

УДК 681.2.082

doi:10.21685/2072-3059-2021-2-5

Особенности контроля металлокерамического спая в вакуумных коммутарующих устройствах

Е. А. Алимова

Научно-исследовательский институт
электронно-механических приборов, Пенза, Россия
Пензенский государственный университет, Пенза, Россия
alimova_ae@mail.ru

Аннотация. *Актуальность и цели.* Объектом исследования являются металлокерамические спаи вакуумных коммутарующих устройств. Предметом исследования являются вопросы влияния толщины и химического состава металлизированного слоя на качество сцепления с керамическим корпусом вакуумных коммутарующих устройств. Целью данной работы является исследование причин, влияющих на вакуумную плотность вакуумных коммутарующих устройств. *Материалы и методы.* В работе были проведены исследования спая никеля с корундовой керамикой типа ВК94 и ВК95. Для достижения поставленной цели в работе использовались методы растровой электронной микроскопии и электронно-зондового микроанализа. *Результаты.* Установлены причины, влияющие на вакуумную плотность вакуумных коммутарующих устройств, и даны рекомендации по ее улучшению. *Выводы.* Показано, что введение в технологические процессы производства изделий электронной техники методов растровой электронной микроскопии позволяет повысить достоверность контроля на наноразмерном уровне, что, в свою очередь, приводит к улучшению тактико-технических характеристик готовых изделий.

Ключевые слова: керамика, металлокерамический спай, слой металлизации, фракттографический анализ, растровая электронная микроскопия, толщина слоя никеля

Для цитирования: Алимова Е. А. Особенности контроля металлокерамического спая в вакуумных коммутарующих устройствах // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. 2021. № 2. С. 53–62. doi:10.21685/2072-3059-2021-2-5

Control features of the metal-ceramic seal in vacuum switching devices

E.A. Alimova

Research Institute of Electronic and Mechanical Devices, Penza, Russia
Penza State University, Penza, Russia
alimova_ae@mail.ru

Abstract. *Background.* The object of the research is the metal-ceramic seals of the vacuum switching devices. The subject of the research is the thickness and chemical composition influence of the metallized layer on the adhesion quality with the ceramic body of vacuum switching devices. The purpose of this work is to study the reasons affecting the vacuum density of vacuum switching devices. *Materials and methods.* The research of nickel and corundum ceramics soldering of the VK94 and VK95 types was carried out in this work. To achieve this goal the methods of scanning electron microscopy and electron probe microanalysis were used. *Results.* The reasons influencing the vacuum density of vacuum switch-

ing devices are established and recommendations for its improvement are given. *Conclusions.* It is shown that the introduction of scanning electron microscopy methods into the technological processes of the electronic devices production makes it possible to increase the control reliability at the nanoscale level that leads to an improvement in the tactical and technical characteristics of finished products.

Keywords: ceramics, metal-ceramic seal, metallization layer, fractographic analysis, scanning electron microscopy, nickel layer thickness

For citation: Alimova E.A. Control features of the metal-ceramic seal in vacuum switching devices. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Povolzhskiy region. Tekhnicheskie nauki = University proceedings. Volga region. Engineering sciences.* 2021;2:53–62. (In Russ.). doi:10.21685/2072-3059-2021-2-5

Введение

«Вакуумные коммутающие устройства (ВКУ) широко используются в радиотехнической аппаратуре для коммутации высоких напряжений и больших токов в наносекундном диапазоне (рис. 1). Областью применения ВКУ являются стационарная и бортовая аппаратура связи, комплексы радио-электронного противодействия, антенно-фидерные устройства и т.д.» [1].



