...2,9 г/см³.

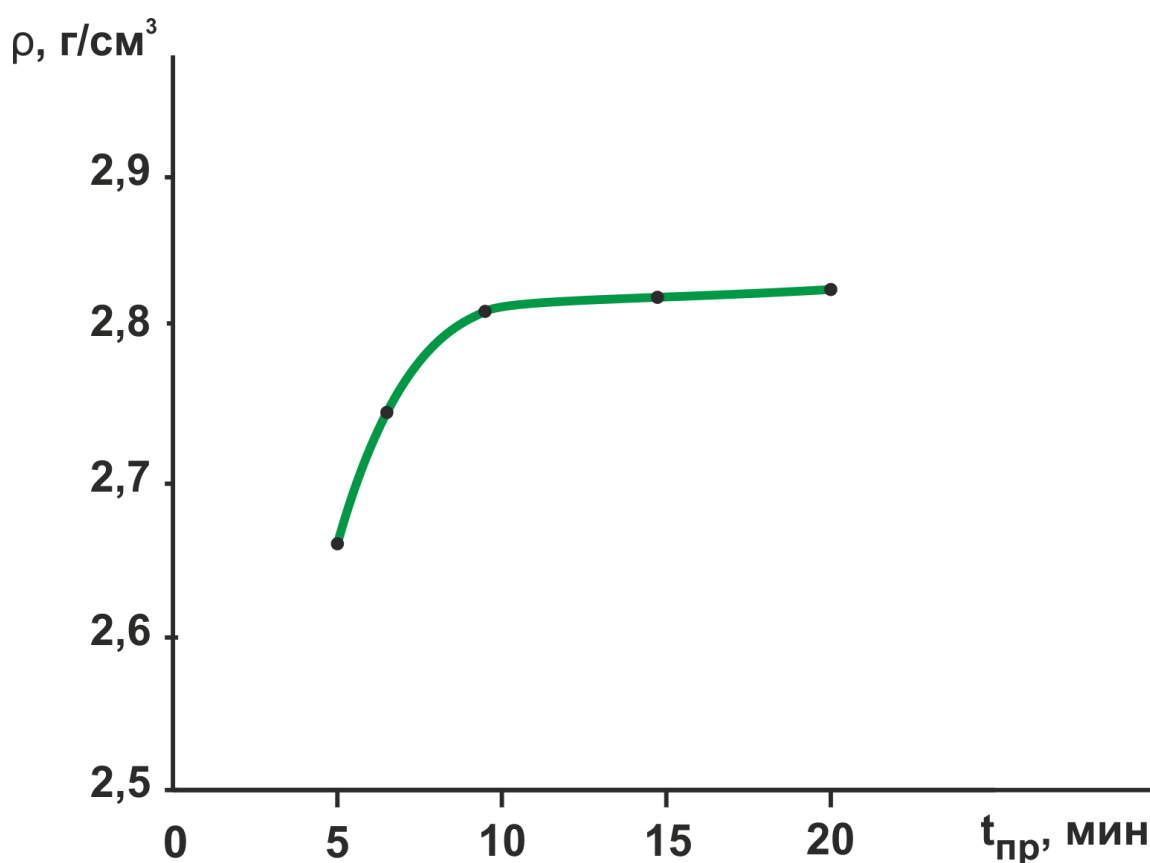


Рисунок 4.7 – Изменение плотности композита SiC-Al от времени изотермической выдержки при горячем прессовании ($T_{пр}=600$ °С, $P=20$ МПа) заготовки состава № 2

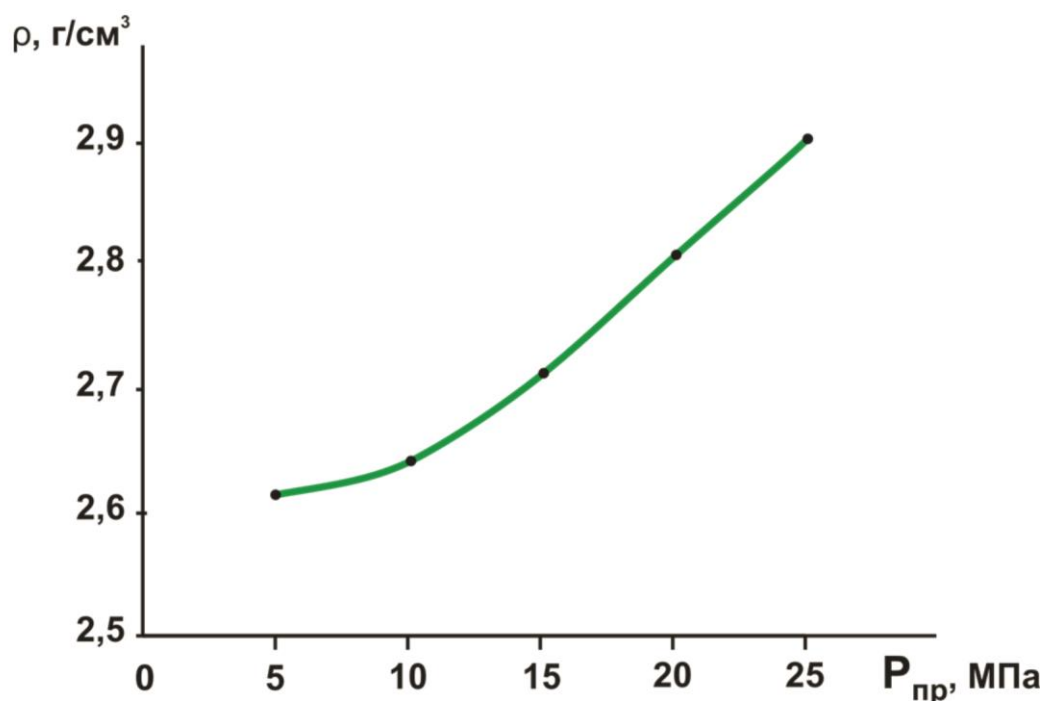


Рисунок 4.8 – Изменение плотности композита SiC-Al (состав №2) от давления прессования ($T_{пр}=600\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t=10$ мин)

После прессования алюминиевая матрица имела зернистую структуру. Большинство композиционных материалов – представители термодинамически неравновесных систем, для которых характерно наличие развитой сети внутренних границ раздела и градиентов химических потенциалов элементов в матрице и армирующих элементах. Эти градиенты являются движущей силой процессов межфазного взаимодействия, в частности взаимной диффузии и химических реакций. Межфазное взаимодействие в ограниченной степени необходимо для получения композиционных материалов с оптимальными свойствами, а именно с улучшенными механическими свойствами. Поэтому для улучшения структуры алюминиевого сплава его необходимо спекать. При спекании матричный алюминиевый сплав более плотно обтекает зерна наполнителя, что улучшает межфазное взаимодействие.

В ходе исследований установлено, что рациональные технологические параметры процесса спекания: температура спекания $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, время выдержки 1 час, атмосфера – азот. Данная температура позволяет

исключить взаимную диффузию и химическое взаимодействие между фазами [23].

В работе проведен анализ свойств различных составов. Для исследований были выбраны составы композита, содержащие 50...65 об.% карбида кремния, 4...7 об.% оксида кремния, 41...30 об.% алюминиевой пудры и состав без добавок оксида кремния. Кремний для легирования сплава вводился методом алюмотермии. Порошковая технология позволяет легировать алюминий в процессе изготовления по схеме:



В процессе экзотермической реакции происходит образование целевого кремния в алюминиевом сплаве. При этом для поддержания соотношения между алюминием и карбидом кремния в композит предложено вводить дополнительное количество алюминия.

Было разработано более 10 различных составов композита системы SiC-Al, состав шихты, измеренный ТКЛР и плотность которых приведены в таблице 4.1, из которой видно, что ТКЛР композита SiC-Al находится в диапазоне (5...11) $10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$. Это позволяет подбирать необходимый состав композиционного материала для максимального согласования с определенным типом керамики. К достоинствам полученного материала стоит отнести его легкость. По сравнению с применяемым сейчас материалом медь-молибден, полученный материал легче более чем в 3 раза, что делает его предпочтительным в системах чувствительных к весу в авиакосмической промышленности.

Таблица 4.1 – Разработанные составы композита SiC-Al

Заготовка	Состав шихты	ТКЛР, 1/К·10 ⁻⁶	Плотность, г/см ³
N1	SiC(5мкм) – 56,74 % Al _{пудра} – 39,32 % SiO ₂ – 3,93 %	8,61	2,80
N2	SiC(50 мкм) – 56,74 % Al _{пудра} – 39,32 % SiO ₂ – 3,93 %	8,65	2,81
N3	SiC (20 мкм) – 56,74 % Al _{пудра} – 39,32 % SiO ₂ – 3,93 %	9,05	2,89
N5	SiC (50+5мкм) – 60,12 % Al – 35,71 % SiO ₂ – 4,16 %	7,49	2,81
N6	SiC (5 мкм) – 64,28 % Al _{пудра} – 35,71 %	7,55	2,83
N8	SiC (5 мкм) – 63 % Al _{пудра} – 30 % SiO ₂ – 7 %	6,72	2,83
N9	SiC(5мкм) – 7,2 % SiC(20мкм) – 60,4 % Al _{пудра} – 27,2 % SiO ₂ – 5,2 %	5,08	2,87
N10	SiC(20мкм) – 63 % Al _{пудра} – 30 % SiO ₂ – 3 % Y ₂ O ₃ – 4 %	6,58	2,89
N IIC	SiC (50+5мкм) – 60,12 % Силумин (AK12) – 39,88 %	8,89	2,84
N 5У без SiO ₂	SiC (50+5мкм) – 50 % Al _{пудра} – 50 %	11,01	2,83

4.2 Получение опытных образцов композиционного материала SiC-Al

В связи с возросшими потребностями авиационной промышленности в изделиях АФАР для производства опытной партии образцов теплоотводящих оснований из композиционного материала SiC-Al был выбран метод пропитки расплавом алюминия под давлением пористой заготовки (преформы) из карбида кремния, который позволяет производить тысячи штук изделий в год.

На основе проведенных исследований производства макетов SiC-Al был выбран наилучший фракционный состав заготовок (SiC – 50 мкм и 5 мкм) опытных образцов, с соответствующей кристаллической сингонией. Гексагональная кристаллическая структура 6H карбида кремния позволяет получить максимальную теплопроводность в конечном материале.

Для оценки и выбора марки матричного сплава были выбраны алюминиевые сплавы системы Al-Si с различным содержанием Si, а так же технически чистый алюминий различной чистоты [24]. Химический состав и температуры плавления выбранных сплавов представлены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 - Химический состав и температура плавления алюминиевых сплавов

Марка сплава	АД33	А85	АК12ч	АД-0	А356.2
T _{плав} , °C	652	660	577	658,7	593
Fe	до 0.7	до 0.08	до 0.5	до 0.4	до 0.12
Si	0.4 - 0.8	до 0.06	10 - 13	до 0.25	6.5 – 7.5
Mn	до 0.15	до 0.02	до 0.4	до 0.05	до 0.05
Cr	0.04 - 0.35	-	-	-	-
Ti	до 0.15	до 0.008	до 0.13	до 0.05	до 0.2
Al	96 - 98.61	мин. 99.85	85.81 - 90	мин 99.5	Ост.
Cu	0.15 - 0.4	до 0.01	до 0.02	до 0.05	до 0.1
Mg	0.8 - 1.2	до 0.02	-	до 0.05	0.3 – 0.45
Zn	до 0.25	до 0.02	до 0.06	до 0.07	до 0.05
Примесей	всего 0.15	всего 0.02;	-	всего 0.03;	-

При получении композитных материалов с матричными алюминиевыми сплавами и наполнителем карбидом кремния существует риск химического взаимодействия между SiC и Al-расплавом. Химическое взаимодействие в системе «Al и его сплавы – SiC» сопровождается образованием фазы Al₄C₃ и носит необратимый характер в результате возможного торможения или полного подавления перитектической реакции $L + Al_4C_3 \rightarrow (Al) + SiC$ при неравновесной кристаллизации. Установлено, что для полного подавления взаимодействия с образованием фазы Al₄C₃ в композиционных материалах на основе сплавов системы Al-Si температура расплава при получении должна быть не выше 700 °C.

Время контакта SiC с матричным расплавом в этих условиях: при содержании в матричном сплаве Si до 7% - не более 30 минут. При содержании в матричном сплаве Si от 7 до 12% может быть более длительным.

Как известно, наибольшая теплопроводность наблюдается у технически чистых сплавов. Однако их получение затруднено высокой температурой плавления и низкими литейными свойствами. Кроме снижения риска образования карбидов алюминия, добавки Si снижают температуру плавления сплава и увеличивают его текучесть, которая будет максимальной при эвтектическом сплаве (12,4% Si). Это существенно повышает литейные свойства материала. Все вышеперечисленные факторы разработанной технологии являются положительными, так как позволяют работать при более низких температурах сплава.

Технология получения преформы (заготовки)

Преформу можно получить различными методами, среди которых наиболее эффективны при массовом производстве метод шликерного литья под низким давлением с последующим выжиганием шликерной массы, в качестве основы которой могут быть использованы как углеводороды, так и кипящие при низкой температуре полимеры.

Обобщая информацию, полученную в ходе изучения литературы, был выбран следующий технологический цикл производства теплоотводящих оснований и в дальнейшем разработана технология производства шликерного литья низкого давления, обеспечивающую получение формованной керамической пористой заготовки из порошка SiC, обладающей открытой пористостью порядка 35 – 47 об.%, необходимой химической чистотой и механической прочностью, достаточной для проведения операции пропитки жидким сплавом алюминия (рисунок 4.9).

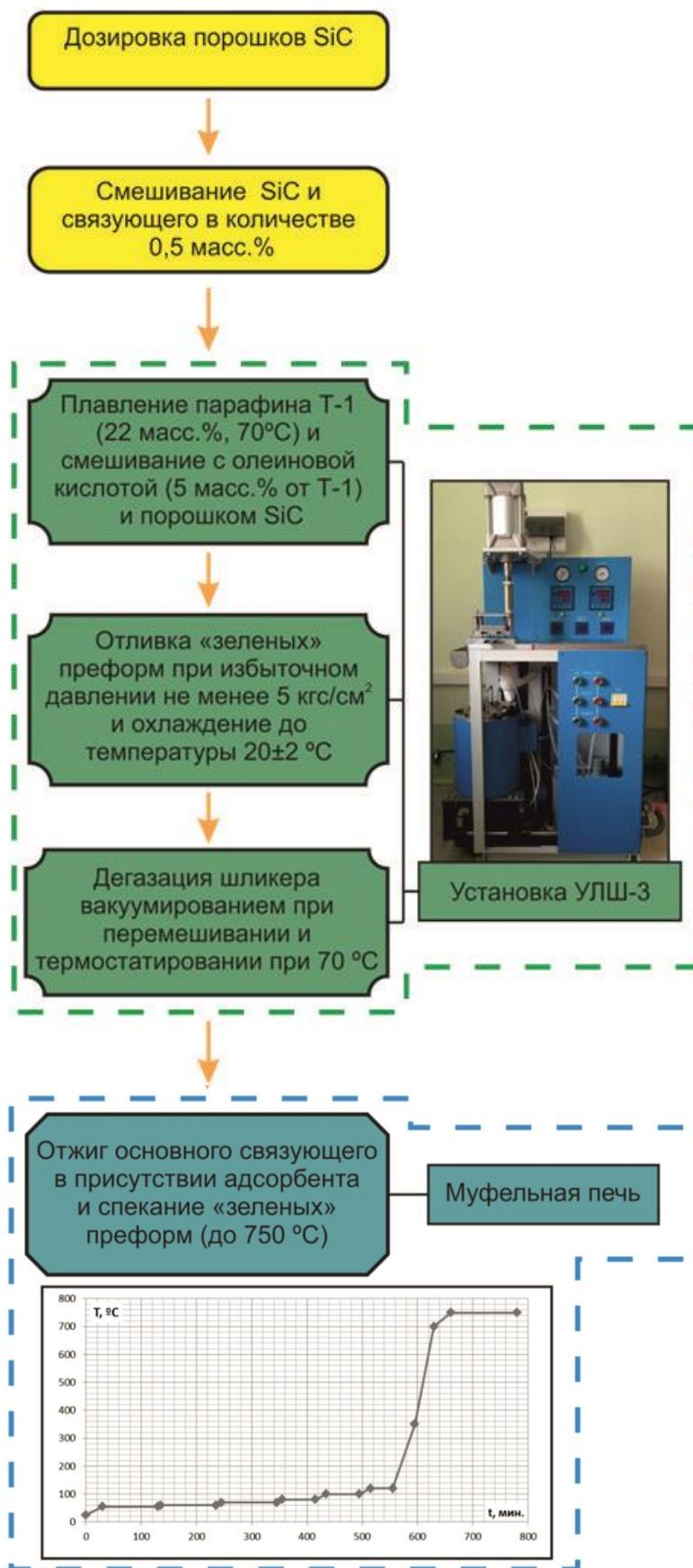


Рисунок 4.9 – Схема процесса производства пористых керамических преформ

Проведенный литературно-патентный поиск [25-27] выявил необходимость использования ступенчатой технологии удаления парафинового связующего с различной скоростью нагрева и последующим высокотемпературным отжигом.

Механизм удаления парафиновой связки состоит из последовательной смены объемных изменений "зеленых" преформ:

1) расширение системы в твердом состоянии при нагревании от комнатной температуры до температуры плавления парафина (52-58 °С);

2) изменение агрегатного состояния, сопровождающееся увеличением объема и началом миграции парафинового связующего в жидком состоянии;

3) расширение в жидком состоянии и продолжение процесса миграции связующего при нагревании от температуры плавления до температуры кипения парафинов (120-300 °С);

4) переход парафинового связующего из жидкого в газообразное состояние (испарение связки);

5) выгорание остатков связующего при дальнейшем нагревании (300-600 °С);

6) начало спекания частиц карбида кремния за счет неорганического связующего (>700 °С).

Наиболее важным с точки зрения гомогенности (однородности) конечной структуры керамических изделий является скорость нагрева в температурном интервале от комнатной температуры до 300 °С, что связано с протекающими процессами плавления и кипения парафинов.

Экспериментально показано, что для удаления парафинового связующего и спекания карбида кремния в образцах, на основе карбида кремния фракций F240 и F1000 в массовом соотношении 5:1 и 0,5 масс.% стекла натриевого жидкого, наиболее рациональным является следующий температурный режим:

- нагрев от н.у. до 55 °С со скоростью 1 °/мин и выдержка 100 мин.;
- нагрев до 60 °С со скоростью 1 °/мин и выдержка 100 мин.;
- нагрев до 70 °С со скоростью 1 °/мин и выдержка 100 мин.;
- нагрев до 80 °С со скоростью 1 °/мин и выдержка 60 мин.;

- нагрев до 100 °С со скоростью 1 °/мин и выдержка 60 мин.;
- нагрев до 120 °С со скоростью 1 °/мин и выдержка 40 мин.;
- нагрев до 350 °С со скоростью 6 °/мин.;
- нагрев до 700 °С со скоростью 10 °/мин.;
- нагрев до 750 °С со скоростью 2 °/мин и выдержка 60 мин.;
- охлаждение с печью.

С целью обеспечения более равномерного удаления расплавленного парафинового связующего из преформ применяются адсорбенты. В качестве адсорбента используется сажа белая марки БС-120 не гранулированная (ГОСТ 18307-78). Выбор БС-120 обусловлен следующими основными факторами: при рабочих температурах до 900 °С не спекается; не реагирует с полуфабрикатом при заданных температурных режимах; обладает высокой адсорбционной способностью за счет большой площади поверхности 120 м²/г; возможно вторичное использование.

В ходе отработки температурных режимов удаления связующего и спекания карбида кремния установлено, что каждая "зеленая" преформа должна быть не менее чем на 1 см со всех сторон покрыта адсорбентом БС-120. При уменьшении количества адсорбента происходит неполная миграция парафинов из образцов, что приводит к образованию газовых включений в объеме спеченных преформ.

Разработанный температурный режим применим к преформам на основе карбида кремния фракций 50 мкм и 5 мкм в любых соотношениях. Максимальная температура определяется типом неорганического связующего и требованием конечной прочности керамических изделий. Так, для достижения изделиями минимальной технологической прочности при использовании в качестве неорганического связующего стекла натриевого жидкого максимальная температура отжига достигает 750 °С. При этом среднее время процесса спекания "зеленых" преформ составляет 12 часов. Графическое отображение температурно-временного режима представлено на рисунке 4.10.

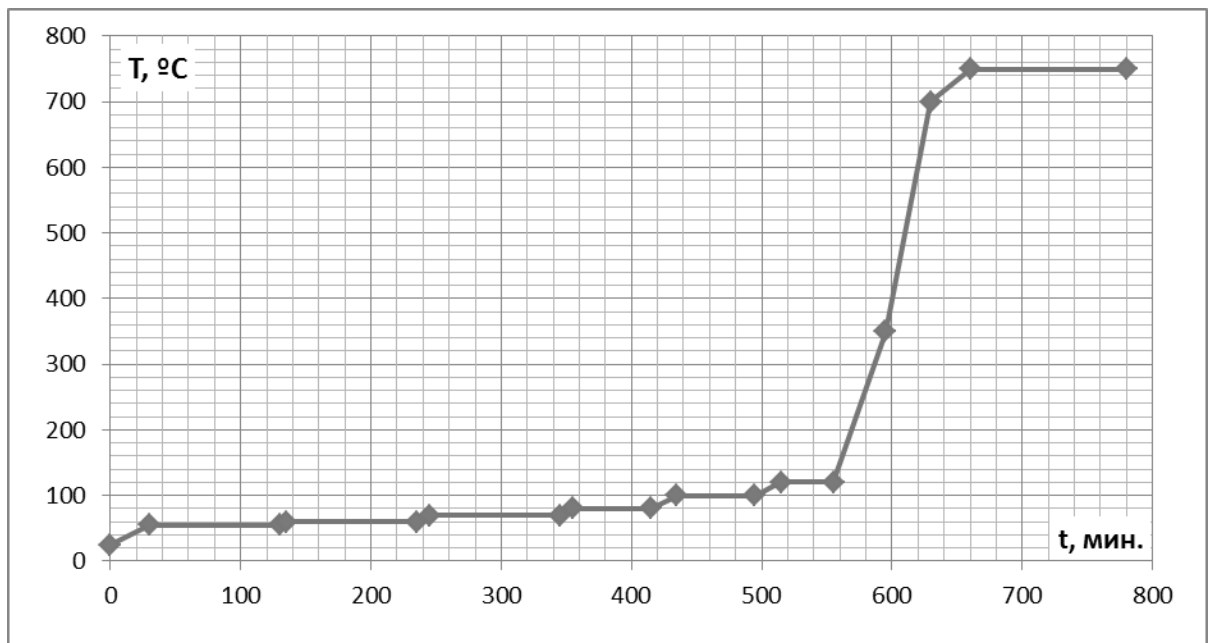


Рисунок 4.10 - Температурно-временной график процесса отжига "зеленых" преформ

Пропитка пористых заготовок

Процесс пропитки пористых керамических заготовок (преформ) под высоким давлением был осуществлен на прессе ИП-2500М-авто. Пресс обеспечивает номинальное усилие главного гидроцилиндра 2500 кН, скорость нагружения программируемая в диапазоне 1,0...100 кН/с. Размеры плит составляет 500x500 мм.