Рис. 1. Внешний вид вакуумных коммутающих устройств

«ВКУ состоит из двух основных узлов: вакуумного блока с рабочими контактами и электромагнитного привода. Вакуумный блок представляет собой металлокерамическую вакуумно-плотную камеру из последовательно спаянных керамических деталей и соединительной арматуры. <...> Жесткие условия эксплуатации и повышенные требования к надежности требуют применения особых методов пайки соединений металлической арматуры ВКУ с керамическим корпусом вакуумной камеры» [1]. «Качество и надежность соединения металла с керамикой во многих случаях являются неудовлетворительными из-за разнородности природы межатомных связей этих материалов» [1]. Процесс металлизации керамики, технология пайки достаточно хорошо описаны в литературе, но нет научно обоснованных данных по оптимальной толщине слоя металлизации и слоя никелевого покрытия, по их влиянию на качество готовых изделий, нет и предложений по неразрушаю-

щим способам контроля этих параметров. В нормативной документации регламентируются 30–60 мкм для слоя металлизации и 6–9 мкм для слоя никеля без учета параметров собственно керамики. Целью данной работы является исследование причин, влияющих на вакуумную плотность ВКУ [2–10].

1. Материалы и методы исследования

«Как правило, вакуумная камера ВКУ изготавливается из корундовой (алюмооксидной) керамики типа ВК 94 и ВК 95, для которой характерны высокое поверхностное ($\approx 10^{11}$ Ом·см) и объемное ($\approx 10^{13}$ Ом·см) электрические сопротивления» [3]. «Данная керамика обладает высокой механической прочностью, низкой газопроницаемостью в широком диапазоне температур и позволяет обеспечить давление в рабочем объеме вакуумной камеры до 10^{-10} мм рт.ст. <...> Токопроводящие выводы выполняются из листовой меди» [3]. «Для снижения внутренних напряжений в спае керамического кольца с выводом и заглушкой используется компенсационное кольцо из молибдена, значение коэффициента теплового расширения (КТР) которого близко к КТР керамики» [3]. «Коммутационные характеристики ВКУ в значительной степени определяются качеством металлокерамического спая, на которое влияют следующие причины»:

- нестабильность толщины никелевого покрытия;
- наличие высокой концентрации кислорода в слое металлизации;
- превышение нормативных размеров участков стеклофазы в слое металлизации;
- низкая прочность металлокерамического спая;
- высокая пористость используемой керамики.

Нарушение вакуумной плотности – основной вид брака после пайки высокотемпературными припоями металлизированной керамики с медью или медно-никелевыми сплавами. Основными причинами нарушения качества слоя металлизации являются крупные включения стеклофазы в слое металлизации, что приводит к снижению его прочности при термоциклировании, а также недостаточная толщина слоя никеля [1], ухудшающая смачиваемость припоем.

Для исследования причин, влияющих на качество металлокерамического спая, целесообразно использовать методы растровой электронной микроскопии (РЭМ). Растровая электронная микроскопия – это метод формирования изображения путем сканирования поверхности исследуемого объекта тонко сфокусированным электронным пучком и регистрации сигналов различной природы, возникающих в результате взаимодействия электронов с веществом. Разрешение РЭМ достигает 3–10 нм.

Базой для проведения исследований является Научно-исследовательский институт электронно-механических приборов (АО «НИИЭМП»), специализирующийся на разработке и промышленном выпуске ВКУ. Исследование качества спая металла с керамикой в работе проводилось с помощью растрового электронного микроскопа TESCAN VEGA 3 SBH (рис. 2). Микроскоп, который использовался при проведении исследований, оснащен энергодисперсионным спектрометром «X-MAX 20», позволяющим проводить электронно-зондовый микроанализ (рис. 3). Для того чтобы определить дефекты

металлокерамического спая слоя металлизации керамики, использовался фрактографический анализ изломов спая керамики с металлом.



Рис. 2. Растровый электронный микроскоп (РЭМ) TESCAN VEGA 3 SBH



Рис. 3. Энергодисперсионный спектрометр X-MAX 20 для электронно-зондового микроанализа

2. Результаты

В работе [3] авторами были проведены исследования геометрических параметров толщины слоев и химический состав металлизированной корундовой керамики, используемой при изготовлении ВКУ. «Для первичного определения различий в химическом составе испытуемого изделия использовался детектор отраженных электронов» [3].