Процесс пропитки преформ жидким металлом является заключительной стадией получения композитного материала и в наибольшей степени определяет его качество и соответствие предъявляемым физико-техническим параметрам. Схема процесса пропитки пористых керамических форм под высоким давлением представлена на рисунке 4.11.

При проведении процесса пропитки методом пропитки важнейшим ограничивающим фактором является время проведения процесса. Температура расплава, формы и содержащихся в них керамических преформ должна позволить произвести все технологические операции после извлечения формы из печи до момента критического снижения динамической вязкости расплава. Значительное снижение динамической вязкости расплавленного металла не позволит ему

равномерно распределиться в структуре преформы и заполнить наиболее мелкие поры.



Рисунок 4.11 – Схема процесса пропитки пористых керамических форм под высоким давлением

Для того чтобы увеличить этот запас времени делается предварительный прогрев металлической формы и перегревается алюминиевый расплав. Поскольку форма должна выдерживать высокие давления и учитывая то, что прочность

сталей резко понижается при значительном повышении температуры, приходится искать разумный баланс между основными конкурирующими факторами:

- 1) температура формы;
- 2) время, затрачиваемое на процесс пропитки;
- 3) давление в форме.

Процесс пропитки можно условно разделить на четыре этапа:

1) Расплав заливается в форму, ставится пуансон на зеркало расплава и выдерживается фиксированное время (зависит от типа оснастки) на весу до образования закристаллизовавшегося слоя расплава в зазорах, удерживающей вес пуансона.

2) Плавный рост давления: пуансон движется с очень маленькой скоростью, расплав заполняет все внутренние зазоры в форме и крупные поры в керамических преформах, достигает нижнего металлического основания формы, вытесняет воздух и закупоривает внутреннее пространство формы путем образования закристаллизовавшейся корки в зазорах.

3) Резкий рост давления: слой закристаллизовавшегося алюминиевого сплава в зазорах резко набирает толщину и прочность, способность удерживать давление в форме сильно возрастает. В форме резко поднимается давление, начинается процесс заполнения мелких и мельчайших пор в керамических преформах, остаточные газы сжимаются в сотни раз, образуя микроскопические газовые поры в объеме композита.

4) Кристаллизация и выдержка под давлением: интенсивный теплообмен между нижним металлическим основанием формы и водоохлаждаемой нижней плитой пресса порождает достаточно высокий температурный градиент, происходит направленная кристаллизация снизу — вверх. Усадочные поры и раковины, газовые поры в максимальной степени устраняются направленной кристаллизацией и вытесняются в направлении пуансона. Кристаллизация под давлением устраняет возможность увеличения остаточных газовых пор.

Из литературы [28-30] известно, что процесс пропитки должен проходить при минимальном давлении расплава не ниже 55 МПа (для различных

фракционных составов различается), температура расплава и оснастки назначается не менее, чем на 200 °С и 100 °С соответственно выше линии ликвидус фазовой диаграммы используемого сплава.

Температура полного плавления сплава АК12ч составляет 577 °С, соответственно температура нагрева сплава составила 900 °С и оснастки – 650 °С.

С учетом возможных тепловых потерь в процессе пропитки заготовок (преформ) была разработана технологическая форма (рисунок 4.12). В качестве основного материала пресс-формы была выбрана штамповая сталь 4Х5МФС с поверхностным азотированием на глубину до 0,15 мм и твердостью поверхности 50 - 55 HRC, что обусловлено высокими давлениями и температурами нагрева пресс-формы.

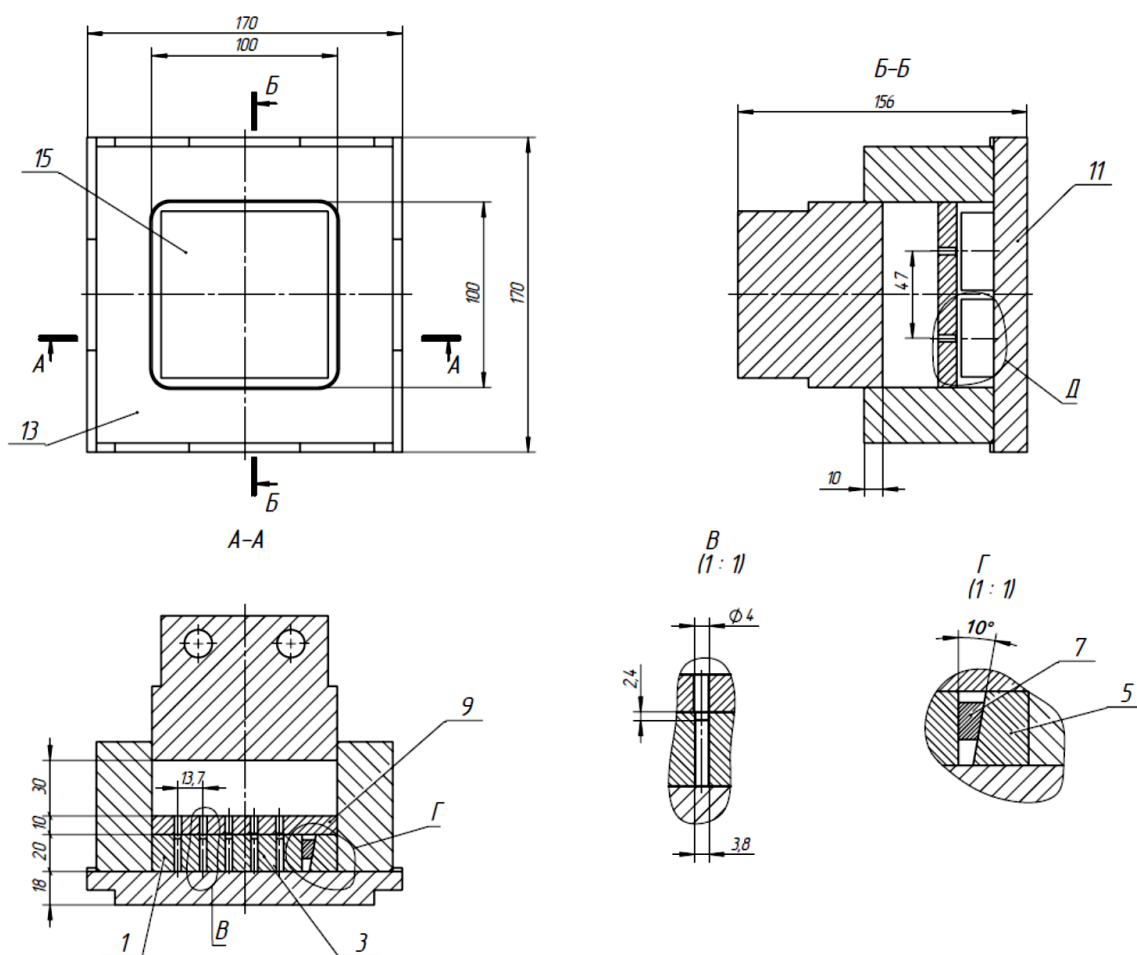


Рисунок 4.12 – Чертеж технологической оснастки для пропитки заготовок
ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

Программа прессы для проведения процесса пропитки выглядит следующим образом:

1. Движение плиты на быстром ходе до касания с пуансоном;
2. Движение плиты со скоростью 10 кН/с до достижения усилия 100 кН;
3. Движение плиты со скоростью 20 кН/с до достижения усилия 220 кН;
4. Движение плиты со скоростью 45 кН/с до достижения усилия 800 кН;
5. Выдержка при усилии 800 кН на протяжении 30 с для обеспечения кристаллизации расплава под давлением.

Графики зависимости воздействующей силы на пуансон от времени и воздействующей силы от перемещения пуансона, а также условное разделение процесса на этапы показаны на рисунках 4.11 и 4.12.

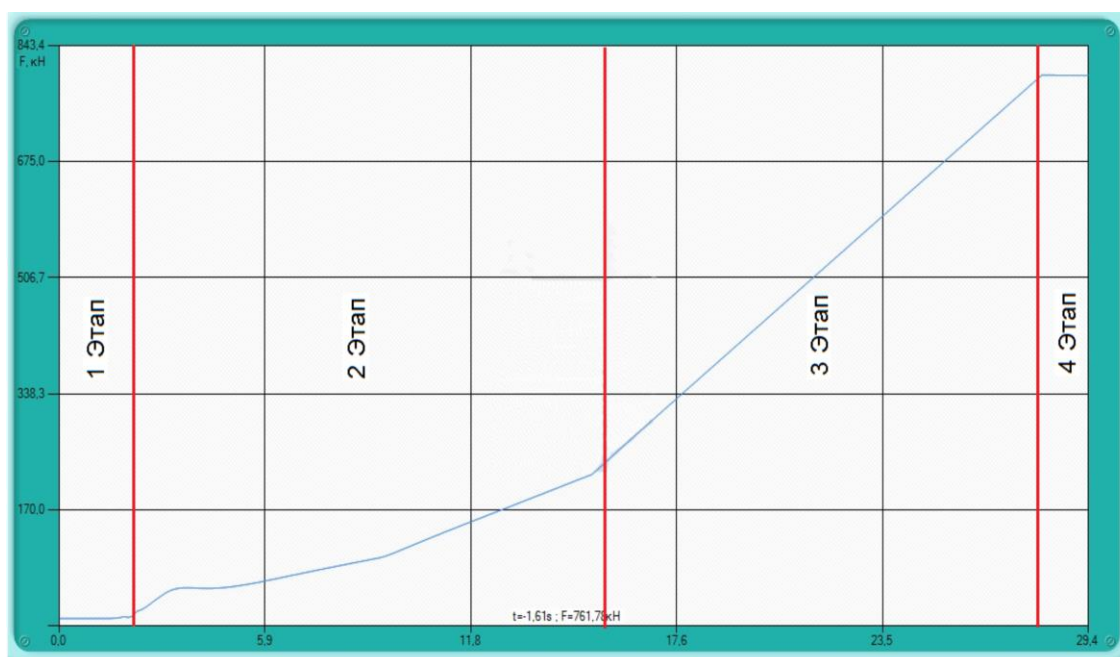


Рисунок 4.11 – Зависимость величины воздействующей силы на пуансон (кН) от времени процесса пропитки (с)

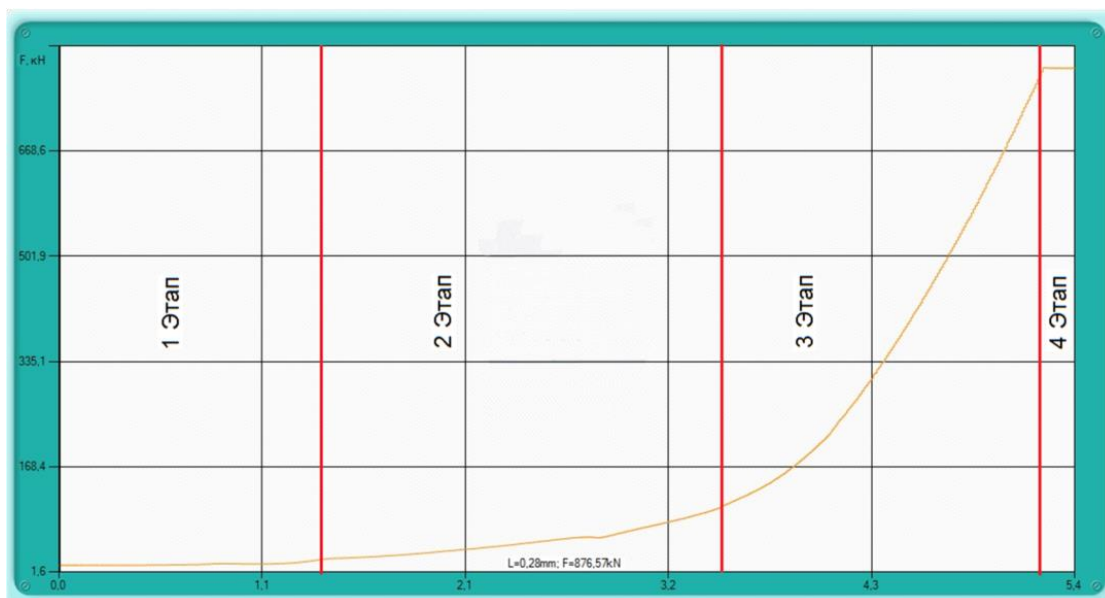


Рисунок 4.12 – Зависимость величины воздействующей силы на пуансон (кН) от величины перемещения поршня (мм)

Процесс пропитки, проводимый по указанным выше диаграммам нагружения прессы, обеспечивает получение композитного материала основного выбранного состава с плотностью выше $2,95 \text{ г/см}^3$ и теплопроводностью выше $180 \text{ Вт/м}\cdot\text{К}$.

Технология пресс-литья пропитки жидким алюминиевым расплавом под высоким давлением в замкнутых металлических формах, обеспечивает получение заготовок из материала SiC-Al с размерами, приближенными к заданным. Она обеспечивает выпуск серий изделий количеством 40 – 80 тыс. изделий в год.

Технология обработки материала

Технологическая схема механической обработки, обеспечивающая достижение необходимых параметров изделия по допускам на размеры с использованием абразивного режущего инструмента из поликристаллического алмаза, представлена на рисунке 4.13.

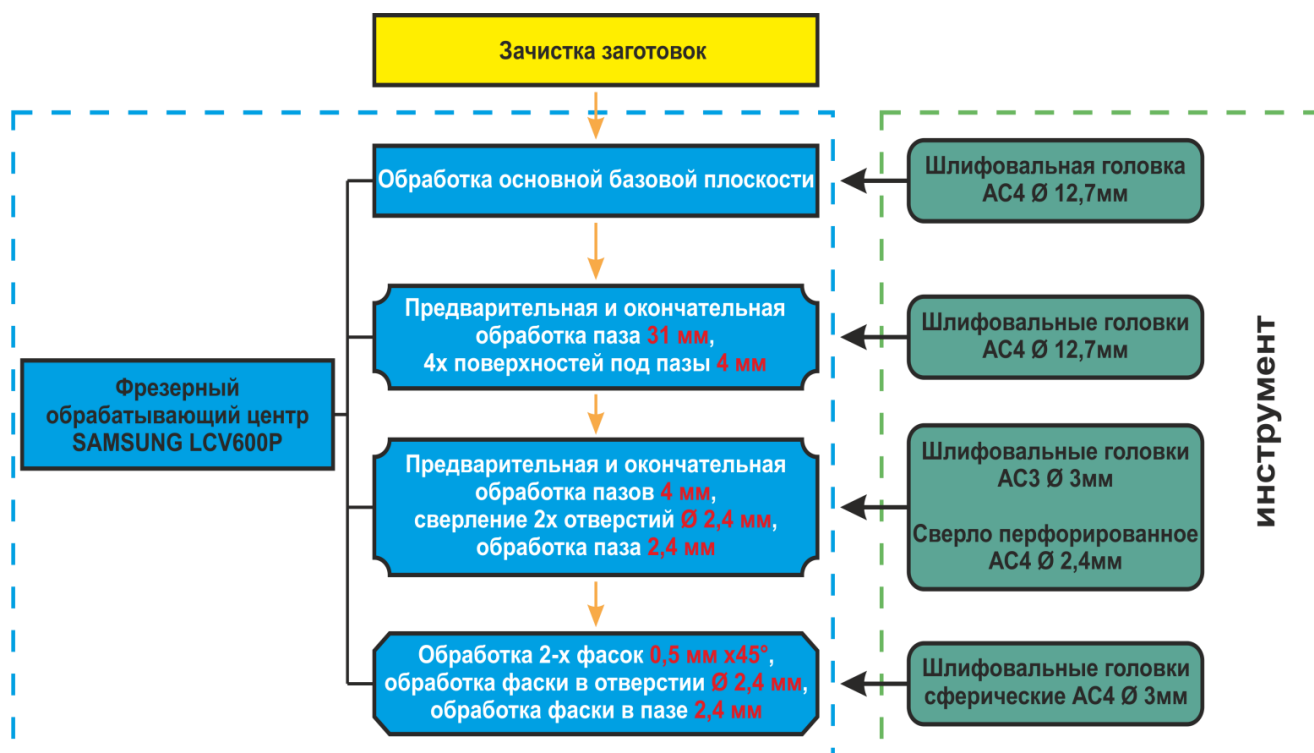


Рисунок 4.13 – Технологическая схема обработки композиционного материала на основе системы SiC-Al для получения теплоотводящих оснований

4.7 Выводы по главе

2. С помощью программного комплекса QForm3D разработана и исследована модель рабочего инструмента оснастки для горячего прессования металлматричных композиционных материалов, на основе расчетов были определены фактические напряжения и деформации рабочего инструмента. Показано, что при заданных режимах прессования инструмент работает в пределах упругих деформаций (max напряжения – 130 МПа, max деформации – 0,00023 мм), что обеспечивает его высокую работоспособность. Для осуществления процесса горячего прессования и пропитки заготовок алюминиевым расплавом под давлением была разработана специальная технологическая оснастка из стали 4X5MФС.

В ходе исследований был определен состав композиционного материала SiC-Al (SiC: 65÷70 вес. %; Al_{расплав}: 35÷30 вес. %) и разработана технология производства для изделий submodule АФАР, которые позволяют получить

требуемые эксплуатационные характеристики при согласованности основания из композита с низкотемпературной совместно обжигаемой керамикой.

Получены зависимости изменения плотности композиционного материала SiC- Al от времени изотермической выдержки и от давления прессования, на основе которых рекомендованы технологические режимы обработки давлением, позволяющие по сравнению с прототипом повысить плотность на 1 процент ($3,08 \text{ г/см}^3$) и теплопроводность на 25 процентов ($240 \text{ Вт/м}\cdot\text{К}$), а также обеспечить заданный температурный коэффициент линейного расширения композиционного материала $7,5\div 7,9\times 10^{-6} \text{ К}^{-1}$. Установлено, что использование карбида кремния с гексагональной структурой сингонии 6Н модификаций α -SiC и алюминиевого сплава с содержанием кремния 7...12%, позволяет получить композит SiC-Al с теплопроводностью до $240 \text{ Вт/м}\cdot\text{°C}$. По данному способу изготовления подана заявка на изобретение «Способ изготовления изделия из композиционного материала для электронной техники СВЧ» (№2016121725, приоритет: 01.06.2016 г.)

Разработана и опробована в промышленных условиях технология (пропитка пористых заготовок расплавом алюминия под давлением) производства изделий из композиционного материала SiC-Al в виде теплоотводящих оснований для субмодулей активной фазированной антенной решетки (АФАР). Многоступенчатая технология пропитки алюминиевым расплавом заготовки, с достижением максимального усилия 800 кН и выдержкой в течение 30 с, позволяет получить изделия с однородной кристаллической структурой матрицы и минимальной остаточной пористостью менее 1%.

ГЛАВА V. НАНЕСЕНИЕ ПОКРЫТИЙ NI-AU НА ОПЫТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Глава посвящена отработке технологии нанесения покрытий Ni - Au на опытные образцы теплоотводящих оснований из металломатричного композиционного материала SiC-Al.

5.1 Технология нанесения покрытий Ni-Au на опытные образцы

Для успешного применения изделий из композита SiC-Al в электронике требуется, чтобы их поверхность была покрыта адгезионно прочными пленками из никеля (Ni) и золота (Au). Такое покрытие обеспечивает механически прочные паяные, сварные и клеевые соединения.

В рамках проведенных исследований отработаны соответствующие технологии подготовки поверхности и нанесения функциональных гальванических покрытий с учетом разнородных свойств составляющих компонентов композита. Подготовка поверхности перед нанесением покрытия включает в себя обязательные операции обезжиривания и травления. В работе подобраны растворы, режимы для этих операций выбирались с учетом свойств элементов композита.

При отработке технологии нанесения функциональных покрытий на композит SiC-Al в качестве базового предложено использовать покрытие, полученное химическим никелированием. Такое покрытие имеет высокую однородность на деталях сложной формы и обладает высокой коррозионной стойкостью и паяемостью. Электролит химического никелирования использовался на основе натрия фосфорноватистокислого, никеля сернокислого, натрия уксуснокислого, кислоты молочной, тиомочевины.

После химического никелирования проводился прогрев образцов при температуре 200°C на воздухе в течение 1 часа для контроля прочности сцепления покрытия.

При дальнейшем осуществлении гальванического никелирования был использован электролит на основе никеля сернокислого, никеля двухлористого, натрия сернокислого, магния сернокислого и кислоты борной. Толщина покрытия от 1 до 3 мкм., достаточная для обеспечения адгезии золотого покрытия и

улучшения растекаемости припоя. Никелирование проводилось при комнатной температуре 18-25 °С и плотности тока 0,3-0,4 А/дм².

Заключительным этапом в нанесении функционального покрытия является гальваническое золочение. Для этого был использован электролит золочения на основе дицианоаурата калия, аммония фосфорнокислого однозамещенного, аммония фосфорнокислого двухзамещенного, таллия азотнокислого. Толщина покрытия от 1 до 3 мкм. Золочение проводилось при температуре 65-75 °С и плотности тока 0,4 А/дм².

В результате выполнения работы были отработаны технологии подготовки поверхности и нанесения функционального покрытия Ni-Au на теплоотводящие основания из металломатричного композиционного материала SiC-Al. На рисунке 5.1 представлена фотография теплоотводящего основания с нанесенным разработанным функциональным покрытием.