«Изображения, полученные при помощи отраженных электронов, несут в себе информацию о распределении различных элементов в проверяемом изделии. Далее при помощи энергодисперсионного детектора определялся химический состав в конкретной точке или средняя концентрация веществ в определенной области испытуемого изделия» [3].

Гальваническое никелирование поверхности слоя металлизации керамики типа ВК94 является самым распространенным технологическим процессом, обеспечивающим вакуумную плотность при пайке припоем ПСр72 за

счет хорошей смачиваемости. Контроль толщины никеля проводят капельным методом или измерениями на специально подготовленных микрошлифах, которые относятся к разрушающим методам, а также неразрушающим способом непосредственно на деталях. Предварительные исследования показали, что при толщине слоя никеля до 2 мкм на его поверхности обнаружено большое количество оксидов никеля, алюминия, кремния, молибдена. Такой состав существенно увеличивает время травления при капельном контроле, что приводит к завышенным результатам измерения. При контроле металлографическим методом замечено, что иногда длительная полировка шлифа вызывает «размазывание» мягкого никеля, которое приводит к завышенным результатам измерений. Анализ слоя никеля на поверхности шлифа показал наличие всех элементов, входящих в состав металлизации (рис. 4). В процессе исследований для упрощения подготовки образцов и получения более достоверных результатов был апробирован микроскопический фрактографический анализ. Предварительно перед получением качественного излома на поверхность никеля наносили слой универсального клея (ТУ 2252-023-90192380-2011 «Клей-холодная сварка»). Клей обеспечивал хорошую адгезию с поверхностью, легко раскалывался, что позволяло уменьшить влияние квазискола мягкого никеля и уверенно определить его границы.

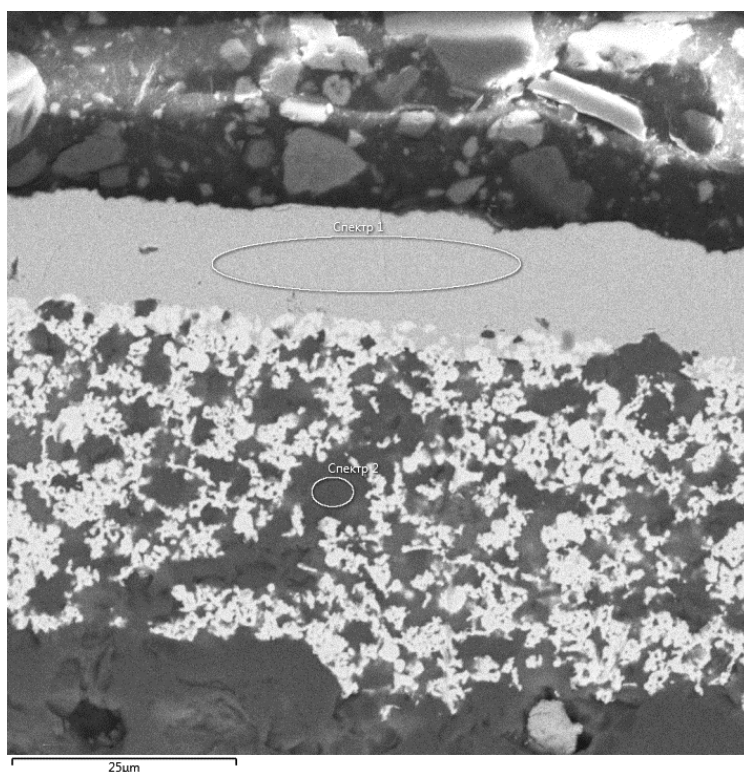


Рис. 4. Включения стеклофазы в слое металлизации

Основная трудность в нанесении гальванического никеля на слой металлизации – окисленная поверхность последнего. Приходится применять значительные усилия при обвязке деталей, чтобы обеспечить надежный контакт медной проволоки с покрываемой поверхностью, а в первые десятки се-

кунд – повышенную плотность тока. Интерес представляет применение реверсивного тока, что ускоряет процесс осаждения металлов, улучшает равномерность покрытий, снижает пористость и внутренние напряжения в слое. Однако эта технология не дала положительных результатов. Опытная партия деталей различных размеров и шириной слоя металлизации от 1 до 3 мм после нанесения никеля с применением реверсивного тока не обеспечила вакуумную плотность после пайки на 20 % деталей. Остальные детали не выдержали операции термоциклирования. Анализ показал, что толщина слоя никеля составляет 5–7 мкм, при этом обнаружено его отслаивание от основного слоя металлизации (рис. 5).

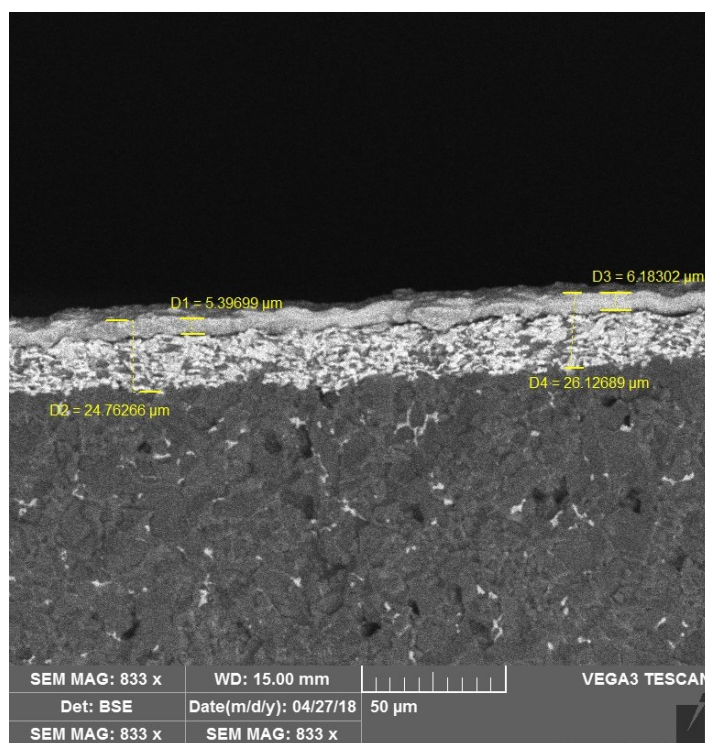


Рис. 5. Отслаивание слоя никеля при реверсе

Поверхность никеля имеет серый оттенок и высокую шероховатость, а химический анализ показал значительное содержание оксидов алюминия (рис. 6), которые присутствуют в объеме слоя никеля. Технология никелирования с применением реверса представляет определенный интерес, но необходимы дополнительные исследования. Исследование фрактограмм слоев металлизации керамики многочисленных партий деталей показало, что в подавляющих случаях толщина слоя никеля в одной партии деталей имеет большой разброс в пределах 0,3–7 мкм. Это связано с неудовлетворительным контактом медной проволоки с покрываемой поверхностью и неравномерностью распределения плотности тока при одновременной загрузке больших партий деталей в ванну никелирования.

При толщине слоя 0,3–1,2 мкм в поверхности никеля обнаружены те элементы, которые входят в состав слоя металлизации (рис. 7). Поверхность никеля с таким составом не обеспечивала качественную пайку за счет ухуд-

шения смачиваемости. При толщине никеля 1,5 мкм значительно уменьшается содержание оксидов алюминия (рис. 8). Поверхность никеля при 2 мкм не содержит примесей (рис. 9).