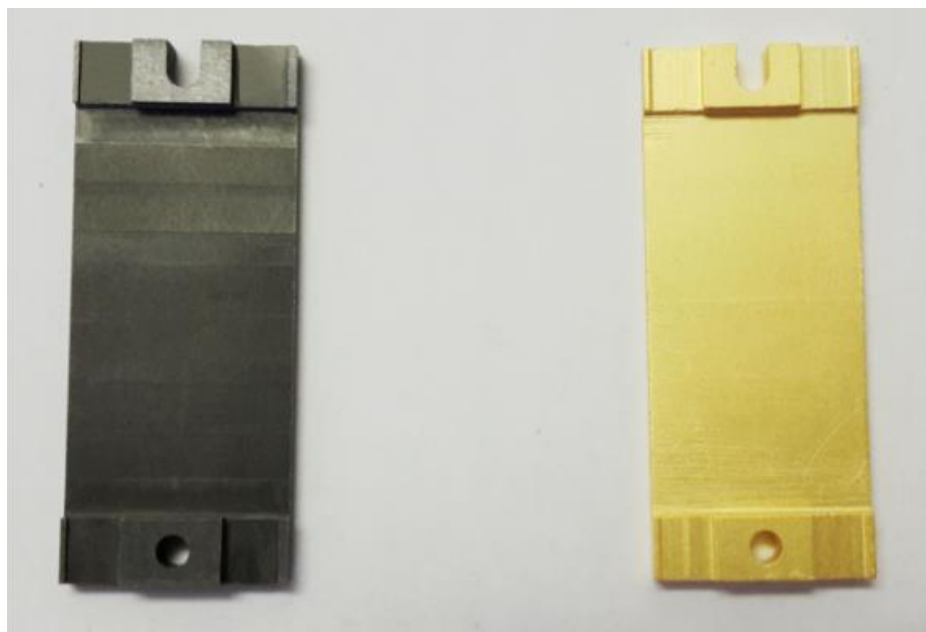


Рисунок 5.1 – Теплоотводящее основание для субмодуля АФАР
(слева – до нанесения функционального покрытия, справа – с покрытием Ni-Au)

5.2 Контроль образцов после покрытия

Контроль внешнего вида

Контроль внешнего вида был проведен осмотром образцов невооруженным глазом и в микроскоп с 10-20 кратным увеличением.

Покрытие на всех образцах по внешнему виду - сплошное, ровное, однородное, повторяет профиль поверхности макетных оснований, т.е. просматривается исходная дефектность материала. «Дно» дефектов поверхности также покрыто золотом. Внешний вид всех покрытий показан на рисунке 5.2. Внешний вид соответствует требованиям ГОСТ 9.301-86 п.2.1; п.2.4.

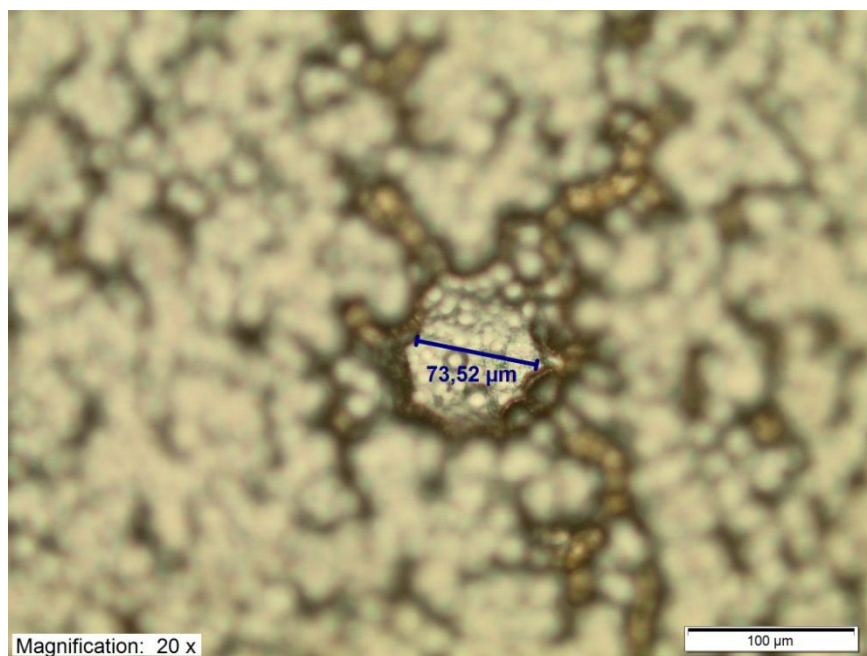


Рисунок 5.2 – Внешний вид золотого покрытия теплоотводящего основания, увеличение 200 крат

Контроль прочности сцепления

Контроль прочности сцепления был проведен методом нагрева при температуре 150 °С на воздухе в течение 1 часа.. Оценка качества проводилась осмотром образцов в микроскоп с 10-20 кратным увеличением.

На всех образцах с покрытием вздутий и отслаиваний покрытия не наблюдалось. Прочность сцепления обоих видов покрытия соответствует требованиям ГОСТ 9.302-88 п.2.1.; п.2.4.

5.3 Выводы по главе

На основании оценки прочности сцепления покрытия, внешнего вида и по результатам проведенных испытаний для изделий из композиционного материала

SiC-Al наилучшим является золотое покрытие с подслоем химического и гальванического никеля (Хим.Н18.Н1.Зл3.).

На базе теплоотводящего основания из композиционного материала на основе системы SiC-Al собирается несущая конструкция приемо-передающего модуля (ППМ) АФАР по действующей технологии, с применением пайки и токопроводящих клеев. На рисунке 5.3 представлен общий вид несущей конструкции.

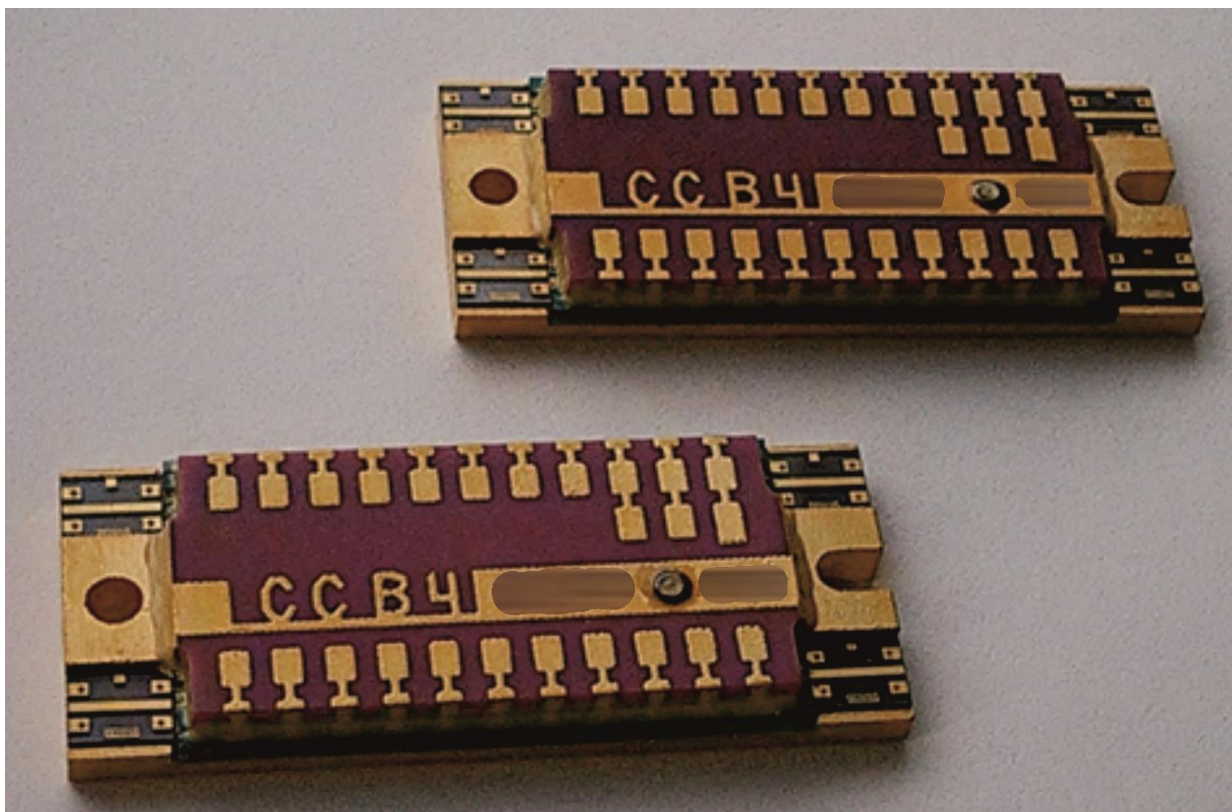


Рисунок 5.3 – Внешний вид несущей конструкции ППМ АФАР

ГЛАВА VI. ПРОВЕДЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ И КЛИМАТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ ОПЫТНЫХ ОБРАЗЦОВ ТЕПЛОТВОДЯЩИХ ОСНОВАНИЙ ИЗ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА SIC-AL

Целью испытаний является оценка характеристик теплоотводящих оснований для УЭМ, проверка в условиях, максимально приближенных к условиям реальной эксплуатации (применения, использования) продукции, а также принятие решения о возможности промышленного производства и реализации продукции.

6.1 Используемое оборудование

Для проведения испытаний по ГОСТ 20.57.406 на стойкость к воздействию внешних факторов было использовано поверенное оборудование, указанное в таблице 6.1. Также в указанном перечне приведена специальная испытательная оснастка, разработанная для крепления теплоотводящих оснований и осуществления испытаний на синусоидальную вибрацию и одиночного/многократного удара.

Таблица 6.1 – Перечень применяемого испытательного оборудования

№ п/п	Наименование вида испытания на ВВФ	Наименование средств измерений	Тип и обозначение	Заводской номер
1	Прочность при воздействии синусоидальной вибрации	Вибростенд	УВЭ 5/10000	№ 425
2	Испытание на воздействие ударов одиночного и многократного действия	Ударный стенд	12МУ50/1470	№246
3	Испытание на воздействие изменения температуры среды	Термобарокамера	STBV-1000-IV	№ 285475

№ п/п	Наименование вида испытания на ВВФ	Наименование средств измерений	Тип и обозначение	Заводской номер
4	Испытания на воздействие повышенной влажности воздуха	Климатическая камера	TV-1000	№ 269321
5	Прочность при воздействии синусоидальной вибрации, испытание на воздействие ударов одиночного и многократного действия	Специальная испытательная оснастка	№ 583.601	Аттестат №80 от 06.02.2015 г.

6.2 Проведение испытаний

Полученные образцы теплоотводящих оснований с соответствующим фракционным составом (SiC - 50+5мкм) из композиционного материала SiC-Al были подвергнуты механическим и климатическим испытаниям. Режимы и методы испытаний на механические и климатические факторы представлены в таблице 6.2.

Стойкость образцов теплоотводящих оснований к воздействию механических факторов контролируют по ГОСТ 20.57.406-81 испытаниями:

- на вибропрочность при воздействии синусоидальной вибрации;
- на воздействие механического удара одиночного действия;
- на воздействие механического удара многократного действия.

При испытаниях на воздействие механических факторов способ крепления – с помощью разработанной оправки.

При воздействии механических факторов допускаются нарушения покрытий в местах контакта несущих конструкций с оправкой, а также под головками крепежных винтов.

Испытание на прочность при воздействии синусоидальной вибрации проводят методом 103-1.

Испытания проводят по режиму:

- диапазон частот, Гц 10-2000;
- амплитуда ускорения, g 20.

Испытания проводятся по координатам оси ОХ.

Испытания проводят на вибростенде УВЭ 5/10000 или любом другом, обеспечивающем не большую погрешность установления режима испытания.