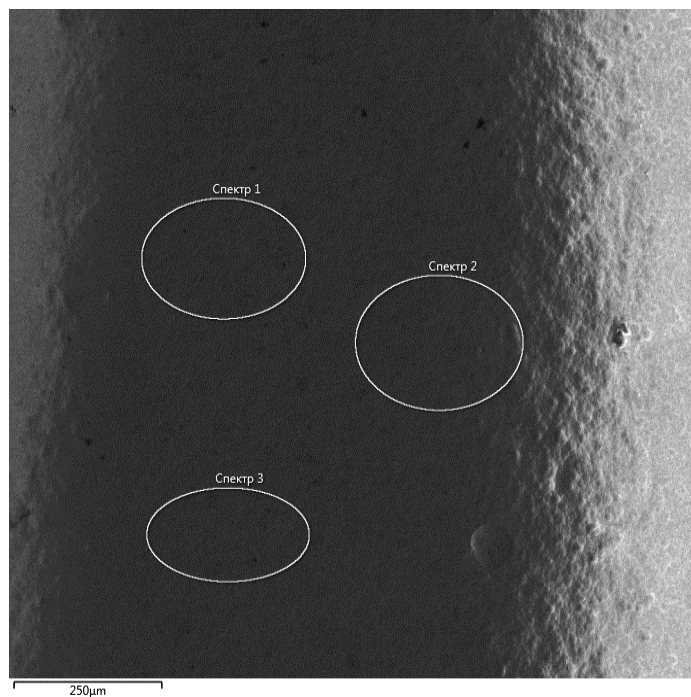


Рис. 6. Поверхность никеля, нанесенного с применением реверса

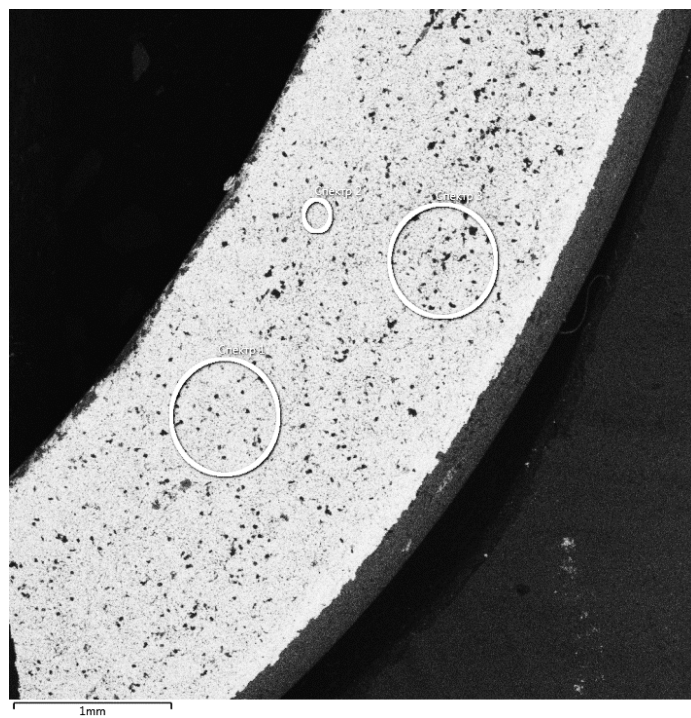


Рис. 7. Поверхность никеля при толщине менее 0,5 мкм

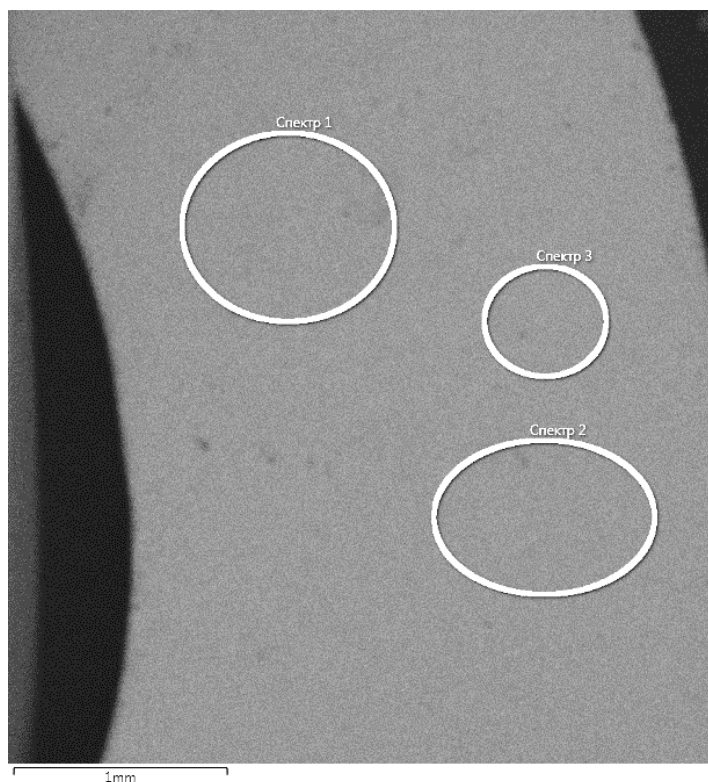


Рис. 8. Поверхность никеля при толщине 1,5 мкм

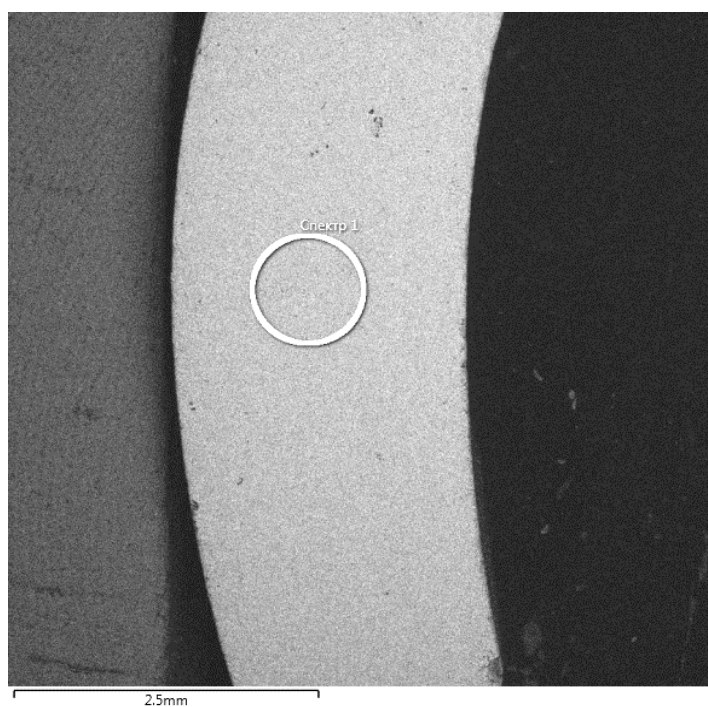


Рис. 9. Поверхность никеля при толщине 2 мкм

Заключение

Таким образом, в результате проведенных исследований установлено, что для того чтобы был обеспечен вакуумноплотный спай между корундовой керамикой и металлической арматурой в слое металлизации, кислород не должен превышать 30 %, при этом толщина самого слоя металлизации должна быть около 20–35 мкм. При толщине никелевого покрытия в 2 мкм поверхность не имеет примесей, обеспечивая хорошую смачиваемость припоем. В процессе нанесения слоя Ni необходимо обратить внимание на контакт медной проволоки с металлизированным слоем. В случае необходимости отжиг деталей после нанесения никеля следует проводить в защитной среде при 500 °С.