Теплоотводящее основание считают выдержавшей испытания, если в процессе испытаний параметры-критерии годности соответствуют нормам, после испытаний отсутствуют механические повреждения теплоотводящего основания.

Испытание на воздействие ударов одиночного действия проводят методом 106-1.

Испытания проводят по режиму:

- пиковое ударное ускорение, g 150;
- длительность действия ударного ускорения, мс 0,1-2;
- количество ударов в каждом направлении 3.

Испытания проводят на ударном стенде 12МУ50/1470 или любом другом, обеспечивающем не большую погрешность установления режима испытания.

Теплоотводящее основание считают выдержавшей испытания, если в процессе испытаний параметры-критерии годности соответствуют нормам, после испытаний отсутствуют механические повреждения теплоотводящего основания для УЭМ.

Испытание на воздействие ударов многократного действия проводят методом 104-1.

Испытания проводят по режиму:

- пиковое ударное ускорение, g 150;
- длительность действия ударного ускорения, мс 1-5;
- количество ударов 10000.

Испытания проводят на ударном стенде 12МУ50/1470 или любом другом, обеспечивающем не большую погрешность установления режима испытания.

Теплоотводящее основание считают выдержавшей испытания, если в процессе испытаний параметры-критерии годности соответствуют нормам, после испытаний отсутствуют механические повреждения теплоотводящего основания.

Стойкость теплоотводящих оснований к воздействию климатических факторов контролируют по ГОСТ 20.57.406-81 испытаниями:

- на воздействие изменения температуры среды;
- на воздействие повышенной влажности воздуха.

Испытание на воздействие изменения температуры среды проводят методом 205-1.

Испытания проводят по режиму:

- диапазон изменения температуры, °С от минус 65 до +85;
- время выдержки в каждой камере, минут 30;

Время выдержки в нормальных климатических условиях после извлечения из камеры после окончания последнего цикла испытаний перед контролем параметров-критериев годности – не менее 1 часа.

Испытания проводят в термобарокамере STBV-1000, обеспечивающей не большую погрешность установления режима испытания.

Испытания на воздействие повышенной влажности воздуха проводят методом 207-1.

Для проведения испытаний опытные образцы теплоотводящих оснований помещают в камеру для климатических испытаний и подвергают воздействию повышенной относительной влажности воздуха 98 % при температуре плюс 40°С при длительности выдержки в камере 21 суток.

Испытания проводят в камере TV-1000 или любой другой, обеспечивающей не большую погрешность установления режима испытания.

Теплоотводящие основания считают выдержавшей испытания, если в процессе испытаний параметры-критерии годности соответствуют нормам, после испытаний отсутствует нарушения покрытия.

Опытные образцы теплоотводящих оснований для УЭМ прошли все испытания без отклонений по параметрам-критериям годности.

Таблица 6.2 – Режимы испытаний образцов теплоотводящих оснований

Наименование воздействующего фактора, его характеристика, единица измерения	Значения внешних воздействующих факторов	Метод испытаний по ГОСТ 20.57.406	Примечание
Механические факторы			
1 Синусоидальная вибрация: - диапазон частот, Гц - амплитуда ускорения, g	10-2000 20	103-1	1,2
2 Механический удар одиночного действия: - пиковое ударное ускорение, g - длительность действия ударного ускорения, мс	150 0,1-2	106-1	2
3 Механический удар многократного действия: - пиковое ударное ускорение, g - длительность действия ударного ускорения, мс - количество ударов	150 1-5 10000	104-1	2
Климатические факторы			
4 Повышенная температура среды: - максимальное значение при эксплуатации, °С	85	205-1	3
5 Пониженная температура среды: - минимальное значение при эксплуатации, °С	-65	205-1	3
6 Повышенная влажность воздуха: - относительная влажность при температуре 40 °С, %	98	207-2	4
<p>Примечания.</p> <p>1 Испытания проводятся по одной координатной оси ОХ.</p> <p>2 Требования к изделию предъявляются только на прочность.</p> <p>3 Время выдержки в каждой камере 30 мин, 3 цикла.</p> <p>4 Допускается проводить ускоренные испытания в течение 21 суток.</p>			

Все опытные образцы прошли испытания на механические и климатические факторы. На образцах отсутствуют механические повреждения (сколы, трещины, разломы), покрытие Ni-Au сохранило свою целостность, а также функциональные и защитные свойства.

6.3 Дополнительные исследования

С целью дополнительной проверки теплоотводящих свойств материала в данной работе также был проведен эксперимент по распределению тепла на теплоотводящих основаниях под нагрузкой. Нагрузка представляет собой пластину поликора (Al_2O_3), имеющую размеры 0,5x2x4,55 мм, на поверхность которой последовательно нанесена металлизация тантала и меди. Тантал задает необходимое сопротивление нагрузки, а медная металлизация необходима для пайки контактов к резистору (рисунок 6.1).



Рисунок 6.1 – Схематическое изображение нагрузки

Исследуемые материалы: МД-50, SiC-Al двух производителей (Россия и Китай), Al-C. План эксперимента:

- пропускание через одинаковые нагрузки ($R=78 \text{ Ом}$) тока ($I=0,14 \text{ А}$) под напряжением ($U=11,5 \text{ В}$), припаянных на теплоотводящие основания из разных материалов;
- снятие показаний температуры с нагрузки с помощью тепловизора Testo 882.

На рисунке 6.2 изображены снятые термограммы для каждого типа теплоотводящих оснований через 4 минуты после включения нагрузки ($R=78 \text{ Ом}$, $I=0,14 \text{ А}$, $U=11,5 \text{ В}$), а температурный профиль показывает распределение нагрева нагрузки по ее длине.

При одинаковых условиях проведения эксперимента для 4-х типов материалов оснований, наименьшее значение T_{\max} на нагрузке принадлежит образцу SiC-Al (Россия) – 99,5 °С, что свидетельствует о его высоких параметрах теплопроводности. Однако распределение тепла на подложке происходит неравномерно из-за специфической матричной структуры, полученной в процессе пропитки заготовки SiC.

Второе место по наименьшему значению T_{\max} на нагрузке принадлежит композиту Al-C – 99,8 °С. МД-50 имеет значение T_{\max} на нагрузке 100,5 °С. Наибольшее значение T_{\max} принадлежит композиту SiC-Al (Китай) 111,6 °С, однако распределение тепла по подложке более однородное, чем у отечественного композита.

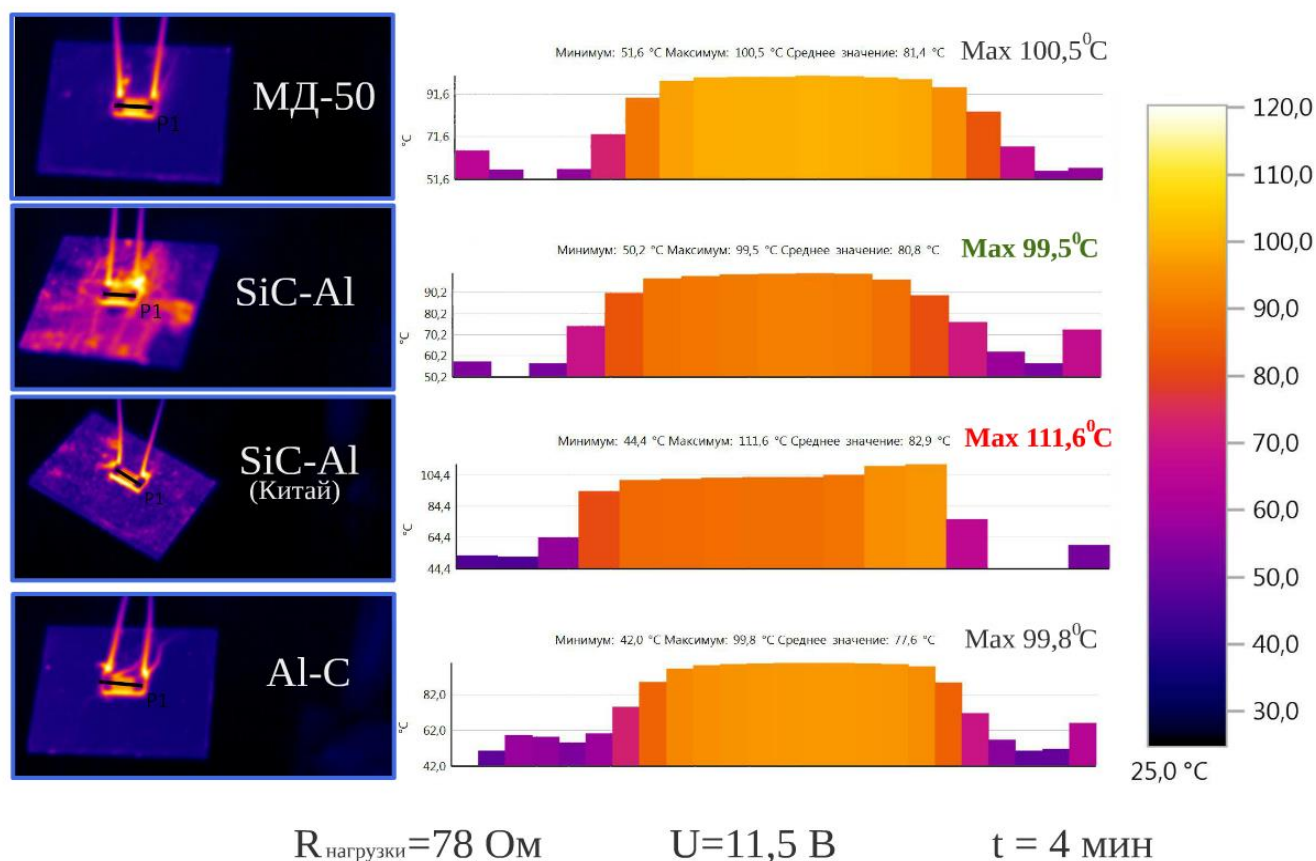


Рисунок 6.2 – Изображения температурных профилей на нагрузках на разных материалах теплоотводящих оснований

6.4 Выводы по главе

Полученные по разработанной технологии производства опытные образцы теплоотводящих оснований из композиционного материала SiC-Al выдержали приемочные испытания, что подтверждается актом приемочных испытаний (приложение Б). Конструкторская и технологическая документация пригодна для освоения серийного производства.

Выводы

1. Усовершенствованная технология производства композитов на основе систем Cu-Mo и Cu-W позволила улучшить характеристики изготавливаемого материала, а также повысить выход годной продукции до 85%.
2. С помощью программного комплекса QForm3D разработана и исследована модель рабочего инструмента оснастки для горячего прессования металлматричных композиционных материалов, на основе расчетов были определены фактические напряжения и деформации рабочего инструмента. Показано, что при заданных режимах прессования инструмент работает в пределах упругих деформаций (max напряжения – 130 МПа, max деформации – 0,00023 мм), что обеспечивает его высокую работоспособность.
3. Разработана технологическая оснастка из стали 4Х5МФС для осуществления процесса горячего прессования и пропитки заготовок алюминиевым расплавом под давлением.
4. Разработана технология производства макетов из композиционных материалов методом горячего прессования (давление до 25 МПа при $T=0,9T_{пл}$ и изотермическая выдержка до 10 минут). Технология позволяет получить композиционные материалы на основе матрицы из меди, алюминия и его сплавов с содержанием наполнителя до 70%.
5. Проведенные рентгенофлуоресцентные исследования по элементному картированию образцов показали возможность экспрессного использования этого метода для определения однородности распределения компонентов в композитах на основе системы Cu-Mo.
6. Получены зависимости ТКЛР различных композитов SiC-Cu от температуры; установлено, что с уменьшением в композите медной составляющей ТКЛР материала уменьшается.
7. На основе проведенных исследований установлено, что использование карбида кремния с гексагональной структурой сингонии 6Н модификаций α -SiC и

алюминиевого сплава с содержанием кремния 7...12%, позволяет получить композит SiC-Al с теплопроводностью до 240 Вт/м·°С.