Список литературы

1. Дерябин Д. В., Алимова Е. А., Смирнов Г. А., Шульгин А. В., Ольховой А. А. Качество слоя металлизации керамики марок ВК94, ВК95 // Надежность и качество сложных систем. 2018. № 2 (22). С. 55–60.
2. Рот А. Вакуумные уплотнения. М. : Энергия, 1971. 195 с.
3. Алимова Е. А., Солодимова Г. А., Ишков А. С. Фрактографический анализ металлизированных керамических корпусов вакуумных реле // Технология металлов. 2018. № 11. С. 39–43.
4. Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ : в 2 кн. : пер. с англ. М. : Мир, 1984. 303 с.
5. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. М. : Техносфера, 2006. 384 с.
6. Батаев В. А., Батаев А. А., Алхимов А. П. Методы структурного анализа материалов и контроля качества деталей. Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2006. 220 с.
7. Смирнов М. Г., Емелин Д. М., Смирнов Г. А. ТермоЭДС промышленных сталей и сплавов // Металловедение и термическая обработка металлов. 2014. № 4. С. 54–55.
8. Термоэлектрический анализатор металлов и сплавов ТАМИС // Контроль. Диагностика. 2017. № 3. С. 37.
9. Масленникова Г. Н., Харитонов Ф. Я., Костюков Н. С., Пирогов К. С. Технология электрокерамики. М. : Энергия, 1994. 257 с.
10. Масленникова Г. Н., Харитонов Ф. Я., Дубов И. А. Технологический расчет в керамике. М. : Стройиздат, 1994. 327 с.

References

1. Deryabin D.V., Alimova E.A., Smirnov G.A., Shul'gin A.V., Ol'khovoy A.A. The quality of the metallization layer of ceramics VK94, VK95. *Nadezhnost' i kachestvo slozhnykh sistem = Reliability and quality of complex systems*. 2018;2(22):55–60. (In Russ.)
2. Rot A. *Vakuumnye uplotneniya = Vacuum seals*. Moscow: Energiya, 1971:195. (In Russ.)
3. Alimova E.A., Solodimova G.A., Ishkov A.S. Fractographic analysis of metallized ceramic housings of vacuum relays. *Tekhnologiya metallov = Metal technology*. 2018;11:39–43. (In Russ.)
4. Gouldsteyn Dzh., N'yuberi D., Echlin P., Dzhoy D., Fiori Ch., Lifshin E. *Rastrovaya elektronnaya mikroskopiya i rentgenovskiy mikroanaliz: v 2 kn.: per. s angl. = Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis: in 2 books: translated from English*. Moscow: Mir, 1984:303. (In Russ.)

5. Brandon D., Kaplan U. *Mikrostruktura materialov. Metody issledovaniya i kontrolya = Microstructure of materials. Research and control methods*. Moscow: Tekhnosfera, 2006:384. (In Russ.)
6. Bataev V.A., Bataev A.A., Alkhimov A.P. *Metody strukturnogo analiza materialov i kontrolya kachestva detaley = Methods for structural analysis of materials and quality control of parts*. Novosibirsk: Izd-vo NGTU, 2006:220. (In Russ.)
7. Smirnov M.G., Emelin D.M., Smirnov G.A. TermoEDS industrial steels and alloys. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov = Metallurgy and heat treatment of metals*. 2014;4:54–55. (In Russ.)
8. Thermoelectric analyzer of metals and alloys TAMIS. *Kontrol'. Diagnostika = Control. Diagnostics*. 2017;3:37. (In Russ.)
9. Maslennikova G.N., Kharitonov F.Ya., Kostyukov N.S., Pirogov K.S. *Tekhnologiya elektrokeramiki = Electroceramic technology*. Moscow: Energiya, 1994:257. (In Russ.)
10. Maslennikova G.N., Kharitonov F.Ya., Dubov I.A. *Tekhnologicheskii raschet v keramike = Technological calculation in ceramics*. Moscow: Stroyizdat, 1994:327. (In Russ.)

Информация об авторах / Information about the authors

Елена Александровна Алимova

инженер-метролог, Научно-исследовательский институт электронно-механических приборов, (Россия, г. Пенза ул. Каракозова, 44); аспирант, Пензенский государственный университет (Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40)

E-mail: alimova_ae@mail.ru

Elena A. Alimova

Engineer-metrologist, Research Institute of Electronic and Mechanical Devices (44 Karakozova street, Penza, Russia); postgraduate student, Penza State University (40 Krasnaya street, Penza, Russia)

Поступила в редакцию / Received 23.04.2021

Поступила после рецензирования и доработки / Revised 03.05.2021

Принята к публикации / Accepted 18.05.2021