8. Определен состав композиционного материала SiC-Al (SiC: 65÷70 вес. %; Al_{расплав}: 35÷30 вес. %) и разработана технология производства и для изделий субмодулей АФАР, позволяющие по сравнению с прототипом повысить: плотность на 1 процент (3,08 г/см³); теплопроводность на 25 процентов (240 Вт/м·К) и обеспечить заданный температурный коэффициент линейного расширения композиционного материала $7,5\div 7,9\times 10^{-6}\text{ К}^{-1}$

9. Разработана и опробована в промышленных условиях технология производства изделий из композиционного материала SiC-Al в виде теплоотводящих оснований для субмодулей АФАР. Многоступенчатая технология пропитки алюминиевым расплавом заготовки под давлением, с достижением максимального усилия 800 кН и выдержкой в течение 30 с, позволяет получить изделия с однородной кристаллической структурой матрицы и минимальной остаточной пористостью менее 1%.

10. Проведенные испытания изделий по ГОСТ 20.57.406, изготовленных по разработанной технологии, на внешние воздействующие механические и климатические факторы показали, что образцы пригодны для освоения в серийном производстве. На образцах, прошедших испытания, не обнаружено механических повреждений (сколов, трещин, нарушений целостности покрытия Ni-Au) и отсутствуют признаки коррозии (пятна, вспучивание покрытия). Результаты подтверждены протоколами испытаний.

Разработанные технологии внедрены на предприятии АО «НПП «Исток» им. Шокина». Подана заявка на изобретение № 2016121725 «Способ изготовления изделия из композиционного материала для электронной техники СВЧ» (приоритет: 01.06.2016 г.).

Список использованной литературы

1. Болотова Л.К. О методах исследования в композиции «металлическая матрица - частицы или НК SiC». / Л.К. Болотова, И.Е. Калашников, Т.В. Корж, Т.А. Чернышова // Адгезия расплавов и пайка материалов. - 1994. - №31. - С. 69-73.
2. Yan C., Lifeng W., Jianyue R. Multi-functional SiC/Al. Composites for Aerospace Applications. Chinese Journal of Aeronautics, 2008, Vol. 21, pp. 578-584.
3. Cheung R. Silicon carbide microelectromechanical systems for harsh environments / Imperial College Press, 2006. — P. 3.
4. Stan M., Cojocaru F., Miron D., Marinescu R. Possibilities for Microwave Sintering of Technical Ceramics Materials. // Material de Constructi, 1998, v. XXVIII, no. 2, pp. 102-105.
5. Hanada K., Matsuzaki K., Sano T., Mater J. Process. Technol. 2004, pp. 153–154.
6. Barcena J., Maudes J., Vellvehi M., Jorda X., Obieta I., Guraya C., Bilbao L., Jimenez C., Merveille C., Coletto J. Acta Astronaut. 2008, p. 62.
7. И.Г. Аксянов, М.Е. Компан, И.В. Кулькова. Комбинационное рассеяние светавмозаинных пленках карбида кремния //Физика твердого тела. – 2010, т. 52, вып. 5.
8. Ацюховский В.А. Эфиродинамические основы электромагнетизма, 2-е издание, - М: энергоатомиздат, 2011,-194с.
9. J. Schell. Unidirectional heat transmitter.Патент США № 3.372.723, кл. 165-32,1971.
10. Phelan P.E., Ito K. and Hijikata K.,Ohmon T. Thermal resistance of metallic point contacts. Experimental heat transfer, Fluid mechanics and thermodynamics, 1993, p. 1688-1695.
11. Харитонов В.В., Якутии Н.В. Контактный теплообмен разнородных материалов // Журнал технической физики. Т. 67. №2.1997, с. 1-6.
12. Новиков В.С. Фононный перенос тепла через реальный контакт твердых тел // В кн. Теплофизика и теплотехника. вып. 18. Киев: изд-во

АН УССР с. 126-131.

13. L.C. Davis, B.E. Artz. J. Appl. Phys. 1995, p. 77.
14. А.М. Абызов, С. Ююдалов, Ф.М. Шахов. Термическое сопротивление границы раздела фаз композита//Физика твердого тела. –2012, т.54, вып 1.
15. Справочник по редким металлам,- М., Изд-во Мир, 1965.
16. Эспе В. Технология электровакуумных материалов, т.1 - М., Изд-во Госэнергоиздат, 1962.
17. Диаграммы состояния двойных металлических систем, т.т. 1-3/ под ред. акад. Н.П.Лякишева; - М., Изд-во Машиностроение, 1997.
18. Разработка базовых технологий производства специальных технологических и конструкционных материалов, термостойкого клея: Отчет о НИР/ Н.Д. Урсуляк, М.Н. Хабачев, Б.В. Македонский - Шифр темы «Защита-ТК» - Фрязино., 2013 г.
19. Occhioner M.A., Nay R.A., Adams R.W., Fennessy K.P. Aluminum silicon carbide (AlSiC) Thermal management Packaging For High Density Packaging applications. Proceedings of SPIE, 1999, pp. 1-6.
20. Разработка композиционного материала системы SiC-Al и определение на основе его свойств требований к пресс-форме для получения оснований с минимальным припуском на механическую обработку: Отчет по СЧ ОКР/ А.Г. Налогин, А.Н. Пашков - Шифр темы «Комплекция -5-Композит» - Фрязино, 2012 г.
21. Н.П. Литвиненко, Ю.Д. Чистяков. Пайка алюминия и его сплавов в электронной технике. Обзоры по электронной технике. Серия: Технология, организация производства и оборудование. Вып. 14 (1066), М.: ЦНИИ «Электроника», 1984, с. 52.
22. QForm: моделирование процессов обработки металлов давлением [Электронный ресурс]. - <http://www.qform3d.ru/products/qfv8> (дата обращения: 15.12.2016).
23. Чернышова Т.А., Михеев Р.С., Калашников И.Е., Акимов И.В., Харламов Е.И. Разработка и апробация композиционных материалов систем Al-

SiC и Al-TiC в узлах трения нефтедобывающего оборудования // Физика и химия обработки материалов. – 2010. – № 5. С. –79.

24. Разработка базовой технологии создания облегченных базовых несущих конструкций из алюминиевых сплавов и композиционных материалов для радиоэлектронной аппаратуры авиационного и космического базирования с повышенной в 1,5-2 раза стойкостью к внешним воздействиям и эффективным теплоотводом по элементам конструкции: Отчет по ОКР/ А.Г. Налогин, А.Н. Пашков, Н.П. Зубков, Ю.Н. Калашников, О.В. Лебедева, Т.Н. Ершова - Шифр темы «Легкость» - Фрязино., 2015 г.

25. Грибовский П.О., Горячее литье керамических изделий, М-Л, Госэнергоиздат, 1961, с. 293.

26. Добровольский А.Г. Шликерное литье / М.: Metallurgia, 1977 - 240 с.

27. A. Johnsson. Rate-controlled thermal extraction of organic binders from injection-moulded bodies / A. Johnsson, E. Calstrom, L. Hermansson, R. Carlson // Adv. Ceram., №9, P. 241-245, (1983).

28. S.W. Lai. Fabrication of particulate aluminum-matrix composites by liquid metal infiltration. / S.W. Lai, D.D.L. Chung // Journal of Materials Science, 1994, № 29, pp. 3128 - 3150.

29. X. Qu. Review of metal matrix composites with high thermal conductivity for thermal management applications. / X. Qu and other // Progress in Natural Science, Materials International 21. - 2011, pp. 189-197.

30. M.A. Occhionero. Aluminum silicon carbide (AlSiC) for thermal management solutions and functional packaging designs / M.A. Occhionero, R.A. Hay, R.W. Adams, K.P. Fennessy // IMAPS November 1998. - San Diego Meeting.

ПРИЛОЖЕНИЕ А Акт об изготовлении опытных образцов

СОГЛАСОВАНО

Зам. Генерального директора-
главный контролер
АО «НПП «Исток» им. Шокина»
С.В. Герасименко

« » 2015 г.

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
АО «НПП «Исток» им. Шокина»



А.А. Борисов
2015г.

АКТ

об изготовлении опытных образцов облегченных теплоотводящих оснований для УЭМ в соответствии с ТЗ в ОКР «Разработка базовой технологии создания облегченных базовых несущих конструкций из алюминиевых сплавов и композиционных материалов для радиоэлектронной аппаратуры авиационного и космического базирования с повышенной в 1,5-2 раза стойкостью к внешним воздействиям и эффективным теплоотводом по элементам конструкции», шифр «Легкость» выполняемой АО «НПП «Исток» им.Шокина» в соответствии с государственным контрактом от «07» апреля 2014 г. № 14411.1929999.11.050 .

Настоящий акт составлен в том, что в процессе выполнения этапа 2 ОКР «Легкость» изготовлены опытные образцы облегченных теплоотводящих оснований для УЭМ в количестве 50 шт.

Зам. начальника ОТК

Начальник отдела 180

Главный конструктор
ОКР «Легкость»

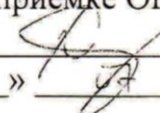
Three handwritten signatures are written vertically in the center of the page, corresponding to the three roles listed on the left.

К.И. Максимов

Н.П. Зубков

А.Г. Налогин

УТВЕРЖДАЮ

Председатель комиссии
по приемке ОКР «Легкость»
 Д.В. Петров
«31» _____ 2015 г.

А К Т
приемочных испытаний
опытных образцов облегченных базовых несущих конструкций
(КРПГ.741542.279, РТБС.301413.001, РТБС.301442.001, РТБС.301445.001),
разработанных в рамках ОКР «Легкость»
и прошедших предварительные испытания

Комиссия по проведению приемочных испытаний, действующая на основании «Порядка приемки НИОКР, завершаемых во втором полугодии 2015г. в рамках ФЦП «Развитие электронной компонентной базы и радиоэлектроники» на 2008-2015 годы», заказчиком которых является Департамент радиоэлектронной промышленности, утвержденного 01 июня 2015 г. заместителем Министра промышленности и торговли Российской Федерации, в составе:

- председатель комиссии – Петров Д.В. – ведущий специалист отдела
Департамента радиоэлектронной промышленности
Минпромторга России;
- заместитель председателя комиссии – Александров А.А. – ведущий научный сотрудник
отдела ФГУП «МНИИРИП»;
- члены комиссии:
- Налогин А.Г. – главный конструктора ОКР
«Легкость», главный технолог – начальник сектора
АО «НПП «Исток» им. Шокина»;
 - Зубков Н.П. – начальника отдела 180
АО «НПП «Исток» им. Шокина»;
 - Валеев А.К. – генеральный директор
ООО «НПП «Металл-Композит»;
 - Костишин В.Г. заведующий кафедрой
НИТУ «МИСиС»;
 - Юдина Т.Ф. – заведующая кафедрой
ФГБОУ «ИГХТУ»;
 - Ефимов В.В. – начальник департамента исследований
и разработок ОАО «Концерн «Орион»,

в период с 29 июля 2015 г. по 31 июля 2015г. провела приёмочные испытания опытных образцов облегченных базовых несущих конструкций (далее по тексту – облегченных БНК).

Испытания проводились на испытательной базе АО «НПП «Исток» им. Шокина» по программе и методикам, разработанным АО «НПП «Исток» им. Шокина» и утвержденным председателем комиссии по приёмке ОКР «Легкость» Петровым Д.В.

1 Облегченные БНК предназначены для размещения усилителей, передающих, приемо-передающих электронных СВЧ модулей и унифицированных субмодулей АФАР X-диапазона и другой РЭА авиационного и космического базирования, функционирующих при высоких уровнях выходной мощности.

2 Цели испытаний

Проверка и подтверждение соответствия опытных образцов изделия требованиям ТЗ и проекта ТУ в условиях, максимально приближенных к условиям реальной эксплуатации (применения, использования) продукции, а также принятие решения о возможности промышленного производства и реализации продукции.

3 Краткое изложение результатов испытаний

3.1 Объект испытаний – опытные образцы облегченных БНК – 2 компл., в том числе:

- опытные образцы теплоотводящих оснований для УЭМ – 20 шт.;
- опытные образцы облегченных БНК-1 – 1 шт., БНК-2 – 1шт, БНК-3 – 1шт (зачтено по результатам предварительных испытаний).

3.2 На приемочные испытания представлены КД и ТД литеры «О» облегченных БНК.

3.3 Оформление, комплектность и содержание документов соответствуют требованиям стандартов ЕСКД и ЕСТД (Протокол проверки КД и ТД от 29 июля 2015 г.).

3.4 Зачасть положительные результаты предварительных испытаний опытных образцов облегченных БНК по пунктам 4, 5, 6, 8, 9, 11, 13, 15, 20 таблицы 4.1 и по пунктам 1-7, 10-24 таблицы 4.2 программы и методик приемочных испытаний (протоколы предварительных испытаний №1 от 05.06.2015 г., №2 от 06.05.2015 г., №4 от 08.05.2015 г., №6 от 05.06.2015 г., №8 от 16.06.2015 г., №9 от 06.05.2015 г., №10 от 25.06.2015 г., №12 от 06.05.2015 г, протоколы испытаний №№1-3 от 04.03.2015 г. протоколы от 13.07.15 г. № Л1-01, № Л1-02, № Л1-03, № Л1-03, № Л1-04, № Л1-05, № Л1-06, № Л1-07, № Л1-10, № Л1-11, № Л1-12, № Л1-13, № Л1-15, №Л1-16, № Л1-17, № Л1-18, № Л1-19, № Л1-20, № Л1-21, № Л1-22, № Л1-23, № Л1-24).

3.5 По разделу 4 «Программы и методики приемочных испытаний» на основании проведенных испытаний установлено, что опытные образцы облегченных БНК соответствуют требованиям ТЗ, представленным в

таблицах 4.1, 4.2 (Протоколы №№1-16 приемочных испытаний от 30 июля 2015 г и протоколы от 13.07.15 г. № Л1-01, № Л1-02, № Л1-03, № Л1-03, № Л1-04, № Л1-05, № Л1-06, № Л1-07, № Л1-10, № Л1-11, № Л1-12, № Л1-13, № Л1-15, №Л1-16, № Л1-17, № Л1-18, № Л1-19, № Л1-20, № Л1-21, № Л1-22, № Л1-23, № Л1-24).

На основании проведенных приёмочных испытаний установлено, что опытные образцы облегченных БНК соответствуют требованиям ТЗ, представленным в п. 3.1 и п. 3.5. Соответствие основных параметров опытных образцов облегченных теплоотводящих оснований для УЭМ требованиям ТЗ приведено в таблице 1.

Таблица 1 – Соответствие основных параметров опытных образцов облегченных теплоотводящих оснований для УЭМ требованиям ТЗ.

Наименование параметра, единица измерения	Норма по ТЗ	Результат испытаний	Документ, подтверждающий результат	Заключение о соответствии
1	2	3	4	5
Удельная плотность теплоотводящих оснований, г/см ³	от 2,8 до 3,2	3,177-3,183	Протокол №1 от 30.07.2015 г.	Соответствует
ТКЛР, $\alpha \times 10^{-6}$, °С $\times 10^{-1}$	от 5,0 до 8,0	7,5-7,8	Протокол №2 от 30.07.2015 г.	Соответствует
Прочность на изгиб, σ , МПа	не менее 250	373-415	Протокол №3 от 30.07.2015 г.	Соответствует
Теплопроводность, Вт/м \times °С	не менее 180	180-201	Протокол №4 от 30.07.2015 г.	Соответствует
Допуск на основание в плоскости X-Y, мм	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$	Протокол №5 от 30.07.2015 г.	Соответствует
Защитное покрытие	Al-Ni-Au	Al-Ni-Au	Протокол №6 от 30.07.2015 г.	Соответствует

Соответствие основных параметров опытных образцов облегченных БНК-1, БНК-2 и БНК-3 требованиям ТЗ и программе и методикам испытаний приведено в таблице 2.

Таблица 2 – соответствие основных параметров опытных образцов облегченных БНК-1, БНК-2 и БНК- требованиям ТЗ и программе и методикам испытаний.

Наименование параметра, единица измерения	Норма по ТЗ и программе и методикам испытаний	Результат испытаний	Документ, подтверждающий результат	Заключение о соответствии
1	2	3	4	5
БНК-1 наружная длина, мм	225 ±0,3	225,1	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-1 наружная ширина, мм	17,5 +0 -0,3	17,3	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-1 наружная высота, мм	170 +0 -0,4	170,0	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-2 наружная длина, мм	275 ±0,6	275,1	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-2 наружная ширина, мм	425 ±0,6	425,4	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-2 наружная высота, мм	275 +0 -0,6	274,7	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-2 внутренняя длина, мм	225 ±0,6	225,2	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-2 внутренняя ширина, мм	375 ±0,6	375,1	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-2 внутренняя высота, мм	225 +0,6 -0	225,0	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-3 наружная длина, мм	600 +0 -5	599,5	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-3 наружная ширина, мм	600 +0 -5	600,0	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-3 наружная высота, мм	800 +0 -5	798,2	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-3 внутренняя длина, мм	500 +5 -0	500,6	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-3 внутренняя ширина, мм	500 +2 -1	500,4	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует
БНК-3 внутренняя высота, мм	550 +2 -0	550,8	Протокол № Л1-03 от 13.07.15 г.	Соответствует

3.6 По результатам приёмочных испытаний составлены протоколы испытаний и ведомость соответствия опытных образцов облегченных теплоотводящих оснований для УЭМ КРПГ.741542.279 и опытных образцов базовых несущих конструкций БНК-1 РТБС.301413.001, БНК-2 РТБС.301442.001, БНК-3 РТБС.301445.001 требованиям ТЗ.

4 Дополнительно были проведены испытания по оценке конструктивно-технологических запасов (КТЗ) стойкости облегченных БНК к воздействию повышенной рабочей температуры среды.

4.1 По результатам проведенных испытаний по оценке КТЗ стойкости облегченной БНК-1 РТБС.301413.001, облегченной БНК-2 РТБС.301442.001 и облегченной БНК-3 РТБС.301445.001 определен уровень безопасной нагрузки по воздействию повышенной температуры среды, который составил 120 °С, и получена оценка КТЗ стойкости к воздействию повышенной рабочей температуры среды, который составил 1,41.

5. Рекомендации комиссии по результатам испытаний опытных образцов облегченных БНК:

- признать результаты приёмочных испытаний положительными;
- присвоить КД и ТД литеру «О1».

6 Опытные образцы облегченных БНК – 5 компл. (в том числе опытные образцы теплоотводящих оснований для УЭМ – 50 шт., опытные образцы облегченных БНК-1 – 2 шт., БНК-2 – 2 шт., БНК-3 – 1 шт.), подвергнутые предварительным и приёмочным испытаниям на предельных нагрузках, израсходовавшие ресурс надежности и пришедшие в негодность, подлежат списанию и утилизации установленным порядком.

7 Выводы комиссии:

Опытные образцы облегченных БНК выдержали приемочные испытания и соответствуют требованиям ТЗ. Конструкторская и технологическая документация пригодна для освоения серийного производства.

Приложения:


1 Акт предварительных испытаний опытных образцов облегченных теплоотводящих оснований для УЭМ на 1 л.

2 Акт предварительных испытаний опытных образцов облегченных БНК-1, БНК-2 и БНК-3 на 2 л.


3 Протоколы приемочных испытаний опытных образцов облегченных БНК №№ 1-15 от 30 июля 2015 г. на 34 л.


4 Ведомость соответствия разработанных облегченных БНК требованиям ТЗ на 24 л.

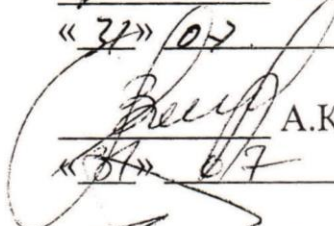
Заместитель председателя комиссии



А.А.Александров
«31» 07 2015 г.

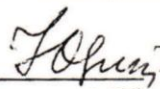
Члены комиссии:

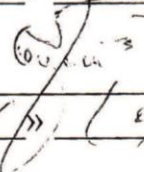

А.Г.Налогин
«31» 07 2015 г.


Н.П.Зубков
«31» 07 2015 г.


А.К.Валеев
«31» 07 2015 г.


В.Г.Костишин
«31» 07 2015 г.


Т.Ф.Юдина
«31» 07 2015 г.


В.В.Ефимов
«31» 07 2015 г.


ПРИЛОЖЕНИЕ В Разработанные технические условия на основании
теплоотводящие облепченные

МИНИСТЕРСТВО ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Акционерное общество «НПП «Исток» им. Шокина»

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
Департамента
радиоэлектронной
промышленности
Минпромторга России

 П.П. Куцъко
« 7 » 08 2015 г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель
генерального директора –
директор по научной работе
АО «НПП «Исток»
им. Шокина»

 С.В. Щербаков
« » 2015 г.

ОСНОВАНИЕ ТЕПЛООТВОДЯЩЕЕ ОБЛЕПЧЕННОЕ

Технические условия

Лист утверждения

КРПГ.741542.279 ТУ-ЛУ

Количество листов – 2

СОГЛАСОВАНО

Первый заместитель директора
ФГУП «МНИИРИП»

 В.М. Исаев
« » 2015 г.

СОГЛАСОВАНО

Главный конструктор
ОКР «Легкость»

 А.Г. Налогин
« » 2015 г.



Подп. и дата	
Инв. № дубл.	
Взам. инв. №	
Подп. и дата	
Инв. № подл.	



Продолжение на следующем листе

Рекомендуются комиссией по приемке ОКР к утверждению

Председатель комиссии

31.07.15



Д.В. Петров

Заместитель председателя комиссии



А.А. Александров

Члены комиссии:




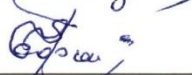

А.Г. Налогин

Н.П. Зубков

А.К. Валеев

В.Г. Костишин

Т.Ф. Юдина

В.В. Ефимов

Изн. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подп. и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

РТБС.301413.001ТУ-ЛЮ

Лист
2